

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université de 08 Mai 1945 Guelma
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département d'Electrotechnique et Automatique

THESE



En vue de l'obtention du Doctorat en Génie Electrique

Option: Electrotechnique

Titre de la thèse:

Déclin de potentiel sur la surface de matériaux granulaires isolants

Présenté par: **Mokdad REMADNIA**

Composition du Jury :

Président:	Pr TEBBIKH Hicham	Université de Guelma
Rapporteur:	Pr NEMAMCHA Mohamed	Université de Guelma
Co-Rapporteur:	Pr DASCALESCU Lucien	Université de Poitiers
Examineurs:	Pr ZEBOU DJ Youcef	Université de Bejaia
	Dr LEMZADMI Ahcene	Université de Guelma
	Pr HEROUS Lazhar	Université d'Annaba

Janvier 2012

Remerciements

Ce travail a été effectué dans le cadre d'un accord programme CMEP entre l'Institut PPRIME-IUT d'Angoulême et le Laboratoire de Génie Electrique de Guelma sous la direction scientifique de Monsieur **Mohamed NEMAMCHA** Professeur à l'université de Guelma et directeur du laboratoire LGEG. Je le prie de trouver ici l'expression de mes sentiments et le témoignage de ma profonde gratitude.

J'exprime ma reconnaissance à Monsieur le Professeur **Lucien DASCALESCU** qui m'a accueilli au sein de son équipe d'Électrostatique Appliquée, au Laboratoire d'Étude Aérodynamique de l'université de Poitiers. Je le remercie pour tout ce qu'il a apporté à cette thèse, aussi bien pour son encadrement scientifique que pour ses encouragements.

Je tiens aussi à remercier les membres de mon jury. J'adresse mes plus vifs remerciements à Monsieur **Hicham TEBBIKH**, Professeur à l'Université de Guelma d'avoir accepté de présider ce jury. Je suis très honoré que Monsieur **Youcef ZEBOUDJ**, Professeur à l'Université de Bejaia, Monsieur **Lazhar HEROUS** Professeur à l'Université de Annaba et Monsieur **Ahcene LEMZADMI**, Maître de Conférence à l'université de Guelma, aient accepté d'être examinateurs de ce travail.

Enfin, je remercie chaleureusement le service de coopération Algéro-Française pour avoir financé ce travail.

Résumé

Les déchets d'équipements informatiques sont composés d'une grande diversité de matériaux plastiques. Ceux-ci sont triés par nature (ABS, PC, HIPS, PP, etc.) et granulés avant d'être extrudés et utilisés pour fabriquer de nouvelles pièces. Les solutions techniques de recyclage des déchets plastiques sont nombreuses. La gestion des déchets plastiques évolue favorablement, les collectes sélectives se sont progressivement généralisées. Parallèlement, les producteurs et transformateurs du secteur plastique ont pris conscience de l'enjeu. En effet le recyclage permet d'économiser une grande quantité d'énergie primaire, notamment du pétrole, la principale matière première de la plupart des matériaux plastiques. Le développement de ce secteur industriel nécessite la recherche et le développement de nouvelles technologies de séparation physique.

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à la caractérisation du comportement de charge/décharge des particules isolantes millimétriques à la surface d'une électrode reliée à la terre. Nous avons réalisé nos mesures sur deux classes de matériaux isolants qui se trouvent dans les mélanges non conducteurs granulaires triés par les séparateurs électrostatiques: l'ABS (Acrylonitrile-Butadiène-Styrène) et le HIPS (High-Impact Polystyrene) provenant de déchets d'équipements informatiques

Les travaux réalisés ont permis de mettre en évidence l'intérêt de l'utilisation de la méthode des plans d'expériences à la quantification des effets des facteurs (potentiel initial, nombre de couches et classe granulométrique), ainsi que des interactions entre eux, par l'évaluation du taux de déclin de potentiel de surface, à court et à long terme. Cette technique est particulièrement intéressante, elle nous a permis de proposer des modèles mathématiques pour exprimer les taux de DPS dans les granules de HIPS.

De ces résultats, il ressort également les qualités de la mesure du potentiel de surface comme outil d'analyse des propriétés diélectriques. Nous avons mis en évidence pour les deux classes de matériaux isolants la cohabitation de deux processus: la polarisation et l'injection de charge. On montre également que le taux du déclin de potentiel en surface est fortement conditionné par ces facteurs, l'augmentation du potentiel initial accélère le taux du déclin de potentiel. Par ailleurs, l'augmentation du nombre de couches et la classe granulométrique des particules diminue le taux de DPS.

Ce travail constitue donc une approche innovante qui permet de corréliser les mesures du déclin de potentiel de surface et la méthode de plans d'expériences qui constituent des outils très intéressants pour mieux prédire les résultats d'un processus de séparation électrostatique.

Abstract

The waste computer equipments are composed of a wide variety of plastic materials, which are sorted out by nature (ABS, PC, HIPS, PP, etc.) and granulated before extrusion to produce new products. There are numerous technical solutions to recycle plastic waste. The plastic waste treatment is in continuous progress, as selective collection schemes have gradually been generalized. Plastics producers and processors are aware of the fact that recycling contributes to saving a great quantity of primary energy, especially crude oil, which is the main raw material for this industrial sector. However, the development of the recycling activities requires research and development of new technologies of physical separation.

The main aim of this work is to characterize the charging/discharging behavior of mm-sized insulating particles forming uniform layers at the surface of grounded electrode. The study was carried out on two classes of insulating materials that typically compose the non-conductive granular mixtures sorted by electrostatic separators: ABS (Acrylonitrile-Butadiene-Styrene) and HIPS (High Impact Polystyrene-) derived from the processing of waste computer equipments.

Design of experiments has proved to be an effective method to quantify the effects of control factors (initial potential, number of layers and particle size), as well as the interactions between them, by evaluating the surface potential decay rate, in the short and long terms. This technique is particularly interesting as it can be used to generate mathematical models to express the rate of Surface Potential Decay of HIPS granules.

These results also demonstrate the quality of SPD measurements as an analysis tool of dielectric properties. They pointed out for the two classes of insulating materials the coexistence of two processes: polarization and charge injection, which both influence the surface potential decay rate. Thus, the increase of the initial potential accelerates the SPD, while, the increase in the number of layers and the particle size of particles decelerates the SPD.

The innovative approach of this work, consisting in correlating the measurements of the surface potential decay and the method of design of experiments, contributed to the better prediction of the outcome of electrostatic separation processes.

ملخص

تتكون نفايات أجهزة الإعلام الآلي من مجموعة كبيرة من المواد البلاستيكية، يتم فرزها - و هي على شكل حبيبات - حسب نوعها قبل عملية البثق لتصنيع قطع جديدة، و من أجل ذلك توجد حلول تقنية لإعادة تصنيع هذه المواد البلاستيكية، كما أن عملية تجميعها تشهد تطورا ملحوظا، و بالموازاة مع ذلك أصبح لدى المنتجين و المصنعين درجة كبيرة من الوعي تجاه هذه العملية، فإعادة التصنيع تسمح بالمحافظة على كميات كبيرة من الطاقة الأولية و على رأسها المادة الأولية التي تدخل في صناعة معظم المواد البلاستيكية و هي النفط، لكنه في حقيقة الأمر لا تزال عملية إعادة التصنيع تتطلب المزيد من البحث لتطوير تكنولوجيات جديدة للفصل المادي.

في هذه الأطروحة سلطنا الضوء على دراسة خصائص شحن و تفريغ جزيئات عازلة مليمترية متواجدة على سطح قطب موصل بالأرض، حيث أجرينا قياساتنا على فئتين من المواد العازلة (الأكريلو نيتريل بوتادين ستايرين و البوليستيرين هاي أمباكت) تم الحصول عليها من نفايات أجهزة الإعلام الآلي.

الدراسة التجريبية سمحت لنا بإظهار أهمية استخدام طريقة تصميم التجارب لدراسة تأثير العوامل التالية: التوتر الكهربائي و عدد الطبقات و حجم الحبيبات، بالإضافة إلى التفاعلات المتواجدة بين هذه العوامل الثلاثة، و هذا من خلال تقييم انخفاض التوتر الكهربائي على مستوى سطح الطبقات في المدى القريب و البعيد، فقد سمحت لنا هذه التقنية المثيرة للإهتمام بإقتراح نماذج رياضية للتعبير عن نسبة الانخفاض الكهربائي في المواد العازلة التي نحن بصدد دراستها.

هذه الدراسة أظهرت لنا تواجد كل من ظاهرتي الاستقطاب و حقن الشحن، لقد برهنا أن نسبة انخفاض التوتر الكهربائي تتأثر جدا بالعوامل المذكورة سالفًا، حيث أن زيادة التوتر الكهربائي تسرع نسبة انخفاضه على مستوى السطح، بينما زيادة عدد طبقات و حجم الحبيبات تنقص نسبة إنخفاض التوتر الكهربائي.

هذا العمل يشكل نهجا مبتكرا يسمح لنا بالربط بين قياسات انخفاض التوتر الكهربائي و طريقة تصميم التجارب و هما تشكلان أدوات هامة جدا للتنبؤ بنتائج أفضل لعملية الفصل الكهربائي.

TABLE DES MATIERES

Chapitre I: ETAT DE L'ART

I.1	Recyclage de matériaux plastiques provenant de déchets d'équipement informatique	12
I.2	Installations de séparations électrostatiques de matériaux granulaires	14
I.2.1	Séparateurs à champ couronne	14
I.2.2	Séparateurs Tribo-électrostatiques	16
I.3	Décharge des particules isolantes à la surface d'une électrode tournante reliée à la terre	17
I.4	Position des techniques de potentiel de surface: inconvénients et avantages possibles	19
I.5	Orientation de travail	20
I.6	Guide de lecture	20

Chapitre II: METHODOLOGIE DES PLANS D'EXPERIENCES

II.1.	Introduction	22
II.2.	Introduction aux plans d'expériences	22
II.2.1.	Notion d'espace expérimental	22
II.2.2.	Notion de surface de réponse	25
II.2.3.	Notion de modélisation mathématique	25
II.2.4.	Principaux avantages des plans d'expériences	26
II.3.	Plans factoriels	26
II.3.1.	Concepts fondamentaux: effets, interactions	27
II.3.1.1.	Effet d'un facteur	29
II.3.1.2.	Interaction entre deux facteurs	31
II.3.1.3.	Calcul de l'effet d'un facteur	32
II.3.1.4.	Matrice de calcul des effets	32
II.3.2.	Plans factoriels complets	33
II.3.3.	Plans factoriels fractionnaires	35
II.4.	Plans d'expériences pour l'étude des surfaces de réponse	36
II.4.1.	Modèle polynomial du second degré	37
II.4.2.	Plan composite centré	38

II.5. Analyse statistique des modèles	39
II.5.1. Homogénéité de la variance de l'erreur expérimentale	40
II.5.2. Test de signification des coefficients du modèle	40
II.5.3. Validation du modèle	43
II.5.4. Qualité du modèle	44
II.5.4.1. Qualité descriptive du modèle	44
II.5.4.2. Qualité prédictive du modèle	45
II.6. Logiciels des plans d'expérience	46

Chapitre III: SEPARATION TRIBO-AERO-ELECTROSTATIQUE D'UN MELANGE GRANULAIRE ISOLANT (HIPS /ABS)

III.1. Introduction	47
III.2. Charge triboélectrique des matériaux granulaires	47
III.2.1. Mécanismes physiques	48
III.3. Lits fluidisés	49
III.3.1. Fluidisation des matériaux granulaires	49
III.3.2. Forces aérodynamiques et électrostatiques	50
III.4. Installations expérimentales	56
III.4.1. Principe de fonctionnement	56
III.4.2. Génération du champ électrique intense	58
III.5. Etude de la faisabilité du processus de séparation Tribo-aéro-électrostatique d'un mélange granulaire isolant (HIPS/ABS)	60
III.6. Conclusion	64

CHAPITRE IV: CONTEXTE ET MISE EN ŒUVRE DE LA CARACTERISATION DES PARTICULES GRANULAIRES ISOLANTES

IV.1. Contexte industriel.	65
IV.2. Matériaux testés	65
IV.3. Démarche expérimentale	67
IV.3.1. Poste de charge des particules isolantes	68
IV.3.1.1. Processus de charge	69
IV.3.2. Poste de mesure du déclin de potentiel en surface	71
IV.3.2.1. Instrument virtuel pour l'analyse de potentiel en surface	72
IV.3.2.2. Principe de mesure sans contact de potentiel en surface	73

CHAPITRE V: CARACTERISATION DE PARTICULES ISOLANTES PAR MESURES DE DECLIN DE POTENTIEL EN SURFACE

V.1. Introduction	75
V.2. Caractéristiques courant-tension du système d'électrode	75
V.2.1. Système d'électrode <i>Duale</i>	75
V.2.2. Système d'électrode <i>Triode</i>	76
V.3. Résultats du déclin de potentiel en surface	77
V.3.1. Granules de HIPS	77
V.3.2. Granules d'ABS	81
V.4. Déclin de potentiel en fonction de la nature du matériau granulaire	83
V.5 Effet de l'humidité relative sur le déclin de potentiel dans le HIPS et l'ABS	84
V.6. Modélisation du taux de déclin de potentiel de surface de granules de HIPS par la méthode des plans d'expériences	85
V.6.1. Grandeur d'intérêt et facteurs	86
V.6.2. Modèle mathématique	86
V.6.3. Analyse statistiques des données	88
V.6.4. Résultats de l'étude en polarité négative	88
V.6.5. Résultats de l'étude en polarité positive	92
V.7. Conclusion	97
VI. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES	98
VI.1. Conclusion	98
VI.2. Perspectives	99
VII. BIBLIOGRAPHIE	101
VIII. ANNEXES	107
VIII.1. Table de la loi de Student	107
VIII.2. Table de Fisher-Snedecor	109

Liste des figures.

Figure I.1: Proportion des différentes matières dans les composants informatiques.....	12
Figure I.2: Séparateur couronne-électrostatique de laboratoire (CARPCO Inc., Jacksonville, Fl).....	15
Figure I.3: Séparateur à chute libre et à champ couronne.....	15
Figure I.4: Séparateur électrostatique à tambour.....	16
Figure I.5: Séparateur tribo-électrostatique à chute libre.....	17
Figure I.6: Forces agissant sur une particule isolante chargée à la surface d'une électrode cylindrique tournante reliée à la terre.....	18
Figure II.1: Le niveau bas du facteur est noté par - 1 et le niveau haut par +1. Le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut.....	23
Figure II.2: Chaque facteur est représenté par un axe gradué et orienté. Les axes des facteurs sont orthogonaux entre eux. L'espace ainsi défini est l'espace expérimental.....	23
Figure II.3: Dans l'espace expérimental, les niveaux des facteurs définissent des points expérimentaux.....	24
Figure II.4: Les points expérimentaux sont disposés dans le domaine d'étude défini par l'expérimentateur.....	24
Figure II.5: Les réponses associées aux points du domaine d'étude forment la surface de réponse. Les quelques réponses mesurées aux points du plan d'expériences permettent de calculer l'équation de la surface de réponses.....	25
Figure II.6: Définition du domaine d'étude.....	27
Figure II.7: Représentation de l'effet d'un facteur dans le plan vertical passant par x_2 ..	31
Figure II.8: Projection des points d'expériences d'un plan fractionnaire sur les faces du cube.....	36
Figure II.9: Plan composite pour l'étude de deux facteurs. Les points factoriels sont en rouge, les points en étoile sont en bleu, les points centraux sont en blanc.....	39
Figure II.10: Le résidu se décompose en deux écarts: 1. l'écart expérimental; 2. l'écart d'ajustement.....	41
Figure III.1: L'effet triboélectrique et l'échange de la charge électrique entre deux surfaces.....	47
Figure III.2: La modélisation des niveaux superficiels qui explique le processus de triboélectrisation est basé sur le transfert de charge entre les surfaces de contact et la présence des niveaux d'énergie dans la bande interdite des polymères.....	48
Figure III.3: Diagrammes des niveaux d'énergie qui expliquent la triboélectrisation de deux granules de différents polymères par la théorie des niveaux superficiels de haute densité.....	49
Figure III.4: Les régimes de lit fluidisé en fonction de la vitesse de fluidisation; U_{mf} : vitesse minimale de fluidisation; U_{mb} : vitesse minimale d'apparition des boules; U_t : vitesse de transport pneumatique.....	50
Figure III.5: Le phénomène physique responsable de la force Van der Waals: polarisation électrique des atomes ou molécules neutres.....	51

Figure III.6: Représentation de différentes forces intervenant dans l'interaction particule / parois.....	54
Figure III.7: (a) Principe de la séparation Tribo-aéro-électrostatique; (b) photographie du séparateur tribo-aéro-électrostatique, IUT d'Angoulême de l'Institut Pprime, Université de Poitiers. France.....	57
Figure III.8: La soufflante SCL K06, 3 kW, IUT d'Angoulême de l'Institut Pprime, Université de Poitiers.....	58
Figure III.9: Système d'électrode utilisée dans le séparateur Tribo-aéro-électrostatique; (a) schéma, (b) Photographie de la bande transporteuse.....	59
Figure III.10: Alimentation haute tension modèle ES20P-5 (+20 kV ; 5 W), IUT d'Angoulême de l'Institut Pprime, Université de Poitiers.....	59
Figure III.11: Photographie des granules de l'ABS (blanche) et de HIPS (grise).....	60
Figure III.12: Taux de récupération des produits purs en fonction de la masse du mélange granulaire après $t = 30s$ (a) et $t = 60s$ (b); ($T = 18^{\circ}C$; $RH = 40\% \pm 1$, $n = 16$ cm/s et $V_{\text{électrode}} = \pm 11$ kV).....	62
Figure III.13: Taux de récupération des produits purs en fonction de la masse du mélange granulaire après $t = 60s$; ($T = 18^{\circ}C$; $RH = 20\% \pm 1$, $n = 16$ cm/s et $V_{\text{électrode}} = \pm 11$ kV).....	63
Figure IV.1: Aspect des granules d'ABS (a) et de HIPS (b).....	66
Figure IV.2: Dispositif expérimental de caractérisation des particules isolantes par la mesure de potentiel de surface. (a): Schéma du dispositif expérimental, (b): Photographie du dispositif.....	68
Figure IV.3: Dispositif expérimental de charge par décharge couronne (a): Schéma du système Triode, (b): schéma de l'électrode dual.....	69
Figure IV.4: Photographie du système Triode.....	69
Figure IV.5: Photographie de la grille.....	69
Figure IV.6: Décharge couronne dans le système triode de charge.....	70
Figure IV.7: Poste de mesure du déclin de potentiel en surface.....	71
Figure IV.8: Panneau frontal de l'instrument virtuel pour mesurer le potentiel en surface des particules granulaires.....	72
Figure IV.9: Principe de mesure sans contact de potentiel de surface.....	73
Figure IV.10: Couplage capacitif entre la sonde et la surface de l'échantillon.....	73
Figure V.1: Caractéristiques courant-tension du système d'électrode dual.....	76
Figure V.2: Caractéristiques courant-tension du système Triode (Classe granulométrique: 0.9mm; Nombre de couche granulaire: 2).....	76
Figure V.3: Déclin potentiel en fonction de la tension initiale dans le HIPS après $t=30min$ (a) et $t=10s$ (b) à $T=20^{\circ}C$ et $RH=35\% \pm 1\%$ (polarité négative).....	78
Figure V.4: Caractéristiques $V(t) / V_0$ à $T=20^{\circ}C$ et $RH=35\% \pm 1\%$ (polarité négative)..	79
Figure V.5: Déclin potentiel en fonction de la tension initiale dans le HIPS à $T=20^{\circ}C$ et $RH=35\% \pm 1\%$ (polarité positive).....	80

Figure V.6: Caractéristiques $V(t) / V_0$ à $T=20^{\circ}\text{C}$ et $RH=35\% \pm 1\%$ (polarité positive)...	81
Figure V.7: Déclin potentiel en fonction de la tension initiale dans l'ABS après $t=30\text{min}$ (a) et $t=10\text{s}$ (b) à $T=20^{\circ}\text{C}$ et $RH=35\% \pm 1\%$ (polarité négative).....	82
Figure V.8: Déclin de potentiel en fonction de la nature du matériau granulaire $V_0=3,2\text{kV}$ (en valeur absolue); $T=18^{\circ}\text{C}$; $RH=45\%$, Classe granulométrique: 0.9mm; Nombre de couche granulaire: 2.....	83
Figure V.9: Effet de l'humidité relative sur le DPS dans les granules de HIPS et l'ABS après $t=30\text{min}$ (a) et $t=60\text{s}$ (b); $V_0=3,2\text{kV}$ (en valeur absolue); $T=18^{\circ}\text{C}$; Classe granulométrique: 0.9mm.....	85
Figure V.10: Diagramme d'un plan factoriel complet des essais réalisés.....	87
Figure V.11: Iso-contours des taux prédits du déclin de potentiel en surface à court terme $D_{200\text{s}}$ (a) et à long terme $D_{1800\text{s}}$ (b) en fonction du nombre de couche granulaire N et le potentiel initiale V_0	91
Figure V.12: Relevés graphiques des taux prédits du déclin de potentiel en surface à court terme $D_{200\text{s}}$ (a) et à long terme $D_{1800\text{s}}$ (b) en fonction de: potentiel initiale V_0 (polarité négative), la classe granulométrique d et le nombre de couche granulaire N . les calculs ont été effectués avec le logiciel MODDE 8.0, pour un niveau de confiance de 0,95.....	92
Figure V.13: Iso-contours des taux prédits du déclin de potentiel en surface à court terme $D_{200\text{s}}$ (a) et à long terme $D_{1800\text{s}}$ (b) en fonction de la classe granulométrique d et le potentiel initiale V_0	94
Figure V.14: Relevés graphiques des taux prédits du déclin de potentiel en surface à court terme $D_{200\text{s}}$ (a) et à long terme $D_{1800\text{s}}$ (b) en fonction de: potentiel initiale V_0 (polarité positive), la classe granulométrique d et le nombre de couche granulaire N . les calculs ont été effectués avec le logiciel MODDE 8.0, pour un niveau de confiance de 0,95.....	95

Liste des tableaux.

Tableau I.1: Présence des matériaux thermoplastiques dans les principaux types d'équipements informatiques.....	13
Tableau II.1: Matrice d'expériences.....	28
Tableau II.2: Matrice de calcul des effets.....	33
Tableau II.3: Matrice d'expériences du plan fractionnaire du plan 2^3	36
Tableau II.4: Tableau de l'analyse de régression.....	44
Tableau III.1: Forces de Van der Waals et de pesanteur en fonction de la taille des particules, d'après Higuchi.....	52
Tableau III.2: Forces d'interaction électrostatique entre deux sphères chargées.....	53
Tableau III.3: Masses des produits purs récupérés (HIPS et ABS) à partir de différentes masses du mélange granulaire.....	61
Tableau III.4: Masse des produits purs récupérés à partir de différentes masses du mélange granulaire pour un temps de séparation $t = 60\text{ s}$, à $RH = 20\% \pm 1\%$	64

<i>Tableau IV.1: Représentation des différentes classes granulométrique et nombre de couches.....</i>	66
<i>Tableau V.1: Résultats des expériences du plan factoriel complet.....</i>	89
<i>Tableau V.2: Analyse des effets du modèle en utilisant le test de student.....</i>	90
<i>Tableau V.3: Résultats des expériences du plan factoriel complet.....</i>	93

ETAT DE L'ART

- I.1 Recyclage de matériaux plastiques provenant de déchets d'équipement informatique
- I.2 Installations de séparations électrostatiques de matériaux granulaires
 - I.2.1 Séparateurs à champ couronne
 - I.2.2 Séparateurs Tribo-électrostatiques
- I.3 Décharge des particules isolantes à la surface d'une électrode tournante reliée à la terre
- I.4 Position des techniques de potentiel de surface: inconvénients et avantages possibles
- I.5 Orientation de travail
- I.6 Guide de lecture

I.1. Recyclage de matériaux plastiques provenant de déchets d'équipements informatiques

Le recyclage des polymères techniques issus de Déchets d'Equipements Electriques et Electroniques (DEEE) c'est l'opération de valorisation par laquelle les déchets sont retraités en produits, matières ou substances aux fins de leur fonction initiale ou à d'autres fins. Le recyclage est un mode de gestion des déchets prioritaire après la prévention de la production des déchets. C'est également une source d'économie non négligeable de ressources naturelles (matières premières et énergie), dont la préservation est aujourd'hui un enjeu majeur [1-3]. D'une grande diversité, le volume des déchets d'équipements électriques et électroniques (DEEE) connaît une forte croissance liée à un taux d'équipement de plus en plus élevé et à l'obsolescence due à l'évolution très rapide des performances technologiques (figure I.1).

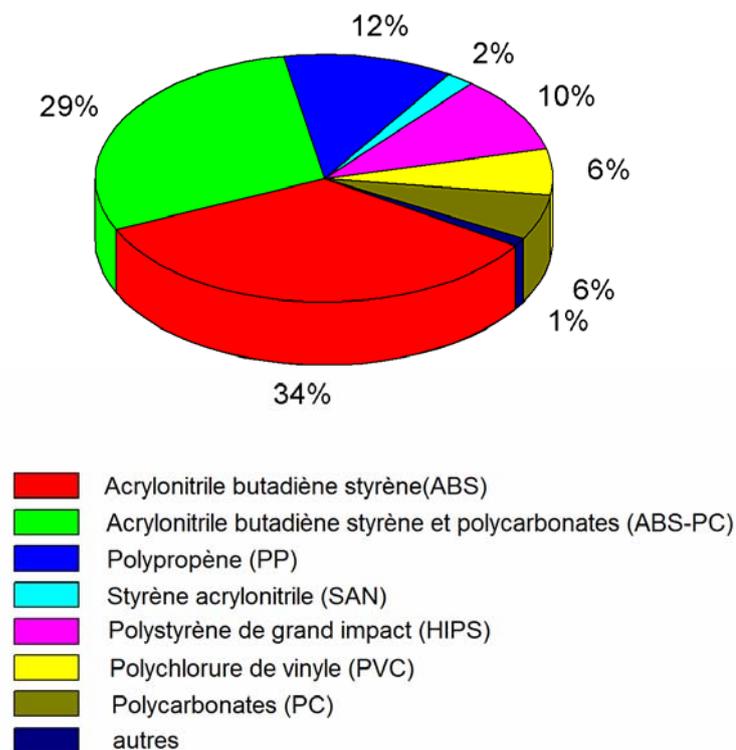


Figure I.1. Proportion des différentes matières dans les composants informatiques [9].

La séparation électrostatique des métaux et des matériaux isolants contenus dans un mélange granulaire est une technique de plus en plus utilisée dans l'industrie du recyclage des déchets [4], les technologies de traitement des matériaux sont largement utilisées pour le tri sélectif des matériaux solides par des forces électriques qui agissent sur les particules chargées ou polarisées [5-10].

Tableau I.1: Présence des matériaux thermoplastiques dans les principaux types d'équipements informatiques [9]

Equipements informatiques	Contenus [%]	
	Plastique	Types de matériaux plastiques
1. Unités centrales 	20%	50% ABS ou ABS-PC en carcasse
2. Moniteurs CRT et LCD 	18% CRT 30% LCD	95% ABS ou ABS-PC ou HIPS
3. Ordinateurs portables 	30%	60% ABS ou ABS-PC, 10% PC en claviers
4. Claviers et souris 	95%	75% ABS ou ABS-PC en claviers, 20% PC en touches
5. Imprimantes jet d'encre 	60%	90% HIPS en carcasse, 90% PP en cartouches d'encre
6. Imprimantes laser 	40%	90% HIPS en carcasse, 90% PP en cartouches d'encre
7. Photocopieurs 	30%	50% ABS ou ABS-PC en carcasse 70% HIPS, 10% ABS, ABS-PC en cartouches

La gamme d'application de la séparation électrostatique, s'étend de traitement des minérales et de conditionnement des semences [11] jusqu'au recyclage des métaux et plastiques à partir de déchets industriels [9, 12, 13]. Le tableau I-1 décrit la répartition massique de ces matériaux dans les principaux équipements informatiques. La séparation des mélanges de: ABS, ABS-PC, HIPS et PC constitue un objectif majeur des recherches actuelles dans le domaine du recyclage des matériaux plastiques provenant de déchets d'équipements informatiques.

I.2. Installations de séparations électrostatiques de matériaux granulaires

Les techniques de séparation électrostatiques en champs électriques intenses sont classées suivant les mécanismes physiques utilisés pour la charge des matériaux granulaires:

- séparation en champ couronne;
- séparation tribo-électrostatique.

Le procédé couronne-électrostatique s'applique couramment pour une séparation: conducteur / isolant, par contre la séparation tribo-électrostatique s'applique aux matériaux isolants [14].

1.2.1. Séparateurs à champ couronne

Il existe deux grandes familles de séparateurs qui utilisent le champ couronne: les séparateurs à tambour et les séparateurs à chute libre.

a. Séparateurs à tambour

Dans un séparateur couronne-électrostatique à tambour [15], le mélange granulaire à séparer est déposé avec un certain débit sur la surface de l'électrode cylindrique tournante, reliée à la terre (Figure I.2). Un champ électrique intense est généré entre l'électrode cylindrique et une ou plusieurs électrodes connectées à une source haute tension [16,17]. Les particules isolantes sont chargées par flux d'ions dans la zone de décharge couronne [18,19] et adhèrent à la surface du tambour sous l'action de la force image [20]. Les particules conductrices ne sont pas affectées par le champ couronne; elles se chargent par induction électrostatique et sont attirées par l'électrode haute tension.

Les industriels ont déjà produit des séparateurs électrostatiques utilisés pour la préparation des substances non-métalliques. L'entreprise CARPCO des Etats Unis produit le séparateur à tambour présenté sur la figure I.2.

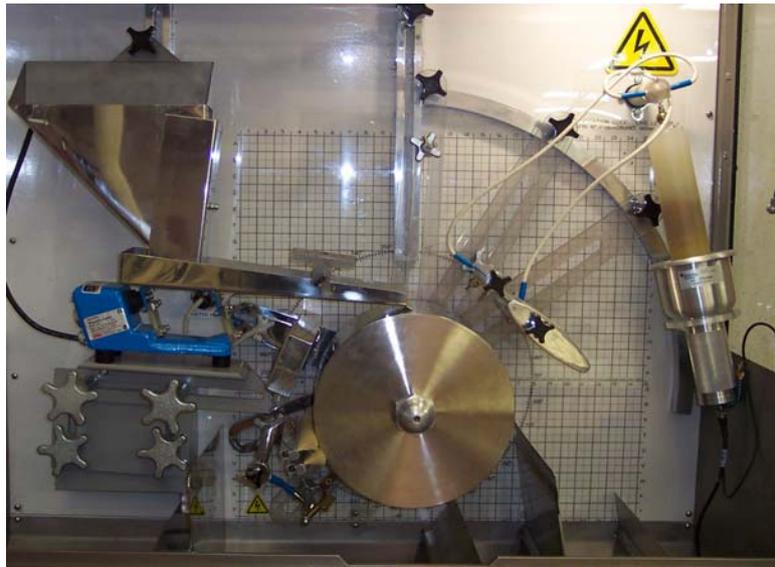


Figure I.2: Séparateur couronne-électrostatique de laboratoire (CARPCO Inc., Jacksonville, FL) [14]

b. Séparateurs à chute libre

Dans un séparateur à chute libre les granules sont chargés par une électrode couronne et soumis à l'action de la pesanteur, et de la force de Coulomb [21]. Sur la figure I.3, on montre un séparateur couronne à chute libre fabriqué par l'entreprise russe NEVOTECH, ce type de séparateur est utilisé pour la séparation de mica.

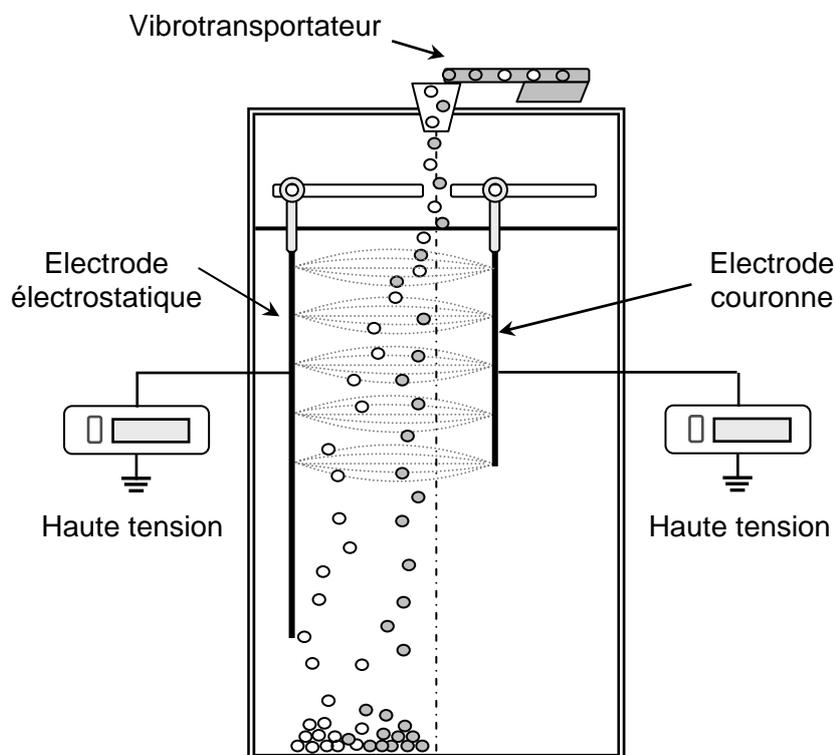


Figure 1.3: Séparateur à chute libre et à champ couronne [21]

1.2.2. Séparateurs tribo-électrostatiques

Il existe deux grandes familles de séparateurs tribo-électrostatiques: les séparateurs à tambour et les séparateurs à chute libre.

a. Séparateurs à tambour

La figure I.4 représente un séparateur électrostatique à tambour. Dans ce type de séparateur les deux matériaux granulaires sont chargés en contact avec la goulotte oscillante. Les granules sphériques sont détachés de l'électrode cylindrique sous l'action de la force de Coulomb. Les granules de forme plate restent collés à l'électrode tambour sous l'action de la force image [21].

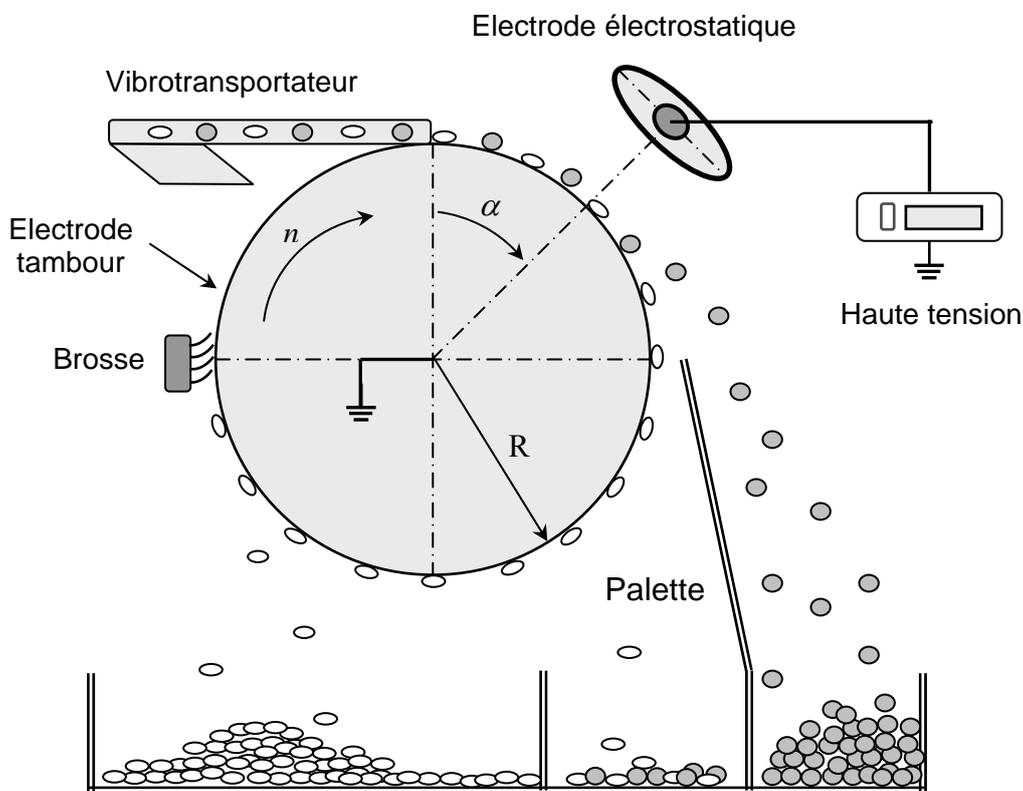


Figure I.4: Séparateur électrostatique à tambour [21].

b. Séparateurs électrostatiques à chute libre

Dans un séparateur électrostatique à chute libre, les deux produits composant le mélange granulaire sont chargés par le dispositif triboélectrique, l'un avec une charge négative et l'autre avec une charge positive. Les granules chargés seront déviés vers l'électrode ayant la polarité de signe opposé [21] (Figure I.5).

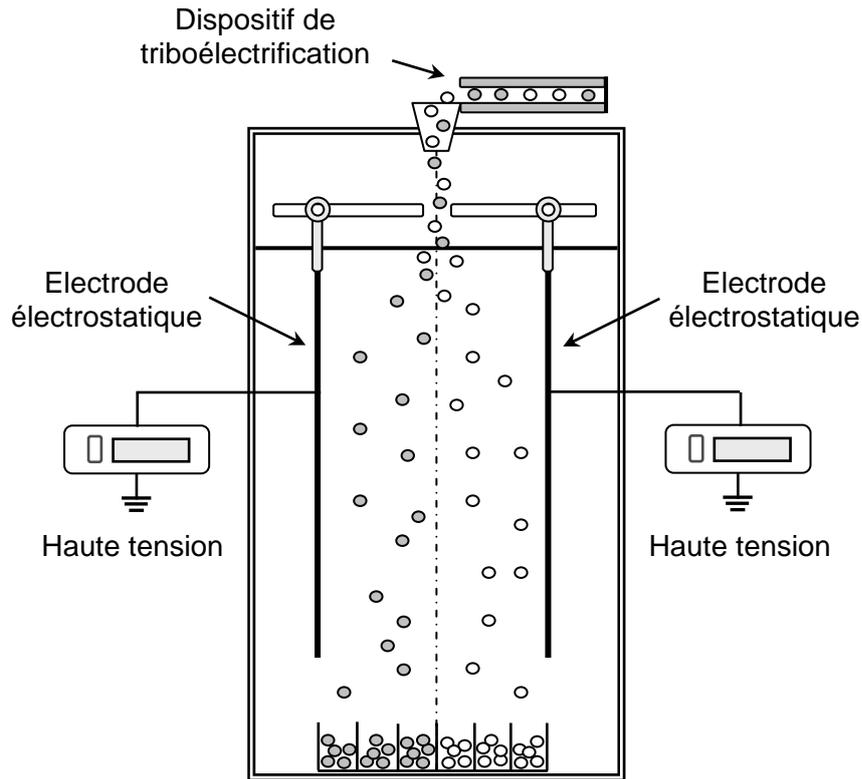


Figure I.5: Séparateur tribo-électrostatique à chute libre [21].

I.3. Décharge des particules isolantes à la surface d'une électrode tournante reliée à la terre

L'intérêt des études de décharge [22-24] peut être facilement compris en examinant les principes physiques sur lesquels est fondée la séparation électrostatique. Dans la plupart des approches théoriques d'investigation de processus de séparation électrostatique, le matériau granulaire à séparer est considéré de forme sphérique. En conséquence, une particule sphérique isolante de rayon a , porteuse d'une charge Q , en contact avec une électrode tournante reliée à la terre, soumise à un champ électrique E est le sujet de forces électriques (figure I.6):

F_e : Force électrique

F_i : Force image

F_c : Force centrifuge

F_g : Force de gravité

Si $Q = \text{constant}$, le décollement doit arriver à un angle $90^\circ < \alpha_d < 180^\circ$ ou pas du tout. Si

$\omega_1 > \omega_2$, $\alpha_{d1} < \alpha_{d2}$ les expérimentations de séparation électrostatique contredisent ces propos:

beaucoup de particules isolantes se détachent à $\alpha_d > 180^\circ$.

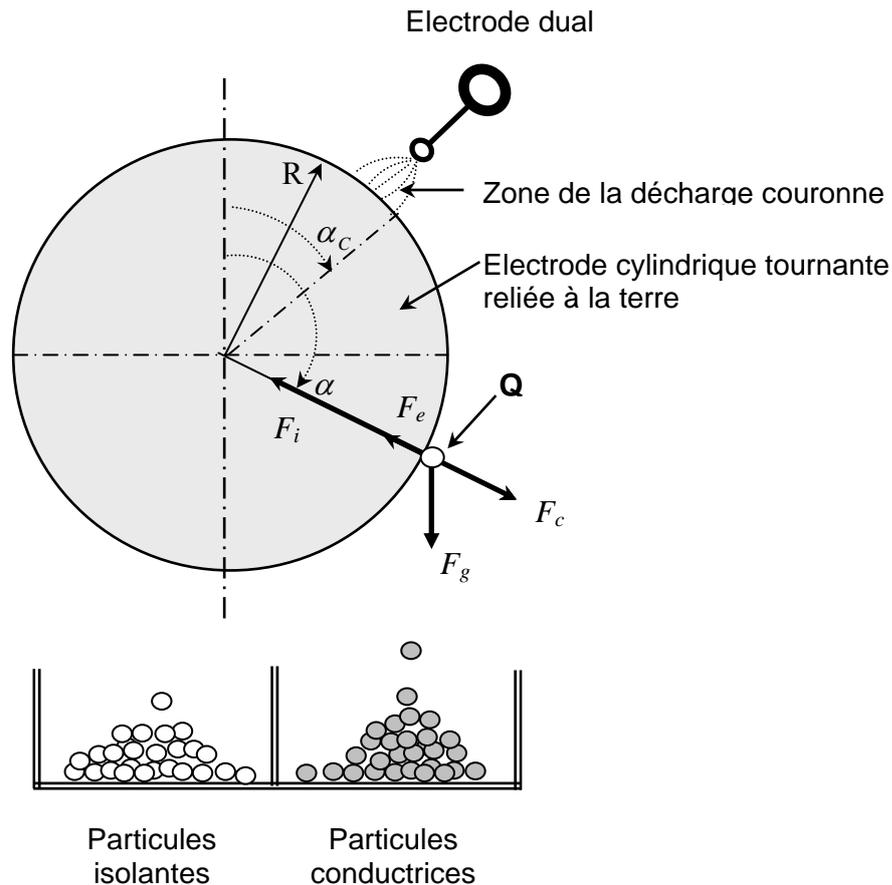


Figure I.6: Forces agissant sur une particule isolante chargée à la surface d'une électrode cylindrique tournante reliée à la terre [14].

Lorsque la séparation se fait dans une atmosphère relativement humide ($RH > 60\%$), les particules se détachent facilement à une vitesse réduite ($\alpha_{d1} > \alpha_{d2}$, si $\omega_1 > \omega_2$). Ceci peut être expliqué par le fait que Q n'est pas constant, mais une fonction de temps $Q(t)$. Les particules en contact avec l'électrode cylindrique tournante perdent progressivement leur charge. F_i et F_e diminuant avec le temps, certaines particules qui seraient encore restées collées à la surface de l'électrode, vont se détacher à $180^\circ < \alpha_d < 270^\circ$. D'autre part, la décharge sera plus rapide pour les particules humides qui sont caractérisées par une conductivité surfacique plus grande. Avec l'électrode cylindrique tournant à une vitesse réduite, il est possible que la force centrifuge F_c diminue plus que la somme des forces électriques $F_i + F_e$, qui est proportionnelle à la charge électrique Q des particules. En conséquence les particules vont se détacher plus facilement de la surface de l'électrode cylindrique tournante, malgré la diminution de la force centrifuge [14, 22].

I.4. Position des techniques de potentiel de surface: inconvénients et avantages possibles

La technique du déclin du potentiel en surface permet de caractériser l'aptitude d'un matériau isolant à évacuer une charge électrique déposée sur sa surface. Ces mesures permettent d'obtenir des informations qualitatives sur le mode découlement de charges (surfacique ou volumique). Cette technique est apparue depuis les années 70 grâce à la commercialisation des sondes électrostatiques (sondes à condensateur vibrant type Monroe ou Trek) qui mesurent le potentiel d'une surface en s'asservissant à ce même potentiel de manière à ne pas perturber la surface, ce qui rend la technique en elle-même non destructive [25-27].

L'intérêt de cette mesure est sa simplicité et sa facilité de mise en œuvre, l'investissement matériel est réduit et l'extraction de mesure est directe. Elle est capable de fournir des données sur la distribution de la charge (mobilité des charges, nature de la réponse diélectrique). En plus, On peut considérer que la technique de déclin de potentiel de surface demeure la seule utilisable en dessous 5 μm d'épaisseur. Cette technique est souvent employée dans les études des couches minces d'isolateurs utilisés dans les technologies de semi-conducteurs [28]. Elle est aussi utilisée dans la "technique miroir" qui mesure le potentiel en surface après une charge par faisceau d'électrons avec l'émission d'électrons secondaires [29] ou encore, la méthode utilisée par Watson [30] qui mesure la déviation d'un faisceau d'électrons parallèle à la surface de l'échantillon. Une autre mesure qui peut être réalisée avec le potentiel de surface est de profils d'une surface chargée par effet couronne qui permet d'identifier des points faibles dans le matériau ou de voir l'homogénéité de l'évolution du potentiel de surface [25].

Mais, comme les autres techniques, la mesure du potentiel de surface ne se suffit pas à elle seule pour caractériser la charge d'espace dans un matériau et elle est complémentaire des autres techniques. En particulier, nous avons couplé les mesures de déclin de potentiel en surface avec la méthode des plans d'expérience par l'évaluation du taux de déclin de potentiel en surface à court et à long terme pour mieux prédire les résultats d'un processus de séparation électrostatique et caractériser l'écoulement de charges électriques en surface de matériau granulaire.

I.5. Orientation de travail

Les phénomènes physiques liés à la charge ionique des particules isolantes ont été étudiés extensivement en relation avec les applications industrielles de plusieurs technologies électrostatiques importantes: la précipitation, le dépôt des poudres et la séparation des matériaux granulaires.

Des études de laboratoire et des observations pratiques ont montré que la caractéristique de diminution de la charge des matériaux granulaires à la surface d'une électrode a une influence significative sur le résultat du processus de séparation électrostatique des matériaux granulaires.

Le travail présenté dans cette thèse était orienté dès le début vers:

- l'analyse des différents phénomènes physiques qui déterminent l'évolution de charges en surface des matériaux granulaires : le HIPS et l'ABS.
- L'étude et la quantification de l'effet de certains facteurs sur le DPS, ainsi que les interactions entre eux par l'évaluation du taux de déclin de potentiel en surface de matériau granulaire à court et à long terme.

Nous avons utilisé la méthode de charge des surfaces des particules isolantes par effet couronne généré par un système d'électrode Triode. Nous avons aussi mesuré le potentiel de surface par l'intermédiaire d'une sonde électrostatique. L'étude de l'évolution dans le temps du potentiel de surface est une source d'informations sur les propriétés diélectriques des isolants et des polymères en particulier.

I.6. Guide de lecture

La thèse comporte cinq chapitres présentés comme suit:

Le premier chapitre est tout d'abord consacré à la présentation de l'état de connaissance sur l'importance des matériaux plastiques provenant des déchets d'équipements informatiques en particulier les polymères techniques, de même que les différentes techniques et installations de séparation électrostatique ainsi que la méthode de déclin de potentiel de surface.

Le deuxième chapitre porte sur l'étude de la méthodologie des plans d'expériences en tant que technique d'organisation et de traitement des résultats expérimentaux dépendants de variables complexes. Nous avons ainsi présenté les fondements de base et l'importance de cette méthode dans la recherche scientifique, ainsi que l'état des logiciels basés sur cette méthode tels que le logiciel MODDE, utilisé dans la présente étude.

Le troisième chapitre est consacré à une étude expérimentale sur la séparation tribo-aéro-électrostatique d'un mélange granulaire isolant. Nous avons utilisé un séparateur tribo-aéro-électrostatique conçu à l'Institut PPRIME-IUT d'Angoulême associant l'effet triboélectrique, la force de Coulomb et la force image électrique. Les résultats expérimentaux montrent un effet prononcé de l'humidité relative sur le taux de récupération des produits composant le mélange.

Le quatrième chapitre traite la caractérisation des particules isolantes granulaires à l'aide de la technique du déclin de potentiel de surface. Après une présentation des matériaux étudiés, nous avons procédé à la description du dispositif et du protocole expérimental.

Dans le cinquième chapitre nous avons présenté une étude expérimentale de caractérisation de particules isolantes par la technique du DPS (Déclin de Potentiel en Surface). Les résultats sont traités par la méthode des plans d'expérience. Cette partie a permis de mieux cerner les phénomènes physiques qui gouvernent les processus de charge et décharge dans les séparateurs électrostatiques.

METHODOLOGIE DES PLANS D'EXPERIENCES

- II.1. Introduction
- II.2. Introduction aux plans d'expériences
 - II.2.1. Notion d'espace expérimental
 - II.2.2. Notion de surface de réponse
 - II.2.3. Notion de modélisation mathématique
 - II.2.4. Principaux avantages des plans d'expériences
- II.3. Plans factoriels
 - II.3.1. Concepts fondamentaux: effets, interactions
 - II.3.1.1. Effet d'un facteur
 - II.3.1.2. Interaction entre deux facteurs
 - II.3.1.3. Calcul de l'effet d'un facteur
 - II.3.1.4. Matrice de calcul des effets
 - II.3.2. Plans factoriels complets
 - II.3.3. Plans factoriels fractionnaires
- II.4. Plans d'expériences pour l'étude des surfaces de réponse
 - II.4.1. Modèle polynomial du second degré
 - II.4.2. Plan composite centré
- II.5. Analyse statistique des modèles
 - II.5.1. Homogénéité de la variance de l'erreur expérimentale
 - II.5.2. Test de signification des coefficients du modèle
 - II.5.3. Validation du modèle
 - II.5.4. Qualité du modèle
 - II.5.4.1. Qualité descriptive du modèle
 - II.5.4.2. Qualité prédictive du modèle
- II.6. Logiciels des plans d'expérience

II.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous allons présenter et expliquer non pas la totalité de la méthode des plans d'expériences mais uniquement les fondements de base et l'importance de cette méthode dans la recherche scientifique. Cette technique intéressante sera particulièrement développée et utilisée dans le cinquième chapitre. Avec les plans d'expériences, on obtient le maximum de renseignement avec le minimum d'expériences. Ils apportent une méthodologie permettant d'atteindre une meilleure connaissance du système observé par un minimum d'essais et un maximum de précision. La méthode des plans d'expérience permet de prévoir le nombre d'expériences à accomplir en fonction d'un objectif bien défini, d'étudier plusieurs facteurs simultanément, de réduire la dispersion liée à la mesure, d'apprécier les effets de couplage entre facteurs, d'évaluer l'influence respective des facteurs et leurs interaction.

II.2. Introduction aux plans d'expériences

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles [31]. Ils sont applicables à de nombreuses disciplines et à toutes les industries à partir du moment où l'on recherche le lien qui existe entre une grandeur d'intérêt y et des variables x_i . Il faut penser aux plans d'expériences si l'on s'intéresse à une fonction du type:

$$y = f(x)$$

Avec les plans d'expériences on obtient le maximum de renseignements avec le minimum d'expériences. Pour cela, il faut suivre des règles mathématiques et adopter une démarche rigoureuse [32]. Il existe de nombreux plans d'expériences adaptés à tous les cas rencontrés par un expérimentateur.

La compréhension de la méthode des plans d'expériences s'appuie sur deux notions essentielles, celle d'espace expérimental et celle de modélisation mathématique des grandeurs étudiées [33]. Les principes fondamentaux de cette science seront indiqués et les principaux plans seront passés en revue dans le présent chapitre.

II.2.1. Notion d'espace expérimental

Un expérimentateur qui lance une étude s'intéresse à une grandeur qu'il mesure à chaque essai. Cette grandeur s'appelle la réponse, c'est la grandeur d'intérêt. La valeur de cette grandeur dépend de plusieurs variables. Au lieu du terme "variable" on utilisera le mot "facteur". La réponse dépend donc d'un ou de plusieurs facteurs. Le premier facteur peut être

représenté par un axe gradué et orienté (Figure II.1). La valeur donnée à un facteur pour réaliser un essai est appelée niveau. Lorsqu'on étudie l'influence d'un facteur, en général, on limite ses variations entre deux bornes. La borne inférieure est le niveau bas. La borne supérieure est le niveau haut.

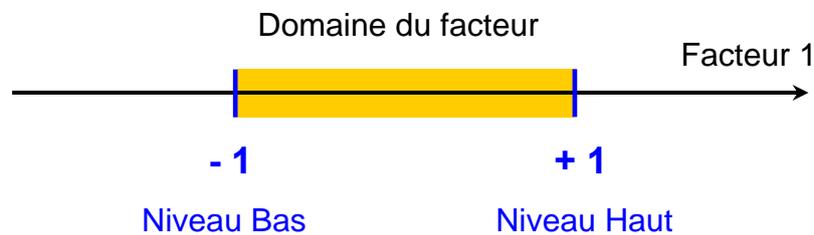


Figure II.1. Le niveau bas du facteur est noté par -1 et le niveau haut par $+1$. Le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut.

L'ensemble de toutes les valeurs que peut prendre le facteur entre le niveau bas et le niveau haut, s'appelle le domaine de variation du facteur ou plus simplement le domaine du facteur. On a l'habitude de noter le niveau bas par -1 et le niveau haut par $+1$.

S'il y a un second facteur, il est représenté, lui aussi, par un axe gradué et orienté. On définit, comme pour le premier facteur, son niveau haut, son niveau bas et son domaine de variation. L'axe représentant le second facteur est disposé orthogonalement au premier. On obtient ainsi un repère cartésien qui définit un espace euclidien à deux dimensions appelé l'espace expérimental (Figure II.2).

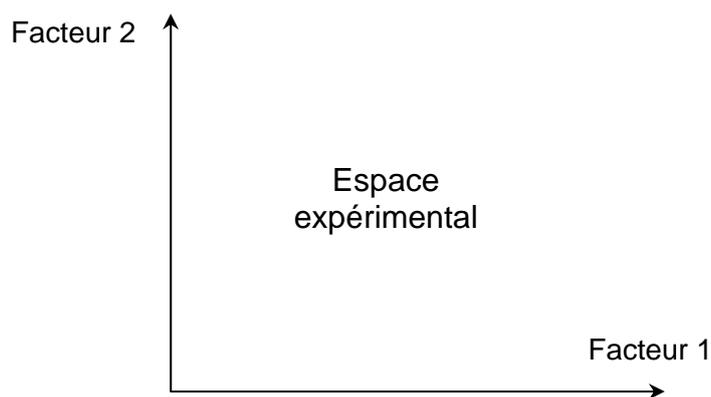


Figure II.2. Chaque facteur est représenté par un axe gradué et orienté. Les axes des facteurs sont orthogonaux entre eux. L'espace ainsi défini est l'espace expérimental.

Le niveau x_1 du facteur 1 et le niveau x_2 du facteur 2 peuvent être considérés comme les coordonnées d'un point de l'espace expérimental (Figure II.3). Une expérience donnée est

alors représentée par un point dans ce système d'axes. Un plan d'expériences est représenté par un ensemble de points expérimentaux.

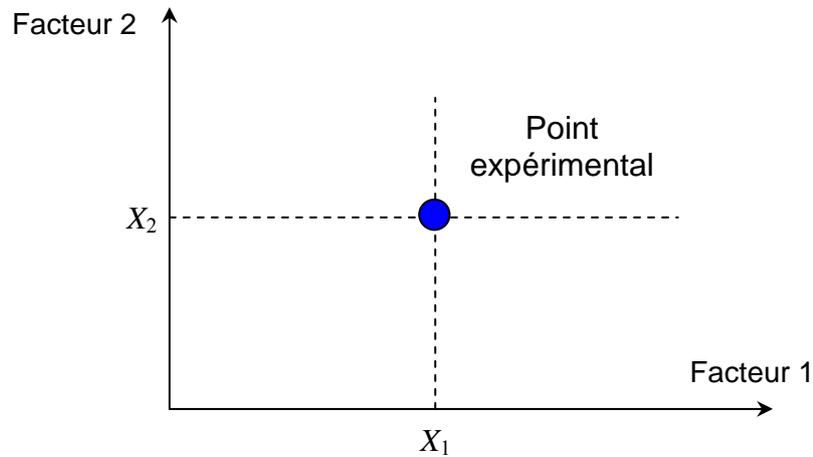


Figure II.3. Dans l'espace expérimental, les niveaux des facteurs définissent des points expérimentaux.

Le regroupement des domaines des facteurs définit "le domaine d'étude". Ce domaine d'étude est la zone de l'espace expérimental choisie par l'expérimentateur pour faire ses essais. Une étude, c'est-à-dire plusieurs expériences bien définies, est représentée par des points répartis dans le domaine d'étude (Figure II.4).

Cette façon de représenter une expérimentation par des points dans un espace cartésien est une représentation géométrique de l'étude.

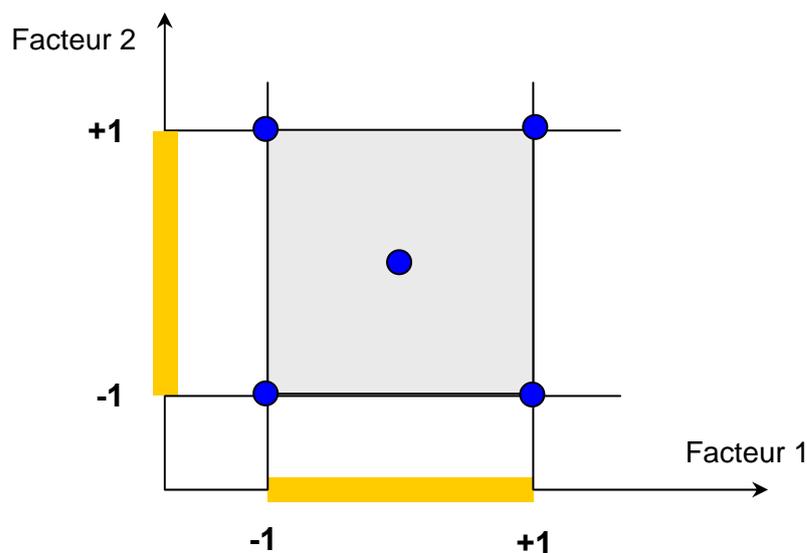


Figure II.4. Les points expérimentaux sont disposés dans le domaine d'étude défini par l'expérimentateur.

II.2.2. Notion de surface de réponse

Les niveaux x_i représentent les coordonnées d'un point expérimental et y est la valeur de la réponse en ce point. On définit un axe orthogonal à l'espace expérimental et on l'attribue à la réponse. La représentation géométrique du plan d'expériences et de la réponse nécessite un espace ayant une dimension de plus que l'espace expérimental. Un plan à deux facteurs utilise un espace à trois dimensions pour être représenté: une dimension pour la réponse, deux dimensions pour les facteurs.

A chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. A l'ensemble de tous les points du domaine d'étude correspond un ensemble de réponses qui se localisent sur une surface appelée la surface de réponse (Figure II.5).

Le nombre et l'emplacement des points d'expériences est le problème fondamental des plans d'expériences. On cherche à obtenir la meilleure précision possible sur la surface de réponse tout en limitant le nombre d'expériences.

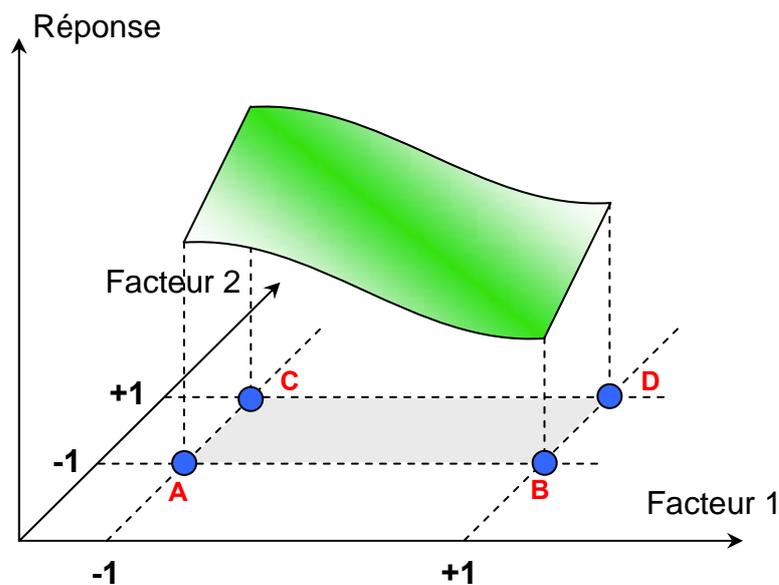


Figure II.5. Les réponses associées aux points du domaine d'étude forment la surface de réponse. Les quelques réponses mesurées aux points du plan d'expériences permettent de calculer l'équation de la surface de réponses.

II.2.3. Notion de modélisation mathématique

On choisit à priori une fonction mathématique qui relie la réponse aux facteurs. On prend un développement limité de la série de Taylor-Mac Laurin. Les dérivées sont supposées constantes et le développement prend la forme d'un polynôme de degré plus ou moins élevé:

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \dots + \sum a_{ii} x_i^2 + a_{ij\dots z} x_i x_j \dots x_z$$

où

- y est la réponse ou la grandeur d'intérêt. Elle est mesurée au cours de l'expérimentation et elle est obtenue avec une précision donnée.
- x_i représente le niveau attribué au facteur i par l'expérimentateur pour réaliser un essai. Cette valeur est parfaitement connue. On suppose même que ce niveau est déterminé sans erreur (hypothèse classique de la régression).
- a_0, a_i, a_{ij}, a_{ii} sont les coefficients du modèle mathématique adopté a priori. Ils ne sont pas connus et doivent être calculés à partir des résultats des expériences.

L'intérêt de modéliser la réponse par un polynôme est de pouvoir calculer ensuite toutes les réponses du domaine d'étude sans être obligé de faire les expériences. Ce modèle est appelé "modèle postulé" ou "modèle a priori".

II.2.4. Principaux avantages des plans d'expériences

Les principaux avantages de cette méthode sont:

- Diminution du nombre d'essais;
- Possibilité d'étudier un grand nombre de facteurs;
- Détection des interactions entre facteurs;
- Modélisation des réponses étudiées;
- Précision optimum des résultats.

La méthode des plans d'expériences permet une interprétation rapide et sans équivoque en fournissant un modèle expérimental précis du système étudié.

II.3. Plans factoriels

L'étude d'un phénomène peut, le plus souvent, être schématisé de la manière suivante : On s'intéresse à une grandeur y que nous appellerons *Réponse* qui dépend d'un grand nombre de variables, x_1, x_2, \dots, x_n , que nous appellerons *Facteurs*.

La modélisation mathématique consiste à trouver une fonction f telle que $y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$. Une méthode classique d'étude consiste en la mesure de la réponse y pour plusieurs valeurs de la variable x_i tout en laissant fixe la valeur des $(n - 1)$ autres variables. On itère alors cette méthode pour chacune des variables. Ainsi, par exemple, si nous avons 4 variables et si l'on décide de donner 5 valeurs expérimentales à chacune d'elles, nous sommes conduits à effectuer $5^4 = 625$ expériences. Ce nombre élevé dépasse les limites de faisabilité tant en temps qu'en coût. Il faut donc réduire le nombre d'expériences à effectuer sans pour autant

perdre la qualité des résultats recherchés. Le traitement de ces résultats se fait à l'aide du calcul statistique et de l'analyse de la variance.

II.3.1. Concepts fondamentaux: effets, interactions

Les plans d'expériences factoriels à deux niveaux sont les plus simples, ils sont aussi les plus utiles car ils forment la base de tous les débuts d'étude. Les premiers résultats obtenus grâce à ces plans peuvent toujours être complétés par de nouvelles expériences permettant d'atteindre le degré de précision et d'information recherché.

Nous allons d'abord décrire le cas simple du plan 2^2 , commençons par expliquer cette notation :

- le 2 en exposant signifie qu'il y a deux facteurs étudiés;
- l'autre 2 signifie que chaque facteur prend deux niveaux.

Cette notation se généralise immédiatement pour un plan comportant l'étude de k facteurs prenant chacun deux niveaux, donc il s'agit d'un plan 2^k .

On peut donner une représentation géométrique du domaine d'étude (figure II.6). Chaque point de ce domaine représente des conditions opératoires possibles donc une expérience que l'opérateur pourrait réaliser.

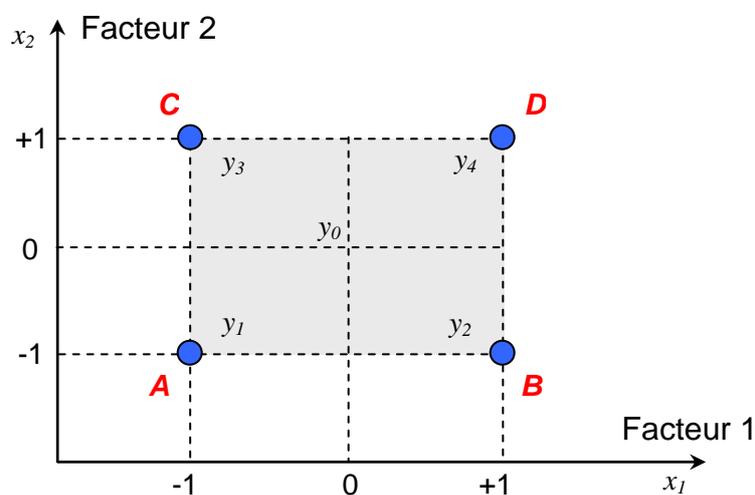


Figure II.6. Définition du domaine d'étude

Le choix des meilleures expériences est le problème fondamental de l'expérimentateur. En l'absence de toute information sur la fonction f , on se donne, a priori, une loi d'évolution de la réponse en fonction des variables. Comme on ne désire effectuer, dans un premier temps, que deux essais par facteur, soit deux niveaux par facteur, on adopte une loi du premier degré par

rapport à chaque variable. Cette loi est la suivante pour les plans factoriels complets comportant deux facteurs:

$$Y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2 \quad (\text{II.1})$$

Avec ces hypothèses, on démontre que le meilleur emplacement des points expérimentaux se situe aux sommets du carré représentant le domaine d'étude : points *A*, *B*, *C* et *D*. La figure II.6 illustre les expériences à réaliser et le domaine d'étude. Mais cette représentation géométrique est commode pour comprendre le mécanisme des plans d'expériences, elle ne peut plus être employée dès que le nombre de facteurs est supérieur à trois.

Pour les espaces multidimensionnels, nous adopterons une représentation matricielle. Pour montrer la correspondance entre les deux représentations, géométrique et matricielle, nous allons expliquer la construction de la matrice d'expériences du plan 2^2 associée à la figure II.6.

La matrice d'expériences est constituée de deux sous-tableaux : le premier définit les essais à réaliser et le second le domaine d'étude (Tableau II.1). Le premier sous tableau comprend trois colonnes; la première identifie les essais: par exemple: 1, 2, 3 et 4; la seconde et la troisième indiquent les coordonnées des points représentatifs des expériences prévues. Le deuxième sous tableau indique, en unités courantes, les valeurs des niveaux haut et bas de chacun des facteurs. À titre d'exemple, nous avons indiqué des tensions et des vitesses. Les deux représentations, géométrique et matricielle, sont équivalentes. Il faut savoir passer de l'une à l'autre pour bien interpréter les résultats des plans d'expériences.

Tableau II.1: Matrice d'expériences

Essais à réaliser		
N° Essai	Facteur 1	Facteur 2
1 (A)	-1	-1
2 (B)	+1	-1
3 (C)	-1	+1
4 (D)	+1	+1
Domaine d'étude		
Niveau -	60 tr/min	30 kV
Niveau +	90 tr/min	34 kV

II.3.1.1. Effet d'un facteur

L'expérimentateur ayant réalisé les essais est en possession de quatre valeurs de la réponse: y_1, y_2, y_3 et y_4 ; Il a donc un système de quatre équations à quatre inconnues. Les inconnues étant les coefficients du modèle: a_0, a_1, a_2 et a_{12} ; En remplaçant dans la relation (II.1) les x_i par leur valeur du tableau 1, on obtient:

$$y_1 = a_0 - a_1 - a_2 + a_{12} \quad (\text{II.2})$$

$$y_2 = a_0 + a_1 - a_2 - a_{12} \quad (\text{II.3})$$

$$y_3 = a_0 - a_1 + a_2 - a_{12} \quad (\text{II.4})$$

$$y_4 = a_0 + a_1 + a_2 + a_{12} \quad (\text{II.5})$$

La résolution de ce système donne :

$$a_0 = \frac{1}{4}(+y_1 + y_2 + y_3 + y_4) \quad (\text{II.6})$$

$$a_1 = \frac{1}{4}(-y_1 + y_2 - y_3 + y_4) \quad (\text{II.7})$$

$$a_2 = \frac{1}{4}(-y_1 - y_2 + y_3 + y_4) \quad (\text{II.8})$$

$$a_{12} = \frac{1}{4}(+y_1 - y_2 - y_3 + y_4) \quad (9)$$

- Signification de a_0

Si nous donnons à x_1 et à x_2 la valeur zéro, nous définissons le centre du domaine d'étude. La relation (1) devient alors :

$$y_0 = a_0 \quad (\text{II.10})$$

Le coefficient a_0 est la valeur de la réponse au centre du domaine d'étude. La formule (6) montre également que a_0 peut être considéré comme *la moyenne des quatre réponses*.

- Signification de a_1

Donnons la valeur zéro à x_2 , la relation (II.1) devient :

$$y = a_0 + a_1 x_1 \quad (\text{II.11})$$

Puis, donnons maintenant successivement à x_1 les valeurs -1 et $+1$, on obtient les deux réponses y_- et y_+ :

$$y_- = +a_0 - a_1 \quad (\text{II.12})$$

$$y_+ = +a_0 + a_1 \quad (\text{II.13})$$

d'où :

$$a_1 = \frac{1}{2}(+y_+ - y_-) \quad (\text{II.14})$$

y_- est la valeur de la réponse pour le point de coordonnées $x_1 = -1$ et $x_2 = 0$. Aucune expérience n'a été réalisée en ce point mais, si l'on utilise les relations (II.6) et (II.7), on vérifie que y_- est la moyenne des réponses au niveau bas du facteur 1, en effet :

$$y_- = +a_0 - a_1 \quad (\text{II.15})$$

ce qui donne :

$$y_- = \frac{1}{2}(+y_1 + y_3) \quad (\text{II.16})$$

On montrerait de même que y_+ est la moyenne des réponses au niveau haut du facteur 1 :

$$y_+ = \frac{1}{2}(+y_2 + y_4) \quad (\text{II.17})$$

a_1 est donc la demi-différence entre ces deux moyennes. On peut dire aussi que a_1 représente la moitié de la variation de la réponse quand on passe du niveau bas au niveau haut du facteur 1.

Ce résultat est important car il donne la signification du coefficient a_1 . C'est la variation de la réponse due au facteur 1 seul, quand on passe du centre du domaine d'étude au niveau haut de ce facteur; a_1 s'appelle *l'effet du facteur 1*.

On démontrerait de même que a_2 est *l'effet du facteur 2*. Il est commode de représenter l'effet d'un facteur comme l'indique la figure II.7 où l'on fait appel au plan de coupe $yo x_1$ passant par $x_2 = 0$ pour le facteur 1.

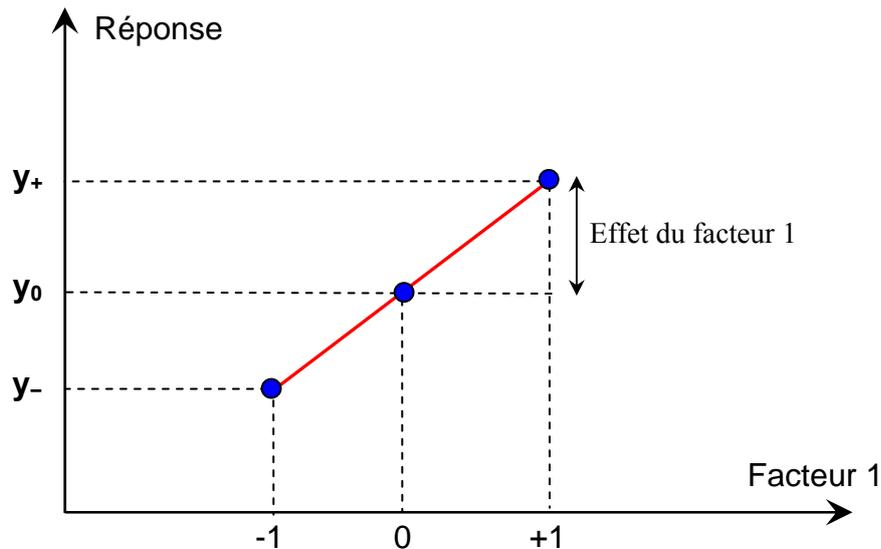


Figure II.7. Représentation de l'effet d'un facteur dans le plan vertical passant par x_2

II.3.1.2. Interaction entre deux facteurs

L'effet d'un facteur a été défini au niveau zéro de l'autre facteur. Mais on peut aussi définir l'effet d'un facteur pour un autre niveau de l'autre facteur. En particulier, on peut introduire l'effet d'un facteur soit au niveau -1 , soit au niveau $+1$ de l'autre facteur. L'effet du facteur 1 au niveau -1 du facteur 2 est la demi-différence entre y_2 et y_1 , et l'effet du facteur 1 au niveau $+1$ du facteur 2 est la demi-différence entre y_4 et y_3 . Si ces deux effets sont égaux, on dit qu'il n'y a pas d'interaction entre les facteurs. Si ces deux effets sont différents, on dit qu'il y a interaction entre les deux facteurs.

Il y a donc interaction lorsque l'effet d'un facteur dépend du niveau de l'autre facteur. Par définition, la valeur de l'interaction, notée E_{12} , est la demi-différence entre l'effet du facteur 1, e_+ , au niveau haut du facteur 2 et l'effet du facteur 1, e_- , au niveau bas du facteur 2. On a :

$$E_{12} = \frac{1}{2}(e_+ - e_-) \quad (\text{II.18})$$

En développant :

$$E_{12} = \frac{1}{4}(+y_1 - y_2 - y_3 + y_4) \quad (\text{II.19})$$

Si l'on compare la valeur de E_{12} à celle de a_{12} , relation (II.9), on constate qu'elle lui est égale. Si l'on faisait le même calcul pour le facteur 2, en prenant les niveaux haut et bas du facteur 1, on trouverait que l'interaction est la même et qu'elle est égale, elle aussi, à a_{12} .

II.3.1.3. Calcul de l'effet d'un facteur

Reprenons la formule (II.7) qui donne l'effet du facteur 1:

$$a_1 = \frac{1}{4}(-y_1 + y_2 - y_3 + y_4) \quad (\text{II.20})$$

On constate que:

- toutes les réponses participent au calcul de l'effet;
- chaque réponse est précédée d'un signe et que la suite de ces signes est la même que celle de la colonne du facteur 1 dans la matrice d'expériences, soit $- + - +$;
- il y a un coefficient, (ici $\frac{1}{4}$), dont le dénominateur est égal au nombre d'expériences effectuées.

On remarque qu'il en est de même pour le facteur 2, la suite des signes étant cette fois $- - + +$, c'est-à-dire celle de la colonne du facteur 2 dans la matrice d'expériences.

Le calcul pratique d'un effet est le suivant: on multiplie chaque réponse par le signe correspondant de la colonne du facteur ; on additionne les produits et on divise la somme par le nombre d'expériences.

II.3.1.4. Matrice de calcul des effets

Nous venons de voir que les signes de la matrice d'expériences permettent de calculer les effets. Mais il faudrait pouvoir calculer aussi la moyenne et l'interaction.

▪ Calcul de la moyenne

Le processus de calcul adopté pour les effets peut s'appliquer en utilisant une colonne de signes $+$ puisqu'il n'y a que ce signe dans la formule (II.6).

▪ Calcul de l'interaction

La suite des signes de la relation (II.9) est $+ - - +$. Chacun de ces signes provient du produit x_1x_2 figurant dans la relation (II.1). On peut retrouver cette suite de signes de la manière suivante: on écrit, en colonne, les signes correspondant à x_1 et à x_2 , puis on applique la règle des signes :

x_1	x_2	x_1x_2
-	-	+
+	-	-
-	+	-
+	+	+

Cette colonne de signes permet de calculer l'interaction par le même mécanisme que celui déjà décrit pour les effets ou la moyenne.

Ayant la matrice d'expériences, il est facile de construire *la matrice de calcul des effets* (Tableau II.2) en ajoutant une colonne de signes + pour la moyenne et en calculant celle de l'interaction par la règle des signes.

Tableau II.2: Matrice de calcul des effets.

N° Essai	Moyenne	Facteur 1	Facteur 2	Interaction 12
1	+1	-1	-1	+1
2	+1	+1	-1	-1
3	+1	-1	+1	-1
4	+1	+1	+1	+1

II.3.2. Plans factoriels complets

Il s'agit de plans pour lesquels on étudie k facteurs prenant chacun deux niveaux. Le modèle mathématique adopté a priori est un polynôme prenant en compte la moyenne, les effets de chaque facteur et toutes les interactions entre les facteurs pris deux à deux, trois à trois, quatre à quatre, ..., k à k .

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ijl} x_i x_j x_l + \dots + \sum a_{ij\dots k} x_i x_j \dots x_k \quad (\text{II.21})$$

Un plan 2^k comporte 2^k points expérimentaux qui se situent aux 2^k sommets d'un hyper cube de k dimensions. Le modèle mathématique contient 2^k coefficients qui sont les inconnues. L'ensemble des résultats d'un plan 2^k conduit donc à un système de 2^k équations à 2^k inconnues, si l'on ne tient pas compte des erreurs expérimentales. Ce système peut se mettre sous la forme matricielle :

$$Y = Xa \quad (\text{II.22})$$

Avec :

Y : vecteur ayant pour composantes les réponses de chaque essai, et représenté par une matrice colonne ($2^k, 1$),

a : vecteur ayant pour composantes la moyenne, les effets des facteurs et toutes les interactions, et représenté par une matrice colonne ($2^k, 1$) ; ces composantes sont les inconnues que l'on cherche à déterminer,

X : matrice carrée ($2^k, 2^k$) composée de -1 et $+1$ suivant les valeurs des niveaux x_i .

Si nous reprenons le système du plan 2^2 , la relation (II.22) prend la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \\ y_4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} +1 & -1 & -1 & +1 \\ +1 & +1 & -1 & -1 \\ +1 & -1 & +1 & -1 \\ +1 & +1 & +1 & +1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \\ a_3 \end{bmatrix} \quad (\text{II.23})$$

La matrice X comporte une colonne de $+1$ et trois colonnes ayant chacune autant de signes positifs que de signes négatifs. Si l'on multiplie signe à signe deux quelconques de ces quatre colonnes et que l'on additionne les produits, on trouve zéro. On dit que la matrice est orthogonale. Cette propriété est très importante car, dans ce cas, l'inverse de X est égale à la transposée de X divisée par le nombre de lignes n . En effet, d'après *Hadamard*, on a, pour ce type de matrice, la relation suivante :

$$X^t X = nI \quad (\text{II.24})$$

avec n multiple de 4 et I représentant la matrice unité. L'opération compliquée de l'inversion d'une matrice se réduit alors à la transposition de X , soit un simple échange de lignes et de colonnes. Le calcul de l'inconnue a s'effectue à partir de la relation (II.22), en tenant compte de la relation :

$$\left. \begin{array}{l} X^t Y = X^t X a \\ X^t Y = nI a \\ a = \frac{1}{n} X^t Y \end{array} \right\} \quad (\text{II.25})$$

Cette relation est valable pour tous les plans factoriels complets. Chaque élément de a est donc de la forme :

$$a_i = \frac{1}{n} [\pm y_1 \pm y_2 \pm y_3 \pm \dots \pm y_n] \quad (\text{II.26})$$

La relation semblable à (II.6), (II.7), (II.8) et (II.9) nous permet de généraliser le processus de calcul que nous avons décrit pour le plan 2^2 pour tous les plans 2^k .

II.3.3. Plans factoriels fractionnaires

On est souvent obligé de réduire le nombre d'essais pour des raisons économiques. Dans ce cas, il est possible de construire un plan ne comportant pas toutes les combinaisons de niveaux, mais avec lequel on peut calculer un certain nombre d'effets. C'est un plan factoriel fractionnaire. Le principe consistant à prendre qu'une fraction des essais du plan factoriel complet. Néanmoins le fractionnement d'un plan doit obéir la règle d'orthogonalité (figure II.8).

Pour trois facteurs prenant deux niveaux, le plan complet est noté 2^3 . Il comporte huit essais. Le plan fractionnaire, moitié du plan complet, n'a que quatre essais soit $1/2 2^3$ ou 2^{3-1} essais. Chaque chiffre de cette notation a une signification:

- le 3 signifie qu'il y a trois facteurs étudiés ;
- le 2 signifie que chaque facteur prend deux niveaux ;
- le 1 signifie qu'il y a un facteur supplémentaire par rapport au plan complet sur lequel est construit le plan de base.

Le plan de base 2^3 peut avoir un facteur supplémentaire, on le notera 2^{4-1} : quatre facteurs étudiés, deux niveaux par facteur et un facteur supplémentaire.

Le plan de base 2^3 peut avoir deux facteurs supplémentaires, on le notera 2^{5-2} : cinq facteurs étudiés, deux niveaux par facteur et deux facteurs supplémentaires.

Un plan fractionnaire à deux niveaux avec lequel on étudie k facteurs dont p supplémentaires se note 2^{k-p} .

On prend l'exemple d'un plan complet 2^3 et écrivons la matrice d'expériences pour quatre essais: 2, 3, 5 et 8. Ces essais sont disposés comme l'indique la figure 8 et leurs coordonnées conduisent à une matrice orthogonale.

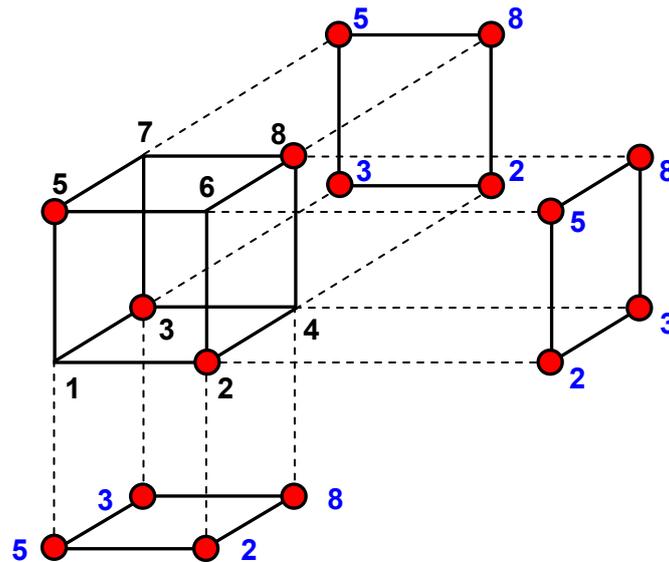


Figure II.8. Projection des points d'expériences d'un plan fractionnaire sur les faces du cube.

La matrice d'expériences du plan fractionnaire est donnée par le tableau II.3 où les essais ont été volontairement mis dans un certain ordre.

Tableau II.3: Matrice d'expériences du plan fractionnaire du plan 2^3

N° essai	Facteur 1	Facteur 2	Facteur 3	Réponse
5	-1	-1	+1	y_5
2	+1	-1	-1	y_2
3	-1	+1	-1	y_3
8	+1	+1	+1	y_8
Niveau -	faible	Faible	A	
Niveau +	forte	Forte	B	

Pour calculer les effets, on applique la même méthode que pour les plans complets: on multiplie les réponses par les signes correspondants des colonnes, on additionne ces produits et on divise leur somme par le nombre d'essais.

II.4. Plans d'expériences pour l'étude des surfaces de réponse

La *méthodologie des surfaces de réponse* (MSR) constitue le second volet de la méthode des plans d'expériences. On notera l'utilisation courante du sigle d'origine anglo-saxonne RSM, mis pour *Response Surface Methodology*. Cette technique vise à déterminer d'une

façon quantitative les variations de la fonction réponse vis-à-vis des facteurs d'influence significative [34, 35].

Les plans examinés précédemment n'avaient que deux niveaux d'études par facteur et les modèles mathématiques utilisés étaient du premier degré (avec ou sans interactions) par rapport à chaque facteur. Ces plans sont les plus employés car ils permettent le criblage des facteurs et conduisent par fois à des modélisations simples mais suffisantes. Pourtant il existe de nombreux cas où il est nécessaire d'avoir une bonne modélisation des phénomènes étudiés et où il faut passer à des modèles mathématiques de second degré. On fait alors appel aux plans pour surface de réponses. Les plans du second degré ou plans pour surfaces de réponse permettent d'établir des modèles mathématiques du second degré [34].

II.4.1 Modèle polynomial du second degré

Le modèle mathématique postulé utilisé avec les plans pour surfaces de réponse est un modèle du second degré avec interaction d'ordre 2 :

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ijl} x_i x_j x_l + \dots a_{i..k} x_{i..} x_k + \sum a_{ii} x_i^2 \quad (\text{II.27})$$

Pour deux facteurs :

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_{12} x_1 x_2 + a_{11} x_1^2 + a_{22} x_2^2 \quad (\text{II.28})$$

Pour trois facteurs :

$$y = a_0 + a_1 x_1 + a_2 x_2 + a_3 x_3 + a_{12} x_1 x_2 + a_{13} x_1 x_3 + a_{23} x_2 x_3 + a_{11} x_1^2 + a_{22} x_2^2 + a_{33} x_3^2 \quad (\text{II.29})$$

Le plan d'expériences fournit un certain nombre de valeurs de la réponse y . L'interprétation du plan consiste donc à trouver les coefficients et, par la suite, résoudre un système de n équations (s'il y a n réponses) et p inconnues (s'il y a p coefficients). Il est commode d'écrire ce système sous forme matricielle sans tenir compte des erreurs expérimentales :

$$y = X \cdot a \quad (\text{II.30})$$

$(n,1) \quad (n,p) \quad (p,1)$

La résolution de ce système est généralement menée selon la méthode des moindres carrés, et la solution est notée \hat{a} .

Cette solution est donnée par la formule suivante:

$$\hat{a} = (X^t X)^{-1} X^t y \quad (\text{II.31})$$

Le calcul de l'inconnue \hat{a} est beaucoup moins facile que pour les plans 2^k . L'emploi d'un logiciel se révèle absolument nécessaire.

Il existe plusieurs types de plans du second degré : les plans composites, les plans de Box-Behken et les plans de Doehlert. Nous allons décrire celui qui présente plusieurs avantages: c'est le plan composite.

II.4.2. Plan composite centré

Les plans composites se prêtent bien au déroulement séquentiel d'une étude. La première partie de l'étude est un plan factoriel complet ou fractionnaire complété par des points au centre pour vérifier la validité du modèle (termes du premier degré et termes d'interactions). Si les tests de validation sont positifs (la réponse mesurée au centre du domaine est statistiquement égale à la réponse calculée au même point), l'étude s'achève le plus souvent, mais s'ils sont négatifs, on entreprend des essais supplémentaires pour établir un modèle du second degré. Les essais supplémentaires sont représentés par des points d'expériences situés sur les axes de coordonnées et par des nouveaux points centraux. Les points situés sur les axes de coordonnées sont appelés *les points en étoile*. Les plans composites présentent donc trois parties (Figure II.9):

- Le plan factoriel : c'est un plan factoriel complet ou fractionnaire à deux niveaux par facteurs. Les points expérimentaux sont aux sommets du domaine d'étude.
- Le plan en étoile : les points du plan en étoile sont sur les axes et ils sont, en général, tous situés à la même distance du centre du domaine d'étude.
- Les points au centre du domaine d'étude, on prévoit toujours des points expérimentaux situés au centre du domaine d'étude, et cela aussi bien pour les plans factoriels que pour les plans en étoile.

Le nombre total n d'essais à réaliser est la somme des essais du plan factoriel (n_f), des essais du plan en étoile (n_a), et des essais au centre (n_0). Le nombre n des essais d'un plan composite est donné par la relation : $n = n_f + n_a + n_0$

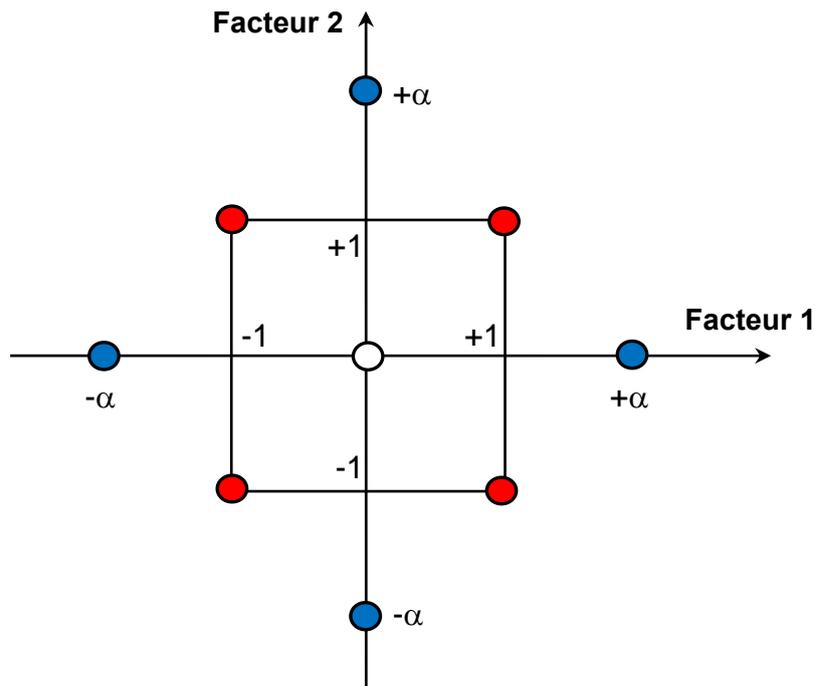


Figure II.9. Plan composite pour l'étude de deux facteurs. Les points factoriels sont en rouge, les points en étoile sont en bleu, les points centraux sont en blanc.

Le nombre de niveaux est 5 pour chacun des facteurs et seulement 3 lorsque l'on a un plan composite à faces centrées.

II.5. Analyse statistique des modèles

L'analyse statistique, dont la mise en œuvre est parfois redoutée par les expérimentateurs, apporte des éléments d'aide à la décision. L'analyse statistique devient donc une étape importante. Les tests statistiques portent naturellement sur les résultats obtenus.

II.5.1. Homogénéité de la variance de l'erreur expérimentale

Lorsque plusieurs expériences identiques sont faites dans un même point, on doit utiliser le test C de *Cochran*. L'homogénéité des variances est faite quand le nombre de répétitions d'une expérience dans des conditions identiques est supérieur à 1 ($r > 1$).

Dans ce cas on utilise le test C de *Cochran*, on calcule :

$$C_{max} = \frac{\max(s_{yk}^2)}{\sum_{k=1}^N s_{yk}^2} \quad (\text{II.32})$$

Avec :

s_{yk} : l'estimation de l'écart type sur la réponse donnée par :

$$s_{yk}^2 = \frac{\sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2}{r-1} \quad (\text{II.33})$$

N : nombre des lignes de la matrice du plan d'expériences;

Ensuite on compare C_{max} avec la valeur C_T lue dans le tableau de *Cochran*. Les variances sont homogènes si:

$$C_{max} < C_T$$

Ce qui signifie que la précision est acceptable.

II.5.2. Test de signification des coefficients du modèle

Nous allons aborder un problème que nous avons simplement évoqué dans le paragraphe précédent et qui mérite une attention particulière : quant peut-on dire d'un effet qu'il est significatif ou non ? Sur quels critères peut-on étayer son raisonnement ? La méthode consiste à estimer l'erreur sur l'effet et à comparer cette erreur à l'effet lui-même. Il y a deux méthodes possibles:

a- Estimation de l'erreur de mesure expérimentale

On possède dans ce cas au moins deux réponses par point expérimental, ce qui permet de calculer une valeur moyenne de l'écart-type sur tout le domaine. La figure II.10 indique deux essais dans un point expérimental.

On commence par calculer la variance de l'erreur expérimentale (variance des mesures) :

$$s_y^2 = \frac{SCEE}{ddl_{SCEE}} \quad (\text{II.34})$$

Avec : SCEE : la somme des écarts expérimentaux :

$$SCEE = \sum (y_{ki} - y_k)^2 \quad (\text{II.35})$$

ddl_{SCEE} : degré de liberté des variance de mesure

$$ddl_{SCEE} = N(r-1) \quad (\text{II.36})$$

r : nombre de répétitions;

n : nombre total des déterminations ($n = N \cdot r$) ;

y_{ki} : réponse observée lors de la réalisation des expériences, $k = 1 \dots N$, $i = 1 \dots r$;

$\hat{y}_k = y_k^{est}$: réponse estimée à l'aide du modèle, pour une ligne du plan d'expériences, $k=1 \dots N$;

$\bar{y}_k = y_k$: moyenne des réponses observées, pour une ligne du plan d'expériences, $k=1 \dots N$;

$y_{ki} - y_k$: les écarts expérimentaux, $k=1 \dots N, i=1 \dots r$;

$y_{ki} - y_k^{est}$: les résidus, $k=1 \dots N, i=1 \dots r$;

$y_k^{est} - y_k$: les écarts d'ajustement, $k=1 \dots N, i=1 \dots r$;

Dans ces conditions on peut montrer la variance sur un effet donné par:

$$s_i^2 = \frac{s_y^2}{n} \quad (\text{II.37})$$

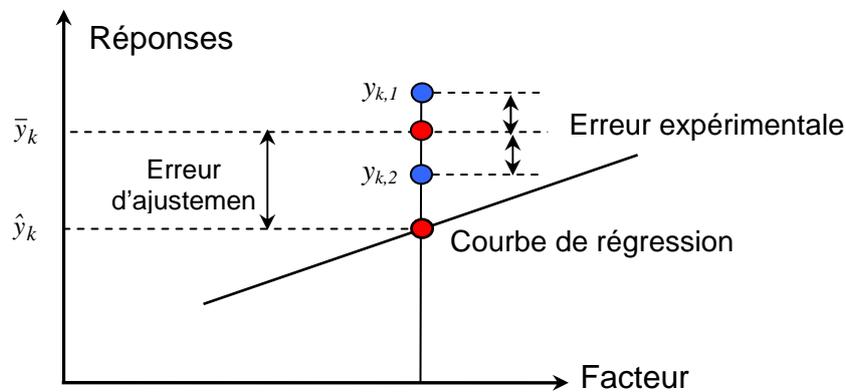


Figure II.10. Le résidu se décompose en deux écarts: 1. l'écart expérimental; 2. l'écart d'ajustement

b- Estimation sur la variance

On appelle « effets » les coefficients des facteurs et ceux des interactions dans l'écriture du modèle exemple sur l'équation II.28. Les calculs statistiques qui permettent de savoir si les effets sont significatifs, de calculer les intervalles de confiance ou de valider la linéarité du modèle font intervenir d'une part les résidus e_i , c'est-à-dire la différence entre la valeur expérimentale et la valeur prédite par le modèle, et d'autre part un estimateur sans biais de la variance commune des résidus. Cet estimateur est donné par:

$$s^2 = \frac{1}{n-p} \sum e_i^2 \quad (\text{II.38})$$

où : n est le nombre d'expériences réalisées et p le nombre de coefficients du modèle.

Dans ces conditions, on peut montrer que tous les effets ont la même variance donnée par :

$$s_i^2 = \frac{s^2}{n} \quad (\text{II.39})$$

Cela apporte une grande simplification au niveau des calculs.

c-Réalisation du test de signification des effets

Le test utilisé est le test $\ll t \gg$ de *Student*. Un effet sera dit significatif (c'est-à-dire que la variable ou l'interaction qui lui est associée a une influence sur la réponse), s'il est, pour un risque donné, significativement différent de 0. On testera donc l'hypothèse :

$$H_0 = \ll a_i = 0 \gg \quad (\text{II.40})$$

Contre l'hypothèse :

$$H_1 = \ll a_i \neq 0 \gg \quad (\text{II.41})$$

Pour cela, on calcul

$$t_i = \frac{|a_i|}{s_i} \quad (\text{II.42})$$

On utilise alors une table dite de *Student* (annexe VIII.1) à $\nu = n-p$ degrés de liberté (n est le nombre d'expériences réalisées et p le nombre d'effets y compris la constante) [36]. On choisit un risque de première espèce α (le plus souvent 1% ou 5%) et on lit dans cette table la valeur $t_{crit}(\alpha, \nu)$, en utilisant la partie relative à un test bilatéral. La règle du test est alors la suivante :

- Si $t_i > t_{crit}(\alpha, \nu)$: on rejette H_0 au risque toléré.
- Si $t_i < t_{crit}(\alpha, \nu)$: on accepte H_0 au risque toléré.

Si l'hypothèse H_0 est acceptée, cela veut dire que l'effet en question n'est pas, au risque α significativement différent de 0 et donc que la variable qui lui est associée n'a pas d'influence sur la réponse.

d- Intervalle de confiance des effets du modèle

Rappelons que si l'on détermine tous les effets, on ne peut pas calculer la variance commune des résidus. On supposera donc, dans la suite, que l'on a négligé au moins un effet. On calcule alors s^2 donnée par l'équation (II.34).

Puis on en déduit variance commune des effets. On choisit alors un risque α et on détermine avec *la table de Student* le nombre $t(\alpha, \nu)$. L'intervalle de confiance d'un effet a_i est alors donné par :

$$[a_i - t(\alpha, \nu)s_1 ; a_i + t(\alpha, \nu)s_1] \quad (\text{II.43})$$

II.5.3. Validation du modèle

L'analyse de la variance consiste à comparer à l'aide d'un test F la somme des carrés des écarts due uniquement à la régression (donc au modèle), avec la somme des carrés des résidus.

Précisons ces notions en introduisant un vocabulaire spécifique à l'analyse de variance. On notera par la suite Y_i les réponses observées lors de la réalisation des expériences et Y_i^{est} la réponse estimée à l'aide du modèle linéaire. On notera, de même, Y_{moy} la moyenne des réponses.

On définit alors trois types de "variations"

1- *La variation due à la liaison linéaire :*

$$SCEL = \sum (Y_i^{est} - Y_{moy})^2 \quad (\text{II.44})$$

SCEL se lit : "somme des carrés des écarts dues à la liaison".

2- *La variation résiduelle :*

$$SCER = \sum (Y_i - Y_i^{est})^2 \quad (\text{II.45})$$

SCER se lit : "somme des carrés des écarts des résidus".

3- *La variation totale :*

$$STCE = SCEL + SCER \quad (\text{II.46})$$

STCE se lit : "somme totale des carrés des écarts".

On définit de plus un "carré moyen" qui est le quotient d'une somme de carrés par son degré de liberté.

SCEL aura $(p - 1)$ degrés de liberté (p est le nombre de coefficients estimé à partir du modèle).

SCER aura $(n - p)$ degrés de libertés (n est le nombre d'expériences réalisées).

SCET aura $(n - 1)$ degrés de liberté.

En outre, on note *CML* le carré moyen associé à *SCEL*, et *CMR* le carré moyen associé à *SCER*.

Le tableau de l'analyse de variance se présente alors de la façon suivante:

Tableau II.4: Tableau de l'analyse de régression.

Variation due à	Somme des carrés	DDL	Carré moyen	F
Liaison	$SCEL$	$p - 1$	$\frac{SCEL}{p - 1} = CML$	$F_{obs} = \frac{CML}{s^2}$
Résidus	$SCER$	$n - p$	$\frac{SCER}{n - p} = s^2$	
Totale	$SCET$	$n - 1$		

Le test F permet alors de comparer pour un risque fixé à l'avance le F_{obs} que l'on a calculé dans le tableau précédent avec un $F(\text{critique})$ lu dans la table de Fisher-Snedecor (annexe VIII.2) avec $(p-1)$ et $(n - p)$ degrés de liberté.

Le test est le suivant :

Hypothèse H_0 : " les deux carrés moyens sont de même grandeur" et donc la régression n'est pas significative

Hypothèse H_1 : " le carré moyen dû à la régression est significativement plus grand que le carré moyen dû aux résidus" donc la régression est globalement significative

La règle du test est alors pour un risque α choisi:

- Si F_{obs} est inférieure au $F(\text{critique})$, on accepte l'hypothèse H_0 .
- Si F_{obs} est supérieur au $F(\text{critique})$, on accepte l'hypothèse H_1 avec la confiance $1 - \alpha$.

II.5.4. Qualité du modèle

II.5.4.1. Qualité descriptive du modèle

Le tableau d'analyse de régression (Tableau II.4) permet d'établir immédiatement le coefficient de détermination à partir de la relation suivante:

$$R^2 = \frac{SCEL}{STCE} = 1 - \frac{SCER}{STCE} \quad (\text{II.47})$$

Ce coefficient traduit la contribution du modèle dans la restitution de la variation de la réponse observée. Par définition, le coefficient de détermination appartient à l'intervalle suivant : $0 \leq R^2 \leq 1$

En présence de plusieurs variables explicatives, ce qui est généralement le cas dans l'analyse des résultats d'essais provenant d'un plan d'expériences, il faut impérativement

éviter l'utilisation du coefficient de détermination R^2 pour comparer la qualité descriptive de différents modèles. Il faut recourir à l'utilisation du coefficient de détermination ajusté $R_{ajusté}^2$.

Le même tableau de régression permet de corriger le coefficient de détermination défini à partir de l'équation II.43. Pour tenir compte du nombre de coefficients présents dans un modèle et pour comparer différents modèles entres-eux, on définit le coefficient de détermination ajusté à partir de la formule suivante:

$$R_{ajusté}^2 = 1 - \frac{\frac{SCER}{N-P}}{\frac{STCE}{N-1}} \quad (\text{II.48})$$

Par définition, le coefficient $R_{ajusté}^2$ appartient à l'intervalle suivant : $-\infty \leq R_{ajusté}^2 \leq 1$

Plus la valeur du coefficient de détermination ajusté est proche de 1, plus la qualité descriptive du modèle est satisfaisante.

II.5.4.2. Qualité prédictive du modèle

Le modèle obtenu peut servir à prédire la valeur de la réponse non encore réalisés. Cette approche est très courante dans un problème d'optimisation.

Au même titre que l'on a défini précédemment la qualité descriptive d'un modèle à partir du coefficient de détermination $R_{prédictif}^2$, il est possible de définir maintenant la qualité prédictive d'un modèle à partir d'un coefficient noté $R_{prédictif}^2$ ou Q^2 . Comme on dispose de N erreurs de prédiction, on définit la statistique suivante:

$$PRESS = \sum_{i=1}^N e_{(i)}^2 \quad (\text{II.49})$$

Où $e_{(i)}$ est l'erreur de prédiction pour le $i^{ème}$ traitement du plan d'expériences.

Dans cette relation, *PRESS* est l'acronyme de la locution anglaise *PRediction Error Sum of Squares*. Plus la valeur de *PRESS* est faible, plus le modèle est prédictif. Par analogie avec le coefficient de détermination R^2 , on définit le coefficient $R_{prédictif}^2$ encore noté Q^2 à partir de la relation suivante :

$$Q^2 = 1 - \frac{PRESS}{STCE} \quad (\text{II.50})$$

Par définition, le coefficient Q^2 appartient à l'intervalle suivant : $-\infty \leq Q^2 \leq 1$

Plus la valeur du coefficient Q^2 est proche de 1, plus la qualité prédictive du modèle est importante.

II.6. Logiciels des plans d'expérience

Les logiciels de plan d'expériences [37,38] possèdent des bibliothèques de plans classiques et ils permettent aussi de construire le plan le mieux adapté à l'étude, ces logiciels sont encore très marqués par leur origine statistique et peuvent rebuter certains utilisateurs.

On peut réaliser le calcul des coefficients avec un tableur [39], mais cela nécessite de la programmation et du temps. Il est donc préférable d'utiliser un logiciel qui effectue non seulement le calcul des coefficients mais aussi tous les calculs statistiques permettant d'évaluer la qualité du modèle mathématique.

Les logiciels de plans d'expériences sont aussi programmés pour calculer des réponses dans tout le domaine d'étude, pour effectuer les analyses de variance, pour tracer des courbes d'isoreponses, pour construire les surfaces de réponse et pour déterminer les zones d'intérêt.

Cet ensemble de possibilités permet d'effectuer rapidement de multiples analyses et de regarder ses données sous tous les angles. On arrive ainsi à extraire, en peu de temps, toute l'information présente dans les résultats d'un plan d'expériences. Les logiciels de plans d'expériences sont devenus des outils absolument indispensables pour la construction de plans complexes et l'interprétation approfondie des résultats du plan. Néanmoins, ces logiciels nécessitent tous une bonne connaissance de la méthode des plans d'expériences et ne peuvent pas être utilisés sans une formation solide aux plans d'expériences.

Parmi ces logiciels on peut citer le logiciel MODDE de la société Umetrics, qui est un logiciel spécialisé pour la construction et l'analyse de plans d'expériences. Il permet de bâtir et d'analyser des plans de criblage, des plans pour la surface de réponse, Taguchi, de mélanges, etc. Pour estimer les modèles, il utilise soit la méthode des moindres carrés usuelle (MLR) soit la méthode des moindres carrés partiels (PLS).

SEPARATION TRIBO-AERO-ELECTROSTATIQUE D'UN MELANGE GRANULAIRE ISOLANT (HIPS /ABS)

III.1. Introduction

III.2. Charge triboélectrique des matériaux granulaires

III.2.1. Mécanismes physiques

III.3. Lits fluidisés

III.3.1. Fluidisation des matériaux granulaires

III.3.2. Forces aérodynamiques et électrostatiques

III.4. Installations expérimentales

III.4.1. Principe de fonctionnement

III.4.2. Génération du champ électrique intense

III.5. Etude de la faisabilité du processus de séparation Tribo-aéro-électrostatique d'un mélange granulaire isolant (HIPS/ABS)

III.6. Conclusion

III.1. Introduction

Nous exposons dans ce chapitre la description des techniques expérimentales avec un rappel sur les notions de bases de l'électrostatique. Nous étudions ensuite la séparation tribo-aéro-électrostatique d'un mélange granulaire isolant (HIPS/ABS) en utilisant un séparateur tribo-aéro-électrostatique conçu à l'Institut PPRIME-IUT d'Angoulême associant l'effet tribo-électrique, la force de Coulomb et la force image électrique. Les résultats expérimentaux montrent un effet prononcé de l'humidité relative sur le taux de récupération des produits composant le mélange.

III.2. Charge triboélectrique des matériaux granulaires

Dans les procédés de séparation électrostatique, les deux mécanismes physiques les plus simples et les plus utilisés pour charger les matériaux plastique granulaire présents dans les déchets électrique et électronique en vue de leur utilisation au recyclage sont l'effet couronne [40,41] qui assure un chargement par bombardement ionique et l'effet tribo-électrique impliquant le transfert de charge entre deux corps en contact, cette méthode de chargement est fortement influencée par le couple frotteur/ frotté.

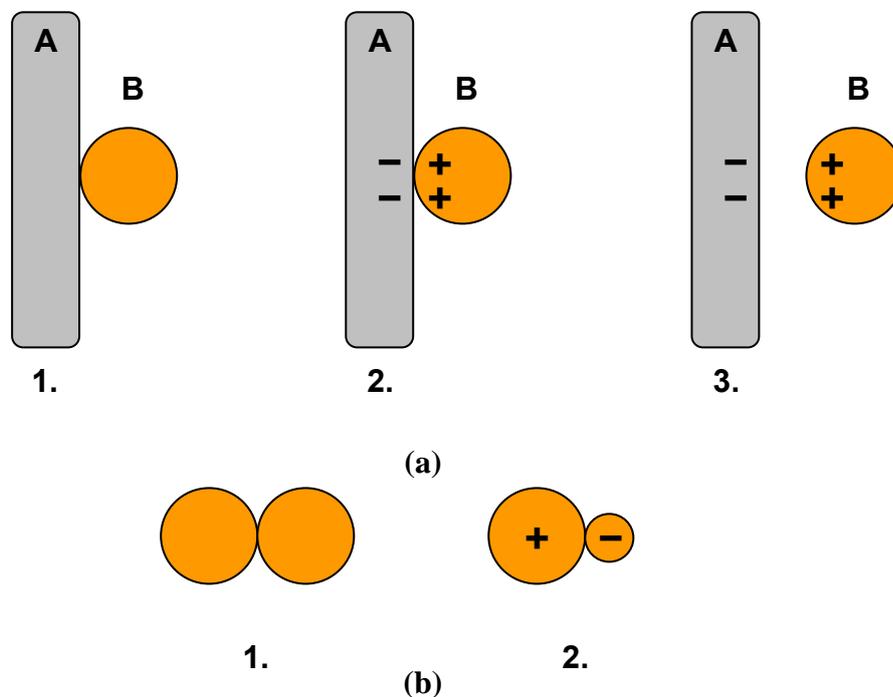


Figure III. 1: L'effet triboélectrique et l'échange de la charge électrique entre deux surfaces: (a): 1. Surface A neutre, particule B est neutre; 2. La surface A et la particule B sont en contact; 3. Après la séparation, la surface A a la tendance de se charger négativement, et la particule B positivement; (b): 1. Deux particules neutres de même taille en contact; 2. les particules grandes ont la tendance de se charger positivement et les petites négativement [13].

III.2.1. Mécanismes physiques

Le phénomène de charge de deux polymères par impact est basé sur la physique des surfaces [42-44] qui prend en compte l'existence de deux niveaux d'énergie des électrons situés dans la bande interdite du polymère (Figure III.2), niveaux d'énergie localisés à la surface du matériau.

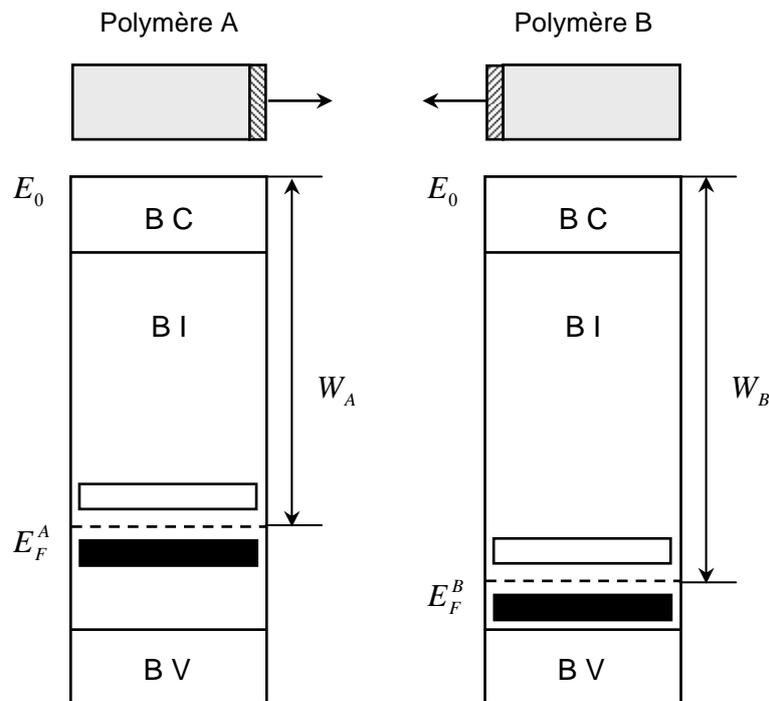


Figure III.2. La modélisation des niveaux superficiels qui explique le processus de triboélectrisation est basé sur le transfert de charge entre les surfaces de contact et la présence des niveaux d'énergie dans la bande interdite des polymères. Les bandes noires situées au-dessous des niveaux Fermi représentent des niveaux d'énergie occupés tandis que les bandes blanches, des niveaux d'énergie libres. E_F^A , E_F^B sont les niveaux Fermi superficiels et W_A , W_B représentent le travail d'extraction superficiel de deux polymères [9].

Les niveaux énergétiques des électrons dans la bande interdite sont générés par la discontinuité du réseau à la surface du matériau et par la présence des atomes d'impuretés. La densité des niveaux superficiels dans la bande interdite par unité d'énergie et unité de surface N [9] prend des valeurs d'ordre de grandeur $(10^{30} \dots 10^{33}) \text{ m}^{-2} \text{ J}^{-1}$. Une faible quantité (quelques) d'atomes d'impuretés pour un million d'atomes à la surface du polymère peuvent modifier, d'une façon significative, les niveaux énergétiques de la bande interdite et, par conséquent, la valeur et la polarité de la charge triboélectrique générées à la surface du matériau.

Si la densité des niveaux superficiels N de deux granules de polymères A et B est suffisamment élevée, un transfert d'électrons se produit entre les granules en contact jusqu'au moment où les niveaux Fermi s'égalisent (Figure III.3).

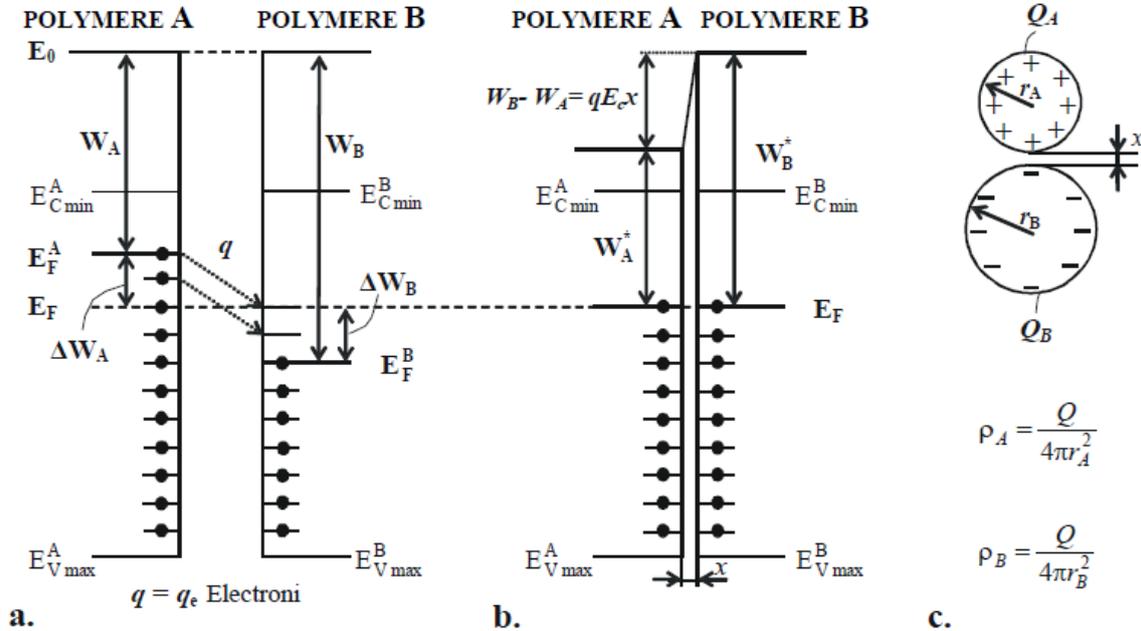


Figure III.3. Diagrammes des niveaux d'énergie qui expliquent la triboélectrification de deux granules de différents polymères par la théorie des niveaux superficiels de haute densité (a) polymères en contact (électronique). Le polymère A caractérisé par un travail d'extraction faible, transfert des électrons est se charge positivement par rapport au polymère B; (b) le processus de triboélectrification prend fin par l'accumulation de la charge Q à l'interface et par renforcement du champ électrique de contact E_C dans l'intervalle x , jusqu'à l'équilibre thermodynamique (les niveaux Fermi E_F^A, E_F^B sont égaux); (c) les charges superficielles Q_A, Q_B acquises par les granules sphériques de polymères les densités de charge ρ_A, ρ_B [9].

III.3. Lits fluidisés

La plupart des dispositifs à lit fluidisé sont utilisés pour la charge triboélectrique des matériaux granulaires ou pulvérulents.

III.3.1. Fluidisation des matériaux granulaires

Le fonctionnement du lit fluidisé (figure III. 4) dans les processus de triboélectrification est délimité par la vitesse minimale de fluidisation U_{mf} et la vitesse terminale de chute libre des particules U_t [42].

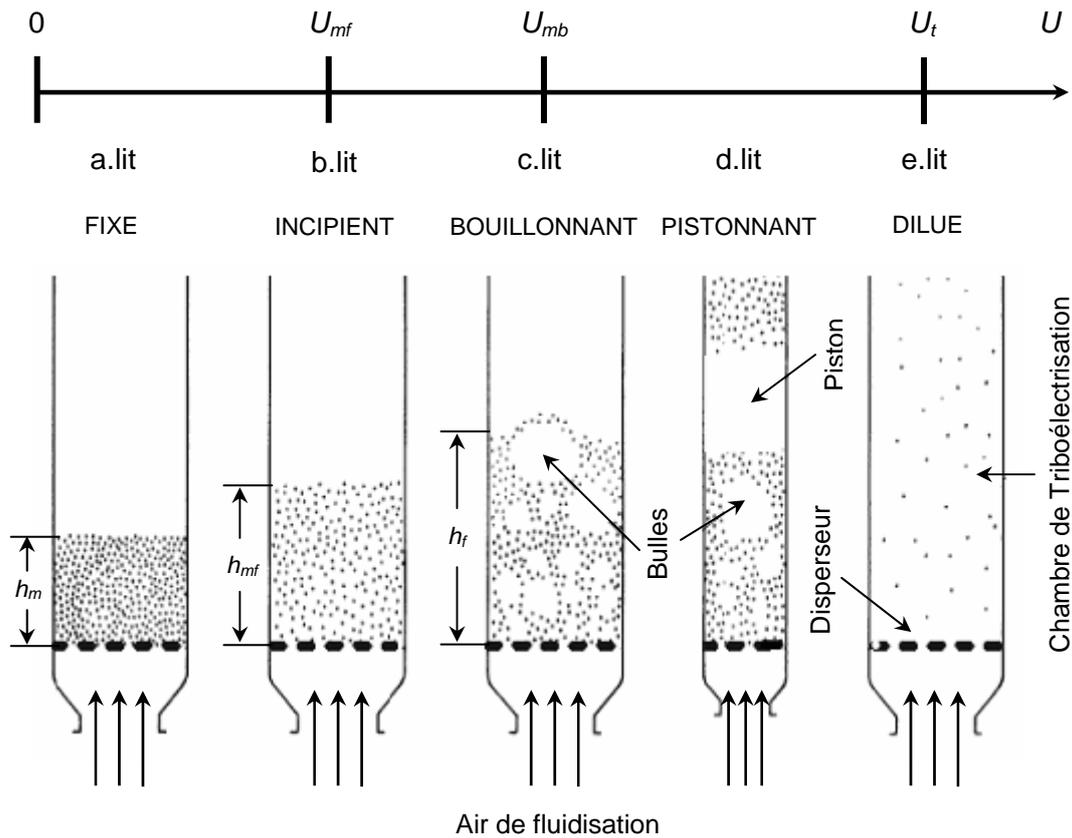


Figure III.4: Les régimes de lit fluidisé en fonction de la vitesse de fluidisation; U_{mf} : vitesse minimale de fluidisation; U_{mb} : vitesse minimale d'apparition des boules; U_t : vitesse de transport pneumatique [13].

III.3.2. Forces aérodynamiques et électrostatiques

Les mélanges granulaires sont influencés par les forces inter particulaires qui prennent naissance lors du frottement ou du simple contact [13]. Les forces qui s'exercent sur les matériaux granulaires sont:

- Les forces de la pesanteur
- Les forces de London-Van der Waals
- Les forces électrostatiques.

A. Les forces de la pesanteur

Le poids d'un corps de masse m s'exprime par:

$$p = mg \quad (III.1)$$

avec $g = 9.81 \text{ m/s}^2$.

Aux forces de la pesanteur s'opposent des forces inter particulaires. Elles sont différentes pour des particules chargées d'électricité statique ou électriquement neutres.

B. Les forces de London-Van der Waals

Les forces de London-Van der Waals sont des forces de nature électrostatique qui s'exercent sur des molécules ou des particules électriquement neutres. Elles peuvent être estimées en faisant la somme de toutes les combinaisons possibles de paires d'atomes entre particules et s'écrivent:

$$F = \frac{\lambda}{a^7} \quad (\text{III.2})$$

a : la distance entre les deux centres

λ : est une constante, qui dépend de la polarisation et de l'énergie d'ionisation des atomes impliqués.

Les forces de London –Van der Waals étant inversement proportionnelles à la septième puissance de leur distance, cela entraîne un accroissement rapide de l'interaction pour les courtes distances.

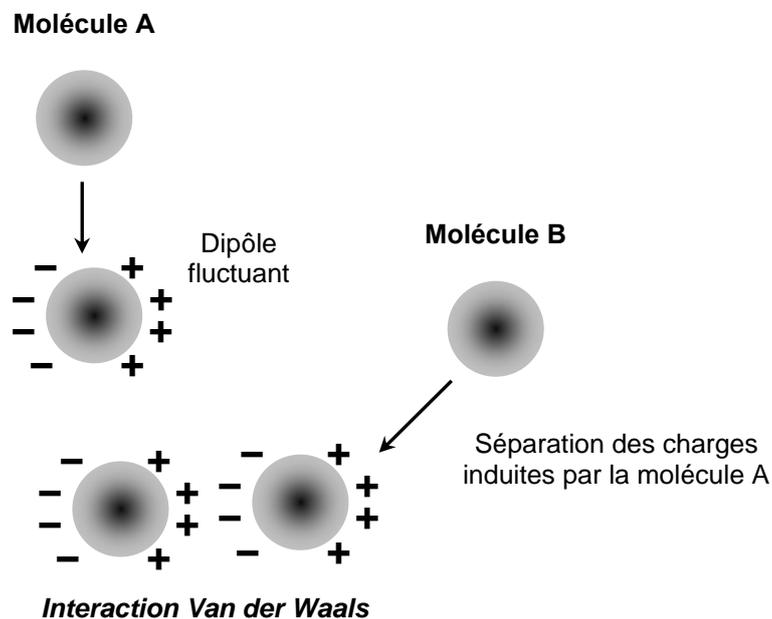


Figure III.5: Le phénomène physique responsable de la force Van der Waals: polarisation électrique des atomes ou molécules neutres [13].

Le tableau III.1 donne la valeur des forces d'interaction entre des particules séparées par une distance de 50 \AA , en fonction de leur rayon. Pour des particules de 1 mm, elles sont approximativement identiques. Ces constatations expliquent le fait que les fines particules aient plus tendance à s'agglomérer que les grosses.

Tableau III.1: Forces de Van der Waals et de pesanteur en fonction de la taille des particules, d'après Higuchi.

Rayon (cm)	Forces de Van der Waals $a = 50 \text{ \AA}$	Poids (g.cm /s ²)
10^{-5}	$3,3 \times 10^{-4}$	$4,1 \times 10^{-12}$
10^{-4}	$3,3 \times 10^{-3}$	$4,1 \times 10^{-9}$
10^{-3}	$3,3 \times 10^{-2}$	$4,1 \times 10^{-6}$
10^{-2}	$3,3 \times 10^{-1}$	$4,1 \times 10^{-3}$
10^{-1}	3,3	4,1

C. Force de Coulomb

Les forces de Coulomb sont des forces attractives ou répulsives qui s'exercent entre particules chargées. Si Q_a et Q_b sont les charges des deux particules et a la distance entre leurs centres, la loi de Coulomb permet d'écrire:

$$F = \frac{Q_a Q_b}{a^2} K \quad (\text{III.3})$$

avec $K = \frac{1}{4\pi\epsilon_0} = 9.10^9$ et ϵ_0 étant la permittivité du vide.

Le calcul de ces forces a été établi pour des éléments supposés sphériques de charges données, de tailles différentes et en proche contact. Nous présentons sur le tableau III.2, une comparaison entre les forces électrostatiques et les forces de la pesanteur, pour des petites particules.

Tableau III.2: Forces d'interaction électrostatique entre deux sphères chargées

Rayon (cm)	Forces (dynes)	Poids (g.cm /s ²) ; Densité=1
10 ⁻⁴	9 × 10 ⁻⁶	4,1 × 10 ⁻⁹
10 ⁻³	9 × 10 ⁻⁴	4,1 × 10 ⁻⁶
10 ⁻²	9 × 10 ⁻²	4,1 × 10 ⁻³
10 ⁻¹	9	4,1
1	9 × 10 ²	4,1 × 10 ³

Entre deux particules de 1 µm de diamètre, avec le même maximum de charges, s'exerce une force 1000 fois supérieure à celle de la pesanteur. En analysant les deux tableaux, on peut tirer les conclusions suivantes :

- Les forces de Van der Waals diminuent plus rapidement que les forces électrostatiques, quand la distance entre les particules augmente.
- Pour des particules de diamètre égal ou inférieur au micron, les forces de Van der Waals sont plus importantes que les forces électrostatiques, lorsque ces particules sont en contact.
- Quand le diamètre des particules diminue, les forces de van der Waals décroissent plus lentement que les forces électrostatiques.

On remarque que l'importance de ces deux forces dépend de la taille des particules et les distances qui les séparent. Les propriétés d'écoulement des matériaux granulaires sont fonction des interactions particulières. Chaque particule se déplace en fonction de son poids, mais elles seront gênées dans leur mouvement par des contacts, soit avec les autres particules, soit avec les parois.

Les phénomènes d'adhésion et de cohésion peuvent être expliqués par les forces de Coulomb qui s'exercent soit entre deux particules, soit entre une particule et la paroi.

D. Cohésion due aux forces électrostatiques

La cohésion entre particules est due aux forces d'attraction qui prennent naissance lors du contact ou de la friction. Les charges électrostatiques formées au niveau des surfaces de contact se comporteront de diverses façons en fonction de la nature du matériau: conducteur ou isolant.

Lorsque deux matériaux isolants chargés de signe opposé se rencontrent, la cohésion a lieu et persiste. Les électrons ne peuvent pas se répartir et les forces d'attraction ne s'annulent pas.

Les charges restent localisées aux points de contact et de friction avec le matériau responsable de l'électrification. Ces points sont souvent des arrêtes et protubérances.

E. Adhésion due aux forces électrostatiques

L'adhésion des particules sur une paroi dépend des forces capillaires d'adhésion, des forces d'interaction électrostatique et de Van der Waals. Le mouvement d'une particule dans un système d'écoulement est donc le résultat des forces d'adhésion F_1 et de la force de pesanteur F_2 . (Figure. III.6)

Les forces de Coulomb jouent un rôle prépondérant et il est bien évident que la nature du matériau support influencera de façon considérable ce phénomène.

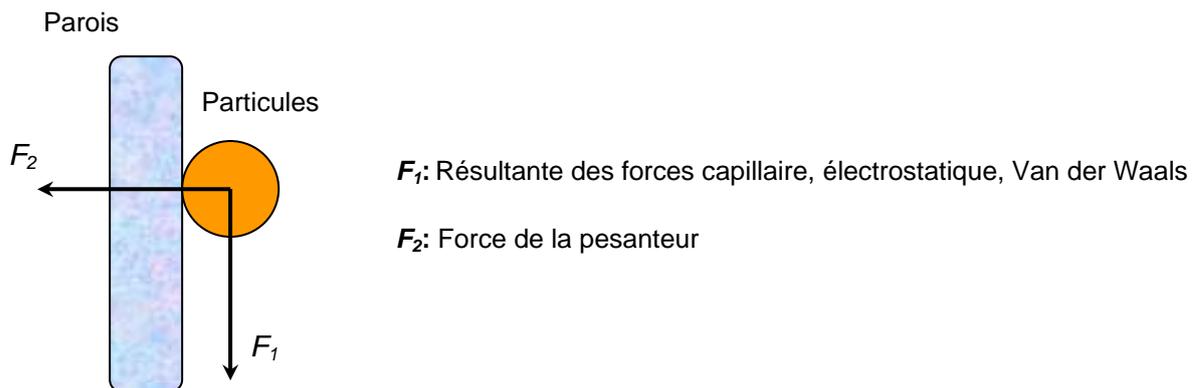


Figure III.6: Représentation de différentes forces intervenant dans l'interaction particule / parois.

F. Forces aérodynamiques

L'équation des forces agissant sur une particule chargée électriquement est la suivante [13]:

$$F_i = F_{el}(Q, E_0, x) \pm F_a - F_g \quad (III.4)$$

où : F_i est la force d'inertie, F_{el} est la force exercée par un champ électrique uniforme d'intensité E_0 sur une particule chargée, de charge Q , située à une distance x de l'électrode.

F_a est la force aérodynamique et F_g la force gravitationnelle.

La force d'inertie F_i est donnée par la relation:

$$F_i = W(\rho_s - K\rho) \frac{dv}{dt} \quad (\text{III.5})$$

où : v est la vitesse de particule, K est le coefficient de forme [45] (pour les particules sphériques $K = 0,5$), W est le volume d'une particule ayant la densité ρ_s et ρ la densité de l'air.

La force aérodynamique s'exprime par la relation:

$$F_a = C_d \pi R^2 \rho v_r^2 \quad (\text{III.6})$$

où C_d est une constante en fonction du nombre du Reynolds, v_r est la vitesse relative d'une particule dans l'air.

La résistance de l'air, est un exemple de frottement du fluide. Contrairement au modèle standard de la surface de frottement, la force de friction est dépendante de la vitesse. Cette dépendance de vitesse peut être très compliquée, et seulement les cas spéciaux peuvent être traités analytiquement. À des vitesses très faibles des particules, la résistance de l'air est approximativement proportionnelle à la vitesse et peut être exprimée sous la forme:

$$F_f = -bv \quad (\text{III.7})$$

où le signe négatif implique qu'il est directement opposé à la vitesse.

III.4. Installations expérimentales

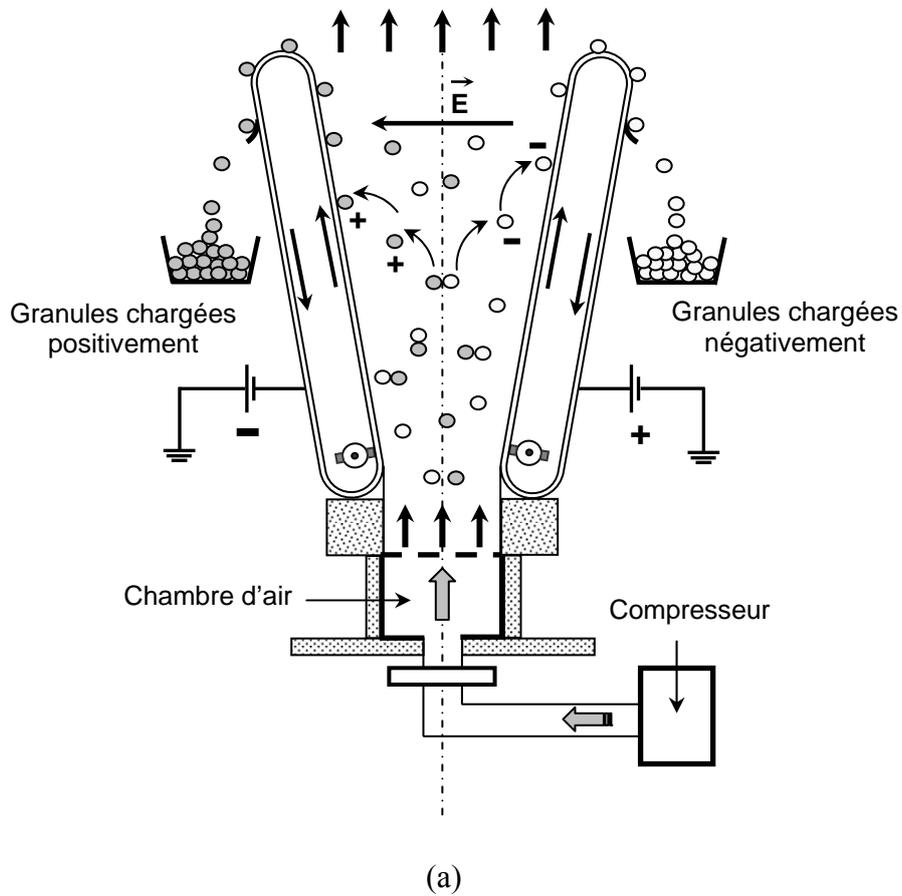
Les processus de séparation électrostatique à lit fluidisé ont récemment fait l'objet de nombreux travaux de recherches [47, 74-76]. L'intérêt de ces études réside essentiellement dans la possibilité de représenter une alternative intéressante aux solutions existantes de tribo-chargement. En choisissant convenablement le matériau de la paroi de la chambre de séparation, un niveau de chargement très efficace peut être obtenu avec un faible coût d'énergie.

Un modèle de laboratoire du séparateur à lit fluidisé est en construction sur le site de l'IUT d'Angoulême de l'Institut PPRIME, Université de Poitiers. Il devrait permettre de trouver les facteurs d'échelle à adopter pour créer le régime de charge optimal dans un lit fluidisé de dimension industrielle.

III.4.1. Principe de fonctionnement

Le procédé original mis au point au laboratoire (figure III.7) utilise en même temps l'effet triboélectrique, la force de Coulomb et la force image électrique. Ainsi, l'effet triboélectrique assure l'homogénéité de la charge électrique acquise par les matériaux isolants granulaires [46] dans le lit fluidisé en ébullition générée par un gradient négatif de pression en direction verticale, dans une chambre de séparation.

Le mélange de matériaux isolants granulaires est introduit dans un modèle de laboratoire du séparateur tribo-aéro-électrostatique (Figure III.7). Le diffuseur et le filtre permettent respectivement l'admission et l'évacuation de l'air comprimé utilisé pour créer un gradient négatif de pression en direction verticale. Soumis à l'action de la pesanteur et des forces aéroliques, les granules à l'intérieur de la chambre de séparation forment un lit fluidisé. Le débit de l'air de fluidisation (figure III.8) est ajusté par un régulateur de pression à une valeur assurant le fonctionnement du lit fluidisé en régime d'ébullition, favorisant ainsi les impacts entre les granules et leur électrisation par effet tribo-électrique. Chaque granule chargé positivement ou négativement se déplace sous l'action de la force de Coulomb dans le champ électrique horizontal créé entre deux électrodes de type tapis roulants métalliques. Les deux électrodes sont alimentées par des générateurs de haute tension continue et ajustable. Les granules chargés positivement se déplacent dans le sens du champ électrique, vers l'électrode négative et les granules chargés négativement sont dirigés vers l'électrode positive. Soumis à l'action de la force d'image électrique, les granules chargés adhèrent à la surface des électrodes de polarités opposées, qui les entraînent vers le collecteur de produits.



(b)

Figure III.7: (a) Principe de la séparation Tribo-aéro-électrostatique; (b) photographie du séparateur tribo-aéro-électrostatique, IUT d'Angoulême de l'Institut Pprime, Université de Poitiers. France [13]



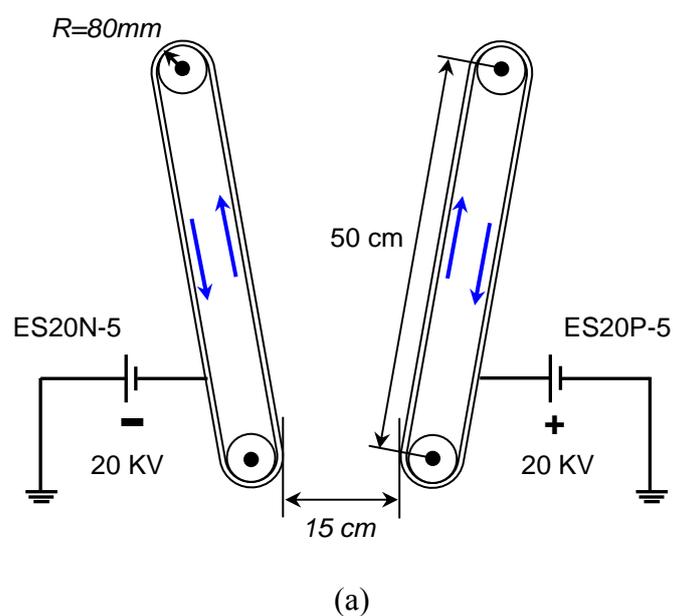
Figure III.8: La soufflante SCL K06, 3 kW, IUT d'Angoulême de l'Institut PPRIME, Université de Poitiers.

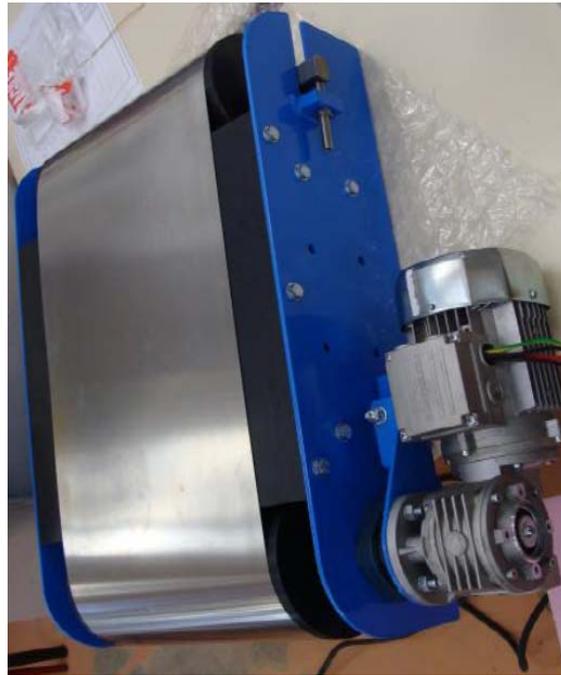
III.4.2. Génération du champ électrique intense

A. Systèmes d'électrodes

Les électrodes de séparateur Tribo-aéro-électrostatique sont constituées de deux bandes transporteuses métalliques (figure III.9) de largeur 300 mm, et d'épaisseur de 0,25 mm. Les bandes sont entraînées par des rouleaux de diamètre 160 mm, la vitesse de chacun d'eux pourrait être ajustée électroniquement dans la gamme de 0 à 10 m / s.

La distance moyenne entre les électrodes dans la zone du lit fluidisé est 20 cm, un champ électrique de 2 kV/cm peut être obtenu avec des électrodes alimentées à ± 20 kV à partir de deux alimentations haute tension réglable à double polarité.





(b)

Figure III.9: Système d'électrode utilisée dans le séparateur Tribo-aéro-électrostatique; (a) schéma, (b) Photographie de la bande transporteuse.

B. Alimentation haute tension

Le séparateur Tribo-aéro-électrostatique fonctionne en régime électrostatique, il n'y a donc aucune exigence particulière de puissance électrique concernant les alimentations haute tension. Les modèles ES20P-5 (+20 kV ; 5 W) et ES20N-5 (-20 kV ; 5 W), fabriqués par la société Gamma High Voltage Research Inc, Ormond Beach, FL, satisferont largement les besoins de cette application (figure III.10).



Figure III.10: Alimentation haute tension modèle ES20P-5 (+20 kV ; 5 W), IUT d'Angoulême de l'Institut PPRIME, Université de Poitiers.

III.5. Etude de la faisabilité du processus de séparation Tribo-aéro-électrostatique d'un mélange granulaire isolant (HIPS/ABS)

Dans cette partie notre attention a été focalisée sur la détermination du seuil de masse limite minimal pour le lit fluidisé. La masse minimale du mélange granulaire à introduire dans le procédé pour une séparation intéressante doit être déterminée, car en dessous d'une certaine valeur; l'utilisation du procédé devient insignifiante.

Nous avons réalisé nos expériences sur deux classes de matériaux isolants qui se trouvent dans les mélanges non conducteurs granulaires triés par les séparateurs électrostatiques: l'ABS (Acrylonitrile-Butadiène-Styrène) et le HIPS (High-Impact Polystyrene) provenant de déchets d'équipements informatiques (imprimantes, claviers...etc.) [47]. La taille de granules des deux matériaux est inférieure à 2 mm (Figure III.11).

Les expériences ont été réalisées sur deux types d'échantillons: A et B. Les échantillons A sont constitués de 50% de granules de ABS et 50% de granules de HIPS maintenues en contact avec l'air ambiant à des valeurs constantes de température et humidité: 18°C, 20% \pm 1% respectivement pendant 12h, avant d'être soumis aux essais. Les échantillons B, constitués des mêmes classes de granules, ont été pré-conditionnés pendant 12h à une température constante égale à 18°C et une humidité relative $RH = 40\% \pm 1\%$.



Figure III.11: Photographie des granules de l'ABS (blanche) et de HIPS (grise).

Les expériences préliminaires faites sur un mélange binaire (Figure III.11) de 700g (50% ABS + 50% HIPS), dans l'air ambiant (humidité relative: $RH = 40\% \pm 1\%$, température: $T = 18^\circ\text{C}$), les électrodes sont alimentées à $V_{\text{électrode}} \pm 11 \text{ kV}$, et se déplacent à une vitesse $v = 16 \text{ cm / s}$, montrent que le lit fluidisé se détériore considérablement lorsque la masse de granules se trouvant dans la chambre de séparation est inférieur à 340 g. Cette quantité a été ensuite

prise comme masse initiale pour une série d'expériences, réalisées avec différentes quantités du mélange granulaires $M = 340 \text{ g}, 440 \text{ g}, \dots, 940 \text{ g}$ et pour deux durées de séparation $t = 30 \text{ s}$ et $t = 60 \text{ s}$. Les résultats sont présentés dans le tableau III.3 et la figure III.12. La pureté des produits est pratiquement de 100%.

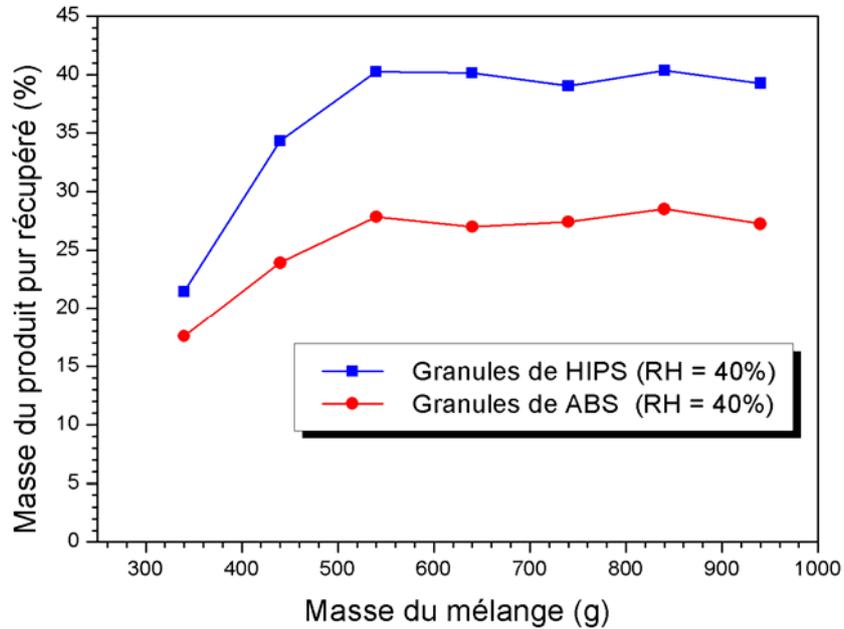
Tableau III.3: Masses des produits purs récupérés (HIPS et ABS) à partir de différentes masses du mélange granulaire pour un temps de séparation $t = 30\text{s}$ et $t = 60\text{s}$ ($RH = 40\% \pm\%$)

Durée (s)	Masse (g)			Masse (%)	
	Mélange	HIPS	ABS	HIPS	ABS
30	340	36,43	29,93	21,43	17,61
	440	75,48	52,59	34,31	23,90
	540	109,04	75,18	40,20	27,84
	640	128,40	86,36	40,13	26,99
	740	144,30	101,38	39,00	27,40
	840	169,39	119,74	40,33	28,51
	940	184,52	127,93	39,26	27,22
60	340	60,00	44,20	35,29	26,00
	440	105,40	67,60	47,91	30,73
	540	142,20	96,10	52,67	35,59
	640	174,00	125,70	54,38	39,28
	740	200,30	143,80	54,14	38,86
	840	228,50	168,60	54,40	40,14
	940	263,20	182,10	56,00	38,74

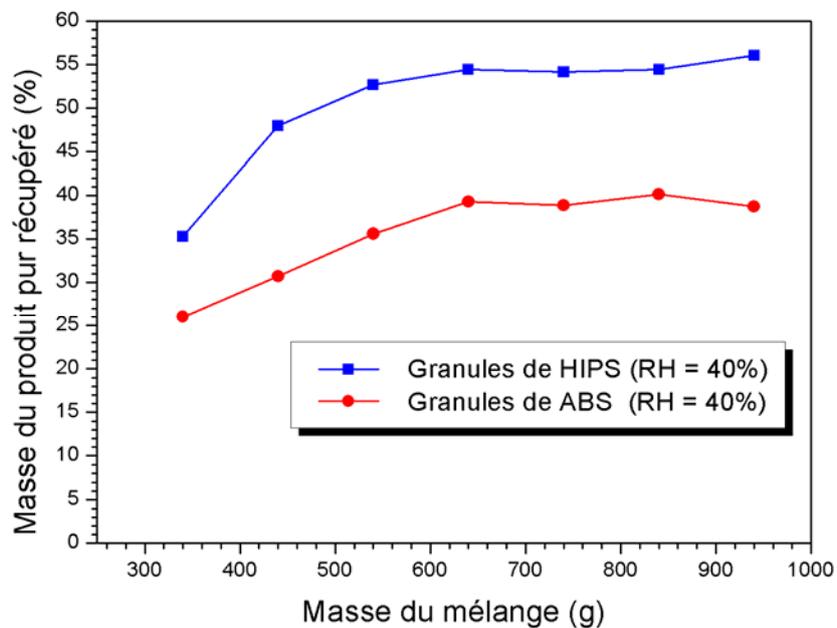
On constate qu'à partir de 640g, le taux de récupération de chaque produit (exprimé en %) est pratiquement le même. Comme prévu, plus de granules sont récupérés après $t = 60\text{s}$ à $t = 30\text{s}$. Pour des durées de processus tribo-aero-électrostatique plus longues, une légère augmentation de taux de récupération peut être atteinte, mais avec un coût d'énergie élevé et un faible débit (la masse par unité de temps).

Ces observations faites sur l'installation de laboratoire sont pertinentes et doivent être prises en considération dans l'interprétation des phénomènes physiques qui expliquent le comportement des deux matériaux: pratiquement tous les granules HIPS qui sont attirés par l'électrode adhèrent à la surface de celles-ci et sont entraînés en dehors de la zone occupée

par le lit fluidisé, vers le collecteur de produits. Une partie de granules d'ABS est détachée de l'électrode avant d'atteindre la fin de la bande transporteuse et pénètre de nouveau dans la zone de lit fluidisé.



(a)



(b)

Figure III.12: Taux de récupération des produits purs en fonction de la masse du mélange granulaire après $t = 30s$ (a) et $t = 60s$ (b); ($T = 18^{\circ}C$; $RH = 40\% \pm 1$, $n = 16$ cm/s et $V_{\text{électrode}} = \pm 11$ kV) [47].

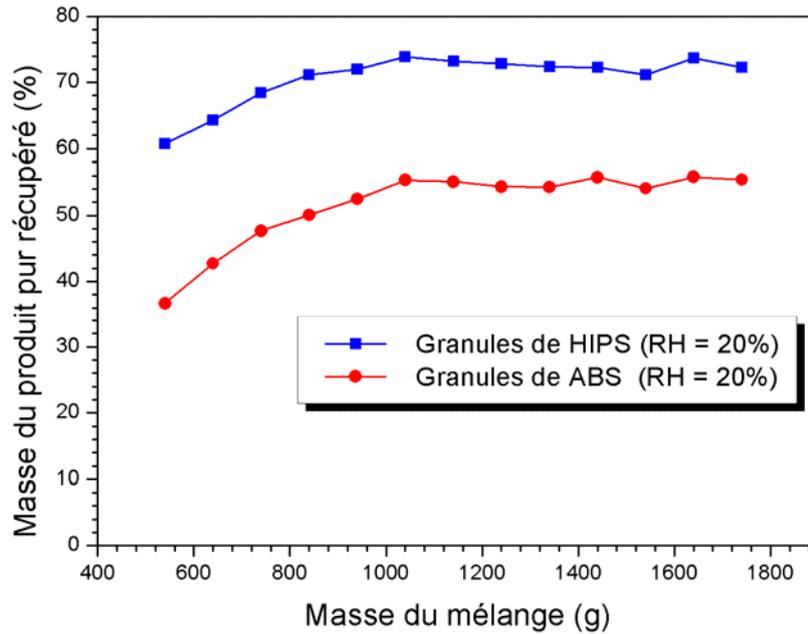


Figure III.13: Taux de récupération des produits purs en fonction de la masse du mélange granulaire après $t = 60s$; ($T = 18^{\circ}C$; $RH = 20\% \pm 1$, $n = 16 \text{ cm/s}$ et $V_{\text{électrode}} = \pm 11 \text{ kV}$) [47].

Dans la figure III.13, on a représenté le taux de récupération des produits purs (HIPS et ABS) en fonction de la masse du mélange granulaire pour une valeur d'humidité relative égale à 20% et un temps de séparation de 60s. Les conditions expérimentales sont similaires à celles utilisées pour $RH = 40\%$.

Si on considère les deux résultats des figures III.12 et III.13, on peut observer l'effet de l'humidité relative sur la variation des deux matériaux. Il apparaît que la diminution de l'humidité relative (de 40% à 20%) $\pm 1\%$ a été accompagnée par une augmentation du taux de récupération de HIPS (de moins de 55% à plus de 70%). Pour l'ABS, l'augmentation a été encore plus surprenante (de moins de 40% à plus de 55%).

Dans un environnement conditionné ($RH = 20\% \pm 1$), il est fort probable que la conductivité de surface des granules est plus faible. En conséquence, ils peuvent mieux préserver leur charge lorsqu'ils sont en contact avec la bande transporteuse, ce qui augmente leur probabilité d'être collectées à la sortie de la zone occupée par le lit fluidisé [47].

Tableau III.4. Masse des produits purs récupérés à partir de différentes masses du mélange granulaire pour un temps de séparation $t = 60$ s, à $RH = 20\% \pm 1\%$

Mélange	Masse [g]		Masse [%]	
	HIPS	ABS	HIPS	ABS
540	164,05	99,09	60,76	36,70
640	173,64	115,43	64,31	42,75
740	184,71	128,74	68,41	47,68
840	192,16	135,14	71,17	50,05
940	194,51	141,72	72,04	52,49
1040	199,48	149,39	73,88	55,33
1140	197,61	148,69	73,19	55,07
1240	196,67	146,66	72,84	54,32
1340	195,29	146,45	72,33	54,24
1440	195,16	150,50	72,28	55,74
1540	192,16	145,98	71,17	54,07
1640	199,04	150,66	73,72	55,80
1740	195,10	149,53	72,26	55,38

III.6. Conclusion

Les résultats expérimentaux présentés dans cette partie nous a permis de dégager les conclusions suivantes:

1. L'exposition des échantillons à un milieu environnant caractérisé par une humidité relative élevée produit une augmentation de la conductivité électrique superficielle des granules, s'accompagnant d'une réduction du taux de récupération des deux produits, HIPS et ABS.
2. Les observations faites sur le séparateur tribo-aéro-électrostatique de laboratoire doivent être prises en considération dans la conception de l'installation industrielle.

CONTEXTE ET MISE EN ŒUVRE DE LA CARACTERISATION DES PARTICULES GRANULAIRES ISOLANTES

IV.1. Contexte industriel.

IV.2. Matériaux testés

IV.3. Démarche expérimentale

IV.3.1. Poste de charge des particules isolantes

IV.3.1.1. Processus de charge

IV.3.2. Poste de mesure du déclin de potentiel en surface

IV.3.2.1. Instrument virtuel pour l'analyse de potentiel en surface

IV.3.2.2. Principe de mesure sans contact de potentiel en surface

IV.1. Contexte industriel.

Les techniques électrostatiques de séparation de mélange granulaires représentent une technologie économiquement viable pour la préservation de l'environnement, car elles offrent du plastique recyclé de qualité élevée et une meilleure efficacité pour le recouvrement des métaux que les méthodes conventionnelles de traitement des déchets. Elles représentent de nos jours, une technologie moderne de recyclage des matériaux usagés issus des déchets industriels.

Des études de laboratoire et des observations pratiques [48,14] ont montré que la caractéristique de diminution de la charge des matériaux granulaires à la surface d'une électrode tournante a une influence significative sur le résultat du processus de séparation électrostatique des matériaux granulaires. La force électrique image qui colle les matériaux granulaires à la surface de l'électrode tournante, est proportionnelle à la charge résiduelle portée par chacune de ces particules. En conséquence, il est important d'évaluer la vitesse de déperdition de la charge en contact avec l'électrode reliée à la terre.

L'objectif de ce travail est de caractériser le comportement de charge/décharge des particules isolantes millimétriques à la surface d'une électrode reliée à la terre et de montrer l'efficacité de la méthode du plan d'expérience à la quantification des effets de certains facteurs, ainsi que les interactions entre eux, par l'évaluation de taux de déclin de potentiel en surface D_t [%], après une période bien définie du temps t .

La technique de déclin de potentiel de surface [49-50] a été utilisée comme outil dans la caractérisation des monocouches de matériau granulaire isolant. Son intérêt réside essentiellement dans sa simplicité, et dans la possibilité de bien caractériser les propriétés de surface sans être en contact physique avec le matériau étudié. Le potentiel de surface étant aussi une mesure de la charge portée par les matériaux isolants sous forme granulaires, sa mesure pourrait donner d'importantes informations pour les études de faisabilité de la séparation électrostatique des matières plastiques contenues dans les déchets industriels [51].

IV.2. Matériaux testés

Nous avons réalisé nos mesures sur deux classes de matériaux isolants qui se trouvent dans les mélanges non conducteurs granulaires triés par les séparateurs électrostatiques: l'ABS (Acrylonitrile-Butadiène-Styrène) et le HIPS (High-Impact Polystyrene) provenant de déchets d'équipements informatiques (imprimantes, claviers...etc.) traités par l'entreprise APR2, Bonnières-sur-Seine, France.

Ces échantillons se présentent sous forme sphérique de diamètre moyen égal: 0.3mm, 0.9mm et 1.5mm. L'aspect de matériaux granulaires étudiés est présenté sur la figure IV.1.



Figure IV.1: Aspect des granules d'ABS (a) et de HIPS (b)

L'ABS est un copolymère polyphasé constitué d'un copolymère acrylonitrile et styrène, avec des nodules de butadiène noyés dans la matrice acrylonitrile/styrène. Les proportions de ces trois monomères peuvent être modifiées pour optimiser les propriétés du polymère résultant. L'ABS présente une surface lissée, une bonne sensibilité thermique et résistance à l'impact. La présence du styrène dans sa composition indique que le matériau est inflammable. La densité volumique ρ est de 1020...1280 kg/m³ et la permittivité électrique relative $\epsilon_r = 3,1...3,4$. Ce matériau est utilisé pour la fabrication des carcasses d'ordinateurs et des claviers [52,53].

Le HIPS s'obtient par l'ajout de caoutchouc pendant la polymérisation du polystyrène. Le matériau a des propriétés similaires à l'ABS et est utilisé pour la fabrication des carcasses d'imprimantes, photocopieurs et des cartouches de tonner [54]. La densité volumique $\rho = 1020...1060$ kg/m³ et la permittivité électrique relative $\epsilon_r = 2,5...2,6$.

Les échantillons utilisés dans cette étude se présentent sous forme de couches de granules répandus en forme carrée. Suivant le nombre de couches, les granules ont été pesés avec une balance électronique (tableau IV.1).

Tableau IV.1: Représentation des différentes classes granulométrique et nombre de couches

Couche	Classe granulométrique		
	0,3mm	0,9mm	1,5mm
1	2 g	4 g	6 g
2	4 g	6 g	12 g
3	6 g	8 g	18 g

Toutes les mesures ont été réalisées à l'air ambiant (Température: 20°C, Humidité relative de l'atmosphère: $35 \pm 1\%$). Les échantillons ont été conditionnés à l'air ambiant pendant 12h, et pour chaque expérience nous avons utilisé un échantillon neuf afin d'éviter qu'une mesure influe sur l'autre.

IV.3. Démarche expérimentale

Les travaux de caractérisation des particules granulaires isolantes chargées par décharge couronne, effectués dans le cadre de cette thèse, sont principalement basés sur la mesure sans contact du potentiel en surface. Le dispositif utilisé a été réalisé à l'Institut Universitaire de Technologie d'Angoulême (France). Il s'agit d'une configuration très courante dans les études du déclin de potentiel (figure IV.2). Cette technique qu'on appelle *Déclin de Potentiel de Surface* (DPS) est une méthode d'investigation des propriétés électriques des matériaux isolants. Son intérêt réside essentiellement dans sa simplicité et sa puissance dans la caractérisation de l'aptitude d'un matériau à évacuer une charge électrique déposée à sa surface.

Le principe de la méthode du DPS est de suivre en fonction du temps l'évolution du potentiel de surface d'un échantillon préalablement chargé par décharge couronne. La mesure du potentiel en surface de l'échantillon au cours du temps à partir d'une sonde électrostatique à condensateur vibrant permet de fournir des informations sur le mode d'écoulement (surfacique et / ou volumique) des charges déposées et sur la mobilité de ces charges.

La technique du DPS comprend pour son fonctionnement deux phases: une phase de charge par décharge couronne durant dix secondes, en utilisant une configuration d'électrodes dite *Triode* et une phase de mesure de potentiel en surface qui se fait sans aucun contact avec le matériau. Les granules sont en contact avec une électrode plane reliée à la terre. Une fois qu'ils sont soumis à une décharge couronne, ils sont portés par un chariot à bande transporteuse qui se déplace pour transférer les échantillons vers le poste de mesure ($t = 3s$). Un moteur électrique à courant continu entraîne la bande transporteuse à une vitesse réglable. A l'aide d'une commande électromécanique, on positionne l'échantillon relativement sous l'électrode couronne puis sous la sonde.

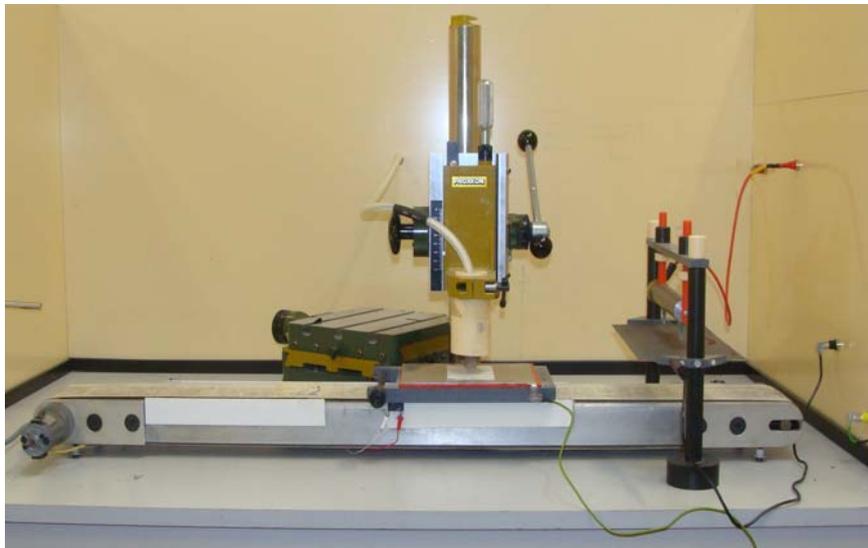
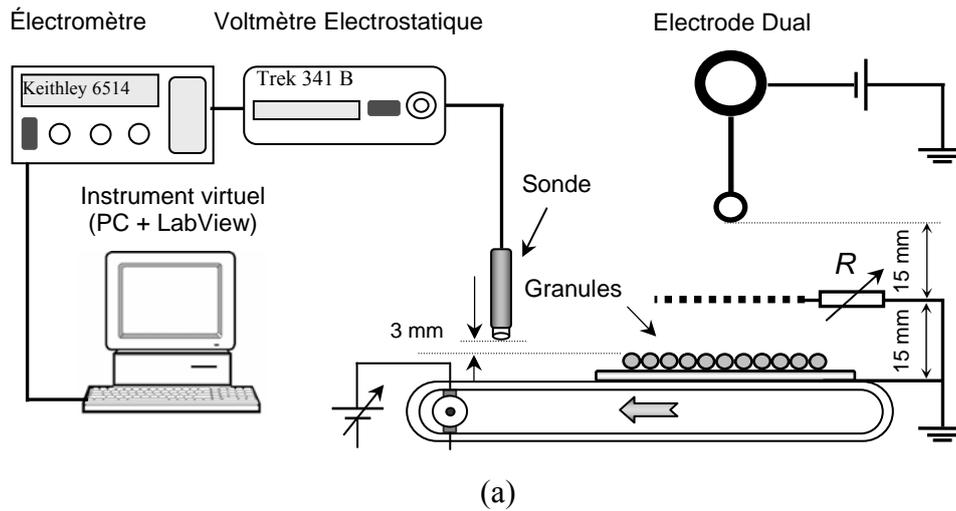


Figure IV.2: Dispositif expérimental de caractérisation des particules isolantes par la mesure de potentiel de surface. (a): Schéma du dispositif expérimental, (b): Photographie du dispositif

IV.3.1. Poste de charge des particules isolantes

Nous avons représenté dans les figures IV.3a et IV.4 le poste de charge utilisé pour charger les matériaux granulaires. Il est composé essentiellement d'un système triode avec une grille répartitrice (figure IV.5) intercalée entre le fil et la surface des échantillons [55]. La grille reliée à la terre à travers une série de résistances ayant une valeur totale égale à R nous permet de contrôler le dépôt de charge sur la surface de l'échantillon. En effet, pour une intensité (I) constante de courant générée par la source HT, un potentiel $V_g = R.I$ est imposé entre la grille et la plaque d'électrode de terre. L'isolant se charge alors au potentiel de la grille (V_g).

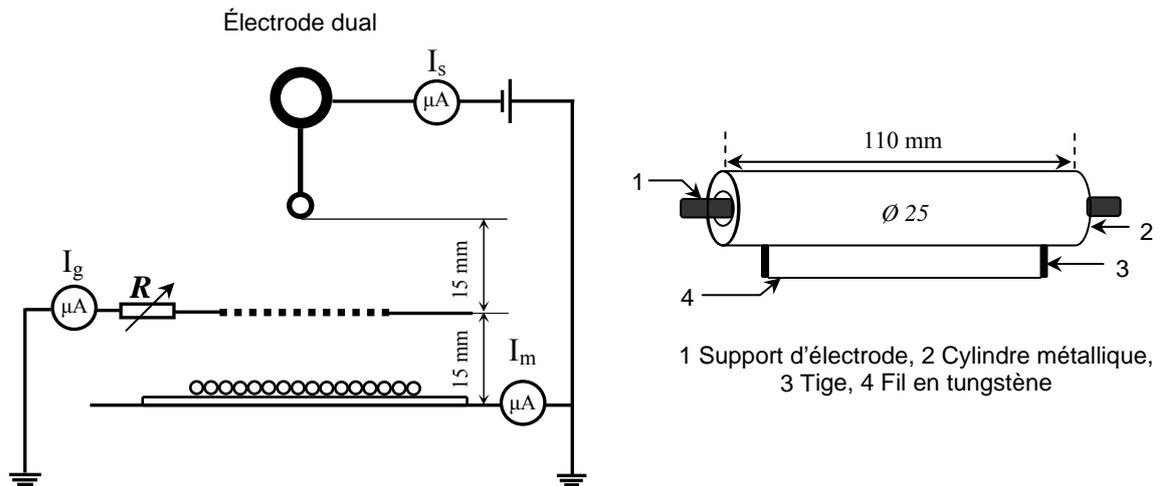


Figure IV.3: Dispositif expérimental de charge par décharge couronne (a): Schéma du système Triode, (b): schéma de l'électrode dual



Figure IV.4: Photographie du système Triode

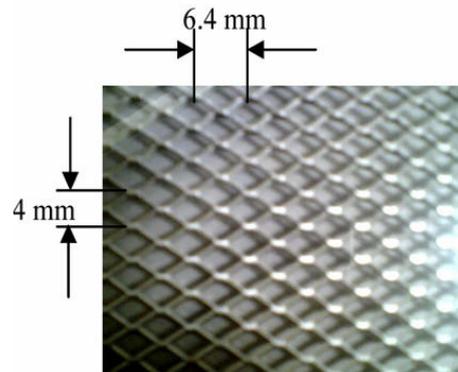


Figure IV.5: Photographie de la grille

Le dispositif de charge se distingue par l'utilisation d'une classe d'électrodes filiforme (*dual électrode*) [56-57] constituée essentiellement d'un support tubulaire en acier inoxydable de diamètre 25mm sur le quel sont soudées deux tiges cylindriques servant d'une part à fixer les extrémités d'un fil fin et d'autre part à le maintenir tendu (figure IV.3-b). L'électrode est connectée à une source de haute tension à double polarité et le fil est parallèle à la surface de l'électrode plane.

IV.3.1.1. Processus de charge

La topographie du champ électrique, définie par la distribution du champ et du potentiel électrique dans le système triode de charge, permet de connaître les caractéristiques qualitatives du procédé de charge. En effet, ce procédé dépend du processus de génération

d'ions par effet couronne et de la dérive des charges sous l'action du champ électrique le long des lignes caractéristiques. La décharge couronne désigne l'ensemble des phénomènes liés à la modification de la conductivité d'un gaz à proximité d'un conducteur de faible rayon de courbure, porté à une tension assez élevée dont le champ électrique environnant est intense mais non disruptif. Dans le cas de la configuration triode, cette conductivité est due aux phénomènes d'ionisation intense de l'air au voisinage immédiat du fil qui est l'élément ionisant de l'électrode dual. Ainsi, l'espace inter électrodes est répartie en trois zones (figure IV.6) [58].

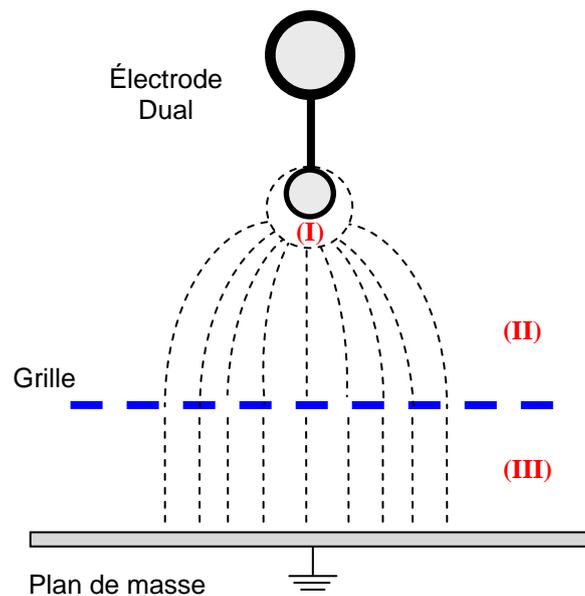


Figure IV.6: Décharge couronne dans le système triode de charge.

La zone active (I) est près de l'électrode active où le champ est supérieur au champ critique du minimum d'ionisation. Elle est caractérisée par une densité de charge totale nulle, ainsi le champ électrique satisfait les équations de Laplace. L'utilisation de l'électrode dual dans des procédés électrostatiques permet de contrôler l'orientation de la décharge couronne et son intensification dans une direction. Cette classe d'électrodes est caractérisée par la non uniformité de l'injection de charge autour de l'élément ionisant.

Avant que la décharge se produise et l'électrode dual soit portée à un potentiel élevé, la grille a le même potentiel que celui du plan de masse. Ainsi le champ électrique est très inhomogène dans la zone (II) et pratiquement nul dans la zone (III). En présence de la décharge, des charges de même polarité que celle de l'électrode duale sont collectées par la grille s'écoulent à travers la résistance que relie celle-ci à la masse. La tension produite aux bornes de la résistance fixe le potentiel de la grille.

Les charges qui ont traversé la grille sont attirées par le plan de masse et interceptées par les granules déposés sur celui-ci. Ainsi la surface libre du matériau subit un dépôt de charges sous l'action du champ électrique dû à la différence de potentiel entre la grille et le plan de masse. Le matériau continue à se charger jusqu'à ce que le potentiel de surface de celui-ci soit égal à celui de la grille. Ainsi, la zone (II) est caractérisée par une charge d'espace importante tandis que la zone (III) est caractérisée par un champ électrique et une charge d'espace pratiquement négligeables.

IV.3.2. Poste de mesure du potentiel en surface.

La mesure de potentiel en surface après la fin de la phase de chargement, se fait par simple transfert des particules isolantes sous une sonde électrostatique à condensateur vibrant de type Trek 3435 [59] reliée à un voltmètre électrostatique Trek, modèle 341B [60]. La sonde électrostatique est située à une distance $h = 3$ mm au dessus de la surface libre des échantillons. L'acquisition des données de mesures expérimentales a été traitée par un instrument virtuel, développé sous un environnement LabView. Un électromètre numérique Keithley modèle 6514, est connecté au voltmètre électrostatique, communique avec l'instrument virtuel implanté sur ordinateur à l'aide d'un bus GPIB de la norme IEEE 488. La figure IV.7 illustre le principe de mesure du potentiel en surface.

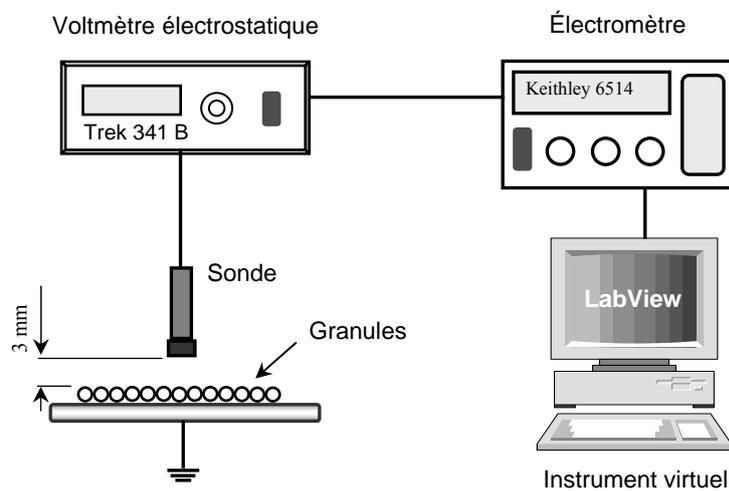


Figure IV.7: Poste de mesure du déclin de potentiel en surface

IV.3.2.1. Instrument virtuel pour l'analyse de potentiel en surface

Les instruments de mesure font l'acquisition, l'analyse et la présentation des données expérimentales. L'acquisition est la méthode à travers laquelle le signal physique de la tension est convertit dans un format numérique afin d'être traité par l'ordinateur.

En contraste avec les langages de programmation en mode texte, où les instructions déterminent l'exécution du programme, LabView utilise la programmation en flux de données, où les données déterminent l'exécution. Chaque dessin est transcrit en code par le générateur interne de code, de façon qu'il puisse être exécuté par l'ordinateur.

L'instrumentation virtuelle (VI) est définie comme une combinaison hardware et software avec la technologie standard des ordinateurs pour créer des solutions d'instrumentation définies par les utilisateurs. Un instrument virtuel consiste en un ordinateur standard équipé de puissants logiciels d'application et du hardware économique comme les cartes « Plug-in » et pilotes logiciels, qui une fois ensembles, réalisent les fonctions d'un instrument traditionnel. Les instruments virtuels offrent des avantages significatifs dans toutes les étapes des processus d'ingénierie, de la recherche et de la conception, aux tests de production.

Un VI est composé de trois parties principales: le panneau frontal (Figure IV.8), le diagramme bloc, et les palettes d'outils et contrôles.

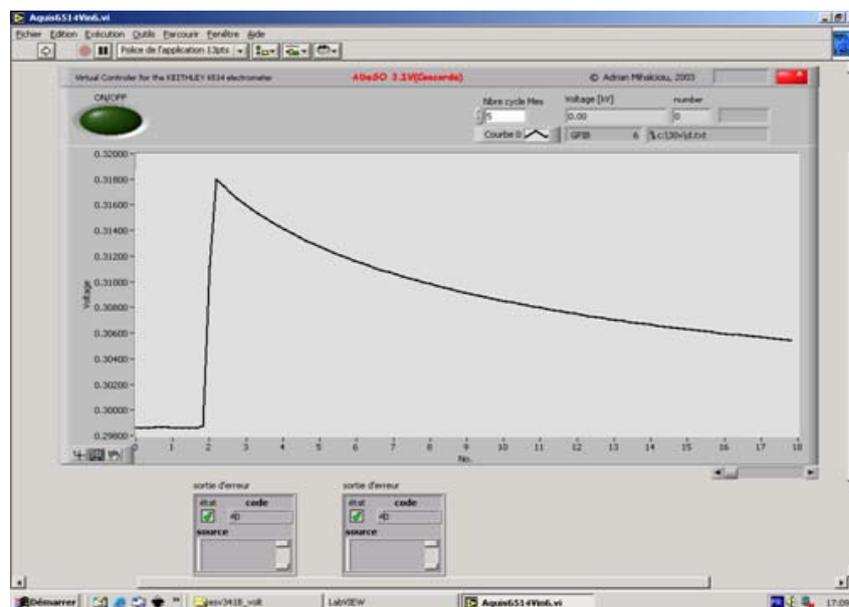


Figure IV.8: Panneau frontal de l'instrument virtuel pour mesurer le potentiel en surface des particules granulaires

IV.3.2.2. Principe de mesure sans contact de potentiel en surface

Le principe de voltmètre électrostatique est basé sur l'annulation du champ électrique pour la mesure sans contact du potentiel. La figure IV.9 illustre le principe général de la mesure sans contact du potentiel de surface.

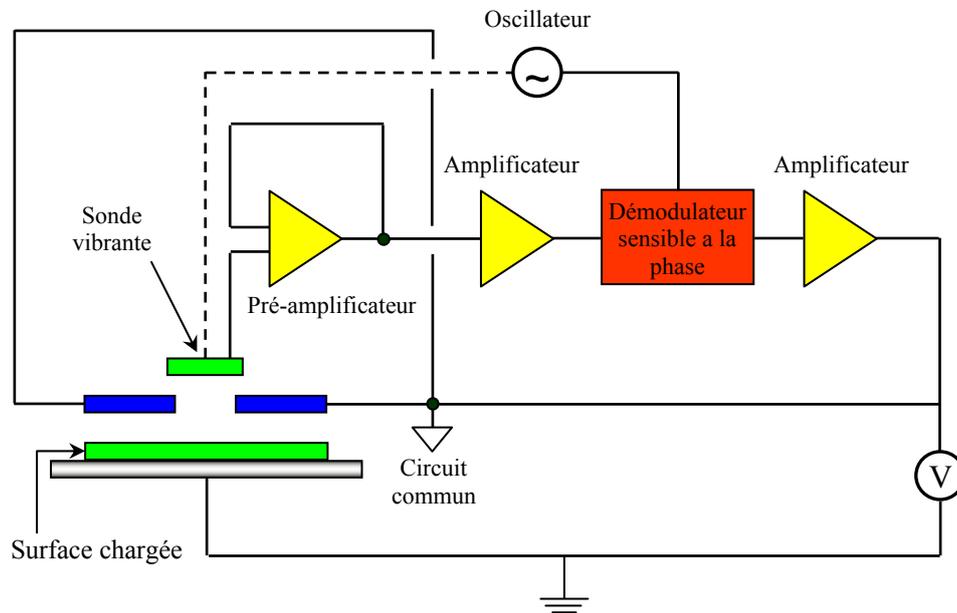


Figure IV.9: Principe de mesure sans contact de potentiel de surface

L'annulation du champ est obtenue par asservissement du potentiel de la sonde au potentiel de la surface libre de la cible. En effet la modulation de la position de la lame détectrice de la sonde engendre un courant induit si le champ vu par cette électrode n'est pas nul. Au moyen d'un asservissement, le potentiel de la sonde est varié de manière à annuler ce courant, d'où l'annulation du champ en face d'elle. Considérons le couplage capacitif entre la surface visée et la sonde tel qu'il est présenté à la figure IV.10, dont la modulation de la lame détectrice et les différents potentiels sont représentés.

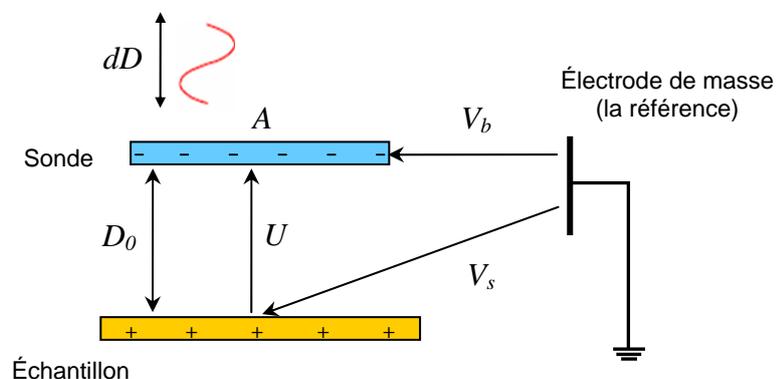


Figure IV.10: Couplage capacitif entre la sonde et la surface de l'échantillon.

Le déplacement de l'électrode sonde est perpendiculaire à la surface de l'échantillon. Pour une modulation sinusoïdale autour de la distance D_0 avec une pulsation ω , dont l'amplitude est désignée par D_m , la distance $D(t)$ à tout instant s'écrit:

$$D(t) = D_0 + D_m \cdot \sin(\omega t) \quad (\text{IV.1})$$

Ainsi la capacité C formée par la sonde et l'échantillon s'exprime en fonction de la permittivité ε , la surface A de l'électrode détectrice et la distance $D(t)$.

$$C = \frac{\varepsilon A}{D(t)} = \frac{\varepsilon A}{D_0 + D_m \cdot \sin(\omega t)} \quad (\text{IV.2})$$

Le courant $I(t)$ engendré par la modulation de la distance dépend de la variation de la capacité et de la différence des potentiels entre les surfaces qui définissent cette capacité, désignée par U . Alors l'expression du courant est:

$$I(t) = U \cdot \frac{dC}{dt} = U \cdot \varepsilon A \frac{D_m \cdot \cos(\omega t)}{(D_0 + D_m \cdot \sin(\omega t))^2} \quad (\text{IV.3})$$

Pour que le courant soit nul, à tout instant, il faut que la tension U soit nulle, ce qui conduit à ramener le potentiel de la sonde à celui de la surface de l'échantillon, d'où l'annulation du champ et la détermination du potentiel de surface.

CARACTERISATION DE PARTICULES ISOLANTES PAR MESURES DE DECLIN DE POTENTIEL EN SURFACE

V.1. Introduction

V.2. Caractéristiques courant-tension du système d'électrode

V.2.1. Système d'électrode *Duale*

V.2.2. Système d'électrode *Triode*

V.3. Résultats du déclin de potentiel en surface

V.3.1. Granules de HIPS

V.3.2. Granules d'ABS

V.4. Déclin de potentiel en fonction de la nature du matériau granulaire

V.5 Effet de l'humidité relative sur le déclin de potentiel dans le HIPS et l'ABS

V.6. Modélisation du taux de déclin de potentiel de surface de granules de HIPS par la méthode des plans d'expériences

V.6.1. Grandeur d'intérêt et facteurs

V.6.2. Modèle mathématique

V.6.3. Analyse statistiques des données

V.6.4. Résultats de l'étude en polarité négative

V.6.5. Résultats de l'étude en polarité positive

V.7. Conclusion

V.1. Introduction

Dans ce chapitre, nous avons dans un premier temps présenté les résultats expérimentaux du déclin de potentiel en surface et les discussions obtenues lors de l'étude des deux classes de matériaux isolants: l'ABS (Acrylonitrile-Butadiène-Styrène) et le HIPS (High-Impact Polystyrene) chargés en surface par décharge couronne, en utilisant une configuration d'électrodes dite Triode.

Nous avons étudié ensuite les résultats de la modélisation de taux du DPS par la méthode des plans d'expériences dont le but de quantifier les effets de certains facteurs, ainsi que les interactions entre eux, par l'évaluation du taux de déclin de potentiel en surface à court et à long terme.

V.2. Caractéristiques courant-tension du système d'électrode.

V.2.1. Système d'électrode *Dual*

La figure V.1 montre sur un même graphique les caractéristiques courant-tension du système d'électrodes sans grille (Dual) pour deux cas différents: avec granules et sans granules. Le principe consiste à appliquer une tension augmentée linéairement de 0,1 kV/s et mesurer les valeurs correspondantes du courant de décharge à l'aide d'un multimètre avec une précision de 1 μ A. Ces mesures révèlent qu'une fois la tension dépasse une certaine valeur seuil V_s , on enregistre une augmentation graduelle du courant jusqu'au claquage du milieu gazeux. Le courant continu qui traverse l'espace inter-électrodes est une fonction non linéaire de la tension appliquée. Bien que les décharges recouvrent des phénomènes complexes, une relation empirique simple entre le courant et la tension est généralement utilisée [61], elle s'exprime par:

$$I = KV(V - V_s) \quad (\text{V.1})$$

Où K est une constante qui dépend de la configuration des électrodes, de la température, de la pression et de la composition du gaz. V_s représente la tension seuil d'ionisation (Figure V.1).

Nous avons noté que la présence du matériau granulaire (HIPS de diamètre 1,5mm) sur la surface de l'électrode modifie l'allure de la caractéristique courant-tension. On observe effectivement que pour la même tension appliquée le courant de décharge est plus élevé en présence des particules. Ceci peut être expliqué par la décharge couronne inverse (Back corona) qui se produit lorsque le champ électrique à l'intérieur de la couche isolante dépasse

la rigidité diélectrique de l'air. La non uniformité de dépôt de charge sur la surface libre de la couche granulaire augmente la probabilité pour que de telles décharges se produisent à des valeurs relativement basses de la tension appliquée [23].

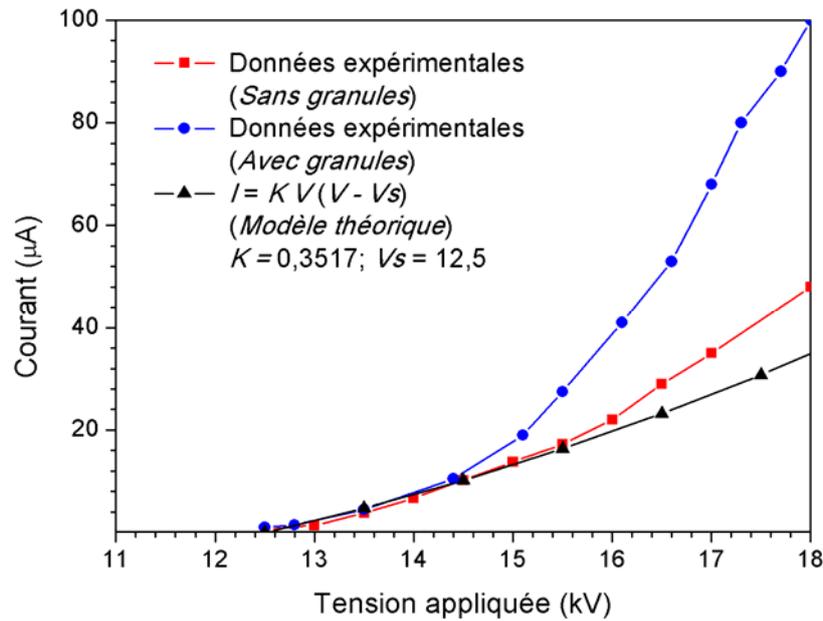


Figure V.1: Caractéristiques courant-tension du système d'électrode dual

V.2.2. Système d'électrode Triode

La figure V.2 reporte les caractéristiques courant-tension du système triode avec et sans granules.

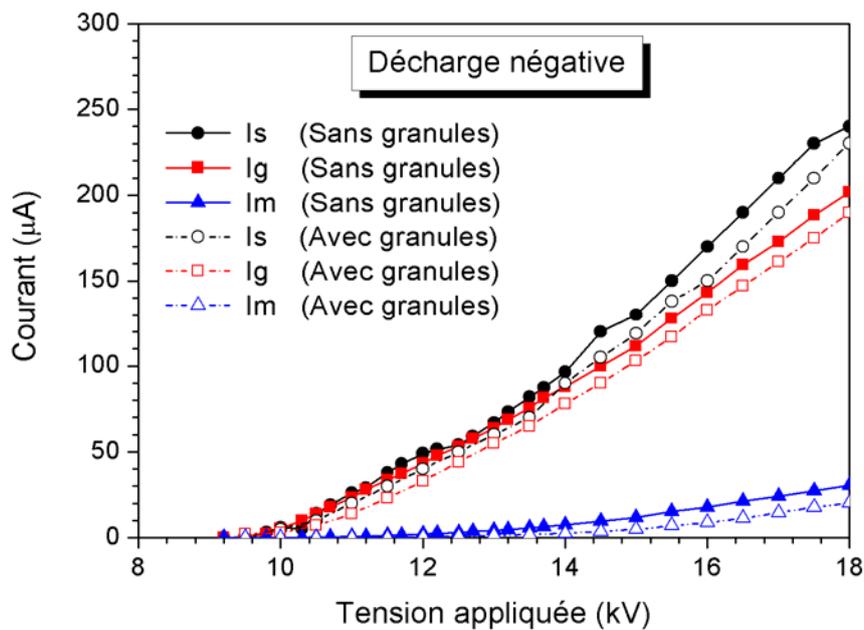


Figure V.2: Caractéristiques courant-tension du système Triode (Classe granulométrique: 0,9mm; Nombre de couche granulaire: 2)

Comme nous pouvons le constater à partir de ces mesures on observe une évolution des courants (courant de source I_s , courant de grille I_g et le courant de l'électrode plane I_m) en fonction d'une augmentation linéaire de la tension appliquée.

Par ailleurs, en présence du matériau granulaire et à une valeur V_s de la tension appliquée, on peut noter une légère diminution des courants de l'électrode plane I_m et la source. Ceci peut s'expliquer par la grande résistivité de la couche granulaire.

L'intérêt de la grille est double, d'une part le dépôt de charges s'effectue d'une manière homogène sur la surface de l'échantillon et d'autre part, elle nous permet de contrôler expérimentalement le potentiel initial V_0 de la charge déposée sur la surface du matériau. En effet, le dépôt d'ions s'arrête lorsque le potentiel de la surface (V_m) atteint le potentiel de la grille (V_g). Le champ entre la grille et la surface s'annule. Le courant qui circule dans l'air entre l'échantillon et la grille est toujours inférieur au courant total de la décharge. On réalise ainsi une charge douce de la surface qui ne voit pas directement la décharge couronne mais qui reçoit un flux d'ions et des espèces excitées provenant de la décharge [23].

V.3. Résultats du déclin de potentiel en surface

Les mesures de déclin de potentiel de surface sont réalisés sur deux type de matériaux isolant granulaire: granules de HIPS (High-Impact Polystyrene) et granules de ABS (Acrylonitrile-Butadiène-Styrène). Ces échantillons se présentent sous forme sphérique de diamètre moyen égal: 0.3 ; 0.9 ; 1.5mm.

Les particules isolantes ont été répandus à la surface de l'électrode plane reliée à la terre (surface de la couche: 100mm×100mm, surface de l'électrode 115m×115mm). La décharge couronne DC est générée par une électrode filiforme 'dual électrode' pendant 10s. le nombre de couche de matériau granulaire choisi égale à 2. Toutes les mesures du déclin de potentiel de surface ont été réalisées à l'air ambiant (Température: 20°C, Humidité relative de l'atmosphère: 35 ± 1%).

V.3.1. Granules de HIPS

Sur la figure V.3, nous avons représenté les résultats de l'évolution du DPS pour différentes valeurs de la tension initiale V_0 [23].

Les courbes de déclin de potentiel en surface montrent un déclin initial de plus en plus important au fur et à mesure qu'on augmente le potentiel initial.

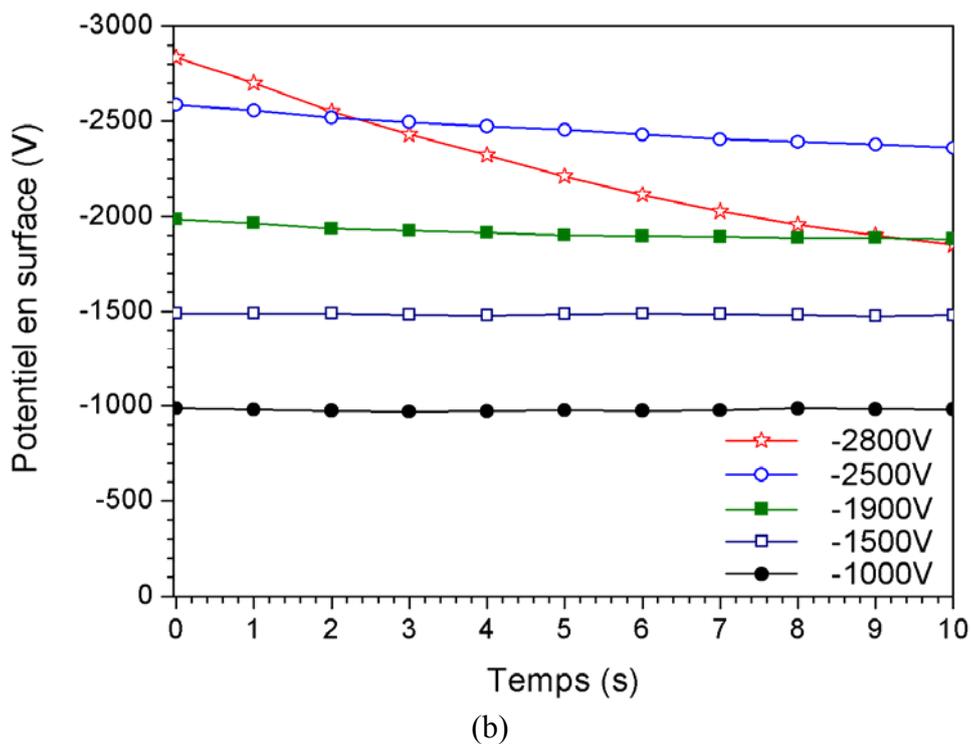
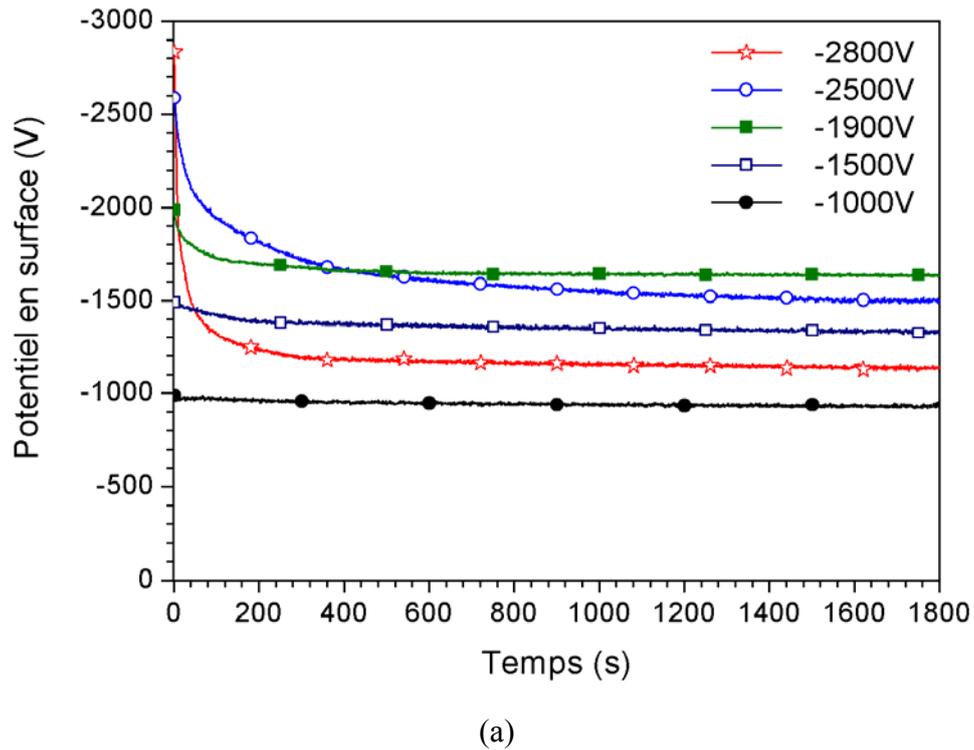


Figure V.3: Déclin potentiel en fonction de la tension initiale dans le HIPS après $t=30\text{min}$ (a) et $t=10\text{s}$ (b) à $T=20^\circ\text{C}$ et $\text{RH}=35\% \pm 1\%$, $d=0.9$, $N=2$ (polarité négative)

Ce résultat est confirmé par l'existence du phénomène de cross-over [62-64]. On observe nettement le croisement des courbes particulièrement aux premiers instants de déclin, montrant ainsi qu'au bout du même du temps de mesure, la déclinaison de l'échantillon

chargé à -2800V est plus importante que celle de -2500V. Cela conduit à supposer que l'effet de la densité de charge agit fortement sur la cinétique des porteurs de charges et par conséquent sur la vitesse de déchargement. Cependant, cet effet est beaucoup moins important après de 200 secondes de mesure.

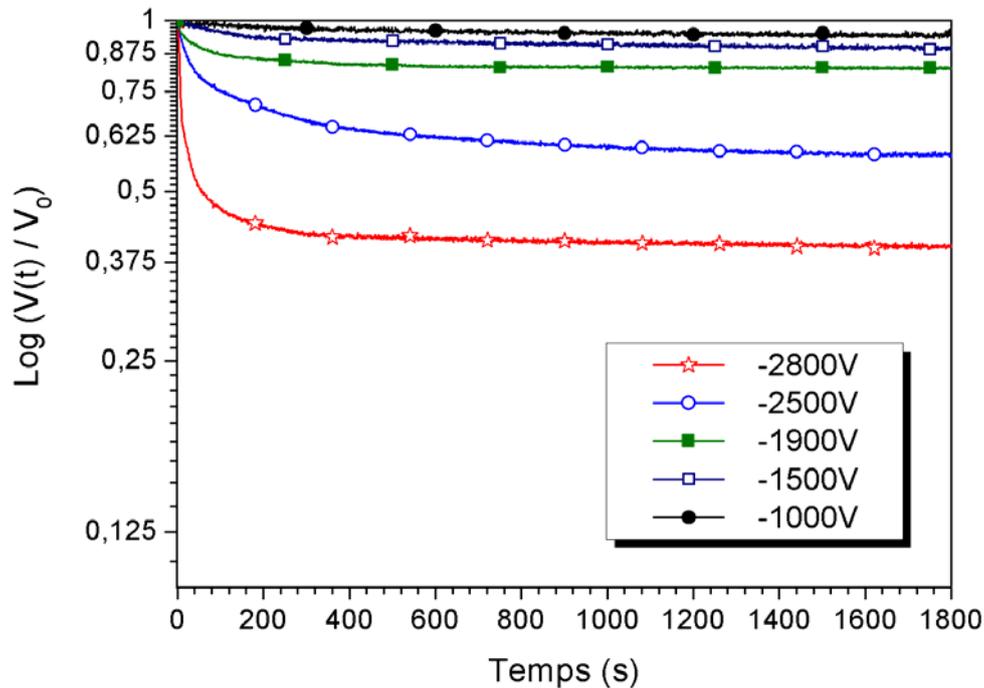


Figure V.4: Caractéristiques $V(t) / V_0$ à $T=20^\circ\text{C}$ et $\text{RH}=35\% \pm 1\%$, $d=0.9$, $N=2$ (polarité négative)

D'autre part, on peut également observer qu'après un certain temps de mesure, au-delà de 400 secondes environ le déclin de potentiel de surface devient pratiquement négligeable. Cela revient à supposer que le matériau ne pourrait pas se décharger complètement même à des temps de mesure relativement importants. On retrouve ainsi l'existence d'une charge résiduelle qui persiste sur la surface des granules. Une hypothèse qui nous paraît logique nous conduit à supposer que ce comportement peut être attribué à un déchargement partiel des porteurs de charges, les charges restantes n'ont pas assez d'énergie et restent fortement piégées à la surface des granules. D'autre part, on peut observer pour des faibles tensions de dépôt, un processus de déchargement presque inexistant, une autre conséquence du rôle important du champ électrique dans le processus d'écoulement de charges déposées sur la surface des granules.

Nous avons représenté sur la figure V.4 les courbes de déclin de potentiel de surface normalisées par rapport au potentiel V_0 en coordonnées logarithmiques, (V_0 étant la valeur

initiale du potentiel déposé), $\text{Log}(V(t)/V_0) = f(t)$. Cette représentation peut être utilisée pour comparer les différentes vitesses de déclin de potentiel ainsi que l'effet du champ électrique sur le déclin, car elle permet d'éliminer le paramètre V_0 . Selon les résultats obtenus, on peut observer que le déclin de potentiel est très dépendant du potentiel initial, les courbes ne se superposent pas. On voit une différence de plus en plus nette au fur et à mesure qu'on augmente le potentiel. Cette constatation peut confirmer l'existence d'un effet très important du champ sur le matériau et par conséquent sur le déchargement du matériau.

Sur la figure V.5, nous avons représenté les courbes de DPS en polarité positive. On observe aussi une approche identique sur l'évolution des charges déposées sur la surface des granules. Cependant, on peut noter sur ces courbes deux détails intéressants. D'une part, la quantité de charge écoulee est nettement plus importante en polarité positive qu'en polarité négative. D'autre part, la vitesse de déchargement aux premiers instants est beaucoup plus rapide pour les tensions de dépôts élevées.

Par conséquent, les résultats obtenus montrent que le déclin de potentiel de surface est fonction de la valeur initiale du potentiel et du signe de celle-ci. Ces deux résultats sont incompatibles avec la polarisation, ils contribuent à confirmer l'hypothèse initiale d'une injection partielle de charges dans le volume du matériau.

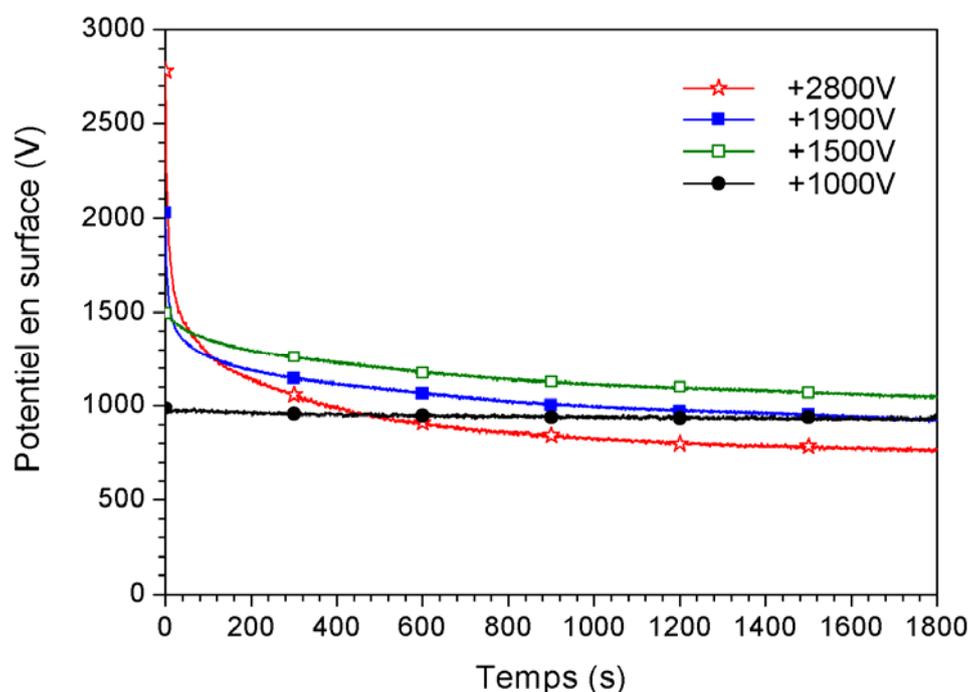


Figure V.5: Déclin potentiel en fonction de la tension initiale dans le HIPS à $T=20^{\circ}\text{C}$ et $\text{RH}=35\% \pm 1\%$, $d=0.9$, $N=2$ (polarité positive)

La polarisation [65,66] peut par contre avoir un rôle après le déclin rapide initial, cette hypothèse permet de décrire le comportement à long terme du potentiel de surface. Sur les courbes logarithmiques de la figure V.6, on observe d'abord une allure différente de celle de la polarité négative. On peut noter sur ces courbes une dépendance du champ sur un temps plus important pas uniquement aux premiers instants de mesure. Cela suppose donc que la vitesse de déchargement pour la polarité positive est plus importante en particulier pour les potentiels supérieurs à +1000V.

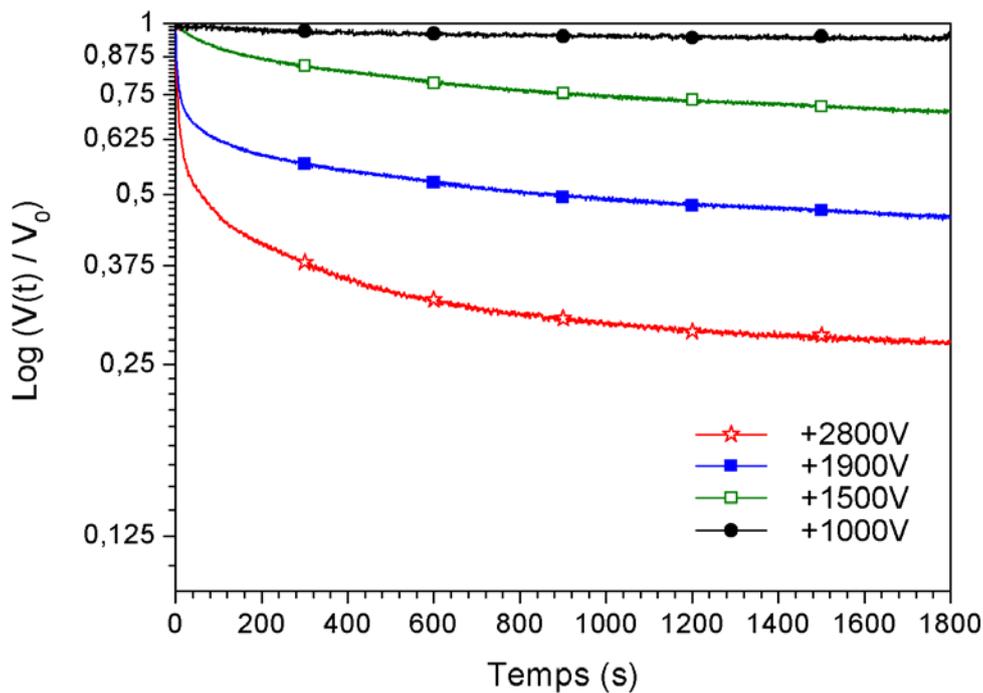
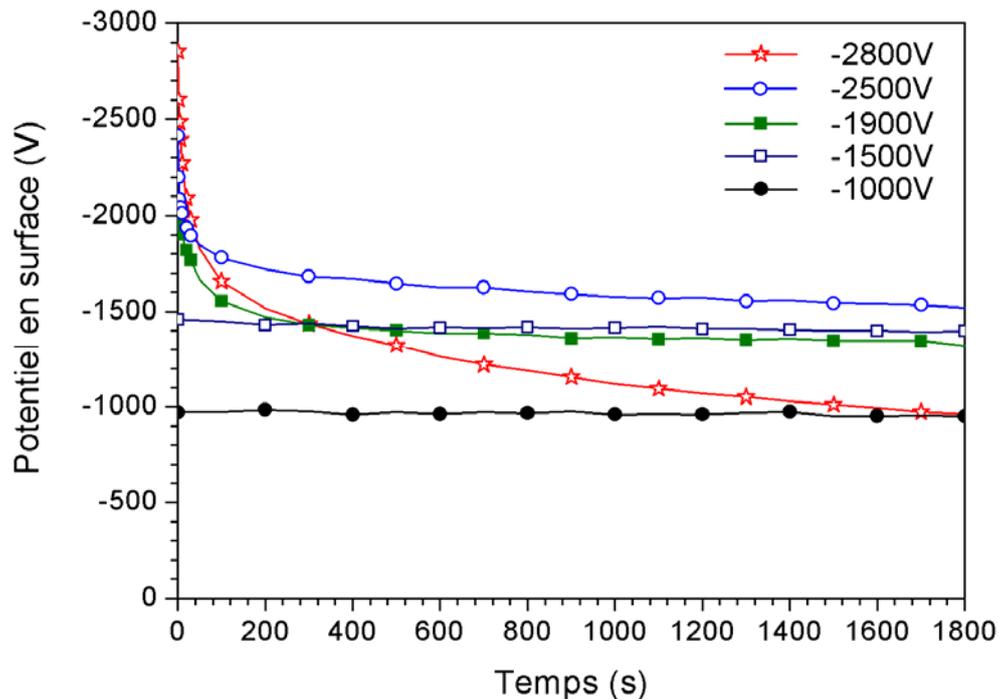


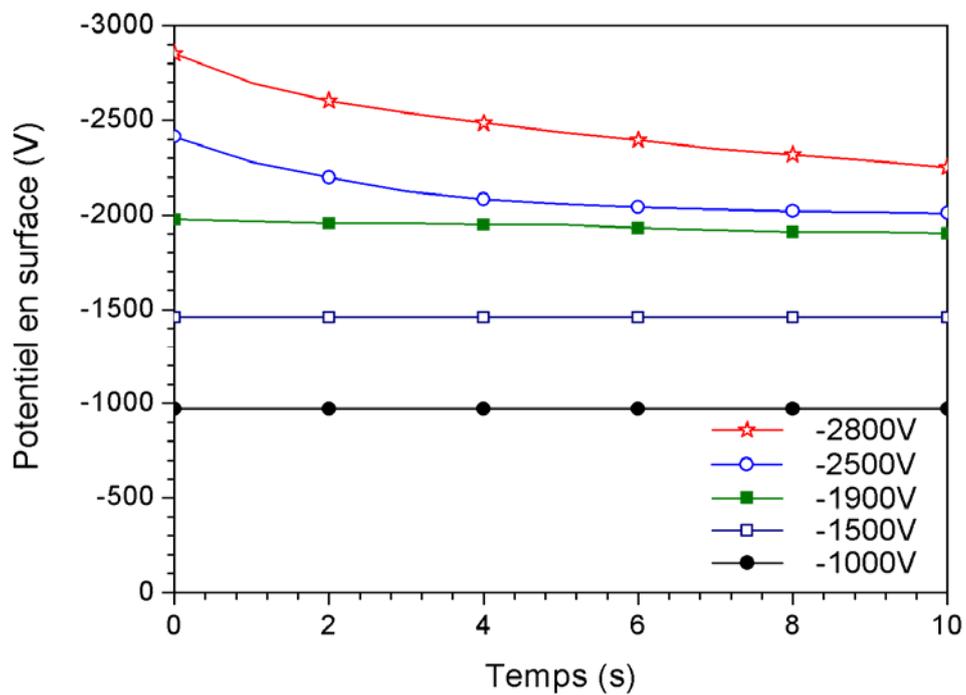
Figure V.6: Caractéristiques $V(t) / V_0$ à $T=20^{\circ}\text{C}$ et $\text{RH}=35\% \pm 1\%$, $d=0.9$, $N=2$ (polarité positive)

V.3.2. Granules d'ABS

Les courbes de déclin de potentiel en surface des granules d'ABS pour différentes valeurs de la tension initiale sont tracées sur la figure V.7. L'aspect des courbes dépend de la valeur initiale de potentiel. Le cross-over des courbes, déjà signalé pour les films isolants et les média non-tissés, a également été observée pour ces échantillons granulaires, et peut être expliqué de la même manière.



(a)



(b)

Figure V.7: Déclin potentiel en fonction de la tension initiale dans l'ABS après $t=30\text{min}$ (a) et $t=10\text{s}$ (b) à $T=20^\circ\text{C}$ et $\text{RH}=35\% \pm 1\%$; $d=0.9$; $N=2$ (polarité négative).

Pour les valeurs de potentiel initiale élevées (plus de -2 kV), cette décroissance rapide peut être attribuée à l'injection partielle des charges déposées dans les couches compactes. Pour les valeurs initiales de potentiel inférieure à -2 kV, le déclin a été très lent. Ce comportement peut

être attribué au fait que les charges déposés sur la surface des particules n'ont pas l'énergie suffisante pour être libérés et injectés dans le volume de matériau.

V.4. Déclin de potentiel en fonction de la nature du matériau granulaire

Nous avons réalisé des essais conduisant à une étude comparative du déclin de potentiel de surface en fonction de la nature du matériau granulaire utilisé, et la polarité de la tension de charge appliquée (figure V.8).

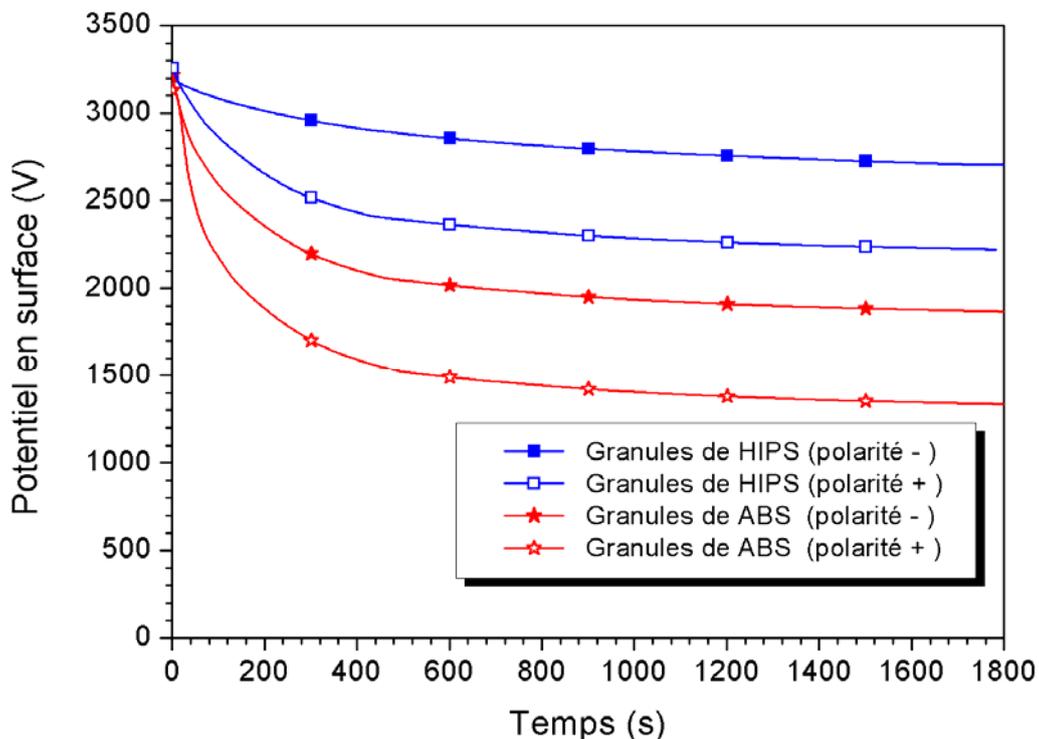


Figure V.8: Déclin de potentiel en fonction de la nature du matériau granulaire $V_0=3,2\text{kV}$ (en valeur absolue), $T=18\text{C}^\circ$; $RH=45\%$; $d=0.9$; $N=3$.

La tension initiale de charge est égale 3,2 kV en valeur absolue. Les résultats obtenus permettent de mettre en évidence l'influence de la nature du matériau granulaire sur la cinétique du déclin de potentiel en surface.

Une comparaison des courbes obtenues montre une différence au niveau des allures respectives. Comme nous pouvons le constater, la vitesse de la cinétique des charges (positives et négatives) enregistrée pour les granules de l'ABS sont plus importantes que celle des granules de HIPS. Cette différence traduit clairement que le HIPS se décharge moins rapidement que l'ABS. Nous pouvons également constater que cette différence est beaucoup plus marquée en polarité positive qu'en polarité négative (par exemple, pour $t = 600\text{s}$, la

différence en polarité positive est égale à 1850V, tandis qu'en polarité négative elle est égale à 1050V). On pourrait penser que la différence du temps de déchargement peut s'expliquer par le mécanisme différent qui gouverne le déclin de potentiel dû aux propriétés différentes des deux matériaux.

V.5 Effet de l'humidité relative sur le déclin de potentiel dans le HIPS et l'ABS

Les expérimentations ont été réalisées sur deux matériaux isolants: granules de HIPS (High-Impact Polystyrene) et granules de ABS (Acrylonitrile-Butadiène-Styrène). La classe granulométrique des deux types de matériau est 0,9mm. Une monocouche de chacun de ces matériaux a été répandue à la surface d'une électrode plate reliée à la terre.

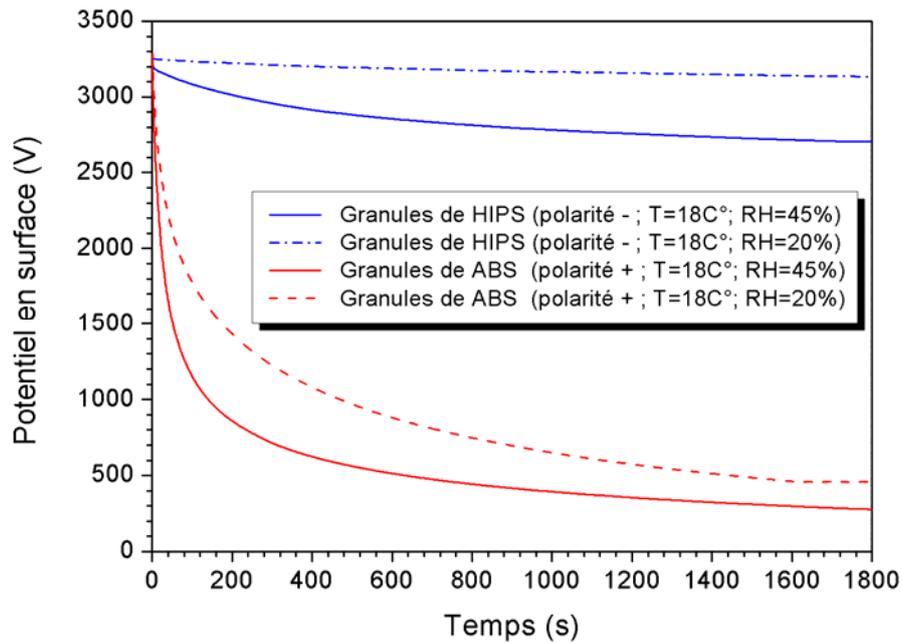
Les mesures de déclin de potentiel sont effectuées à une valeur de température fixé à 18°C, le taux d'humidité relative de l'atmosphère varie entre 20 et 45%. La tension de dépôt de charges correspond à 3,2kV (en valeur absolue). A partir des données enregistrées pour chaque essai (Figure V.9), il a été possible de comparer la caractéristique de décharge des deux isolants à haute et basse humidité relative.

A haute valeur d'humidité relative (RH=45%), le taux de déclin de potentiel en surface dans le HIPS après 60s diminue de 3,2%, du: 3223V à 3120V (Figure V.9,b). Dans des conditions expérimentales similaires, le taux de déclin de potentiel en surface de l'échantillon ABS diminue de 56%, du: 3272V à 1417V, en 60s [47].

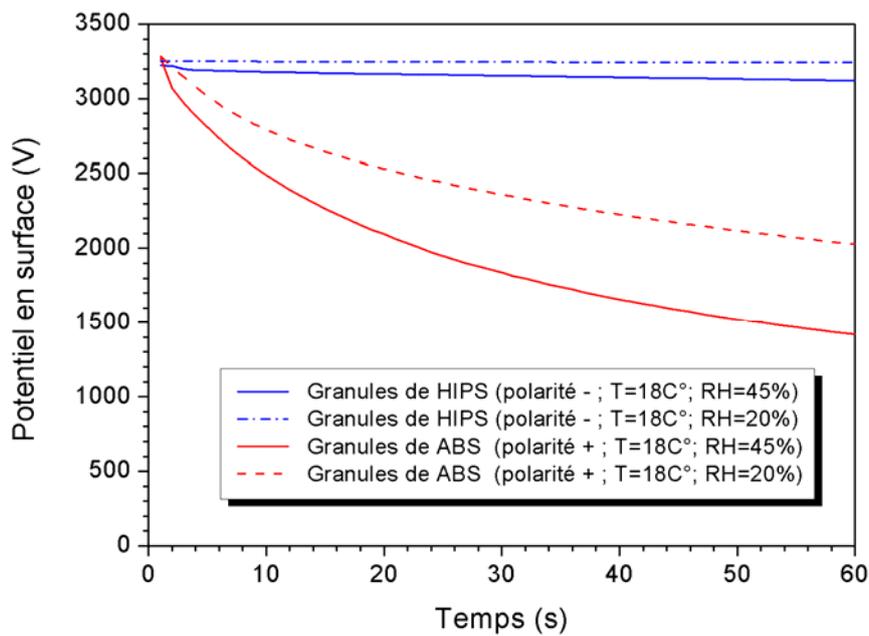
Pour une basse valeur d'humidité relative (RH=20%), les taux du DPS dans le HIPS et l'ABS sont respectivement: 0,26 et 38% [47].

Le choix de cet intervalle de temps (60s) est dû au fait que dans la présente étude, le temps alloué à la séparation électrostatique de mélange granulaire est de 60 secondes.

Ces résultats valident l'explication donnée au faible taux de récupération de granules d'ABS, notamment à des valeurs élevée l'humidité ambiante, une couche mince d'eau ce forme à leur surface, ce qui favorisent la l'injection de charge à la bande métallique.



(a)



(b)

Figure V.9: Effet de l'humidité relative sur le DPS dans les granules de HIPS et l'ABS après $t=30\text{min}$ (a) et $t=60\text{s}$ (b); $V_0= 3,2\text{kV}$ (en valeur absolue); $T=18\text{C}^\circ$; $d=0.9$; $N=2$ [47].

V.6. Modélisation du taux de déclin de potentiel de surface de granules de HIPS par la méthode des plans d'expériences

La méthodologie des plans d'expériences permet de prévoir le nombre d'expériences à accomplir en fonction d'un objectif bien défini, d'étudier plusieurs facteurs simultanément, de réduire la dispersion liée à la mesure, d'apprécier les effets de couplage entre facteurs,

d'évaluer l'influence respective des facteurs et leurs interaction. Cette méthode s'appuie sur des règles statistiques et analytiques pour modéliser le procédé étudié, afin de réduire et contrôler au maximum le temps d'expérimentation et détecter les points expérimentaux de mesure douteux [71-73].

V.6.1. Grandeur d'intérêt et facteurs

L'objectif de ce travail est de caractériser le comportement de décharge des particules isolantes millimétriques à la surface d'une électrode reliée à la terre et de montrer l'efficacité de la méthode du plan d'expérience à la quantification des effets de certains facteurs, ainsi que les interactions entre eux, par l'évaluation de taux de déclin de potentiel en surface D_t [%], après une période bien définie du temps t [23].

$$D_t = (V_{t_0} - V_t) / V_{t_0} \times 100 \text{ [%]} \quad (\text{V.2})$$

où. V_t est le potentiel mesuré à l'instant t , pour ce travail deux valeurs de temps on été choisi $t:200 \text{ s}$ et $t = 1800 \text{ s}$. V_{t_0} est le potentiel initial mesuré à l'instant $t = 0$ pour $D_{200 \text{ s}}$ et à l'instant $t = 200 \text{ s}$ pour $D_{1800 \text{ s}}$

Les plans d'expériences décrits ci-après ont été conçus pour étudier l'influence des trois facteurs sur le taux de déclin de potentiel en surface de matériau granulaires:

- La tension de dépôt : $V_{0(\min)} = \pm 1000 \text{ V}$; $V_{0(\max)} = \pm 2800 \text{ V}$;
- Classe granulométrique : $d_{(\min)} = 0.3 \text{ mm}$; $d_{(\max)} = 1.5 \text{ mm}$;
- Nombre de couche granulaire: $N_{(\min)} = 1$; $N_{(\max)} = 3$.

V.6.2. Modèle mathématique

Le modèle linéaire de la réponse du système est un polynôme du premier degré [23], ou la réponse de ce processus est exprimée en fonction de e facteurs.

$$y = f(u_i) = c_0 + \sum c_i u_i + \sum c_{ij} u_i u_j + \sum c_{ijk} u_i u_j u_k \quad (\text{V.3})$$

On définit pour chaque facteur une valeur normalisée et centrée comme suit:

$$x_i = (u_i - u_{ic}^*) / \Delta u_i = u_i^* \quad (\text{V.4})$$

où :

$$u_{ic}^* = \frac{u_{i \max} + u_{i \min}}{2} ; \quad \Delta u_i = \frac{u_{i \max} - u_{i \min}}{2} \quad (\text{V.5})$$

Ainsi, x_i prend la valeur -1 pour la valeur minimum $u_{i\min}$ et la valeur +1 pour la valeur maximale $u_{i\max}$.

La fonction de la réponse devient:

$$y = f(x_i) = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j \quad (\text{V.6})$$

et pour les trois facteurs choisis pour cette étude: $x_1 = V_0^*$; $x_2 = d^*$; $x_3 = N^*$ on obtient le modèle linéaire suivant:

$$y = a_0 + a_1 V_0^* + a_2 d^* + a_3 N^* + a_{1,2} V_0^* d^* + a_{1,3} V_0^* N^* + a_{2,3} d^* N^* \quad (\text{V.7})$$

où a_0 la valeur prédite de la réponse au centre de domaine expérimental, a_i l'effet de facteur x_i , a_{ij} l'interaction entre le facteur x_i et x_j . Ces coefficients peuvent être calculés à partir des données expérimentales du plan d'expérience complet (figure V.10) en utilisant le logiciel MODDE 8.0 (développé par Umetrics, Umea, Suède) pour la création et l'évaluation statistique des plans d'expériences.

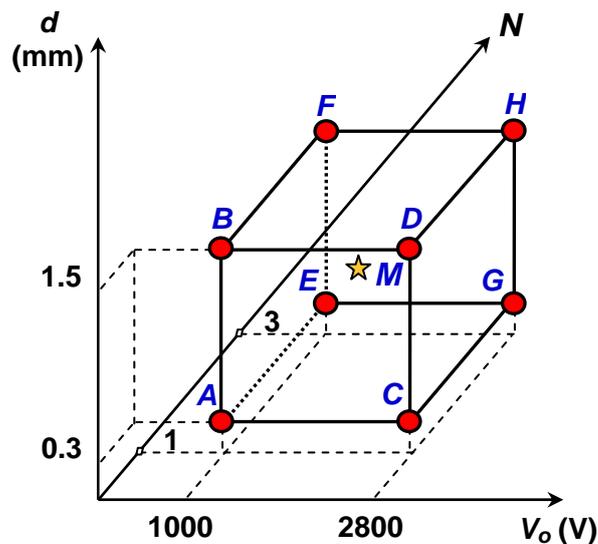


Figure V.10: Diagramme d'un plan factoriel complet des essais réalisés [23]

V.6.3. Analyse statistiques des données

Les calculs de signification statistique des coefficients a_i et a_{ij} font intervenir d'une part les résidus e_i , la différence entre la valeur expérimentale et la valeur prédite par le modèle, et d'autre part un estimateur donné par:

$$s^2 = \frac{1}{n-p} \sum e_i^2 \quad (\text{V.8})$$

où n est le nombre d'expériences réalisées, p le nombre de coefficients du modèle.

Un coefficient est statistiquement significatif s'il satisfait le test t de *Student*:

$$t_i = \frac{|a_i|}{S_i} > t_{crit} \quad (\text{V.9})$$

Avec t_{crit} qui figurent dans le tableau sont en fonction des degrés de liberté ($n-p$), ainsi on définit :

$$s_i^2 = \frac{S^2}{n} \quad (\text{V.10})$$

Dans le cadre de cette étude, le logiciel a été utilisé pour valider les modèles à l'aide du test de *Fischer* [72] et pour évaluer leurs qualité prédictive.

V.6.4. Résultats de l'étude en polarité négative

Les 11 essais du plan factoriel complet sont reportés dans le tableau V.1. Ils ont été effectués sur les granules de HIPS. Sur la base des données expérimentales du tableau V.1, les modèles linéaires : D_{200s} et D_{1800s} [23] proposés par le logiciel MODDE 8.0 sont :

$$D_{200s} = 17,44 + 17,05V_0 - 3,26d - 14,28N - 3,08V_0d - 13,97V_0N - 0,10dN \quad (\text{V.11})$$

$$D_{1800s} = 7,32 + 6,90V_0 - 3,64d - 4,46N - 3,33V_0d - 4,40V_0N + 1,09dN \quad (\text{V.12})$$

La qualité descriptive et prédictive de ces deux modèles est exprimée respectivement par les coefficients statistique R2 et Q2, le coefficient R2 des modèles D_{200s} et D_{1800s} est proche de 1 et égale 0.994, 0.991 ce qui signifie que les polynômes (V.11) et (V.12) décrits bien le taux de déclin de potentiel de surface. Le coefficient de la qualité prédictive Q2 des deux modèles est aussi enlevé: 0,934 et 0,828 respectivement.

L'analyse statistique des données, en utilisant le test de *Student* (annexe VII.1), a montrée que les effets de tous les facteurs sont significatifs. L'augmentation du potentiel initial V_0 accélère

le DPS, par contre l'augmentation du nombre de couche granulaire N , et la classe granulométrique d diminue le taux de DPS dans les granules de HIPS (figures. V.11 et V.12)

Tableau V.1: Résultats des expériences du plan factoriel complet [23]

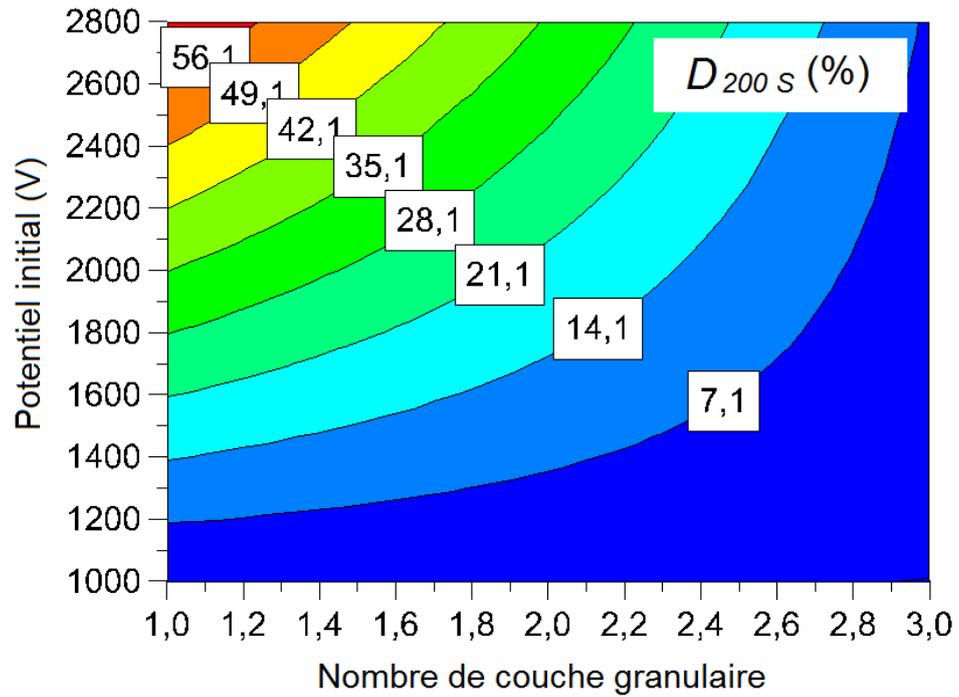
No.	Facteurs			Réponses	
	V_0 (V)	d (mm)	N	D_{200s} (%)	D_{1800s} (%)
1	-1000	0,3	1	1,8	1,75
2	-2800	0,3	1	70,09	32,15
3	-1000	1,5	1	1,72	0,06
4	-2800	1,5	1	57,54	14,9
5	-1000	0,3	3	1,43	0,54
6	-2800	0,3	3	13,72	11,11
7	-1000	1,5	3	0,82	1,02
8	-2800	1,5	3	0,88	0,44
9	-1900	0,9	2	14,57	6,11
10	-1900	0,9	2	14,68	5,65
11	-1900	0,9	2	14,69	6,89

Le point intéressant révélé par l'examen des coefficients des deux modèles polynomiaux est que l'effet du facteur classe granulométrique d est identique dans les deux intervalles de temps et il est moins important par rapport aux facteurs: potentiel initial V_0 et nombre de couche granulaire N . ces derniers ont un effet important sur le taux du DPS, notamment au début de déclin D_{200s} .

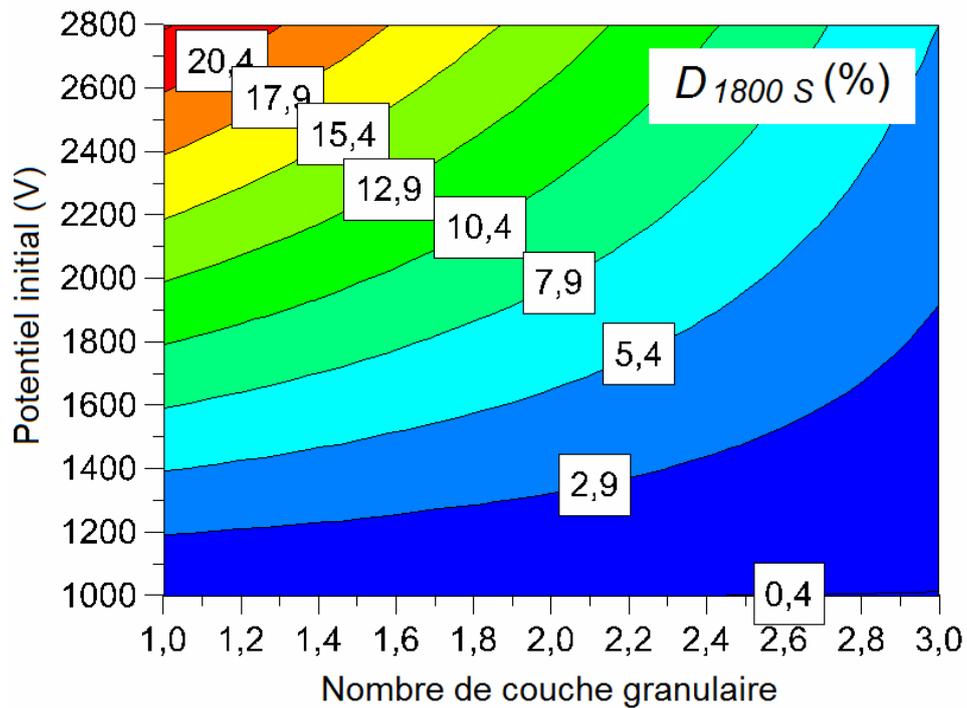
Tableau V.2: Analyse des effets du modèle en utilisant le test de student [23]

D_{200s}			
Variable	Coefficient	t_i	Signification
Constant	$a_0 = 17,44$	$20.3199 > 2,776$	Significatif
V_0	$a_1 = 17,05$	$19.8655 > 2,776$	Significatif
d	$a_2 = -3,26$	$3.79833 > 2,776$	Significatif
N	$a_3 = -14,28$	$16.63812 > 2,776$	Significatif
$V_0 * d$	$a_{12} = -3,08$	$3.58861 > 2,776$	Significatif
$V_0 * N$	$a_{13} = -13,97$	$16.27692 > 2,776$	Significatif
$d * N$	$a_{23} = -0,10$	$0.11651 < 2,776$	Non Significatif
D_{1800s}			
Variable	Coefficient	t_i	Signification
Constant	$a_0 = 7,32$	$16,8330 > 2,776$	Significatif
V_0	$a_1 = 6,90$	$15,8671 > 2,776$	Significatif
d	$a_2 = -3,64$	$8,3705 > 2,776$	Significatif
N	$a_3 = -4,46$	$10,2561 > 2,776$	Significatif
$V_0 * d$	$a_{12} = -3,33$	$7,6576 > 2,776$	Significatif
$V_0 * N$	$a_{13} = -4,40$	$10,1181 > 2,776$	Significatif
$d * N$	$a_{23} = 1,09$	$2,5065 < 2,776$	Non Significatif

Suivant l'analyse des données effectuées par le logiciel MODDE 8.0, dans les deux intervalles de temps toutes les interactions entre les facteurs sont statistiquement significatives sauf celle qui existe entre le nombre de couche granulaire et la classe granulométrique (Tableau. 2). Pour les courts termes de taux de déclin D_{200s} l'interaction entre le potentiel initial et le nombre de couches est très importante, à un potentiel initial plus bas, la modification du nombre de couche granulaire a moins d'effet sur le taux de déclin D_{200s} . De même pour un nombre de couches plus élevé, la modification de la tension de dépôt a un effet marginal sur le taux de déclin de potentiel de surface (figure V.11-a). À long terme, l'effet de cette interaction devient moins important. On constate aussi que l'interaction entre le potentiel initial et la classe granulométrique a un effet identique sur le taux de DPS à court et à long terme (D_{200s} , D_{1800s}).



(a)



(b)

Figure V.11: Iso-contours des taux prédits du déclin de potentiel en surface à court terme D_{200s} (a) et à long terme D_{1800s} (b) en fonction du nombre de couche granulaire N et le potentiel initial V_0 [23].

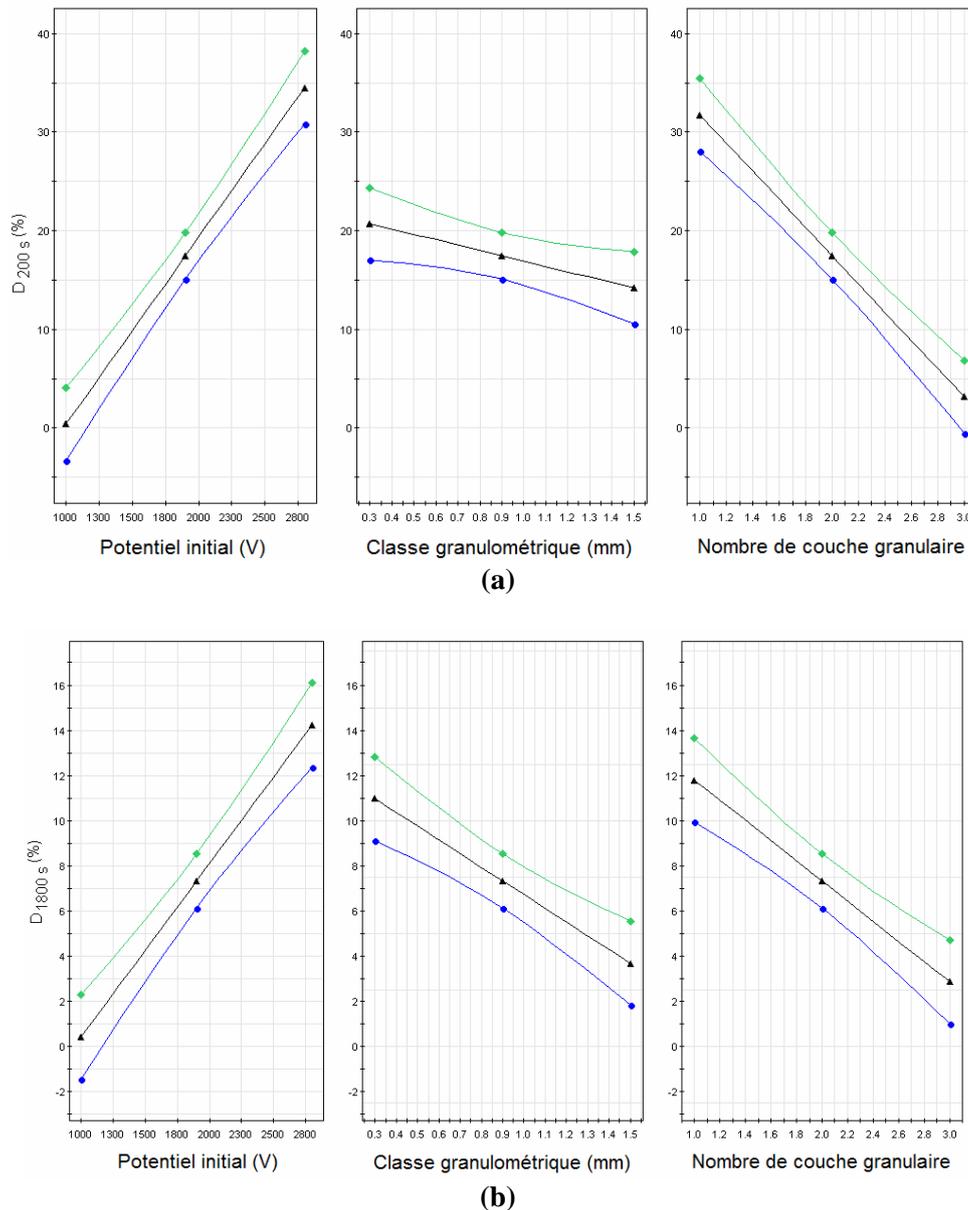


Figure V.12: Relevés graphiques des taux prédits du déclin de potentiel en surface à court terme D_{200s} (a) et à long terme D_{1800s} (b) en fonction de: potentiel initial V_0 (polarité négative), la classe granulométrique d et le nombre de couche granulaire N . les calculs ont été effectués avec le logiciel MODDE 8.0, pour un niveau de confiance de 0,95 [23].

V.6.5. Résultats de l'étude en polarité positive

Un deuxième plan d'expérience en polarité positive semble approprié pour étudier la vitesse de déchargement des granules et évaluer l'effet des trois facteurs (V_0 , N , d) sur le taux de DPS, (Tableau V.3).

Les modèles linéaires de la réponse sont donnés par les polynômes (V.13) et (V.14) [23].

$$D_{200s} = 35,98 + 21,95V_0 - 7,95d - 12,46N - 9,79V_0d - 0,46V_0N - 3,95dN \quad (\text{V.13})$$

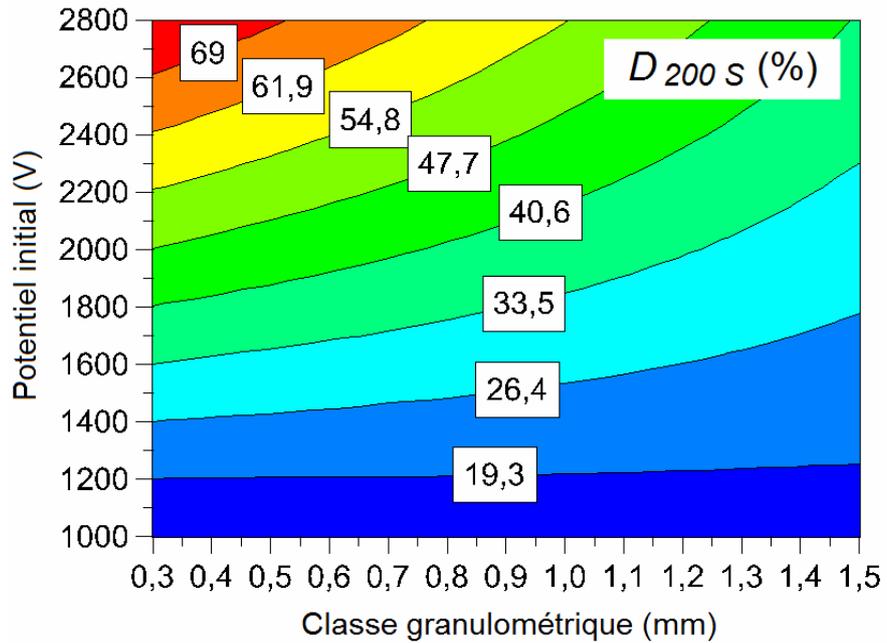
$$D_{1800s} = 22,09 + 12,26V_0 - 7,04d - 8,62N - 4,84V_0d - 4,70V_0N + 2,05dN \quad (\text{V.14})$$

Tableau V.3. Résultats des expériences du plan factoriel complet

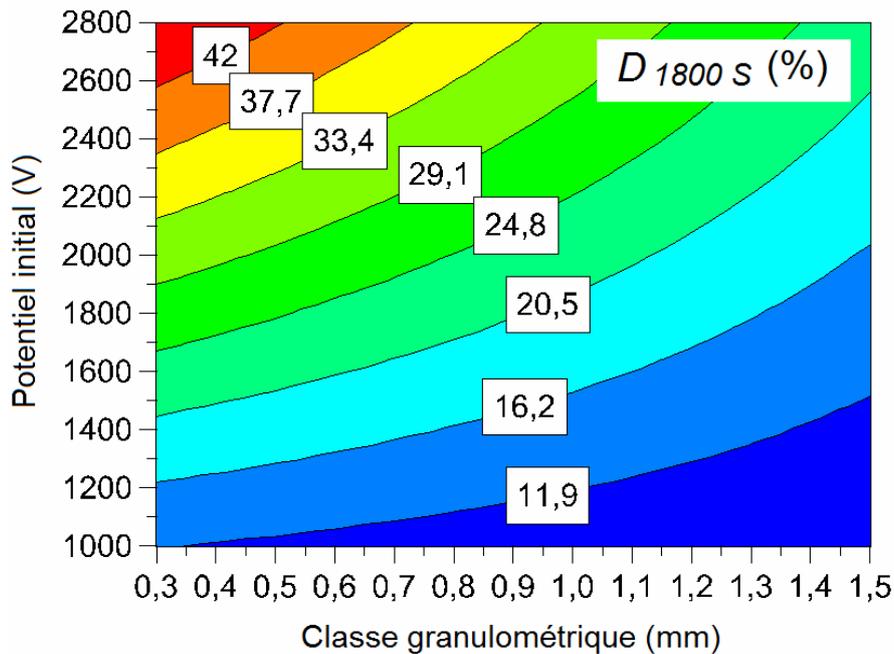
No.	Facteurs			Réponses	
	V_0 (V)	d (mm)	N	D_{200s} (%)	D_{1800s} (%)
1	1000	0,3	1	21,92	17,39
2	2800	0,3	1	82,81	62,37
3	1000	1,5	1	29,96	10,24
4	2800	1,5	1	58,75	33,12
5	1000	0,3	3	2,27	6,80
6	2800	0,3	3	68,4	30,24
7	1000	1,5	3	1,59	5,14
8	2800	1,5	3	21,44	11,95
9	1900	0,9	2	35,52	21,12
10	1900	0,9	2	36,38	21,91
11	1900	0,9	2	36,78	22,74

Le coefficient R2 des modèles D_{200s} et D_{1800s} est proche de 1 et égale 0.996, 0.998. Le coefficient de la qualité prédictive Q2 des deux modèles est aussi élevé: 0.847 et 0.942 respectivement.

L'analyse statistique des données, a montrée que les effets de tous les facteurs sont significatifs. Le point intéressant révélé par l'examen des coefficients des deux modèles polynomiaux est que l'effet de facteur potentiel initial V_0 est très important dans les deux intervalles de temps: ($0 < t < 200s$) et ($200s < t < 1800s$) (figure V.13 et V.14), ce qui confirme les résultats des courbes logarithmiques de DPS présentés par la figure V.5. Outre, en polarité positive les effets des facteurs: Classe granulométrique (d) et nombres de couche granulaire (N) ont changé, l'effet du premier est plus important et le deuxième est moins important. Les valeurs des coefficients associées aux facteurs dans le modèle mathématique montrent que l'effet du facteur classe granulométrique est identique à court et à long terme, cet effet est aussi observé en polarité négative.



(a)



(b)

Figure V.13: Iso-contours des taux prédits du déclin de potentiel en surface à court terme D_{200s} (a) et à long terme D_{1800s} (b) en fonction de la classe granulométrique d et le potentiel initial V_0 [23].

L'analyse des données effectuées sur les deux polynômes, a montré un autre point intéressant : est que toutes les interactions entre les facteurs sont statistiquement significatives sauf celle qui existe entre la tension de dépôt et le nombre de couche granulaire dans le début du déclin D_{200s} , cette interaction est très importante dans la polarité négative.

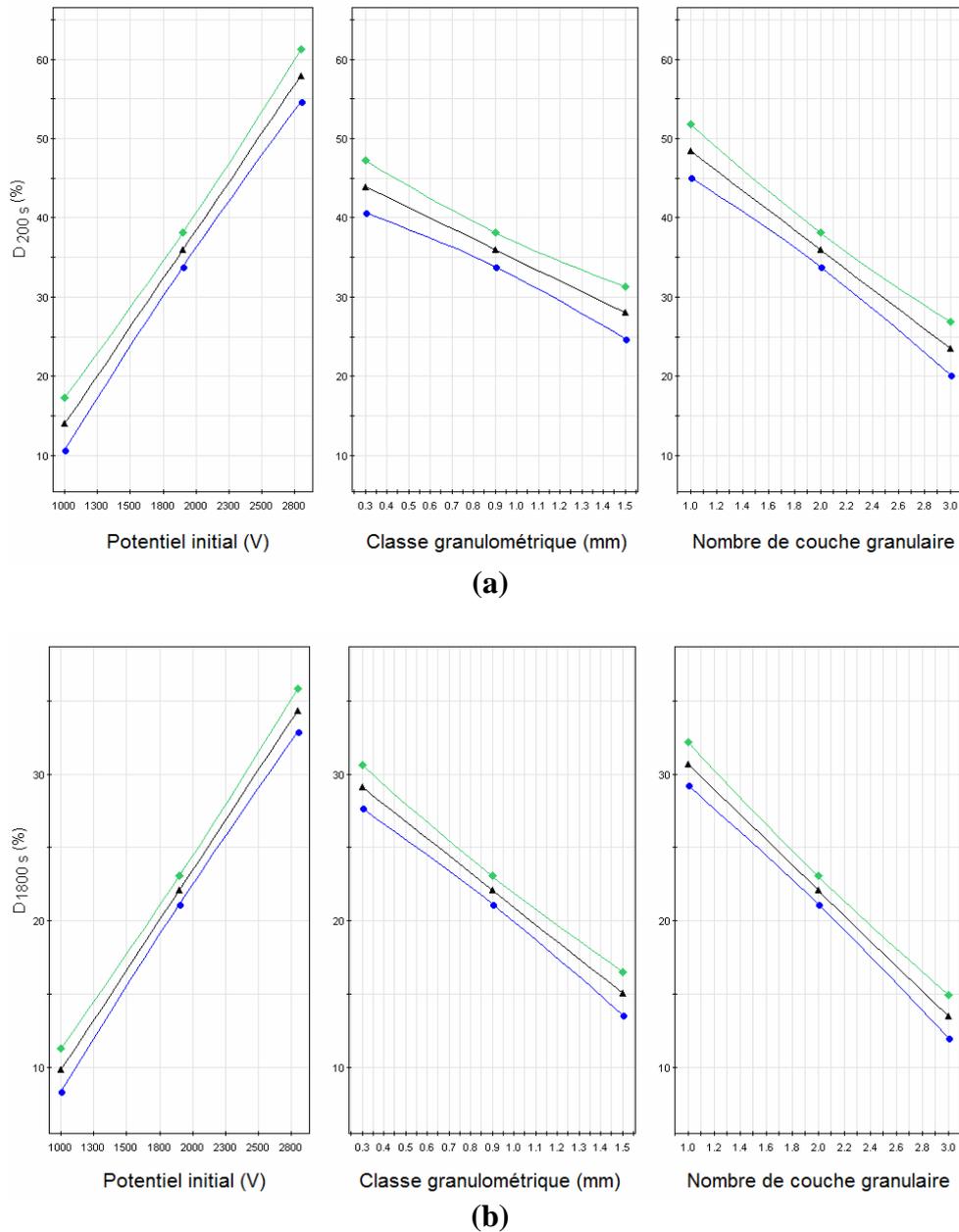


Figure V.14: Relevés graphiques des taux prédits du déclin de potentiel en surface à court terme D_{200s} (a) et à long terme D_{1800s} (b) en fonction de: potentiel initial V_0 (polarité positive), la classe granulométrique d et le nombre de couche granulaire N . les calculs ont été effectués avec le logiciel MODDE 8.0, pour un niveau de confiance de 0,95 [23].

Aux premiers instants de mesure (0-200s), la chute du potentiel est très importante, elle dépend fortement du potentiel initial V_0 que ce soit en polarité positive ou en polarité négative (polynômes V.11 et V.13). Par conséquent, la valeur du potentiel initial a une influence sur l'allure des courbes expérimentales et par conséquent sur la vitesse de déchargement.

Si on considère l'effet de chaque facteur sur le taux du DPS, on relève que pour les deux modèles linéaires, D_{200s} et D_{1800s} , le taux du DPS dépend du potentiel initial V_0 , de la classe

granulométrique d et du nombre de couche granulaire N . Cet effet est relevé aussi pour les deux polarités.

De plus, on peut noter que pour les deux polarités, l'effet du potentiel initial est le plus important pour les deux intervalles de mesure. Ce comportement peut être expliqué par le fait qu'aux premiers instants de mesures le taux de décroissance élevé et par conséquent la vitesse importante de déchargement de l'échantillon peut être attribué au mécanisme d'injection et la quantité de la charge injectée qui dépend fortement de V_0 . Les charges injectées sont soumises au champ local qui les entraînera vers la face arrière.

La constatation précédente sur le DPS aux premiers instants de mesures D_{200s} pour les deux polarités peut être confirmée par le temps de dépôt qui est de l'ordre de 10 secondes. En effet, l'injection de charge nécessite une certaine énergie pour faire franchir aux charges le grand gap de l'isolant. Or, on sait que la décharge couronne est susceptible de fournir cette énergie à certains porteurs, les photons ainsi que les neutres issus de la décharge couronne agissent comme des amplificateurs de l'injection.

Le modèle linéaire D_{1800s} qui est considéré comme la continuité du modèle D_{200s} montre que le DPS dépend toujours du potentiel initial mais la valeur du coefficient est moins importante. Cela suppose que le DPS dépend à la fois de la valeur de la mobilité des porteurs de charges et du mécanisme d'évolution des charges dans le volume du matériau. Pour un potentiel initial plus important on peut imaginer un déclin de potentiel plus important et une vitesse de déchargement plus rapide qui seraient causés par une plus grande mobilité de la charge, une approche qui définit une évolution de la mobilité en fonction du champ. De plus, pour les temps long, l'hypothèse d'un piégeage d'une partie de la charge sur la surface du matériau peut être posée le potentiel reste constant et proportionnel à la charge non injectée.

En ce qui concerne l'effet du nombre de couche granulaire N , on peut noter que ce soit en polarité positive ou en polarité négative, l'effet de N sur le taux de DPS est plus important pour les temps courts D_{200s} que pour les temps long D_{1800s} . Ceci peut être considéré comme la conséquence d'une augmentation progressive de la profondeur énergétique moyenne de piégeage des charges, ce qui ralentit leur mobilité et par conséquent le processus de déchargement.

Un résultat important qui ressort de ces travaux est l'effet de la classe granulométrique sur le taux de DPS. D'après les modèles linéaires, que ce soit en polarité positive ou en polarité négative, l'effet de d est identique pour les temps courts et les temps long (polynômes V.11, V.12, V.13 et V.14). La conséquence immédiate de ce résultat est de constater que l'effet de la classe granulométrique ne dépend pas du temps d'évolution du DPS. Il est donc

évident que l'effet de la classe granulométrique sur le mécanisme qui gouverne l'évolution des charges (le temps de déchargement) est identique sur toute la durée du DPS.

V.7. Conclusion

La technique expérimentale présentée dans cette partie permet de mieux cerner les phénomènes physiques qui se déroulent dans les séparateurs électrostatiques: charge/décharge des particules isolantes en contact avec une électrode reliée à la terre. L'efficacité d'un tel processus électrostatique dépend de la distribution spatiale du champ électrique et de la densité de la charge ionique générée par l'effet couronne ainsi que la vitesse de déchargement de ces particules. L'utilisation de la méthode des plans d'expérience pour la caractérisation de l'écoulement de charge électriques en surface de matériau granulaire peut mieux prédire les résultats d'un processus de séparation électrostatique.

VI. CONCLUSION GENERALE ET PERSPECTIVES

VI.1. Conclusion

Les travaux présentés s'inscrivent dans le cadre général de l'étude de la caractérisation du comportement de charge/décharge des particules isolantes millimétriques à la surface d'une électrode reliée à la terre.

Les objectifs de ces travaux ont été focalisés sur deux classes de matériaux isolants qui se trouvent dans les mélanges non conducteurs granulaires triés par les séparateurs électrostatiques: l'ABS (Acrylonitrile-Butadiène-Styrène) et le HIPS (High-Impact Polystyrene) provenant de déchets d'équipements informatiques. Pour atteindre nos objectifs, nous avons choisi la technique de déclin de potentiel de surface (DPS).

D'une manière générale, nous pouvons dresser ici un bilan des principales conclusions dégagées au fil des chapitres:

- Nous avons montré que l'application de la mesure de potentiel en surface dans la caractérisation des matériaux diélectriques reste performante même pour l'étude des matériaux granulaire.
- La technique expérimentale présentée dans ce travail permet de mieux cerner les phénomènes physiques qui se déroulent dans les séparateurs électrostatiques: charge/décharge des particules isolantes en contact avec une électrode reliée à la terre. L'efficacité d'un tel processus électrostatique dépend de la distribution spatiale du champ électrique et de la densité de la charge ionique générée par l'effet couronne ainsi que la vitesse de déchargement de ces particules.
- Nous avons démontré l'intérêt de l'utilisation de la méthode des plans d'expériences à la quantification des effets des facteurs (potentiel initial, nombre de couches et classe granulométrique), ainsi que les interactions entre eux, par l'évaluation du taux de déclin de potentiel en surface à court et à long terme. Nous avons ainsi exprimé les taux de DPS dans les granules de HIPS par des modèles mathématiques.
- La combinaison des mesures du déclin de potentiel de surface et la méthode de plans d'expériences nous semble constituer des outils très intéressants pour mieux prédire les résultats d'un processus de séparation électrostatique.

- Les caractéristiques courant-tension ont montré que le dépôt de charges générée par une électrode filiforme (dual électrode) ne s'effectue pas de manière homogène sur la surface de la couche isolante ce qui augmente la probabilité d'apparition des décharges couronnes inverses à des valeurs relativement faibles à la tension appliquée. L'utilisation du système d'électrode triode pour le chargement du matériau granulaire isolant peut réduire la non uniformité du champ sur la surface de matériaux granulaire
- L'analyse des résultats expérimentaux en fonction des différents paramètres physiques, nous a permis de montrer que l'augmentation du potentiel initial accélère le taux du déclin de potentiel. Par ailleurs, l'augmentation du nombre de couches et la classe granulométrique des particules diminue le taux de DPS.
- L'étude comparative du déclin de potentiel de surface en fonction de la nature du matériau granulaire utilisée nous a permis de démontrer que la vitesse de la cinétique des charges enregistrée pour les granules de l'ABS est plus importante que celle des granules de HIPS.
- L'analyse de l'effet de l'humidité relative sur le déclin de potentiel dans le HIPS et l'ABS nous a permis de montrer l'importance et le rôle de ce paramètre dans l'évolution du processus de charge à la surface du matériau granulaire. Le rôle de l'humidité n'est pas une nouveauté, mais il doit être pris en considération dans les processus séparation électrostatiques.

VI.2. Perspectives

Comme perspectives à ce travail, il nous parait important de développer les points suivants :

- Observer l'influence de la température et de l'humidité relative sur le comportement de charge/décharge des particules isolantes.
- Approfondir notre étude par l'utilisation d'autres matériaux isolants granulaires qui n'ont pas fait partie de notre étude. Ceci permettra d'améliorer les conclusions sur la technique de déclin de potentiel de surface.
- Il serait souhaitable d'approfondir l'étude par la méthode des plans d'expériences des effets et des interactions entre d'autres facteurs qui peuvent influencer sur le déclin de potentiel en surface.

- Utilisation d'autre système d'électrode de chargement par effet couronne afin d'améliorer les conditions de chargement de matériau granulaire
- Dépôt de charges par chargement tribo-électrique.

VII. BIBLIOGRAPHIE

- [1] Crowley J.M., “Fundamentals of Applied Electrostatics”, Morgan Hill, California, Laplacian Press, 1999.
- [2] Kama H., Kiyomura Y., Seki N., “Method and apparatus for feeding and carrying ground plastic and electrostatic separator for ground plastic”, Matsushita Electric Co Ltd. Patent No: JP 2002 177 820, 2002.
- [3] Project founded by the European Community under the Industrial & Materials Technologies Programme. “Electrostatic recovery of paper and plastic packaging wastes”, Synthesis report. Project No. BE96 – 3243, 2001.
- [4] Wei J., Realf M.J., “Design and optimization of drum-type electrostatic separators for plastics recycle”, In: Industrial and Engineering Chemistry Research. Vol. 44 No. 10, pp. 3503-3509, 2005.
- [5] Nicoara, Simona, Calin, L., Iuga, A., Serban, N., “Considerations on triboelectrostatic separation of plastic material for recycling purpose”, In: Environment and Progress. Vol. 6, pp. 341-346, 2006.
- [6] Ralston, O.C., “Electrostatic Separation of Mixed Granular Solids”, Amsterdam, Elsevier, pp.162-172, 1961.
- [7] Schmoutziguer, W.S., MCGovern, J.J., “Tribocharging in separating apparatus”, Outokumpu, Patent No: GB 2 351 928, 2001.
- [8] Stencil, J.M., Schaefer, J.L., Neathery, J.K., Ban, H., Finseth, D., “Electrostatic particle separation system, apparatus, and related method”, US Patent No: 6 498 313, 2002.
- [9] Calin L., “Séparation électrostatique des matériaux plastiques provenant d'équipements informatiques, en utilisant la triboélectrisation en lit fluidisé”, Thèse de Doctorat université de Poitiers, Juin 2008.
- [10] Taylor, D.M., Secker, P.E., “Industrial Electrostatics: Fundamentals and Measurements”, New York, John Wiley&Sons, pp. 82-104, 1994.
- [11] Dascalescu, L., Dragan, C., Bilici, M., Beleca, R., Hemery, Y., Rouau, X., “Electrostatic Bases for Separation of Wheat Bran Tissues”. In: IEEE Transactions and Industry Applications, Vol. 46, pp. 659 – 665, 2010.
- [12] Haga, K., “Applications of the electrostatic separation technique”. In: Handbook of Electrostatic Processes. Chang, J.S., Kelly, A.J., Crowley, J.M. (Editors). New York, Marcel Dekker, pp. 365-386, 1995.

- [13] Dragan C., “Modélisation du processus de charge et séparation tribo-aéro-électrostatique de matériaux plastiques granulaires”. Thèse de Doctorat Université de Poitiers, 2010.
- [14] Mihalcioiu A. F., “Measurement Techniques and Virtual Instruments for the Study of Electrostatic Processes”, Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, 2005.
- [15] Iuga A., Dascalescu L., Morar R., Csorvasy I., Neamtu V., “Corona-electrostatic separators for recovery of waste non-ferrous metals”, *J. Electrostat.*, Vol. 23, pp. 235-243, 1989.
- [16] Iuga A., Neamtu V., Suarasan I., Morar R., Dascalescu L., “High-voltage supplies for corona-electrostatic separators”, *IEEE Trans. Ind. Appl.*, Vol. 34, pp. 286-293, 1998.
- [17] Dascalescu L., Morar R., Iuga A., Samuila A., and Neamtu V., “Electrostatic separation of insulating and conductive particles from granular mixes”, *Particulate Science and Technology*, Vol. 16, pp. 25-42, 1998.
- [18] Dascalescu L., Morar R., Iuga A., Samuila A., Neamtu V. and Suarasan I., "Charging of particulates in the corona field of roll-type electroseparators", *J. Phys. D: Appl. Phys.*, Vol. 27, pp. 1242-1251, 1994.
- [19] Dascalescu L., Samuila A., Rafiroiu D., Iuga A., and Morar R., “Multiple-needle corona electrodes for electrostatic processes application,”, *IEEE Trans. Ind. Appl.*, Vol. 35, pp. 543-548, 1999.
- [20] Dascalescu L., Mizuno A., Tobazéon R., Iuga A., Morar R., Mihailescu M., and Samuila A., “Charges and forces on conductive particles in roll-type corona-electrostatic separators”, *IEEE Trans. Ind. Appl.*, Vol. 31, pp. 947-956, 1995.
- [21] M. Blajan, “Séparation de la muscovite des pegmatites feldspathiques en utilisant des champs électriques intenses”, Thèse de Doctorat, Université de Poitier 2006.
- [22] Dascalescu L., Mihalcioiu A., Stochita A., Notingher P., “Charge-decay characteristics of granular materials forming mono-layers at the surface of grounded electrodes”, *Conf. Rec. IEEE/IAS 40 Ann. Meet. Hong Kong*, Vol. 2, pp1414-1417, 2005.
- [23] Remadnia M., Nemamcha M., Herous L. and Dascalescu L., “Decay of the Electric Potential at the Surface of Corona-charged Uniform Layers of HIPS Granules”, *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation* Vol. 18, No. 2, April 2011.
- [24] Remadnia M., Dascalescu L., Herous L., Molinié, Nemamcha M., “Modelling of Granular Plastics Behavior in Belt-type Electrostatic P.Separators”, 7th Conference of the French Society of Electrostatics SFE 2010, Montpellier, France, 2010.
- [25] Llovera P., “Étude des mécanismes d'injection de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin et retour de potentiel. Nouveaux outils d'analyse”, Thèse de Doctorat, Université paris sud – Paris XI, 2001.

- [26] Molinié P., “Etude de la neutralisation de la charge électrique déposée par effet couronne à la surface d'un isolant. Application au suivi des premiers stades de vieillissement d'un isolateur époxyde”, Thèse de Doctorat, Université Paris VI, 1992.
- [27] Herous L., “étude des mécanismes d'écoulement de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin”, Université Badji Mokhtar-Annaba, 2006.
- [28] Nabhan W., Equer B., Broniatowski A., Rosny G., “A high-resolution scanning Kelvin probe microscope for contact potential measurements on the 100nm scale”, *Rev Sci. Instrum.* Vol. 68, No.8, 1997.
- [29] Damamme G., “Characterization of charging and conduction properties of insulating materials using electron beam excitation”, *Proc. 3rd Int. Conf. on Electric Charge in Solid Insulators (CSC'4)*, pp. 23-30, Tours, 2001.
- [30] Watson P. K., “The transport and trapping of electrons in polymers”, *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, Vol. 2, No.5, pp 915-924, 1995.
- [31] Goupy J., Creighton L. “Introduction aux Plans d'expériences”, 3^e édition, Dunod. Paris, 2006.
- [32] Box E. P., Hunter W. G., Hunter J. S., “Statistics for Experimenters”, 2^e édition, John Wiley and Sons. New-York, 2005.
- [33] Goupy J., “Les plans d'expériences”, *Revue Modulad*, No.34, pp. 74-116, 2006.
- [34] Goupy J. “Plans d'expériences pour surfaces de réponse”, 3^e édition, Dunod. Paris, 1999.
- [35] Box E.P., Draper N. R., “Empirical model-building and response surfaces”, Ed. John Wiley and Sons, 1987.
- [36] Medles K., “Méthodologie des plans d'expériences”, Note de cours, Université de sidi belabes, 2006.
- [37] Goupy J. “Plans d'expériences”, *Techniques de l'ingénieur. Traité Analyse Chimique et Caractérisation*, P230, pp. 1-20, 1992.
- [38] Goupy J. “Pratiquer les plans d'expériences”, Dunod. Paris, 2005.
- [39] Morineau A., Chatelin Y. M., “L'analyse statistique des données. Apprendre, comprendre et réaliser avec Excel”, Ellipses, 2005.
- [40] Das, S., Samuila, A., Dragan, C., Dascalescu, L., “Behaviour of charges insulating particles in contact with a rotating roll electrode”, In: *Journal of Electrostatics*, Vol. 69, pp. 189-192, 2009.

- [41] Dascalescu, L., Samuila, A., Das, S., Dragan, C., Medles, K., Gauthier., M., “Etude expérimentale des procédés de séparation électrostatiques en vue de leur utilisation au recyclage des matières plastiques présentes dans les déchets électriques et électroniques”, Contrat WKO 730/2006, Bénéficiaire: APR2.
- [42] Escalante, S.L., Touchard, G., Dominguez, G., “Electrification study in dielectric material fluidized beds for different fluidization regimes”, In: Annual Report Conference on Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, pp. 694-697, 2002.
- [43] Liu, C., Bard, A.J., “Electrons on dielectrics and contact electrification”. In: Chemical Physics Letter, Vol. 480, No.4-6, pp. 145-156, 2009.
- [44] McCarty, L.S., Whitesides, G.M., “Electrostatic charge due to separation of ions at interfaces: Contact electrification of ionic electrets”, In: Angewandte Chemie International Edition, Vol. 47, 2008.
- [45] Samuila, A., Dascalescu, L., “Comportement des matériaux granulaires dans un champ électrique”, Edition Mediamira, Cluj-Napoca, 1999.
- [46] Hogue, M.D., Buhler, C.R., Calle, C.I., Matsuyama, T., Luo, W., Groop, E.E., “Insulator-insulator contact charging and its relationship to atmospheric pressure”, In: Journal of Electrostatics Vol. 61, pp. 259-268, 2004.
- [47] Miloudi M., Remadnia M., Dragan C., Medles K., Tilmatine A., Dascalescu L., “Experimental Study of the Effect of Ambient Air Humidity on the Efficiency of Tribo-aero-electrostatic Separation of Mixed Granular Solids”, Annual Meeting of the IEEE/Industry Application Society, Orlando, FL USA, October 2011.
- [48] Dascalescu L., Mihalcioiu A., Stochita A., and Notingher P. V., “Charge-decay characteristics of granular materials forming monolayers at the surface of grounded electrodes”, IEEE Trans. Ind. Appl. Vol. 44, pp. 20-24, 2008.
- [49] Ieda M., Sawa G., and Shinohara I., “A decay process of surface electric charge across polyethylene film”, Jpn. J. Appl. Phys., Vol. 6, pp. 793-794, 1967.
- [50] Herous, L., Nemamcha, M., Remadnia M., Dascalescu, L., “Factors that influence the surface potential decay on a thin film of polyethylene terephthalate”, J. Electrostat, Vol. 67, 2009.
- [51] Urs A., Samuila A., Mihalcioiu A., Dascalescu L., “Charging and discharging of insulating particles on the surface of a grounded electrode”, IEEE Trans. Ind. Appl. Vol. 40, pp. 437-441, 2004.
- [52] Association of Plastics Manufactures in Europe. “Insight into consumption and recovery in Western Europe 2000”.
- [53] Delavelle C., Fayolle D., Eyssen, R., “Caractérisation des plastiques contenus dans les DEEE et état des lieux de la valorisation déchets plastiques”, In: Rapport final. Etude réalisée par AJI-EUROPE pour le compte de l’ADEME No 0302C008, Juillet 2005.

- [54] Directive 2002/96/EC of The European Parliament and of The Council of 27 January 2003 on waste electrical and electronic equipment (WEEE).
- [55] Giacometti J.A., Oliveira O.N., “Corona charging of polymers”, IEEE. Trans. Elec. Insul. Vol. 27, pp. 924-943, 1992.
- [56] Iuga A., Samuila A., Blajan M., Beleca R., Morar R., and Dascalescu L., “Characterization of corona electrodes for electrostatic separation applications at small and large discharge gaps”, in Conf. Rec. IEEE IAS Annu. Meeting, Seattle, WA, pp. 1967–1973, 2004.
- [57] Dascalescu L., Iuga A., Morar R., et al., “Corona and electrostatic electrodes for high-tension separators”, J. Electrostat., Vol. 29, pp. 211-225, 1993.
- [58] Tabti B., “Contribution à la modélisation de dispositifs et la caractérisation de matériaux en électrotechnique”, Thèse de Doctorat, Université de Béjaïa, 2011.
- [59] Noras M. A., “Non-contact surface charge/voltage measurements. Capacitive probe Principle of operation”, TREK Application Note No. 3001, 2002. [Online]. Available: www.trekinc.com
- [60] Bright A. W., Corbett R. P., and Hughes J. F., “Electrostatics”, Oxford, U.K.: Oxford Univ. Press, 1978.
- [61] Loeb L.B., “Electrical Coronas, Their Basic Physical Mechanisms”, Univ. of California Press, Berkeley and Los Angeles, 1965.
- [62] Baum E. A., Lewis T. J., Toomer R., “Further observations on the decay of potential corona charged polyethylene films”, J. Phys. D: Appl. Phys., Vol. 10, pp. 2525-2531, 1977.
- [63] Molinié P., “Charge injection in corona-charged polymeric films: potential decay and current measurements”, Journal of Electrostatics, Vol. 45, pp. 265-273, 1999.
- [64] Von Berlepsch H., “Interpretation of surface potential Kinetics in HDPE by a trapping model”, J. Phys. D: Appl. Phys, Vol. 18, pp. 1155-1170, 1985.
- [65] Molinié P., “Potential decay interpretation and insulating film: necessity of combining charge injection and slow volume polarisation processes”, Seven. Int. Conf. Of . Diele. Mate. Meas, 1996.
- [66] Molinié P., Goldman M. and Gatellet J., “Surface potential decay on corona charged epoxy samples due to polarization processes”, J. Phys. D : App. Pyhs, Vol. 28, pp 1606-1610, 1995.
- [67] Molinié P. and Llovera P., “Surface potential measurements: implementation and interpretation”, in Dielectric Materials, Measurements and Applications. IEE Conference Publication, pp. 253–258, 2000.

- [68] Tabti B., Dascalescu L., Plopeanu M., Antoniu A., and Mekideche R., “Factors that influence the corona charging of fibrous dielectric materials”, *J. Electrostat*, Vol. 69, pp. 193–197, 2009.
- [69] Baum E.A., Lewis, and Toomer, “Decay of electrical charge on polyethylene films”, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, Vol. 10, pp. 487–497, 1977.
- [70] Sonnonstine T.J., and Perlman M.M., “Surface potential decay in insulators with field dependent mobility and injection efficiency”, *J. Appl. Phys*, Vol. 46, pp. 3975–3981, 1975.
- [71] Frigon N.L., Mathews D., “*Practical Guide to Experimental Design*”, Wiley, New York, 1996.
- [72] Montgomery D. C., “*Design and analysis of experiments*”, 6th edition. New York: Wiley, 2004.
- [73] Hicks C.R., Turner Jr. K.V., “*Fundamental Concepts in the Design of Experiments*”, Oxford University Press, Oxford, 1999.
- [74] Calin L. and Dascalescu L., “Procédé de séparation électrostatique d’un mélange de granules de matériaux différents et dispositif de mise en œuvre”, French Patent FR2943561, Oct. 1, 2010.
- [75] Dragan C., Fati O., Radu M., Calin L., Samuila A., and Dascalescu L., “Tribocharging of mixed granular plastics in a fluidized bed device” , *Conf. Rec. IEEE/IAS Ann. Meet.*, Houston, Tx, pp. 1-6. DOI: 10.1109/IAS.2010.5614509, 2010.
- [76] Bilici M., Dascalescu L., Dragan C., Fati O., Iuga A., and Samuila A., “Tribocharging and electrostatic separation of mixed granular solids in fluidized bed devices” , *IEEE Trans. DEI*, Vol. 18, No.5, pp. 1476-1483, 2011.

VIII. ANNEXES

VIII.1. Table de la loi de Student

Cette table donne les fractiles de la loi de Student à ν degrés de liberté: valeur t ayant la probabilité α d'être dépassée en valeur absolue : $P(-t < T < t) = 1 - \alpha$.

Ou : $P(T < -t) = \alpha/2 = P(T > t)$

α bilatéral	$1 - \alpha / 2$ (unilatéral)	ν (degré de liberté)

	0.9	0.8	0.7	0.6	0.5	0.4	0.3	0.2	0.1	0.05	0.02	0.01	0.005	0.001
	0.55	0.6	0.65	0.7	0.75	0.8	0.85	0.9	0.95	0.975	0.99	0.995	0.9975	0.9995
1	0.1584	0.3249	0.5095	0.7265	1	1.3764	1.9626	3.0777	6.3137	12.706	31.821	63.656	127.32	636.58
2	0.1421	0.2887	0.4447	0.6172	0.8165	1.0607	1.3862	1.8856	2.92	4.3027	6.9645	9.925	14.089	31.6
3	0.1366	0.2767	0.4242	0.5844	0.7649	0.9785	1.2498	1.6377	2.3534	3.1824	4.5407	5.8408	7.4532	12.924
4	0.1338	0.2707	0.4142	0.5686	0.7407	0.941	1.1896	1.5332	2.1318	2.7765	3.7469	4.6041	5.5975	8.6101
5	0.1322	0.2672	0.4082	0.5594	0.7267	0.9195	1.1558	1.4759	2.015	2.5706	3.3649	4.0321	4.7733	6.8685
6	0.1311	0.2648	0.4043	0.5534	0.7176	0.9057	1.1342	1.4398	1.9432	2.4469	3.1427	3.7074	4.3168	5.9587
7	0.1303	0.2632	0.4015	0.5491	0.7111	0.896	1.1192	1.4149	1.8946	2.3646	2.9979	3.4995	4.0294	5.4081
8	0.1297	0.2619	0.3995	0.5459	0.7064	0.8889	1.1081	1.3968	1.8595	2.306	2.8965	3.3554	3.8325	5.0414
9	0.1293	0.261	0.3979	0.5435	0.7027	0.8834	1.0997	1.383	1.8331	2.2622	2.8214	3.2498	3.6896	4.7809
10	0.1289	0.2602	0.3966	0.5415	0.6998	0.8791	1.0931	1.3722	1.8125	2.2281	2.7638	3.1693	3.5814	4.5868
11	0.1286	0.2596	0.3956	0.5399	0.6974	0.8755	1.0877	1.3634	1.7959	2.201	2.7181	3.1058	3.4966	4.4369
12	0.1283	0.259	0.3947	0.5386	0.6955	0.8726	1.0832	1.3562	1.7823	2.1788	2.681	3.0545	3.4284	4.3178
13	0.1281	0.2586	0.394	0.5375	0.6938	0.8702	1.0795	1.3502	1.7709	2.1604	2.6503	3.0123	3.3725	4.2209
14	0.128	0.2582	0.3933	0.5366	0.6924	0.8681	1.0763	1.345	1.7613	2.1448	2.6245	2.9768	3.3257	4.1403
15	0.1278	0.2579	0.3928	0.5357	0.6912	0.8662	1.0735	1.3406	1.7531	2.1315	2.6025	2.9467	3.286	4.0728
16	0.1277	0.2576	0.3923	0.535	0.6901	0.8647	1.0711	1.3368	1.7459	2.1199	2.5835	2.9208	3.252	4.0149
17	0.1276	0.2573	0.3919	0.5344	0.6892	0.8633	1.069	1.3334	1.7396	2.1098	2.5669	2.8982	3.2224	3.9651
18	0.1274	0.2571	0.3915	0.5338	0.6884	0.862	1.0672	1.3304	1.7341	2.1009	2.5524	2.8784	3.1966	3.9217
19	0.1274	0.2569	0.3912	0.5333	0.6876	0.861	1.0655	1.3277	1.7291	2.093	2.5395	2.8609	3.1737	3.8833
20	0.1273	0.2567	0.3909	0.5329	0.687	0.86	1.064	1.3253	1.7247	2.086	2.528	2.8453	3.1534	3.8496
21	0.1272	0.2566	0.3906	0.5325	0.6864	0.8591	1.0627	1.3232	1.7207	2.0796	2.5176	2.8314	3.1352	3.8193
22	0.1271	0.2564	0.3904	0.5321	0.6858	0.8583	1.0614	1.3212	1.7171	2.0739	2.5083	2.8188	3.1188	3.7922
23	0.1271	0.2563	0.3902	0.5317	0.6853	0.8575	1.0603	1.3195	1.7139	2.0687	2.4999	2.8073	3.104	3.7676
24	0.127	0.2562	0.39	0.5314	0.6848	0.8569	1.0593	1.3178	1.7109	2.0639	2.4922	2.797	3.0905	3.7454
25	0.1269	0.2561	0.3898	0.5312	0.6844	0.8562	1.0584	1.3163	1.7081	2.0595	2.4851	2.7874	3.0782	3.7251
26	0.1269	0.256	0.3896	0.5309	0.684	0.8557	1.0575	1.315	1.7056	2.0555	2.4786	2.7787	3.0669	3.7067
27	0.1268	0.2559	0.3894	0.5306	0.6837	0.8551	1.0567	1.3137	1.7033	2.0518	2.4727	2.7707	3.0565	3.6895
28	0.1268	0.2558	0.3893	0.5304	0.6834	0.8546	1.056	1.3125	1.7011	2.0484	2.4671	2.7633	3.047	3.6739
29	0.1268	0.2557	0.3892	0.5302	0.683	0.8542	1.0553	1.3114	1.6991	2.0452	2.462	2.7564	3.038	3.6595

30	0.1267	0.2556	0.389	0.53	0.6828	0.8538	1.0547	1.3104	1.6973	2.0423	2.4573	2.75	3.0298	3.646
31	0.1267	0.2555	0.3889	0.5298	0.6825	0.8534	1.0541	1.3095	1.6955	2.0395	2.4528	2.744	3.0221	3.6335
32	0.1267	0.2555	0.3888	0.5297	0.6822	0.853	1.0535	1.3086	1.6939	2.0369	2.4487	2.7385	3.0149	3.6218
33	0.1266	0.2554	0.3887	0.5295	0.682	0.8526	1.053	1.3077	1.6924	2.0345	2.4448	2.7333	3.0082	3.6109
34	0.1266	0.2553	0.3886	0.5294	0.6818	0.8523	1.0525	1.307	1.6909	2.0322	2.4411	2.7284	3.002	3.6007
35	0.1266	0.2553	0.3885	0.5292	0.6816	0.852	1.052	1.3062	1.6896	2.0301	2.4377	2.7238	2.9961	3.5911
36	0.1266	0.2552	0.3884	0.5291	0.6814	0.8517	1.0516	1.3055	1.6883	2.0281	2.4345	2.7195	2.9905	3.5821
37	0.1265	0.2552	0.3883	0.5289	0.6812	0.8514	1.0512	1.3049	1.6871	2.0262	2.4314	2.7154	2.9853	3.5737
38	0.1265	0.2551	0.3882	0.5288	0.681	0.8512	1.0508	1.3042	1.686	2.0244	2.4286	2.7116	2.9803	3.5657
39	0.1265	0.2551	0.3882	0.5287	0.6808	0.8509	1.0504	1.3036	1.6849	2.0227	2.4258	2.7079	2.9756	3.5581
40	0.1265	0.255	0.3881	0.5286	0.6807	0.8507	1.05	1.3031	1.6839	2.0211	2.4233	2.7045	2.9712	3.551
41	0.1264	0.255	0.388	0.5285	0.6805	0.8505	1.0497	1.3025	1.6829	2.0195	2.4208	2.7012	2.967	3.5443
42	0.1264	0.255	0.388	0.5284	0.6804	0.8503	1.0494	1.302	1.682	2.0181	2.4185	2.6981	2.963	3.5377
43	0.1264	0.2549	0.3879	0.5283	0.6802	0.8501	1.0491	1.3016	1.6811	2.0167	2.4163	2.6951	2.9592	3.5316
44	0.1264	0.2549	0.3878	0.5282	0.6801	0.8499	1.0488	1.3011	1.6802	2.0154	2.4141	2.6923	2.9555	3.5258
45	0.1264	0.2549	0.3878	0.5281	0.68	0.8497	1.0485	1.3007	1.6794	2.0141	2.4121	2.6896	2.9521	3.5203
46	0.1264	0.2548	0.3877	0.5281	0.6799	0.8495	1.0482	1.3002	1.6787	2.0129	2.4102	2.687	2.9488	3.5149
47	0.1263	0.2548	0.3877	0.528	0.6797	0.8493	1.048	1.2998	1.6779	2.0117	2.4083	2.6846	2.9456	3.5099
48	0.1263	0.2548	0.3876	0.5279	0.6796	0.8492	1.0478	1.2994	1.6772	2.0106	2.4066	2.6822	2.9426	3.505
49	0.1263	0.2547	0.3876	0.5278	0.6795	0.849	1.0475	1.2991	1.6766	2.0096	2.4049	2.68	2.9397	3.5005
50	0.1263	0.2547	0.3875	0.5278	0.6794	0.8489	1.0473	1.2987	1.6759	2.0086	2.4033	2.6778	2.937	3.496
60	0.1262	0.2545	0.3872	0.5272	0.6786	0.8477	1.0455	1.2958	1.6706	2.0003	2.3901	2.6603	2.9146	3.4602
70	0.1261	0.2543	0.3869	0.5268	0.678	0.8468	1.0442	1.2938	1.6669	1.9944	2.3808	2.6479	2.8987	3.435
80	0.1261	0.2542	0.3867	0.5265	0.6776	0.8461	1.0432	1.2922	1.6641	1.9901	2.3739	2.6387	2.887	3.4164
90	0.126	0.2541	0.3866	0.5263	0.6772	0.8456	1.0424	1.291	1.662	1.9867	2.3685	2.6316	2.8779	3.4019
100	0.126	0.254	0.3864	0.5261	0.677	0.8452	1.0418	1.2901	1.6602	1.984	2.3642	2.6259	2.8707	3.3905
110	0.126	0.254	0.3863	0.5259	0.6767	0.8449	1.0413	1.2893	1.6588	1.9818	2.3607	2.6213	2.8648	3.3811
120	0.1259	0.2539	0.3862	0.5258	0.6765	0.8446	1.0409	1.2886	1.6576	1.9799	2.3578	2.6174	2.8599	3.3734
130	0.1259	0.2539	0.3862	0.5257	0.6764	0.8444	1.0406	1.2881	1.6567	1.9784	2.3554	2.6142	2.8557	3.367
140	0.1259	0.2538	0.3861	0.5256	0.6762	0.8442	1.0403	1.2876	1.6558	1.9771	2.3533	2.6114	2.8522	3.3613
infini	0.1257	0.2533	0.3853	0.5244	0.6744	0.8416	1.0364	1.2816	1.6449	1.96	2.3264	2.5759	2.8072	3.2908

VIII.2. Table de Fisher-Snedecor

Pour qu'un coefficient de régression multiple, par exemple, soit significatif, F calculé doit dépasser F lu dans la table pour le risque de 5% ; deux catégories de degrés de liberté déterminent F:

- ν_1 : nombre de degrés de liberté pour la plus faible des variances;
- ν_2 : nombre de degrés de liberté pour la plus forte des variances;

Pour $\alpha = 0,05$:

ν_1	ν_2

	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	12	15	20	24	30	40	60	120	α
1	161.4	199.5	215.7	224.6	230.2	234.8	236.8	238.9	240.5	241.9	243.9	245.9	248.0	249.1	250.1	251.1	252.2	253.3	254.3
2	18.51	19.00	19.16	19.25	19.30	19.35	19.35	19.37	19.38	19.40	19.41	19.43	19.45	19.45	19.46	19.47	19.48	19.49	19.50
3	10.13	9.55	9.28	9.12	9.01	8.89	8.89	8.85	8.81	8.79	8.74	8.70	8.66	8.64	8.62	8.59	8.57	8.55	8.53
4	7.71	6.94	6.59	6.39	6.26	6.09	6.09	6.04	6.00	5.96	5.91	5.86	5.80	5.77	5.75	5.72	5.69	5.66	5.63
5	6.61	5.79	5.41	5.19	5.05	4.88	4.88	4.82	4.77	4.74	4.68	4.62	4.56	4.53	4.50	4.46	4.43	4.40	4.36
6	5.99	5.14	4.76	4.53	4.39	4.21	4.21	4.15	4.10	4.05	4.00	3.94	3.87	3.84	3.81	3.77	3.74	3.70	3.67
7	5.59	4.74	4.35	4.12	3.97	3.79	3.79	3.73	3.68	3.64	3.57	3.51	3.44	3.41	3.38	3.34	3.30	3.27	3.23
8	5.32	4.46	4.07	3.84	3.69	3.50	3.50	3.44	3.39	3.35	3.28	3.22	3.15	3.12	3.08	3.04	3.01	2.97	2.93
9	5.12	4.26	3.86	3.63	3.48	3.29	3.29	3.23	3.18	3.14	3.07	3.01	2.94	2.90	2.86	2.83	2.79	2.75	2.71
10	4.96	4.10	3.71	3.48	3.33	3.14	3.14	3.07	3.02	2.98	2.91	2.85	2.77	2.74	2.70	2.66	2.62	2.58	2.54
11	4.84	3.98	3.59	3.36	3.20	3.01	3.01	2.95	2.90	2.85	2.79	2.72	2.65	2.61	2.57	2.53	2.49	2.45	2.40
12	4.75	3.89	3.49	3.26	3.11	2.91	2.91	2.85	2.80	2.75	2.69	2.62	2.54	2.51	2.47	2.43	2.38	2.34	2.30
13	4.67	3.81	3.41	3.18	3.03	2.83	2.83	2.77	2.71	2.67	2.60	2.53	2.46	2.42	2.38	2.34	2.30	2.25	2.21
14	4.60	3.74	3.34	3.11	2.96	2.76	2.7	2.70	2.65	2.62	2.53	2.46	2.39	2.35	2.31	2.27	2.22	2.18	2.13
15	4.54	3.68	3.29	3.06	2.90	2.71	2.71	2.64	2.59	2.54	2.48	2.40	2.33	2.29	2.25	2.20	2.16	2.11	2.07
16	4.49	3.63	3.24	3.01	2.85	2.66	2.66	2.59	2.54	2.49	2.42	2.35	2.28	2.24	2.19	2.15	2.11	2.06	2.01
17	4.45	3.59	3.20	2.96	2.81	2.61	2.61	2.55	2.46	2.45	2.38	2.31	2.23	2.19	2.15	2.10	2.06	2.01	1.96
18	4.41	3.55	3.16	2.93	2.77	2.58	2.58	2.51	2.49	2.41	2.34	2.27	2.19	2.15	2.11	2.06	2.02	1.97	1.92
19	4.38	3.52	3.13	2.90	2.74	2.54	2.54	2.48	2.46	2.38	2.31	2.23	2.16	2.11	2.07	2.03	1.98	1.93	1.88
20	4.35	3.49	3.10	2.87	2.71	2.51	2.51	2.45	2.42	2.35	2.28	2.20	2.12	2.08	2.04	1.99	1.95	1.90	1.84
21	4.32	3.47	3.07	2.84	2.68	2.49	2.49	2.42	2.39	2.32	2.25	2.18	2.10	2.05	2.01	1.96	1.92	1.87	1.81
22	4.30	3.44	3.05	2.82	2.66	2.46	2.46	2.40	2.37	2.30	2.23	2.15	2.07	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84	1.78
23	4.28	3.42	3.03	2.80	2.64	2.44	2.44	2.37	2.34	2.27	2.20	2.13	2.05	2.01	1.96	1.91	1.86	1.81	1.76
24	4.26	3.40	3.01	2.78	2.62	2.42	2.42	2.36	2.32	2.25	2.18	2.11	2.03	1.98	1.94	1.89	1.84	1.79	1.73
25	4.24	3.39	2.99	2.76	2.60	2.40	2.40	2.34	2.30	2.24	2.16	2.09	2.01	1.96	1.92	1.87	1.82	1.77	1.71
26	4.23	3.37	2.98	2.74	2.59	2.39	2.39	2.32	2.28	2.22	2.15	2.07	1.99	1.95	1.90	1.85	1.80	1.75	1.69
27	4.21	3.35	2.96	2.73	2.57	2.37	2.37	2.31	2.27	2.20	2.13	2.06	1.97	1.93	1.88	1.84	1.79	1.73	1.67

28	4.20	3.34	2.95	2.71	2.56	2.36	2.36	2.29	2.25	2.19	2.12	2.04	1.96	1.91	1.87	1.82	1.77	1.71	1.65
29	4.18	3.33	2.93	2.70	2.55	2.35	2.35	2.28	2.24	2.18	2.10	2.03	1.94	1.90	1.85	1.81	1.75	1.70	1.64
30	4.17	3.32	2.92	2.69	2.53	2.33	2.33	2.27	2.22	2.16	2.09	2.01	1.93	1.89	1.84	1.79	1.74	1.68	1.62
40	4.08	3.23	2.84	2.61	2.45	2.25	2.25	2.18	2.12	2.08	2.00	1.92	1.84	1.79	1.74	1.69	1.64	1.58	1.51
60	4.00	3.15	2.76	2.53	2.37	2.17	2.17	2.10	2.04	1.99	1.92	1.84	1.75	1.70	1.65	1.59	1.53	1.47	1.39
120	3.92	3.07	2.68	2.45	2.29	2.09	2.09	2.02	1.96	1.91	1.83	1.75	1.66	1.61	1.55	1.50	1.43	1.35	1.25
α	3.84	3.00	2.60	2.37	2.21	2.01	2.01	1.94	1.88	1.83	1.75	1.67	1.57	1.52	1.46	1.39	1.32	1.22	1.00