

République Algérienne Démocratique et Populaire
Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique
Université 8Mai 1945 – Guelma
Faculté des Sciences et de la Technologie
Département de Génie Electrotechnique et Automatique

THESE



En vue de l'obtention du Doctorat en Génie Electrique

Option : Electrotechnique

Titre de la thèse :

Analyse de la dynamique des charges à la surface des polymères isolants

Présenté par : **ROUAGDIA Karim**

Sous la direction de : **Pr. NEMAMCHA Mohamed** et **Pr. HEROUS Lazhar**

Jury

Pr. TILMATINE Amar	Professeur, Université de Sidi Bel Abbès	Président
Pr. NEMAMCHA Mohamed	Professeur, Université de Guelma	Rapporteur
Pr. HEROUS Lazhar	Professeur, Université d'Annaba	Co- Rapporteur
Pr. DASCALESCU Lucian	Professeur, Université de Poitiers (France)	Examineur
Pr. FLAZI Samir	Professeur, USTO-MB	Examineur
Dr. KACHI Miloud	M.C.A, Université de Guelma	Examineur

Décembre 2015

Remerciements

Mes remerciements, avant tout, au *DIEU* tout puissant pour la volonté, la santé et la patience qu'il m'a données durant toute ma carrière d'étude afin que je puisse arriver à ce stade.

Mes premières pensées se dirigent tout naturellement vers mes directeurs de thèse *Mr. NEMAMCHA Mohamed* et *Mr. HEROUS Lazhar* pour le formidable encadrement qu'ils m'ont accordé tout au long de ce travail. Je ne peux que les remercier, non seulement pour leurs compétences scientifiques, mais aussi pour leurs qualités humaines et pour la confiance qu'ils m'ont toujours témoignée.

Je remercie sincèrement *Mr. TILMATINE Amar*, professeur à l'Université de Sidi Bel Abbès, de m'avoir fait l'honneur de présider ce jury.

J'adresse également ma profonde reconnaissance à *Mr. DASCALESCU Lucien*, professeur à l'Université de Poitiers, qui m'a accueilli au sein de son équipe d'Électrostatique Appliquée, à l'IUT d'Angoulême, et pour avoir aussi accepté de juger mon travail et de participer à mon jury de thèse en tant que examinateur.

Je tiens aussi à remercier *Mr. FLAZI Samir*, professeur à l'Université USTO-MB et *Mr. KACHI Miloud*, docteur à l'Université de Guelma, qu'ont aimablement accepté d'être examinateurs de ce travail.

Mes vifs remerciements vont aussi vers tous les membres de *LGEG*.

Résumé

Aujourd'hui, grâce au développement de la chimie organique et aux procédés de polymérisation, on arrive à produire les formes les plus variées et au moindre coût des matériaux qui présentent les pertes les plus faibles et les tensions de claquage les plus élevées qui sont en général des polymères. Ces matériaux sont utilisés pour la fabrication des câbles de haute et moyenne tension et des condensateurs...

Sous l'action combinée du champ électrique et des diverses agressions environnementale, les polymères se dégradent avec le temps et perdent leurs propriétés diélectriques, cette défaillance conduit souvent à des situations catastrophiques entraînant de lourdes conséquences économiques et humanitaires.

Nous avons présenté une modélisation expérimentale qui permis de corréler les mesures du déclin de potentiel de surface et la méthode de plans d'expériences qui constitue des outils très intéressants pour mieux prédire les résultats.

Ce travail nous a permis de mettre en évidence l'influence de l'électrode humide sur l'évolution de potentiel de surface, où les résultats montrent l'impact de la nature de l'électrode plane sur l'évolution du processus DPS.

Nous avons aussi présenté un nouveau prototype de DPS installé au sein de notre laboratoire (LGEG) qui permet de prendre les mesures de potentiel de surface après un temps record enregistré de 0.4 s, les résultats montrent l'efficacité et l'importance de ce nouveau dispositif et son rôle à la récupération des informations très importantes pendant les 3 premières secondes.

Mots clés : déclin de potentiel de surface, décharge couronne, polypropylène, polyéthylène téréphtalate, électrode humide, new setup.

Abstract

Today, by the organic chemistry development and polymerization processes, we get to produce the most varied forms and cost of materials with the lowest and the highest breakdown voltages losses are usually polymers. These materials are used for the manufacture of high and medium voltage cables and capacitors ...

Under the combined action of the electric field and the various environmental aggressions, polymers degrade over time and lose their dielectric properties; this failing often leads to catastrophic situations leading to heavy economic and humanitarian consequences.

We presented an experimental modeling, consisting in correlating the surface potential decay measurements and experimental design methodology that is very interesting tools to better predict results.

This work demonstrated the humid electrodes affect on the surface potential decay evolution, where the results show the impact of the electrode nature on the SPD process.

We also presented a new SPD prototype installed in our laboratory (LGEG) which allows taking the surface potential decay measurements after a record time 0.4 s, the results show the effectiveness and importance of this new device and its role in the recovery of important information during the first 3 seconds.

Keywords: surface potential decay, corona discharge, polypropylene, polyethylene terephthalate, humid electrode, new setup.

ملخص

اليوم، وبفضل تطوير عمليات الكيمياء العضوية والبلمرة، نحصل على إنتاج أكثر أشكال متنوعة وبأقل تكلفة مع أقل ضياع في الطاقة مع أعلى قيمة انهيار الجهد، وتستخدم هذه المواد لصناعة الكابلات عالية ومتوسطة الجهد والمكثفات.

في إطار العمل المشترك للحقل الكهربائي ومختلف الاعتداءات البيئية، البوليمرات تتغير بمرور الوقت وتفقد خصائصها الأولية، فإن هذه المشكلة غالباً ما تؤدي إلى عواقب اقتصادية وإنسانية وخيمة.

قدمنا في هذه الأطروحة نمذجة تجريبية التي تسمح بربط قياسات انخفاض كمون السطح وطريقة تصميم التجارب، هذه الأخيرة تتألف من أدوات مثيرة للاهتمام للتنبؤ بنتائج أفضل.

وقد سمح لنا هذا العمل بتسليط الضوء على تأثير الإلكتروود الرطب على انخفاض كمون السطح، حيث أظهرت النتائج تأثير طبيعة الإلكتروود على تغيير عملية انخفاض كمون السطح.

قدمنا أيضاً نموذجاً جديداً لقياس انخفاض كمون السطح الموجود في مختبرنا (م ه ك ق) الذي يسمح بأخذ قياسات كمون السطح بعد وقت قياسي مسجل ب 0.4 ثانية، أظهرت النتائج فعالية وأهمية هذا الجهاز الجديد ودوره في استعادة المعلومات الهامة خلال 3 الثواني الأولى.

الكلمات المفتاحية: انخفاض كمون السطح، التفريغ التاجي، البولي بروبيلين، البولي إيثيلين تيريفثاليت، الإلكتروود الرطب، النموذج جديد.

TABLE DES MATIERES

Introduction générale	10
Références bibliographiques de l'introduction	12
CHAPITRE I : Etat de l'art	13
I.1. Structures moléculaires et différents types des polymères solides	13
I.1.1. Structure amorphe	13
I.1.2. Structure semi-cristalline	14
I.2. Polymères organiques polaires	14
I.3. Polymères organiques apolaires	14
I.4. Exemples d'utilisation d'isolants électriques organiques	15
I.5. Les électrets	16
I.5.1. Méthodes de formation d'électrets	17
I.6. Différentes techniques de chargement des polymères	18
I.6.1. Charge par effet triboélectrique	18
I.6.2. Charge par rouleau électrostatique	19
I.6.3. Charge par décharge couronne	20
I.6.3.1. Décharge couronne positive	20
I.6.3.2. Décharge couronne négative	21
I.6.3.3. Décharge couronne alternative	22
I.7. Phénomènes physiques du processus de déclin	22
I.7.1. Conduction de surface	23
I.7.2. Polarisation de l'échantillon	23
I.7.3. Neutralisation par le gaz	24
I.7.4. Phénomènes piézoélectriques	24
I.7.5. Injection de charges	25
I.8. Théorie sur les phénomènes d'évolution du DPS	26
I.8.1. Théorie des bandes d'énergie	26
I.8.1.1. Cas des matériaux isolants parfaits	26
I.8.1.2. Défauts et impuretés	27
I.8.1.3. Désordre et états localisés	29

I.9.	Modèle de la surface.....	30
I.9.1.	Contact métal-isolant.....	30
I.9.2.	Le travail de sortie.....	31
I.10.	Mécanismes d'injection de charges dans l'isolant.....	32
I.10.1.	Effet Schottky.....	33
I.10.2.	Effet Fowler – Nordheim.....	34
I.11.	Mécanismes contrôlés par le volume de l'isolant.....	35
I.11.1.	Mécanisme de Poole – Frenkel.....	35
I.11.2.	Conduction limitée par pièges.....	36
I.11.3.	Conduction ionique.....	38
	Conclusion.....	41
	Références bibliographiques du chapitre I.....	42

CHAPITRE II : contexte et mise en œuvre de la caractérisation des films isolants.....

II.1.	Démarche expérimentale.....	46
II.1.1.	Poste de charge.....	47
II.1.2.	Processus de charge.....	49
II.1.3.	Poste de mesure du potentiel en surface.....	52
II.1.4.	Principe de mesure sans contact de potentiel en surface.....	53
II.2.	Déclin de potentiel à la surface des films.....	55
II.2.1.	Influence de la tension de dépôt.....	55
II.2.2.	Influence du mode de chargement.....	56
II.2.3.	Distribution de potentiel de surface.....	58
II.2.4.	Le vieillissement par l'eau.....	59
	Conclusion.....	60
	Références bibliographiques du chapitre II.....	61

CHAPITRE III : Modélisation expérimentale du déclin de potentiel en surface.....

III.1.	Méthodologie des plans d'expérience	62
III.1.1.	Notion d'espace expérimental.....	62
III.1.2.	Notion de surface de réponse.....	64
III.1.3.	Notion de modélisation mathématique.....	65

III.1.4. Principaux avantages des plans d'expériences.....	66
III.2. Plans factoriels.....	66
III.2.1. Plans factoriels complets à deux niveaux.....	66
III.2.2. Construction des plans factoriels complets.....	68
III.2.3. Les avantages et les inconvénients.....	68
III.3. Logiciels des plans d'expérience.....	69
III.4. Résultats du déclin de potentiel en surface sur des films de polypropylène "PP".....	70
III.4.1. L'influence de la tension de dépôt.....	70
III.4.2. L'influence du courant de dépôt.....	71
III.4.3. L'influence de la polarité.....	72
III.5. Modélisation du taux de déclin de potentiel de surface de polypropylène "PP" par la méthode des plans d'expériences.....	73
III.5.1. Grandeur d'intérêt et facteurs.....	73
III.5.2. Modèle mathématique.....	73
III.5.3. Résultats de l'étude.....	75
Conclusion	79
Références bibliographiques du chapitre III	80

CHAPITRE IV : Caractérisation de films isolants par mesure de déclin de potentiel en surface.....82

IV.1. L'effet de l'électrode humide sur le polyéthylène téréphtalate "PET".....	83
IV.1.1. L'influence de la tension de dépôt.....	83
IV.1.2. La distribution spatiale de potentiel de surface.....	84
IV.1.2.1. L'électrode sèche.....	84
IV.1.2.2. L'électrode humide.....	86
IV.1.2.3. Etude comparative entre l'électrode sèche et l'électrode humide.....	87
IV.2. L'effet de l'électrode humide sur le polypropylène "PP".....	89
IV.2.1. L'influence de la tension de dépôt.....	89
IV.2.2. La distribution spatiale de potentiel de surface.....	90
IV.2.2.1. L'électrode sèche.....	90
IV.2.2.2. L'électrode humide.....	91

IV.2.2.3. Etude comparative entre l'électrode sèche et l'électrode humide.....	91
Conclusion	94
Références bibliographiques du chapitre IV	95
<i>CHAPITRE V : Amélioration de dispositif de mesure DPS</i>	96
V.1. Procédure expérimentale de mesure du DPS.....	96
V.2. La Comparaison des deux dispositifs.....	99
V.3. Résultats et discussion de nouveau dispositif.....	100
Conclusion	102
Références bibliographiques du chapitre V	103
Conclusion générale et perspectives	104

Annexe

A. Matériaux utilisés.....	105
A.1. Polyéthylène téréphtalate "PET"	105
A.2. Polypropylène "PP"	108
Références bibliographiques de l'annexe	111

Introduction générale

Les matériaux isolants sont parmi les éléments vers lesquels se tournent les constructeurs. Ils constituent sans aucun doute l'un des facteurs clés du développement des matériels électrotechniques de demain. Ils tiennent une place de plus en plus importante dans le domaine des applications industrielles.

Les matériaux utilisés aujourd'hui sont extrêmement nombreux et variés. Ils sont parmi ceux dont le choix et l'emploi posent les problèmes les plus délicats à résoudre dans leur conception, leur réalisation et leur exploitation. La pérennité de leur fonction est extrêmement importante puisqu'elle conditionne la fiabilité des dispositifs et des systèmes dans lesquels ils sont intégrés.

Après l'apparition des sondes électrostatiques fiables (1970) notamment celle à « Condensateur vibrant » (type Trek ou Monroe) qui assurent un minimum de perturbation de la surface en s'asservissant au potentiel de celle-ci, les mesures de potentiel de surface sans contact sont devenues essentielles dans le développement de la fabrication des électrets ainsi que des matériaux photosensibles utilisés dans les photocopieuses ou les imprimantes laser. Leurs applications sont nombreuses aussi bien dans le domaine de l'industrie électrique que dans l'évolution de la compréhension des phénomènes de base nécessaires dans l'injection de charges électriques [1]. La technique de mesure de potentiel de surface a donné lieu à divers développements. Citons notamment les mesures de déclin de potentiel de surface qui ont été réalisées sur des films [2,3], sur des granules [4], et sur des media non tissu [5-7], les cartographies de potentiel [8] ainsi que les mesures de retour de potentiel qui apparaît après neutralisation des charges en surface [9]. La mesure du déclin de potentiel de surface, après dépôt de charges, est une méthode convenable et relativement puissante pour l'étude des propriétés électriques des matériaux isolants, particulièrement les polymères.

Cette thèse traite l'influence des facteurs électriques (potentiel et courant de grille), et du facteur physique (la longueur de l'échantillon) sur l'évolution du potentiel de surface, en s'appuyant sur la méthode des plans d'expériences. Nous avons étudié aussi l'effet d'une électrode humide sur l'évolution du déclin de potentiel de surface. Et présenté un nouveau dispositif de mesure de DPS, permettant la caractérisation de n'importe quel type des

Introduction générale

polymères isolants (film, granule, ou media non tissu) avec un retard minimum, ce qui donne un caractère original à nos travaux.

La thèse comporte cinq chapitres présentés comme suit :

Le premier chapitre est consacré dans une première partie à la présentation de quelques notions sur les polymères, leurs techniques de chargement électrostatique et la description de quelques phénomènes physiques responsables du déclin de potentiel. Dans un second temps, nous rappellerons quelques théories sur les phénomènes d'évolution du DPS.

Dans le second chapitre on a présenté la démarche expérimentale, dont le principe de la méthode du DPS en détail, le principe de mesure sans contact de potentiel en surface.

Le troisième chapitre traite la méthode des plans d'expériences, notamment le plan factoriel complet à deux niveaux et l'intérêt de l'utilisation de cette méthode à la quantification des effets des facteurs, ainsi que des interactions entre eux.

Le quatrième chapitre est réservé aux résultats expérimentaux d'une étude sur l'influence de la nature de l'électrode plane sur l'évolution de potentiel en surface.

Et dans le cinquième chapitre nous avons présenté un nouveau prototype de DPS conçu au laboratoire LGEG, avec les premiers essais préliminaires.

Références bibliographiques de l'introduction

- [1] P. Llovera Segovia, " Etude 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 de Paris*, 2002.
- [2] L. Herous, M. Nemamcha, M. Remadnia, L. Dascalescu, " Factors that influence the surface potential decay on a thin film of polyethylene terephthalate (PET), " *Journal of Electrostatics*, vol.67, pp. 198-202, 2009.
- [3] S. Sahli, A. Bellel, Z. Ziari , A. Kahlouche, Y. Segui, " Measure and analysis of potential decay in polypropylene films after negative corona charge deposition, " *Journal of Electrostatics*, vol. 57, pp. 169-181, 2003.
- [4] M. Remadnia, M. Nemamcha, L. Herous, L. Dascalescu, " Decay of the Electric Potential at the Surface of Coronacharged Uniform Layers of HIPS Granules, " *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 18, no. 2, pp. 579-587, 2011.
- [5] B. Tabti, M. R. Mekideche, M.C. Plopeanu, L. M. Dumitran, L Herous, L. Dascalescu, " Corona-Charging and Charge-Decay Characteristics of Nonwoven Filter Media, " *IEEE Transactions on Industry Applications*, vol. 46, no. 2, pp. 634-640, 2010.
- [6] M.C. Plopeanu, P. V. Notingher, L.M. Dumitran, B. Tabti, A. Antoniu, L. Dascalescu, " Surface potential decay characterization of non-woven electret filter media, " *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 18, no. 5, pp. 1393-1400, 2011.
- [7] A. Antoniu, L. Dascalescu, I. V. Vacar, M. C. Plopeanu, B. Tabti, H. N. L. Teodorescu, " Surface Potential Versus Electric Field Measurements Used to Characterize the Charging State of Nonwoven Fabrics, " *IEEE Transactions on Industry Applications*, vol. 47, no. 3, pp. 1118-1125, 2011.
- [8] E. A. Baum, T. J. Lewis, R. Toomer, " The lateral motion of charges on thin films of polyethylene terephthalate, " *J. Phys. D.*, vol. 11, pp. 963-977, 1978.
- [9] P. Llovera, P. Molinié, " New methodology for surface potential decay measurements-application to study charge injection dynamics on polypropylene films, " *IEEE Trans. Dielectr. Electr. Insul.*, vol. 11, no. 6, pp. 1049-1056, 2004.

CHAPITRE I

Etat de l'art

Le mot polymère vient du grec « polus » plusieurs, et « meros » parties. Il désigne communément une famille, toujours plus nombreuse, de produits constitués de macromolécules caractérisées par la répétition du même groupe d'atomes appelé motif constitutif (ou monomère, du grec monos : un seul ou une seule, et meros : partie). Ce dernier diffère d'un polymère à l'autre et détermine en grande partie les propriétés physiques et thermomécaniques du produit fini (après sa mise en œuvre). Si l'unité de base d'un polymère est constituée d'un seul type de monomère, le matériau est dit homopolymère. Dans l'autre cas, le matériau est un copolymère. Il existe différents types de polymères caractérisés par des propriétés différentes : certains sont utilisés pour leurs propriétés élastiques, thermiques ou encore électriques. Hormis les applications électriques, nous pouvons citer leur utilisation dans les emballages, les fibres textiles, la peinture, les adhésifs, les cosmétiques, les pneumatiques, etc... [1].

I.1. Structure moléculaire des polymères solides

I.1.1. Structure amorphe

Les zones dites « amorphes » correspondent à une structure comparable à celle des liquides caractérisée par l'absence d'ordre à grande distance. Il n'y a pas de distance constante entre les macromolécules et aucune régularité dans l'arrangement et l'orientation de celles-ci dans des zones submicroniques [2].

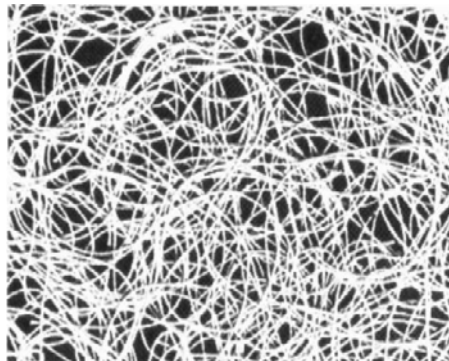


Figure I.1 : *Matière plastique amorphe [3].*

I.1.2. Structure semi-cristalline

Sous l'influence de certaines actions physiques, des zones ordonnées, suivant un réseau périodique, pourront apparaître au sein du polymère. Dans ces zones dites cristallines, les chaînes resteront parallèles les unes aux autres, et entre elles s'établiront un réseau d'interactions transversales qui maintiendra la solidité de la structure (figure I.2). Du fait de l'existence des enchevêtrements entre les chaînes qui se conservent dans le solide pendant la formation des zones cristallines, la régularité du parallélisme des chaînes se trouve limitée à des portions restreintes des longueurs de celles-ci.

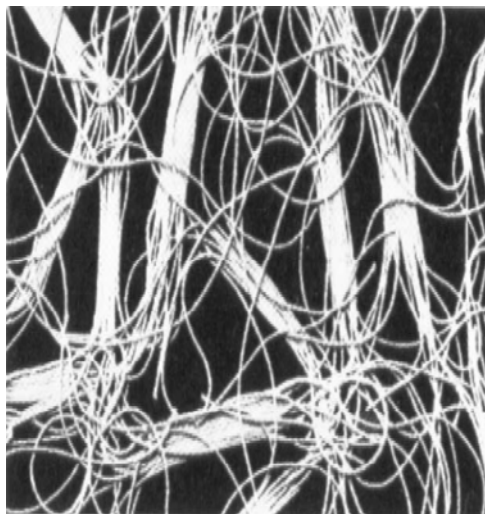


Figure I.2 : *Matière plastique partiellement cristalline [3].*

I.2. Polymères organiques polaires

Les polymères organiques polaires sont composés d'atomes possédant des électronégativités différentes tels que le fluor, l'oxygène, l'azote, le chlore, ce qui favorise la distribution des charges asymétriques. Les polymères polaires ont donc des hautes valeurs de pertes diélectriques et leur constante diélectrique va être dépendante de la fréquence. Parmi ces polymères, on trouve le poly (chlorure de vinyle) PVC et le poly(méthacrylate de méthyle) PMMA.

I.3. Polymères organiques apolaires

Un polymère organique apolaire ou à faible indice de pertes diélectriques est caractérisé par une liaison entre ses molécules de type covalent (C-C). Par définition [4], les polymères à

faibles pertes possèdent une constante diélectrique indépendante de la fréquence. Parmi ces polymères, on trouve le polypropylène (PP) et le polyéthylène (PE).

I.4. Exemples d'utilisation d'isolants électriques organiques

Dans le domaine électrique, le champ d'application des isolants organiques solides (les polymères) est étendu : lignes de transport d'énergie, câbles de télécommunication, condensateurs, alternateurs, moteurs électriques, systèmes électroniques et composants de puissance terrestres et embarqués sur satellites... L'utilisation de ces matériaux dans l'isolation électrique présente plusieurs avantages tels que : d'excellentes propriétés électriques (résistivité, rigidité, permittivité), une bonne tenue mécanique et tribologique et une stabilité dimensionnelle. Ajoutons à cette liste, la mise en œuvre facile, le faible poids et pour certains la possibilité de recyclage. Le tableau I.1 présente quelques exemples d'utilisation d'isolants organiques solides dans les systèmes de génie électrique.

Tableau I.1 : Exemples d'utilisation des isolants organiques solides [5].

Exemples de polymères isolants	Applications
Polyéthylène (PE)	Câbles HT, HF
Polyéthylène réticulé (PR)	Câbles THT
Polychlorure de vinyle (PVC)	Câbles BT
Polypropylène (PP)	Condensateurs de puissance
Polyéthylène téréphtalate (PET)	Condensateurs de puissance
Polyéthylène naphtalène (PEN)	Câbles, condensateurs
Polysulfones, polyéther-éther-cétones (PEEK)	Accessoires électriques automobiles
Polyépoxy	Électrotechnique : entretoise, moteurs, isolateurs
Polyamides	Câbles BT des alimentations des avions

I.5. Les électrets

Par analogie avec les aimants permanents (Magnets), le terme électret a été introduit en 1892 par Olivier Heaviside pour désigner les diélectriques à polarisation permanente. Ainsi, l'électret produit un champ électrique sans aucune source externe. Ce n'est qu'en 1919 que Mototaro Eguchi a pu donner la première confirmation expérimentale, où il réussit à fabriquer un électret par application d'un champ électrique à un échantillon de cire de Carnauba en cours de refroidissement depuis sa température de fusion. Les molécules polaires de cette cire, libre de s'orienter sous champ électrique au voisinage de fusion, restaient figées avec l'orientation imposée au retour à l'état solide, bien que le champ appliqué ait été supprimé. La polarisation rémanente était comprise typiquement entre 10^{-4} et 10^{-5} C.m⁻² et pouvait persister plusieurs années [10-12].

Un électret est défini comme un diélectrique qui porte une polarisation induite artificiellement. Cette polarisation est quasi permanente, c'est-à-dire que le temps de déclin est plus long. Elle est due à des charges électriques réelles sur la surface ou/et dans le volume du matériau ou bien aux dipôles orientés et figés dans le volume. Les électrets sont essentiellement des matériaux désordonnés tels que les polymères et les minéraux amorphes [12].

Les électrets occupent une place de choix dans les nouvelles technologies. Les techniques de formation et caractérisation de ces matériaux se sont perfectionnées, leur utilisation est élargie aux systèmes micro-électromécaniques (MEMS) et aux applications dans le domaine biomédical. Les électrets sont utilisés soit sous forme de films minces, soit sous forme de structures fibreuses et poreuses. [6-8, 12,13].

I.5.1.Méthodes de formation d'électrets

Selon les modes de formation des électrets, ces derniers sont classés en deux familles, les électrets dipolaires et les électrets à charge d'espace. En effet, les charges électriques qui peuvent être créées et piégées dans un diélectrique pour former un électret sont de deux catégories majeures. Elles sont les monocharges appelées charges réelles, et les dipôles orientés appelés charges liées.

Un électret dipolaire est généralement un thermoélectret qui résulte de l'orientation de dipôles par application d'un champ électrique à une température élevée qui correspond à la température de fusion ou de ramollissement, puis obtention de l'état orienté figé par trempe à

température ambiante [10, 12,13]. La figure I.3 illustre l'orientation des dipôles avant et après la formation de l'électret.

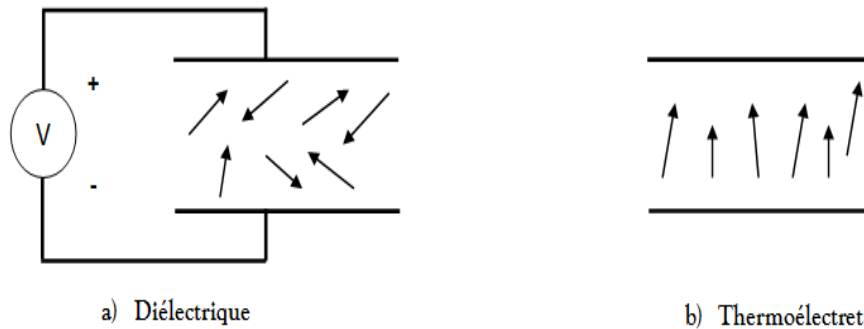


Figure I.3 : *Électret dipolaire.*

Il existe plusieurs méthodes de formation des électrets à charge d'espace. La polarisation provient de charges des deux signes. Ces charges peuvent être obtenues par séparation d'hétérocharges présentes et piégées dans le matériau et/ou par injection d'homocharges au niveau des électrodes lors de l'opération de polarisation. La polarisation peut également provenir d'un excès de charges apportées par d'autres processus tels que la décharge couronne, l'implantation électronique (canon d'électrons), ou la triboélectricité (contact + frottement) [8, 10, 12-16]. La figure I.4 résume les mécanismes physiques de base pouvant expliquer la présence de charges électriques dans un diélectrique situé entre deux électrodes de polarités opposées.

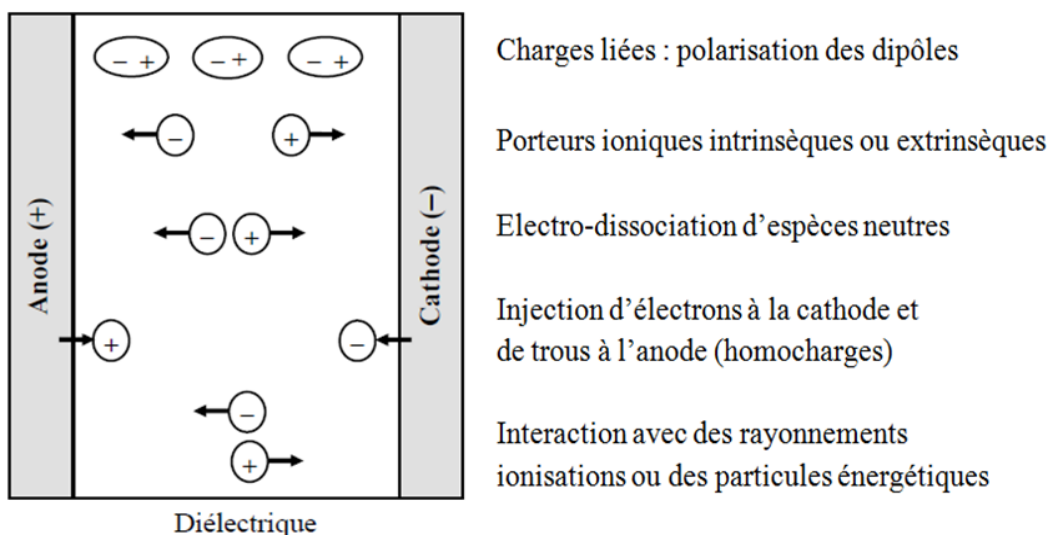


Figure I.4 : *Mécanismes de génération de charges électriques.*

Par la suite, nous allons présenter certaines techniques de charge des matériaux isolants, à savoir la charge par effet triboélectrique, par transfert de charges à l'aide d'un rouleau électrostatique et par décharge couronne. Ces techniques sont les plus utilisées pour charger les diélectriques en vue de la caractérisation de leur aptitude à garder l'état d'électrisation.

I.6. Différentes techniques de chargement des polymères

I.6.1. Charge par effet triboélectrique

L'effet triboélectrique est en général associé à l'apparition de charges électriques après frottement entre deux matériaux. Sa définition s'étend souvent aux transferts de charges par contact. Le frottement impliquant des contacts suivis de séparations, améliore les conditions de charge. Lorsque deux matériaux différents et électriquement neutres entrent en contact, il y a un transfert de charges qui aboutit à l'obtention de deux matériaux chargés, l'un positivement et l'autre négativement. Si l'un des matériaux présente une conductivité faible, les charges ainsi générées resteront après séparation. La charge transférée augmente généralement avec la surface du contact, la pression entre les deux matériaux en contact ainsi qu'avec la vitesse du frottement. Elle diminue avec la rugosité des surfaces de contact [12,14 17-19]. La charge par effet triboélectrique s'accompagne de génération de chaleur et parfois de transfert de masse. La reproductibilité de la charge est très difficile à obtenir par ce mécanisme. La figure I.5 présente un dispositif de charge par effet triboélectrique utilisé dans l'évaluation de l'aptitude d'un textile fibreux à se charger par frottement et à atteindre des potentiels de surface plus ou moins importants [9]. Cette évaluation permet de prévenir la manifestation des courants de décharge.

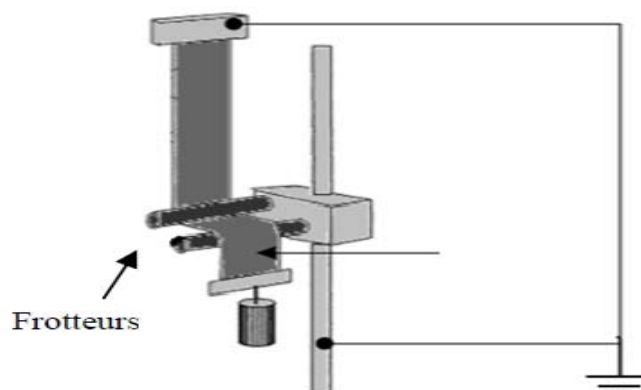


Figure I.5 : Dispositif de charge par effet triboélectrique [9].

I.6.2. Charge par rouleau électrostatique

Le contact entre deux matériaux est, en fait, suffisant pour produire un phénomène d'électrisation. Un diélectrique peut être aussi chargé avec un rouleau électrostatique en contact avec la surface libre de l'échantillon et dont le potentiel de charge est aussi contrôlé par la source haute tension [20,21].

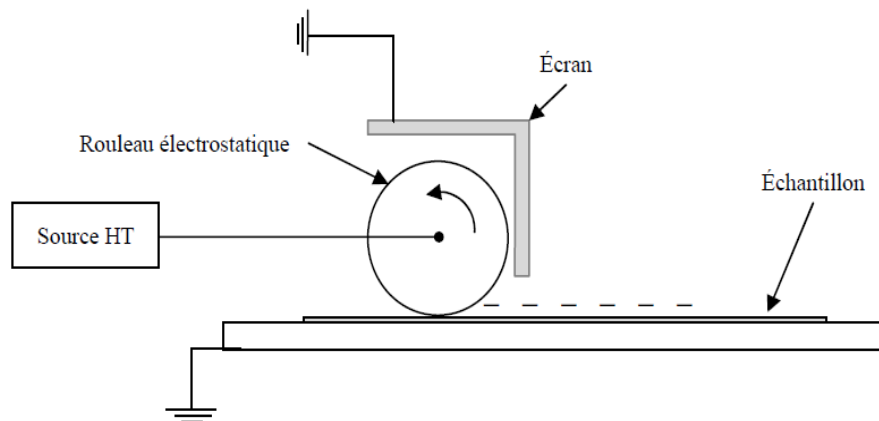


Figure I.6 : Principe d'un dispositif de charge par rouleau électrostatique [21].

Le transfert de charge au contact entre le rouleau et la surface du diélectrique est très probablement de type électronique. La charge séparée résulte des différences dans la structure électronique des deux corps en contact. Elle est influencée tout d'abord par la nature des matériaux et par les traitements subis par leurs surfaces [22]. La distribution de charge de surface déposée étant homogène à l'échelle macroscopique et ces rouleaux sont utilisés pour charger les feuilles de papier dans les imprimantes laser.

I.6.3. Charge par décharge couronne

La création des charges sur la surface des isolants polymères peut être réalisée par plusieurs procédés : décharge couronne, triboélectricité, piézoélectricité ou par faisceaux d'électrons. Dans la plupart des applications électrostatiques actuelles, le chargement est réalisé soit par décharge couronne soit par triboélectricité, en raison de leur simplicité, sûreté et faible coût. La décharge couronne est une décharge autoentretenu non destructive qui peut apparaître lorsqu'une différence de potentiel suffisamment élevée est appliquée entre des électrodes asymétriques, tels que fil – plan ou pointe – plan. La dissymétrie des électrodes conduit à un champ électrique inhomogène dans l'espace inter-électrodes. Au voisinage de l'électrode pointue, le champ peut être suffisamment élevé pour provoquer l'ionisation de l'air

et les charges qui en résultent sont entraînées vers l'électrode à faible champ où se situe la surface à charger. L'intervalle d'aire entre électrodes comporte deux zones : une zone ionisée et une zone de dérive.

I.6.3.1. Décharge couronne positive

La décharge couronne positive est celle qui se produit quand la pointe est portée à un potentiel positif et la plaque à la terre. Dans ce cas, dans la zone de champ intense autour de la pointe, des électrons sont produits par photo-ionisation et sont accélérés vers l'anode (la pointe). Autour de celle-ci, se développe alors une région de forte ionisation : zone en pointillé sur la figure I.7. Les ions positifs ainsi créés sont repoussés par l'anode [26], sous l'effet des forces de Coulomb, jusqu'à une distance de la pointe (inférieure au millimètre) au-delà de laquelle le champ électrique trop faible ($< 30 \text{ kV/cm}$ dans l'air à pression atmosphérique) ne permet plus la création d'ions positifs. Les ions positifs migrent donc vers la cathode (la plaque).

Différents régimes existent pour la décharge couronne [23]. Juste au-delà du seuil d'apparition, la décharge couronne positive est pulsatoire. En augmentant la tension, la décharge positive devient une décharge lumineuse continue. Pour les tensions très élevées, la décharge se transforme en claquage (arc).

Dans l'air ambiant, les espèces dominantes, en décharge positive, sont des ions hydratés de formule générale $(\text{H}_2\text{O})_n \text{H}^+$, où n est un entier qui augmente avec l'humidité. À faible taux d'humidité d'autres ions deviennent dominant, tels que $(\text{H}_2\text{O})_n \text{NO}^+$ et $(\text{H}_2\text{O})_n (\text{NO}_2)^+$.

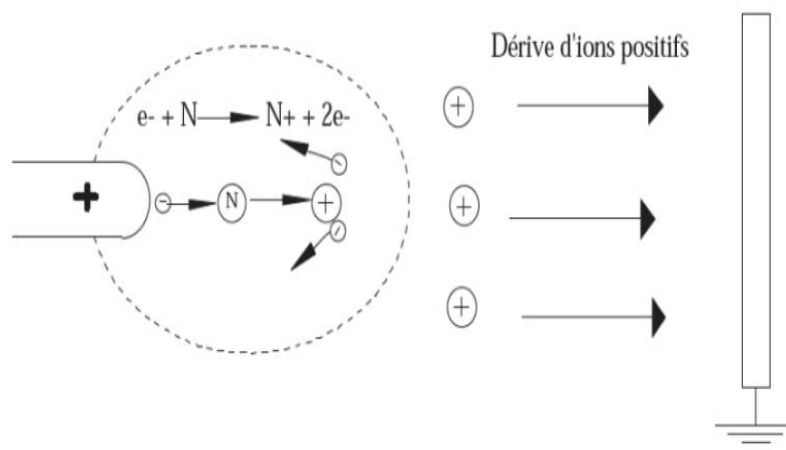


Figure I.7 : Description de la décharge couronne positive.

I.6.3.2. Décharge couronne négative

Dans le cas où la pointe est portée à un potentiel négatif, il y a toujours création d'électrons par photo-ionisation et apparition de la zone d'ionisation autour de la pointe. Les ions positifs alors créés reviennent rapidement à la cathode (figure I.8).

Au-delà du seuil d'apparition, la décharge couronne négative a un régime pulsateur. En augmentant la tension, la décharge négative atteint le régime d'impulsions de Trichel [23-25] dont la fréquence dépend de la tension appliquée. Ces impulsions sont régulières et sont dues au champ électrique qui s'affaiblit au voisinage de la cathode [26]. Les ions négatifs empêchent en effet la multiplication des avalanches électroniques. Une fois ces ions migrés vers l'anode, de nouvelles avalanches apparaissent. L'intervalle entre deux pics de courant, impulsions de Trichel, dépend donc du temps nécessaire aux ions négatifs à atteindre l'anode [24].

En décharge couronne négative, les ions les plus dominants sont les ions CO^{3-} ; à 50 % d'humidité relative environ 10 % des ions sont hydratés $(\text{H}_2\text{O})_n \text{CO}^{3-}$.

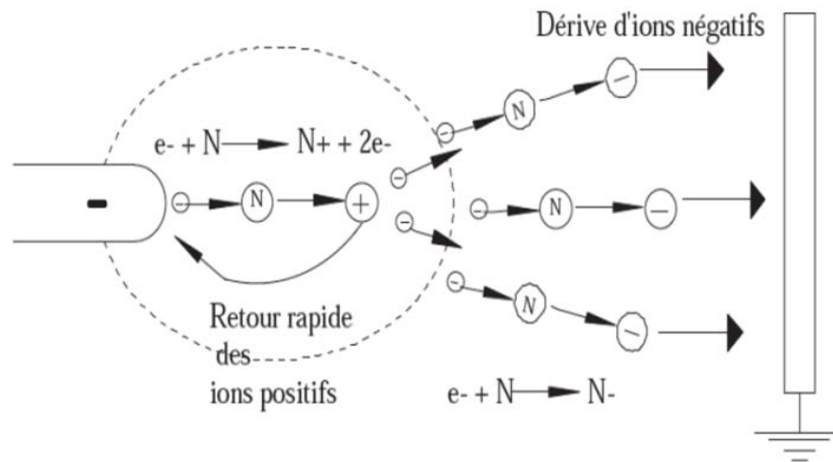


Figure I.8 : Description de la décharge couronne négative.

I.6.3.3. Décharge couronne alternative

Dans ce cas, le processus de la décharge soumise à une excitation alternative est identique à ceux décrits pour une excitation continue [26], dans la mesure où l'intervalle de temps entre les inversions de polarité est suffisamment long pour que toutes les charges résiduelles de

l'alternance précédente soient écoulées. Ceci implique l'existence d'une fréquence f et d'une distance inter-électrodes d limites reliées par l'expression suivante [24] :

$$d_{\max} = \frac{\mu E}{\pi f} \Rightarrow f_{\max} = \frac{\mu E}{\pi d} \quad (\text{I.1})$$

Avec μ la mobilité des ions et E l'amplitude du champ électrique.

I.7. Phénomènes physiques dans le processus de déclin

Les modélisations du déclin de potentiel ont surtout mis en évidence la complexité des causes physiques qui donnent naissance à ce déclin.

Nous allons expliquer rapidement les différentes causes physiques possibles du déclin de potentiel de surface.

I.7.1. Conduction de surface

La conduction de surface constitue une des causes du déclin. Elle est observée surtout dans les cas d'échantillons épais vieillis par décharges couronnes [30]. Les charges se déplacent sur les couches primaires de la surface.

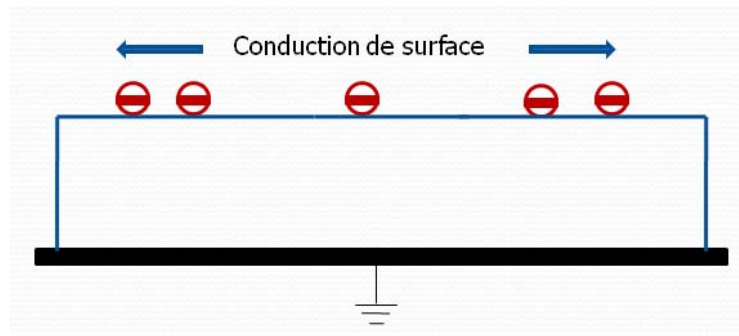


Figure I.9 : *Conduction de surface.*

Lorsque la surface d'un isolant est soumise à la décharge couronne pendant un certain temps, il apparaît une modification rapide et importante des propriétés de la surface [30].

Grâce à la présence de l'oxygène, l'ensemble de la surface présente une structure différente sous forme de couche dégradée fortement oxydée [29]. Les propriétés physico-chimiques de cette couche sont très différentes de celle du matériau initial. Il en résulte une importante

conductivité de surface. L'évolution de cette surface est assez complexe et dépend de plusieurs paramètres tels que la structure de l'isolant, du mode de vieillissement, etc.... [29].

I.7.2. Polarisation de l'échantillon

Plusieurs études [27,28] ont montré que les phénomènes de polarisation sont responsables pour une partie du déclin de potentiel et parfois même pour expliquer à eux seuls le déclin.

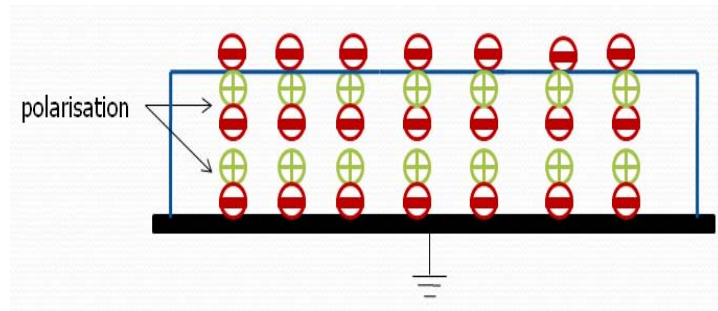


Figure I.10 : Polarisation de l'échantillon.

La charge déposée sur la surface de l'isolant modifie le champ existant dans le matériau. Sous l'action du champ électrique créé par ces charges superficielles, des dipôles s'orientent sous ce champ ; les dipôles les plus proches de la surface s'orientent de telle manière qu'ils viennent compenser la charge superficielle. Ces charges ne peuvent se déplacer que sur une distance de l'ordre de grandeur d'une molécule. Chaque molécule présente alors un dipôle.

Ce phénomène est caractérisé par l'apparition d'une mince couche de charges positives, à l'intérieur, il y a compensation des charges de polarisation. La circulation de la charge peut être alors expliquée en partie par l'apparition de charges de polarisation. Ce phénomène est généralement caractérisé par la constante diélectrique qui demeure sensible à la température.

I.7.3. Neutralisation par le gaz

La neutralisation des charges déposées sur la surface de l'isolant par les charges libres provenant directement du gaz qui entoure l'isolant est un autre processus qui peut contribuer au déclin de potentiel de surface.

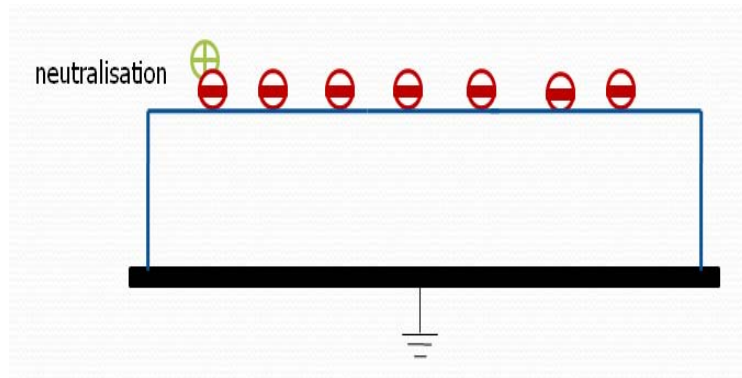


Figure I.11 : Neutralisation par le gaz.

Lors du dépôt de charges, le champ électrique environnant la surface de l'isolant est complètement modifié. Les atomes et les molécules subissent alors l'effet du champ et s'orientent de manière à créer une charge opposée à celle de la surface [36].

I.7.4. Phénomènes piézoélectriques

L'effet piézoélectrique a été cité souvent comme processus physique qui peut participer au déclin de potentiel [21].

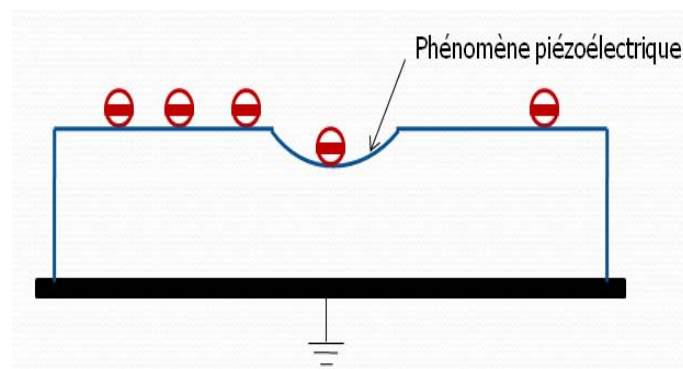


Figure I.12 : Phénomène piézoélectrique.

Les polymères ont une structure moléculaire désordonnée, ils contiennent des zones cristallines et des zones amorphes. La piézo-électricité est un phénomène propre à certains types de cristaux. Cet effet apparaît à la surface de ces corps quand on les soumet à des pressions ou à des charges électriques.

Sous l'effet d'un champ électrique, la structure piézoélectrique sera le siège de champs de déformations et de contraintes induites. De plus, la charge déposée sur la surface crée une

force sur le matériau qui subit une contraction de son volume, cela se traduit alors par l'apparition d'une polarisation électrique à la surface [32].

I.7.5. Injection de charges

Le phénomène d'injection de charge à partir de la surface du matériau isolant dans le volume est une injection des porteurs de charges déposés sur la surface de l'isolant à travers le volume. Ainsi, une partie du volume de l'isolant change de propriétés électriques et devient chargée.

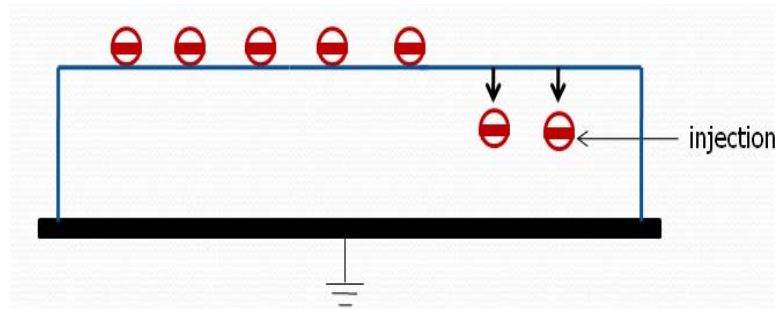


Figure I.13 : *Injection de charges.*

Par ailleurs, la conduction en volume correspond à un déplacement de charges dans le volume, alors que le matériau reste plutôt neutre.

Le phénomène d'injection de charges est le processus qui domine les mécanismes observés dans la littérature sur les mesures de déclin de potentiel [33]. C'est un phénomène assez complexe qui dépend de plusieurs paramètres. L'état de surface ou son contact avec un autre matériau joue un rôle important sur le processus de l'injection. La décharge couronne, le temps d'exposition à la décharge, ainsi que la température et l'humidité volumique sont des facteurs qui peuvent jouer un rôle de premier plan, la conduction en volume est surtout présente dans le cas des échantillons minces (épaisseur de l'ordre du micron) [30], mais elle reste également observée dans des échantillons épais.

Tous ces phénomènes peuvent agir en même temps et devront être considérés pour interpréter le déclin. Toutefois, on peut noter la présence prédominante de trois interprétations dans la littérature : la conduction de surface, la conduction de volume et le phénomène de polarisation des matériaux diélectriques. Depuis les premières mesures sur l'évolution du DPS [31], bon nombre de travaux ont été réalisés, dans ce sens. Nous allons passer en revue les principaux modèles de DPS et les différents modèles physiques préconisés.

I.8. Théorie sur les phénomènes d'évolution du DPS

I.8.1. Théorie des bandes d'énergie

I.8.1.1. Cas des matériaux isolants parfaits

La structure de bande d'énergie d'un isolant résulte de la combinaison de la nature ondulatoire de l'électron et de la périodicité du réseau cristallin. Les électrons du cristal (intrinsèque ou injectés) ne peuvent occuper qu'un certain nombre d'états d'énergie permis qui se répartissent en bandes séparées par des intervalles d'énergies interdits, communément désignés par le mot anglais « gap » [37-39].

Comme l'illustre la figure I.14, le matériau isolant présente deux particularités la bande suivante (bande de conduction) est vide et séparée de la bande de valence par un gap, E_g de l'ordre de quelques eV ($E_g > 5$ eV).

La seule possibilité offerte à un électron pour changer d'état sous l'application (par exemple) d'un champ électrique est de transiter vers la bande vide suivante (bande de conduction). Cependant, étant donnée l'importante valeur de E_g , l'énergie fournie par le champ électrique reste insuffisante pour produire une telle transition et l'application d'un champ électrique (modéré) ne s'accompagne pas d'une circulation de charges.

Par contre si un électron excédentaire est injecté dans ce cristal parfait mis à la masse, il sera rapidement évacué et aucune localisation (ou piégeage) de charge n'est possible. Ceci constitue la définition « académique » d'un isolant.

En pratique cependant la situation est beaucoup plus complexe, car d'une part la présence de défauts et d'impuretés dans l'isolant est un fait inévitable et d'autre part le plus grand nombre des isolants qui nous entourent sont souvent des milieux polycristallins ou amorphes (ils ne présentent pas de structure cristalline parfaite). Ces « imperfections » jouent un rôle important dans le comportement des isolants soumis à une injection de charges en général et une irradiation électronique en particulier. Nous allons donc rappeler leur rôle dans le transport et la localisation de charges.

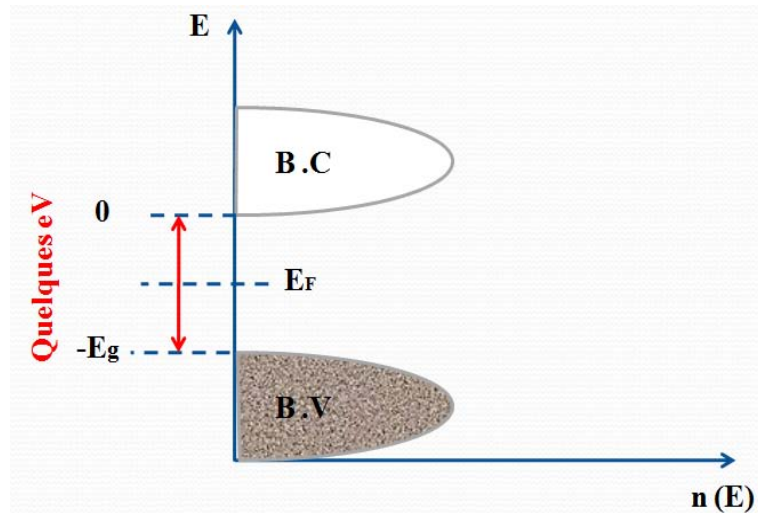


Figure I.14 : Représentation schématisée de la variation de la densité d'états possibles, dans le cas d'un isolant cristallin parfait. E_F est le niveau de Fermi.

I.8.1.2. Défauts et impuretés

Les défauts peuvent être aussi bien des défauts ponctuels (lacune, impureté en substitution, atome en position interstitielle, défauts de Schottky et Frenkel, etc.) que des défauts linéaires et bidimensionnels (dislocations et joints de grains) ou bien encore des défauts d'empilement inhérents à la structure du matériau. La présence de ces défauts se traduit par la modification de la structure de bande de l'isolant. Les impuretés, les lacunes, etc, sont capables (si les perturbations qu'elles génèrent sont assez importantes) de créer des niveaux localisés dans la bande interdite. Selon la configuration du défaut, le niveau créé est susceptible de localiser (pendant un temps plus ou moins long) un ou plusieurs électrons pour les restituer, sous l'action d'une excitation, à la bande de conduction (niveau donneur) ou bien de localiser un ou plusieurs trous pour les céder par la suite à la bande de valence (niveau accepteur).

Un isolant contient en général plusieurs types de défauts ponctuels répartis aléatoirement dans l'espace. Par conséquent, l'ensemble des niveaux créés forme une ou plusieurs bandes d'énergie dans la bande interdite (figure I.15 (a)). La largeur de cette bande ou de ces bandes est d'autant plus importante que la densité des défauts ponctuels est grande. Plus la concentration en défauts est importante plus cette bande est large. À très forte concentration de défauts, cette bande peut atteindre la bande de conduction.

La description de la bande d'impuretés ne considère souvent qu'un seul électron, or les états de cette bande peuvent généralement contenir plusieurs électrons. Tout électron introduit dans le solide subit une interaction avec l'électron qui occupe le même site, il apparaît donc une énergie de répulsion U appelée énergie de Hubbard (Figure I.15 (b)).

Cette interaction induit la séparation en deux bandes distinctes de la bande d'impureté appelées bandes Hubbard, distantes de l'énergie U . La bande inférieure contient les électrons de valence de l'atome d'impureté. La bande supérieure contient les électrons qui forment un site chargé négativement.

La mobilité des électrons dépend fortement de la température et de la concentration des défauts. Plus cette concentration est importante et plus la distance entre défauts est faible et plus la mobilité des électrons par sauts successifs est accrue. Notons en plus que le changement d'état (et donc la mobilité) d'un électron localisé dans ces bandes ne peut se faire sans le concours d'une énergie fournie par les phonons. La mobilité dans les bandes d'impuretés est donc activée par la température.

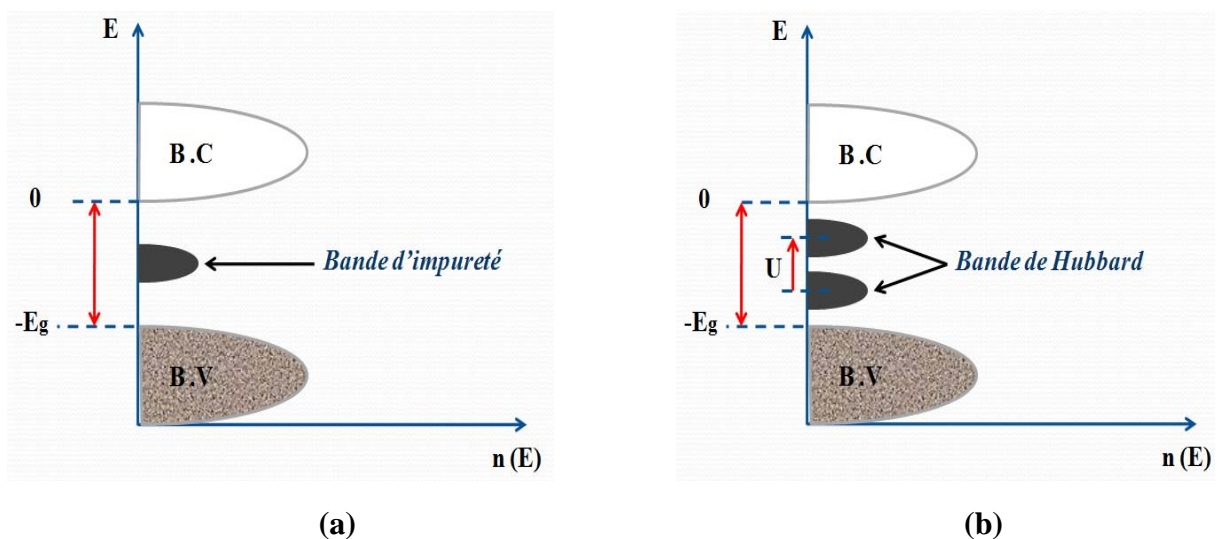


Figure I.15 : (a) : Représentation schématique de la densité d'états possible dans un isolant cristallin contenant un certain nombre de défauts ponctuels. (b) : représentation des bandes de Hubbard dans un schéma de bandes.

I.8.1.3. Désordre et états localisés

Dans la théorie des bandes du cristal, l'existence d'un gap est reliée aux réflexions de Bragg des ondes électroniques. Cette réflexion suppose un ordre dans l'empilement des atomes du matériau. Cependant, plusieurs raisons peuvent conduire à l'altération de cet ordre, la première est la présence d'un grand nombre de défauts qui provoque des déformations locales du réseau et la deuxième est qu'un grand nombre d'isolants ne possèdent pas naturellement une structure cristalline (les isolants amorphes). Qu'en est-il alors du schéma de bandes ?

Les travaux théoriques d'Anderson et Mott [40,41] ont montré que, bien que la notion d'ordre disparaît, la vision de l'isolant en termes d'une bande de « conduction » et d'une bande de « valence » séparés d'un gap reste valable. Cependant, le bas de la bande de conduction qui représentait dans le cas du cristal parfait des états étendus (forte délocalisation de la fonction d'onde de l'électron) représente désormais dans le cas des milieux désordonnés des états localisés (localisation de la fonction d'onde de l'électron).

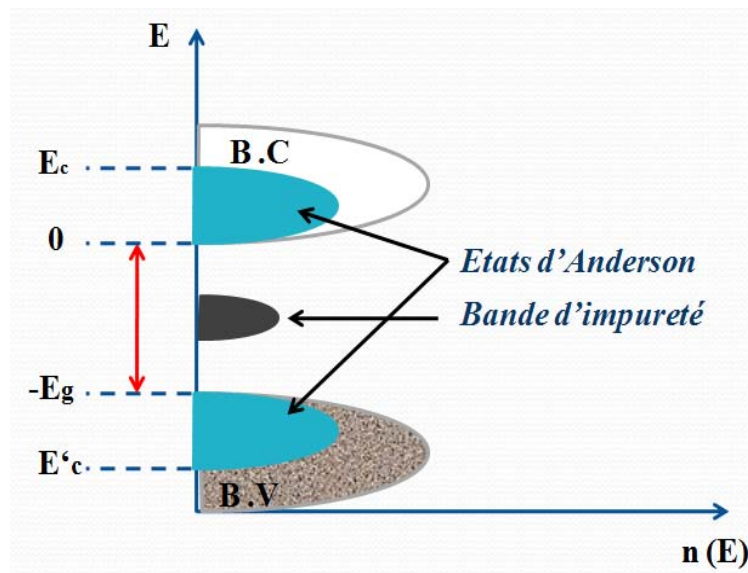


Figure I.16 : Représentation schématique de la densité d'états possibles pour un isolant contenant des défauts et présentant un certain degré de désordre. Les états localisés sont représentés en noir.

En d'autres termes, la situation s'inverse pour l'électron injecté dans le bas de la bande de conduction. En effet, si dans le cas du cristal parfait l'électron était presque libre et simplement « freiné » par les interactions avec les phonons, il ne peut maintenant (milieu désordonné) changer d'état sans l'apport de l'énergie communiquée par ces phonons. Un électron situé en bas de la bande de conduction est donc un électron piégé.

La limite E_C , entre les états étendus et les états localisés dans la bande de conduction est appelée seuil de mobilité. Ce seuil dépend du degré de désordre de l'isolant.

I.9. Modèle de la surface

Le modèle le plus simple de l'isolant qui découle de la théorie de bandes dans l'isolant est un modèle avec une couche de surface où la densité de pièges est différente de celle du volume. Les impuretés, les bouts de chaînes, l'oxydation de la surface provoquent l'existence

de pièges de surface [42]. On peut représenter une structure de bandes pour le volume qui serait prolongée par une couche de surface avec des pièges localisés (figure I.17).

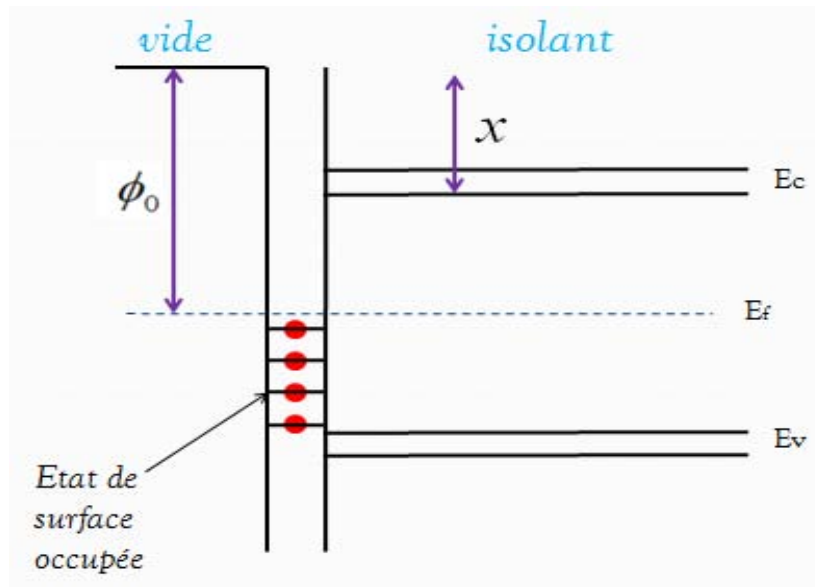


Figure I.17 : *Modèle énergétique de la surface d'un isolant.*

I.9.1. Contact métal-isolant

Dans le cas où l'isolant était parfait, on admet que la bande interdite est « propre » c'est-à-dire sans états de surface ni piégés à l'interface métal-isolant et il n'est soumis ni à un champ ou une activation extérieure, dans ce cas, il ne peut y avoir de chargement appréciable par transfert d'électrons depuis ou vers l'isolant pour égaliser les niveaux de Fermi.

En effet, l'énergie thermique est insuffisante pour passer des électrons du niveau de valence au niveau de conduction.

Cependant, en pratique, on relève l'existence d'une densité d'états localisés dus aux impuretés et défauts dans tous les isolants [43,44]. Un processus type saut donne une certaine mobilité au porteur entre ces sites de pièges. Un contact métal-isolant répété conduit à une accumulation de charges sur la surface de l'isolant. En l'absence de la conduction en surface, la charge ainsi déposée reste stable en surface et ne peut pas s'injecter en volume.

Le contact métal-isolant implique un transfert de charges entre les deux matériaux constituant le contact du fait de la différence entre les deux niveaux de Fermi respectifs. Dans le cas où les niveaux de Fermi ne coïncideraient pas, il se produit que les pièges de surface de l'isolant se remplissent ou se vident de façon à retrouver l'équilibre des niveaux de Fermi et donc la neutralité globale du matériau (figure I.18).

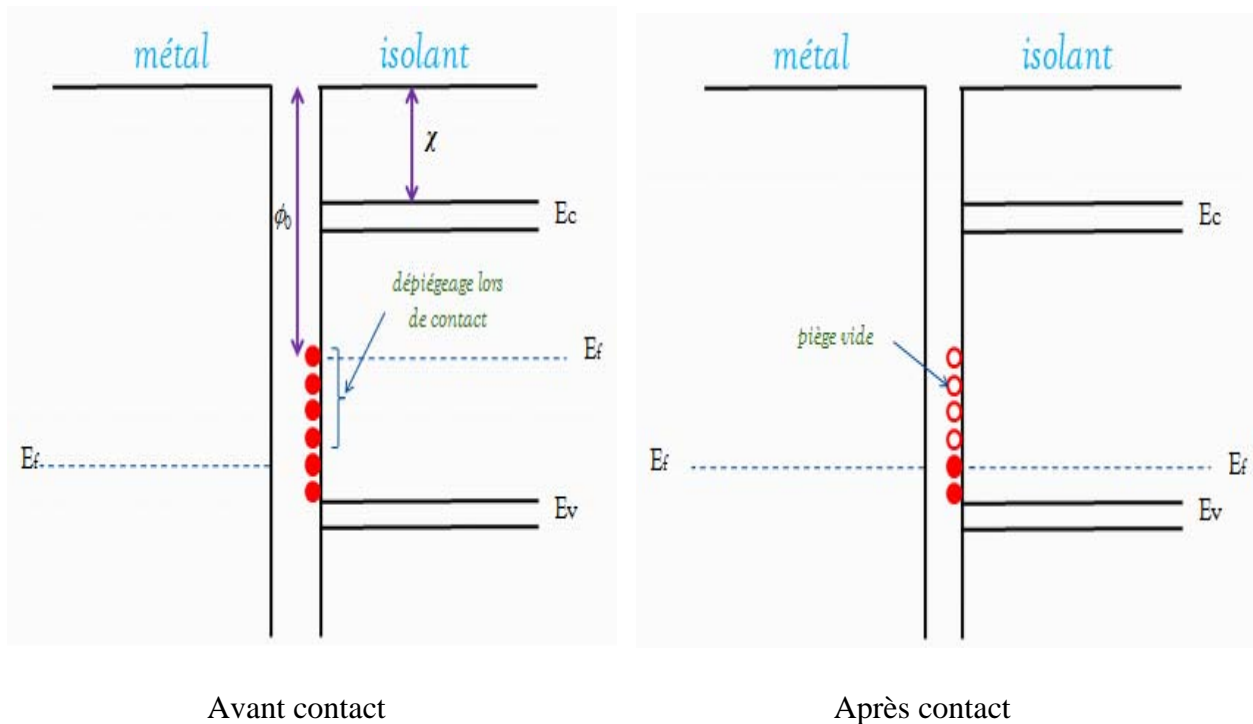


Figure I.18 : *Modèle énergétique du contact métal-isolant.*

Où :

χ est l'affinité électronique de l'isolant.

ϕ_0 est le travail de sortie des pièges.

La hauteur de la barrière de potentiel dépend de la nature du contact, dans le cas du contact avec un isolant, la hauteur de la barrière est diminuée par l'affinité électronique de l'isolant χ .

I.9.2. Le travail de sortie

Un métal contient des électrons libres qui peuvent se mouvoir, mais qui ne peuvent pas spontanément quitter le métal à cause de la barrière de potentiel à l'interface métal-vide (figure I.19). Cependant, du fait de leur mouvement, ces électrons acquièrent une certaine énergie cinétique occupant ainsi des niveaux d'énergie différents. Le niveau d'énergie le plus élevé occupé par un électron est appelé niveau de Fermi. Le travail de sortie ϕ d'un métal est la différence $\chi - \xi$ qui correspond donc à l'énergie nécessaire à un électron pour quitter le métal [45].

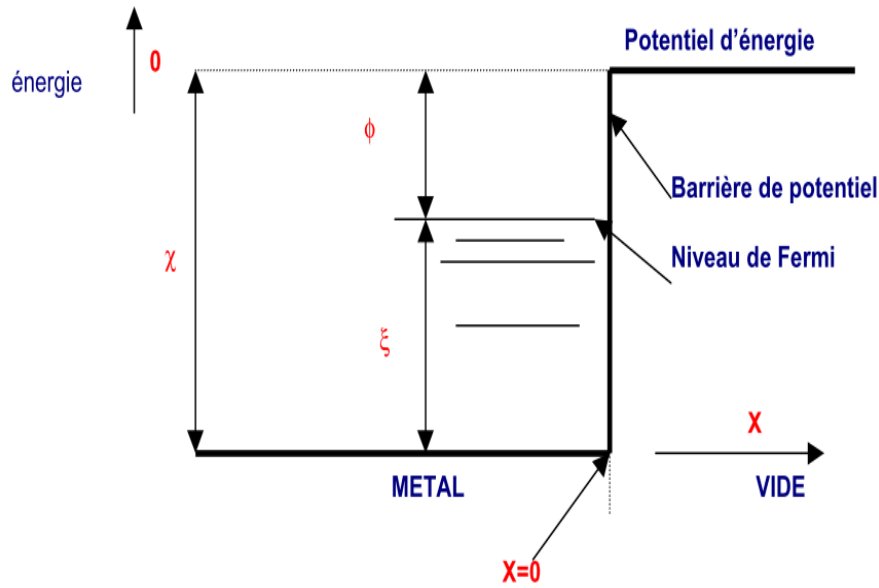


Figure I.19 : Travail de sortie ϕ d'un métal.

I.10. Mécanismes d'injection de charges dans l'isolant

La conduction dans un matériau diélectrique nécessite l'injection de charges à partir des électrodes dans la bande de conduction de l'isolant ou dans des états localisés.

Un schéma idéalisé de l'interface électrode – isolant est représenté sur la figure I.20, sans champ électrique appliqué, la hauteur de barrière est représentée par la grandeur ϕ_0 .

Cette hauteur de barrière dépend de l'énergie du niveau de Fermi du métal constituant l'électrode.

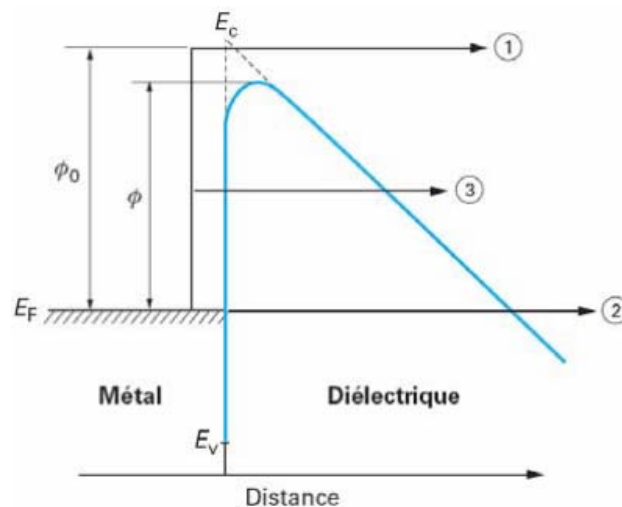


Figure I.20 : Allures des courants d'absorption et de résorption [46].

Lorsqu'un champ électrique est appliqué à l'isolant, une énergie supplémentaire est fournie aux charges injectées par l'électrode en plus de leur énergie thermique. Cet apport d'énergie conduit à un abaissement de la hauteur de barrière. Les trois mécanismes d'injection de charges sont représentés sur la figure I.20. Si l'injection de charges est faible devant la mobilité de ces mêmes charges dans l'isolant, alors les courants de conduction seront limités par le phénomène d'injection.

I.10.1. Effet Schottky

L'effet Schottky, également appelé effet thermo – électronique, est l'injection de charges dans le diélectrique par passage au dessus de la barrière de potentiel que représente l'interface. Il est représenté par le chemin n° 1 sur la figure I.20. L'application d'un champ électrique va abaisser la barrière de potentiel et donc favoriser ce type d'injection. La hauteur de barrière s'exprime alors :

$$\phi = \phi_0 - \beta_s \sqrt{E} \quad (I.2)$$

β_s est la constante de Schottky, sa valeur dépend du matériau diélectrique considéré et est calculée selon l'équation :

$$\beta_s = \sqrt{\frac{e^3}{4\pi\epsilon_r\epsilon_0}} \quad (I.3)$$

La densité de courant émise par un tel mécanisme est donnée ci-dessous :

$$J = AT^2 \exp\left[\frac{\phi_0 - \beta_s \sqrt{E}}{KT}\right] \quad (I.4)$$

Dans cette équation, A est la constante de Richardson – Schottky et vaut 120 A.cm^{-2} .

I.10.2. Effet Fowler – Nordheim

Pour un travail de sortie de 4 à 5 eV, et un champ électrique supérieur à 10^8 V/m , le courant calculé à partir de la relation de Schottky est encore très faible. Cependant, les

mesures expérimentales donnent des courants mesurables. Fowler et Nordheim [47] ont expliqué ces résultats par le caractère ondulatoire des électrons qui, en présence d'un fort champ électrique, n'ont plus besoin de surmonter la barrière de potentiel. Ils la traversent par effet tunnel. De tels champs sont observés en présence de formes pointues et d'irrégularités de surface microscopiques. Ces champs sont beaucoup plus élevés que les champs de claquage même dans les gaz sous pression. Dans certains cas, une émission Fowler-Nordheim est possible avec des champs appliqués apparents aussi faibles que 10^7 V/m. Cet effet est attribué au renforcement du champ électrique local sur les irrégularités de surface qui peuvent multiplier ce champ par 10 voire 100 (effet du rayon de courbure). Des ions positifs peuvent aussi rester temporairement sur une couche d'oxyde isolante à la surface de la cathode et créer localement un très grand renforcement du champ électrique. Les particules de poussières constituent un facteur important dans la création de champs électriques locaux très intenses. Fowler et Nordheim ont proposé l'expression suivante pour la densité de courant :

$$J_{FN} = A_{FN} (E_c)^2 \exp\left(-\frac{\beta_{FN}}{E_c}\right) \quad (I.5)$$

Où E_c est le champ électrique réel à la cathode en kV/mm.

$$A_{FN} = \frac{q^3}{8\pi h \phi} \quad \text{est une constante où } q \text{ est la charge élémentaire } \approx 1.602 \cdot 10^{-19} \text{ C.}$$

h est la constante de Planck $\approx 6.626 \cdot 10^{-34}$ J. s.

ϕ est le travail de sortie.

$$B_{FN} = \frac{\sqrt[4]{2m\phi^{3/2}}}{3hq} \quad \text{est une constante où } m \text{ est la masse effective de l'électron.}$$

I.11. Mécanismes contrôlés par le volume de l'isolant

Sous champ faible (quelques kV/mm), les matériaux isolants obéissent à la loi d'Ohm.

La densité de courant circulant dans le matériau s'exprime en fonction du champ électrique par :

$$J = \sigma . E \quad (I.6)$$

J étant la densité de courant (A/m^2), E le champ électrique appliqué (V/m) et σ la conductivité du matériau (S/m), indépendante du champ électrique dans ce cas.

I.11.1. Mécanisme de Poole – Frenkel

Ce mécanisme décrit le déplacement des porteurs se trouvant dans la bande de conduction et pouvant être piégés. La figure I.21, représente la configuration énergétique d'un piège dans le matériau.

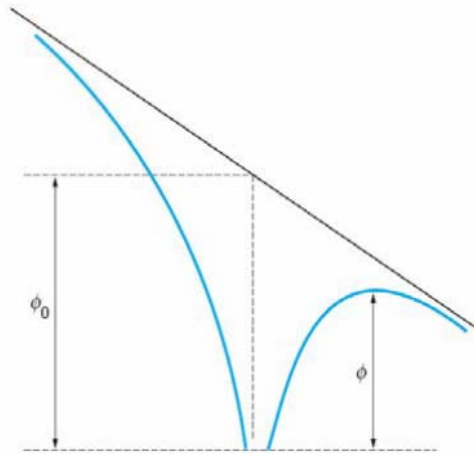


Figure I.21 : Diagramme de bande dans le cas de l'effet Poole – Frenkel [46].

Un porteur issu de la bande de conduction peut donc être piégé à la profondeur ϕ_0 . Ce porteur peut se dépiéger en acquérant une énergie thermique kT permettant de passer au-dessus de la barrière. L'effet du champ électrique facilite ce dépiégeage du fait de l'abaissement de la barrière d'une quantité :

$$\Delta\phi = \phi_0 - \phi = \beta_{PF} E^{1/2} \quad (I.7)$$

Où β_{PF} est la constante de Poole – Frenkel qui s'écrit : $\beta_{PF} = \sqrt{\frac{e^3}{4\pi\epsilon_r\epsilon_0}}$

La conductivité en fonction du champ appliqué s'exprime par :

$$\sigma = \sigma_0 \exp \left[- \frac{\phi_0 - \beta_{PF} \sqrt{E}}{kT} \right] \quad (I.8)$$

I.11.2. Conduction limitée par pièges

La loi ohmique de conduction ne peut pas expliquer la conduction dans les polymères isolants puisque la mobilité dans les polymères qui est de l'ordre de $10^{-10} \div 10^{-15} \text{ m}^2/\text{V.S}$ est très petite par rapport à celle minimale relative à la théorie ohmique qui est de l'ordre de $10^{-5} \text{ m}^2/\text{V.S}$. En tenant compte de la structure moléculaire, les polymères peuvent présenter une conductivité intramoléculaire surtout si les chaînes moléculaires contiennent des doubles liaisons conjuguées. D'autre part, l'existence des pièges dans le matériau font que les électrons sont majoritairement piégés [48], ce qui réduit le nombre de porteurs de charges. La conductivité globale intermoléculaire est fortement diminuée par la difficulté au transfert des porteurs entre chaînes. Un processus d'activation sera donc nécessaire pour que la densité des porteurs n_i ne soit pas nulle et les mobilités μ_i ne soient pas faibles. Une agitation thermique et un champ électrique peuvent donner lieu à une conduction limitée par les pièges. Selon le processus d'activation, la profondeur des pièges et leur densité, un transport de charges peut se produire entre états localisés dans la bande interdite (conduction par saut : hopping) au voisinage du niveau de fermi qui sépare les niveaux occupés et les niveaux vides.

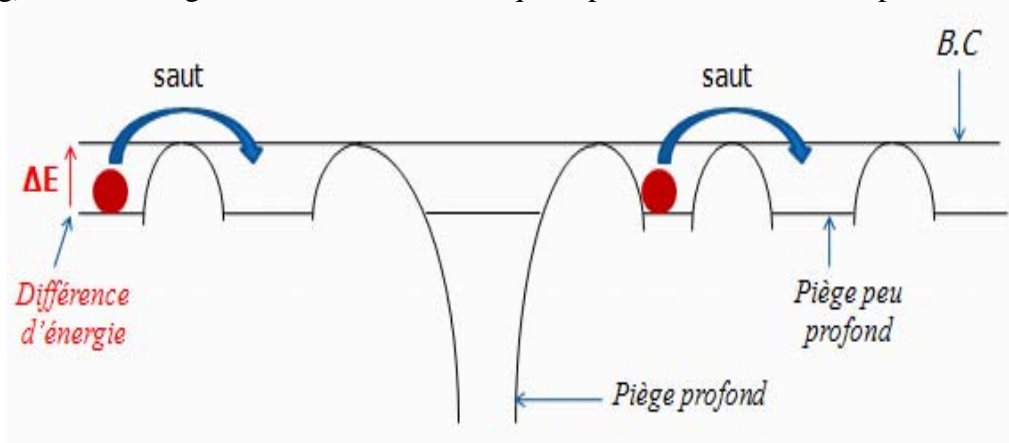


Figure I.22 : Excitation des porteurs piégés.

La probabilité de saut entre sites énergétiques que des porteurs peuvent occuper dépend d'une part du recouvrement orbital de ces sites et de la différence d'énergie correspondante. S'il y a recouvrement non négligeable des fonctions d'ondes (les sites donneurs et accepteurs sont suffisamment proches les uns aux autres) et que l'écart énergétique ΔE . Entre les sites est faible, il y a donc une probabilité de passage d'un site à l'autre, des charges se déplacent ainsi en sautant de site en site. La conductivité par saut entre les sites considérés s'écrit alors [34] :

$$\sigma = \sigma_0 \exp\left(-\frac{2R}{R_0}\right) \exp\left(-\frac{\Delta E}{K_b T_T}\right) \quad (I.9)$$

Où

R : La distance entre les deux sites.

ΔE : Différence d'énergie entre sites voisins.

R_0 : distance caractéristique d'amortissement radial.

K_b : Constante de Boltzmann.

T_T : Température (K).

R et ΔE sont liés entre eux par la densité d'états des sites. On peut considérer ΔE comme une fonction de R , à grande distance d'un état localisé, les sauts entre sites d'énergies très proches s'effectuent à basses températures. Le champ ne joue aucun rôle. La loi de conduction par sauts est connue sous le nom de loi de Mott [34].

Où

$$\sigma = \sigma_0 \exp\left[\left(-\frac{A}{T}\right)^{1/4}\right] \quad (I.10)$$

A : est une constante dépendant de la densité et de la nature des pièges.

À température plus élevée, les sauts les plus probables sont à courtes distances, les barrières de potentiel sont plus hautes et moins longues et l'effet du champ est important puisqu'il réduit la différence d'énergie entre site.

La densité des porteurs augmente avec le champ et la température par ionisation des pièges donneurs et éventuellement dissociation de paires d'ions. L'effet des basses températures et des champs élevés sur la mobilité des porteurs est plus important sur la conduction

électronique, par contre la haute température et le champ faible sont plus importants sur la conduction ionique.

À température ambiante et champ modéré, la conduction dépend du polymère et de son passé. L'activation thermique fournit le mécanisme de saut entre niveaux de pièges comme conduction [35].

I.11.3. Conduction ionique

La nature des porteurs de charge ionique est très variée, ils peuvent être des protons ou d'autres types d'ions. La conduction ionique implique des transferts de masse dans le matériau, mais les échanges ioniques aux électrodes sont difficiles ou en tout cas limités. C'est pourquoi, sous tension continue, la conduction ionique ne peut pas se poursuivre indéfiniment, le nombre de porteurs de charge étant limité. Si une électrode est bloquante pour les ions, il se produira une zone d'accumulation de charge qui conduira à l'élévation du champ à l'électrode, et par suite à la réduction du champ électrique dans le matériau, donc à la réduction du courant [48].

Dans les polymères isolants, la conduction ionique se produit à cause de la présence d'ions ne provenant pas du matériau, mais d'impuretés présentes (généralement, elles sont le résultat de la synthèse du matériau). Ces ions auraient une certaine mobilité dans le matériau et leur mouvement pourrait être activé par le champ. En général, on considère que ce mouvement devrait être plus difficile lorsque la pression hydrostatique sur le matériau augmente (figure I.23). Les ions disposeraient alors de moins de volume libre pour leur mouvement et leur mobilité serait réduite.

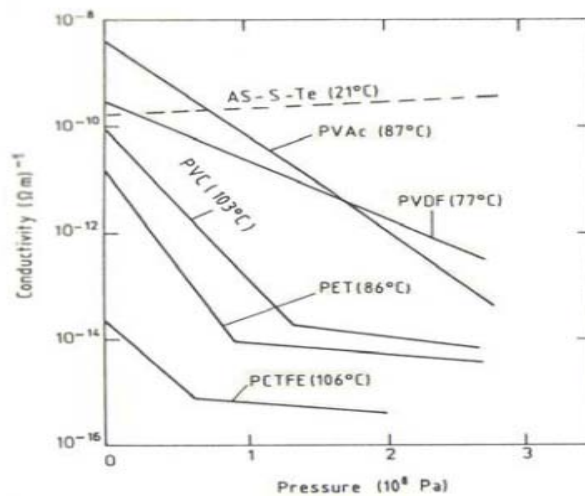


Figure I.23 : Dépendance de la conductivité avec la pression hydrostatique pour quelques polymères [50].

Le calcul de la conduction ionique est généralement fait à partir d'un modèle de conduction ionique dans un réseau cristallin où les barrières énergétiques sont périodiques dans certaines directions [49].

Si on applique un champ électrique, l'énergie nécessaire pour franchir les barrières énergétiques dans la direction du mouvement d'un ion est réduite dans un sens et augmentée dans l'autre, ce qui active la transition dans un sens. Le calcul conduit à une expression du courant qui est proportionnelle au sinus hyperbolique du champ.

$$J \propto \exp\left(\frac{-\frac{\Delta W}{2\varepsilon} + \Delta U}{kT}\right) \sinh\left(\frac{\lambda e E}{2kT}\right) \quad (\text{I.11})$$

Qui, à température constante, devient plus simplement :

$$J = A \sinh\left(\frac{\lambda e E}{2kT}\right) \quad (\text{I.12})$$

Où ΔW correspond à l'énergie d'ionisation dans un milieu de permittivité ε égale à 1, ΔU est la barrière de potentiel à franchir par l'ion, λ est la distance entre sites du réseau (ou plus généralement, la distance parcourue par l'ion à chaque saut) et e est la charge de l'ion.

L'effet de la permittivité sur la conduction est évident à partir de l'équation (I.11) : pour des matériaux avec une permittivité élevée la conductivité est plus importante que pour les matériaux à faible permittivité.

En général, la présence de la conduction ionique est difficile de mettre en évidence, dans certains cas, la nature des ions impliqués dans la conduction reste difficile à déterminer, d'autant plus que l'eau absorbée dans le matériau peut aussi jouer un rôle, le plus souvent on essaie de l'identifier en représentant le courant en fonction du champ suivant une loi hyperbolique.

Des travaux [50,51] sur le polypropylène on identifie une conduction ionique pour des températures supérieures à 50 °C.

L'effet de la pression n'est pas concluant puisqu'il aurait tendance à réduire la conduction ionique d'origine extrinsèque, mais pourrait augmenter la conduction intrinsèque en rapprochant les atomes et facilitant les échanges.

Aussi, la conduction ionique peut être accompagnée d'une conduction de type électronique de telle manière qu'il est difficile de séparer les deux [52].

Conclusion

Dans cette partie, nous avons rappelé de manière bibliographique quelques notions sur les polymères, leurs structures et quelques domaines d'application, nous avons ensuite présenté différentes techniques de chargement notamment la décharge couronne qui représente le moyen le plus efficace de chargement des polymères et constitue une étape primordiale au processus de traitement par voie électrostatique, ainsi que les phénomènes physiques responsables du déclin de potentiel.

Références bibliographiques du chapitre I

- [1] C.M. Chan, T.M. Ko, H. Hiraoka, " Polymer surface modification by plasmas and photons, " *Surface Science Reports*, no. 24, pp. 1-54,1996.
- [2] Les plastiques aujourd'hui et demain. Bruxelles : Fédérations des Industries chimiques, 1988.
- [3] N. Zouzou, " Étude de la mobilité moléculaire du PEN destine à la fabrication des condensateurs : influence de la microstructure, " *Thèse de Doctorat, Université de Paul Sabatier*, 2002.
- [4] Z. Ziari, " Etude de l'effet d'un traitement par plasma froid sur les propriétés de surface d'un film de polymère, " *Thèse de Doctorat, Université de Constantine*, 2008.
- [5] J.F. FAUVARQUE, " Polymères pour isolants électriques. Propriétés électriques des polymères et applications. " *Groupe Français d'Etudes et d'Applications des Polymère*, GFP, ch. VII, pp. 273-318, 1993.
- [6] M. Goel, " Electret sensors, filters and MEMS devices: New challenges in materials research, " *Current Science*, vol.85, no. 4, pp. 443-453, 2003.
- [7] M. Paajanen , J. Lekkala, K. Kirjavainen, " Electro Mechanical Film _EMFi/ — a new multipurpose electret material, " *Sensors and Actuators*, vol. 84, pp. 95-102, 2000.
- [8] G. M.Sessler, " Electrets: recent developments, " *Journal of Electrostatics*, vol. 51-52, pp. 137-145, 2001.
- [9] T. Hammi,"Étude de méthodes de mesures et réalisation d'un banc de test pour l'évaluation des propriétés électrostatiques des textiles, " *Thèse de Doctorat, Université de Lille*, 2005.
- [10] F. Micheron, " Electrets, " *Techniques de l'ingénieur*, E1893, pp.1-12.
- [11] F. Gutmann, " The Electret, " *Reviews of Modern Physics*, vol.20, no. 3, pp. 457-472, 1948.
- [12] J K. C. Kao, " Dielectric phenomena in solids, " *Elsevier Academic Press*, ISBN:0-12-396561-6, 2004.
- [13] A.R. Denman, C.J. Groves-Kirkby, P.S. Phillips, R.G.M. Crockett, A. Woolridge, G.K. Gillmore, " The practical use of electrets in a public health radon remediation campaign, " *Journal of Environmental Radioactivity*, vol. 84, pp. 375-391, 2005.
- [14] B. Tabti, " Contribution à la modélisation de dispositifs et la caractérisation de matériaux en électrotechnique, " *Thèse de Doctorat, Université de Bejaia*, 2011.

- [15] P. P. Tsai, H. S. Gibson, Phillip Gibson, " Different electrostatic methods for making electret filters, " *Journal of Electrostatics*, vol. 54, pp. 333–341, 2002.
- [16] M. D. Hogue, E. R. Mucciolo, C. I. Calle, " Triboelectric, corona, and induction charging of insulators as a function of pressure, " *Journal of Electrostatics*, vol. 65, pp. 274-279, 2007.
- [17] K. L. Kaiser, " Electrostatic discharge, " *Taylor & Francis Group*, ISBN 0-8493-7188-0, 2006.
- [18] N. Berger, M. Denozière, J. C. Gilet, D. Guionnet, H. Romat, "Electricité statique, " *Edition INRS ED 874, 2^{ème} édition*, ISBN 2-7389-1196-X, 2004.
- [19] R. Kacprzyk, C. Stec, " Measurements of the surface charge density on moving webs, " *Journal of Electrostatics*, vol. 40-41, pp. 455-46, 1997.
- [20] C. MENGUY, " Électricité statique : Principes. Problèmes. Applications, " *Techniques de l'Ingénieur*, D1035, pp. 1-25.
- [21] P. Llovera Segovia, " 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 de Paris*, 2002.
- [22] T. H. Pratt, " Electrostatic Ignitions of Fires and Explosions, " *Burgoyne Incorporated, Consulting Scientists & Engineers, Marietta, Georgia*. ISBN 0-8169-9948-1, 2000.
- [23] J. A. Giacometti and O. N. O. Jr, " Corona Charging of Ploymers, " *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, vol. 27, no. 5, pp. 924-943, 1992.
- [24] A. Labergue, " Étude de décharges électriques dans l'air pour le développement d'actionneurs plasmas – Application au contrôle de décollements d'écoulements, " *Thèse de Doctorat, Université de Poitiers*, 2005.
- [25] G. G. Raju, *Gaseous electronics, theory and practice*: CRC Taylor and Francis, 2006.
- [26] M. Kachi, " Caractérisation et contrôle de l'état de charge des matériaux polymères granulaires, " *Thèse de Doctorat, Université de Guelma*, 2012.
- [27] P. Molinie, " Potential decay interpretation and insulating film: cesity of combining charge injection and slow volume polarisation processus, " *Seven. Int. Conf. Of Diele. Mate. Meas*, 1996.
- [28] P. Molinie, M. Goldman and J. Gatellet, " Surface potential decay on corona charged epoxy samples due to polarization processes, " *J. Phys. D : App. Pyhs*, vol. 28, pp. 1606-1610, 1995.

- [29] P. Molinie. " Étude 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 de Paris*, 1992.
- [30] A. Crisci, " Etude du déclin de potentiel d'une surface chargée par une décharge électrique de type couronne, " *Rapport pour maîtrise de physique LEMD*, 1996.
- [31] M. Ieda, G. Sawa, U. Schinohara, "A decay process of surface electric charges across polyethylene film, " *Japan. J. Appl. Phys*, vol. 6, pp. 793-794, 1967.
- [32] P. Llovera, P. Molinié, " New methodology for surface potential decay measurements-application to study charge injection dynamics on polypropylene films, " *IEEE. Trans. Diel. Elec. Ins*, vol. 11, pp. 1049-1056, 2004.
- [33] P. Molinie, " Charge injection in corona charged polymeric films: Potential decay and current measurement, " *J. of Electrostatics*, pp. 265-273, 1999.
- [34] N. F. Mott, " Conduction in non crystalline systems VII non ohmic behaviour and switching, " *Phil. Mag* 24. 911, 1971.
- [35] D. M. Taylor, T. J. Lewis, " Electrical conduction in polyethylene terephthalate and polyethylene films, " *J. Phys. D*, vol. 4, pp. 1346, 1971.
- [36] R. Coelho, L. Levy, D. Serrail, " On the naturel decay of corona charged Teflon sheet I, " *IEEE Transactions on Industry Applications*, pp. 1033-1037, 1984.
- [37] A. Guinier et R. Julien, *La matière à l'état solide*. Edité par Hachette-CNRS : Liaisons Scientifiques, pp. 107-129.
- [38] C. Kittel, *Physique de l'état solide*, 5^{ème} édition. Edité par Dunod Université pp 179-202.
- [39] S. Fakhfakh, " Etude des phénomènes de charge des matériaux diélectriques soumis a une irradiation électronique permanente, " *Thèse de Doctorat, Université de Reims*, 2004.
- [40] P. W. Anderson, *Phys. Rev*, 109, 1492, 1958.
- [41] N. Mott, *Metal Insulator Transitions*, Edité par Taylor-Francis, London, 1974.
- [42] P. S. Llovera, " étude des mécanismes d'injection de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin et retour de potentiel, nouveaux outil d'analyse," *Thèse de Doctorat, Université de Paris*, 2002.
- [43] B. Bouattou; et Lowell. " Contact charging and small-scale charge migration in polymers, " *J. Phys. D*, vol. 21, pp.1787, 1988.
- [44] N. Bouguila, " Sur le contact métal-isolant, " *Rev. Phys. Appl*, vol. 23, pp. 1467, 1988.

- [45] M. Hairour, " Etude diélectrique d'une isolation hybride gaz-solide pour appareillage haute tension, " *Thèse de Doctorat, Université de Montpellier II*, 2007.
- [46] Segui Y. "Diélectriques, Courants de conduction, " *Techniques de l'Ingénieur*, 2000, vol. D-2301, pp. 1-12.
- [47] R.H. Fowler, L. Nordheim, *Proc. R. Soc. À*, vol. 119, pp. 173, 1928.
- [48] L. Herous, " Etude des mécanismes d'écoulement de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin, " *Thèse de Doctorat, Université d'Annaba*, 2006.
- [49] Blythe A.R. *Electrical properties of polymers. Cambridge University Press. Cambridge*, 1977.
- [50] L.A. Dissado, J.C. Fothergill, " *Electrical degradation and breakdown in polymers, " Peter Peregrinus Ltd. London*, 1992.
- [51] D.W.Kim, K. Yoshino, " Morphological characteristics and electrical conduction in syndiotactic polypropylene, " *J. Phys. D : Appl. Phys.* vol 33, pp 464-471, 1996.
- [52] P, Karanja , R. Nath, " Electrical conduction in biaxially-oriented polypropylene, " *Journal of Electrostatics.* vol 31, pp. 51-63, 1993 (a).

CHAPITRE II

Contexte et mise en œuvre de la caractérisation des films isolants

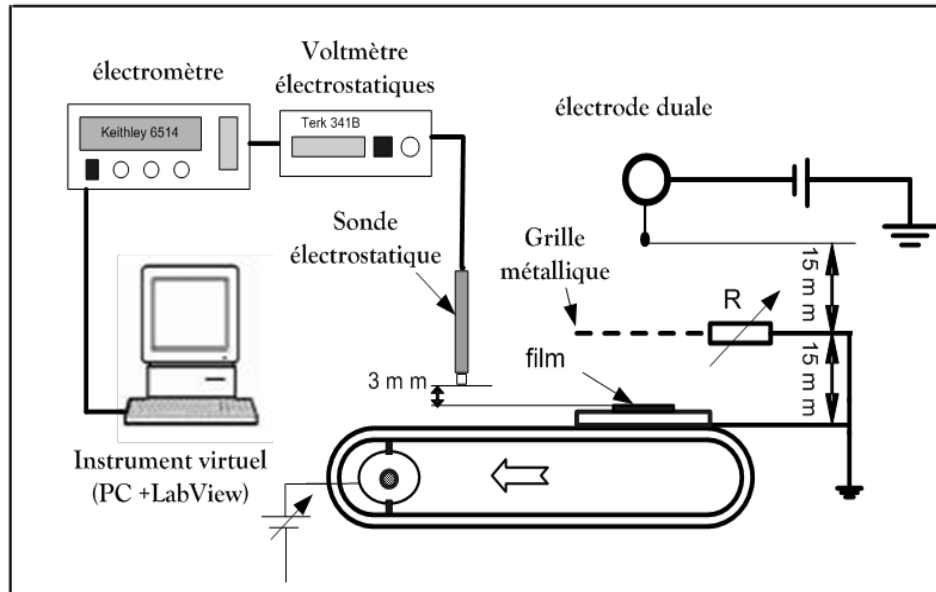
Depuis l'apparition des sondes électrostatiques fiables en 1970 notamment celle à « Condensateur vibrant » (type Trek ou Monroe), la technique de déclin de potentiel de surface « DPS » occupe une place importante dans la caractérisation des matériaux diélectriques. Dans ce chapitre, nous allons présenter la démarche expérimentale de cette technique (le processus de chargement, le principe de mesure...), ainsi des résultats de mesures de déclin de potentiel de surface.

II.1. Démarche expérimentale

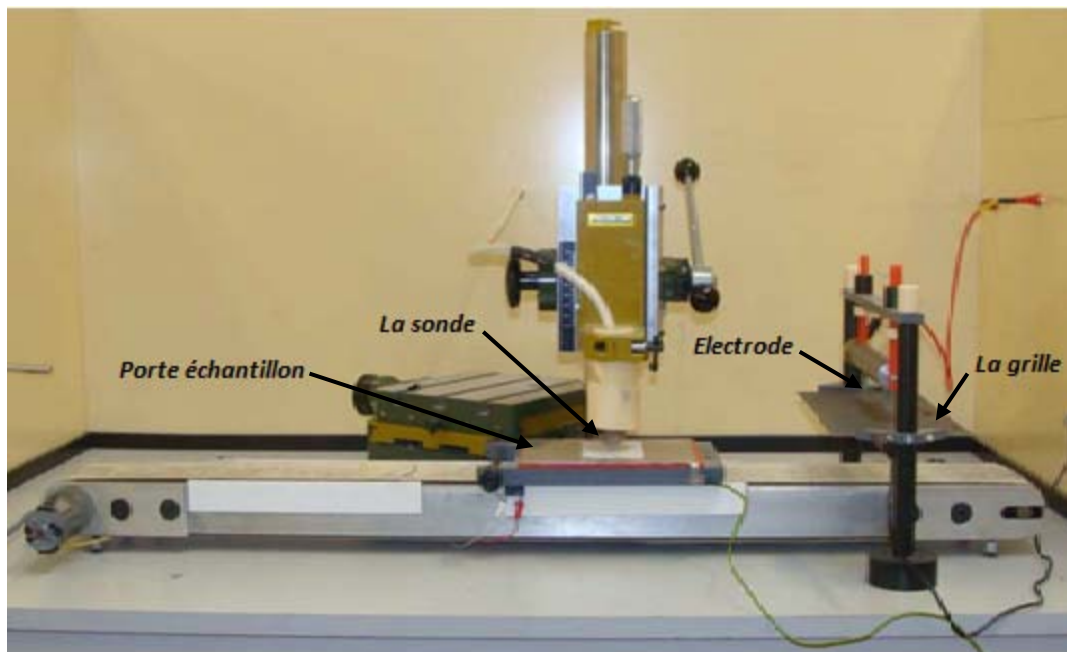
La technique de déclin de potentiel de surface (DPS) est une méthode d'investigation des propriétés électriques des matériaux isolants. Son intérêt réside essentiellement dans sa simplicité et sa puissance dans la caractérisation de l'aptitude d'un matériau à évacuer une charge électrique déposée à sa 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 films 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 ($t = 3$ s). Un moteur électrique à courant continu entraîne la bande transporteuse à une vitesse réglable. À l'aide d'une commande électromécanique, on positionne l'échantillon relativement sous l'électrode couronne puis sous la sonde.



(a)



(b)

Figure II.1: Dispositif expérimental de caractérisation des films isolants par la mesure de potentiel de surface installé à l'Institut PPRIME de l'IUT d'Angoulême (France),
(a) : Schéma du dispositif expérimental, **(b) :** Photographie du dispositif.

II.1.1. Poste de charge

Nous avons représenté dans la figure II.2, le poste de charge utilisé pour charger les films isolants. Il est composé essentiellement d'un système triode avec une grille répartitrice (figure II.4) intercalée entre le fil et la surface des échantillons [1,2]. 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).

Le dispositif de charge se distingue par l'utilisation d'une classe d'électrodes filiforme (électrode duale) [4,5] constituée essentiellement d'un support tubulaire en acier inoxydable de diamètre 25mm sur lequel 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. 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.



Figure II.2: Photographie du système Triode.

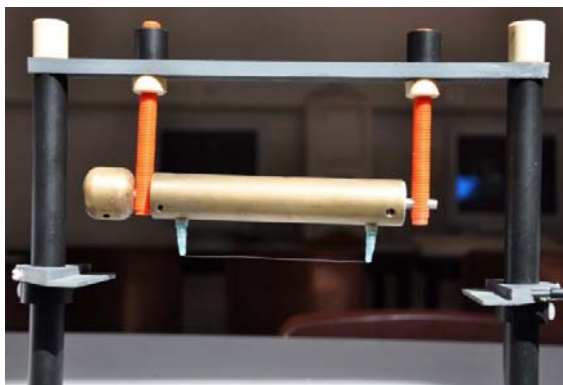


Figure II.3: Photographie de l'électrode fil.

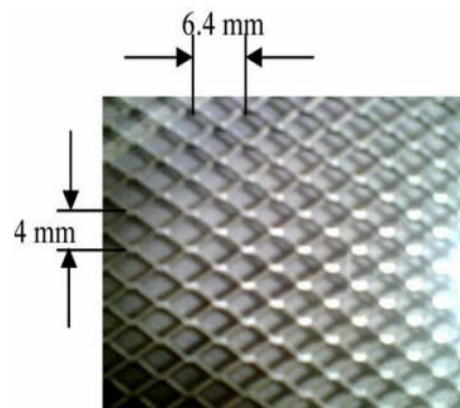


Figure II.4: Photographie de la grille.

II.1.2. 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 duale. Ainsi, l'espace inter électrodes est répartie en trois zones (figure II.5).

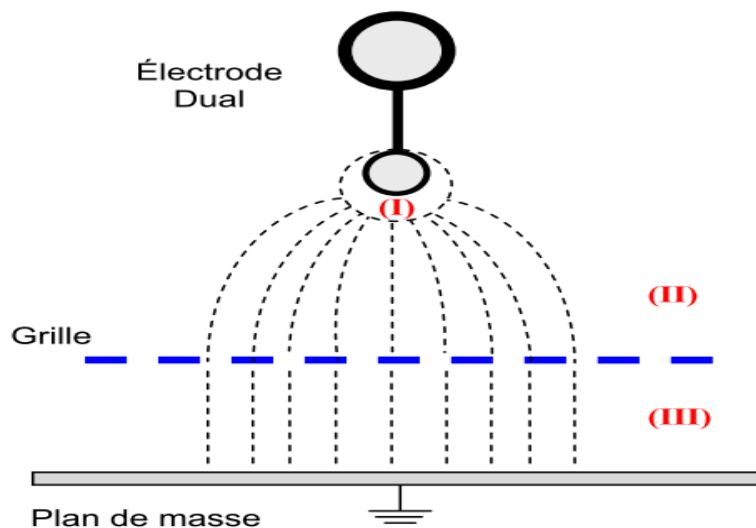


Figure II.5: Décharge couronne dans le système triode de charge.

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 duale 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 duale 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 l'échantillon 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 négligeable. La figure II.6, illustre l'influence de la position de la grille sur la largeur de la surface chargée qui se rétrécit lorsque la grille est très proche de l'électrode couronne.

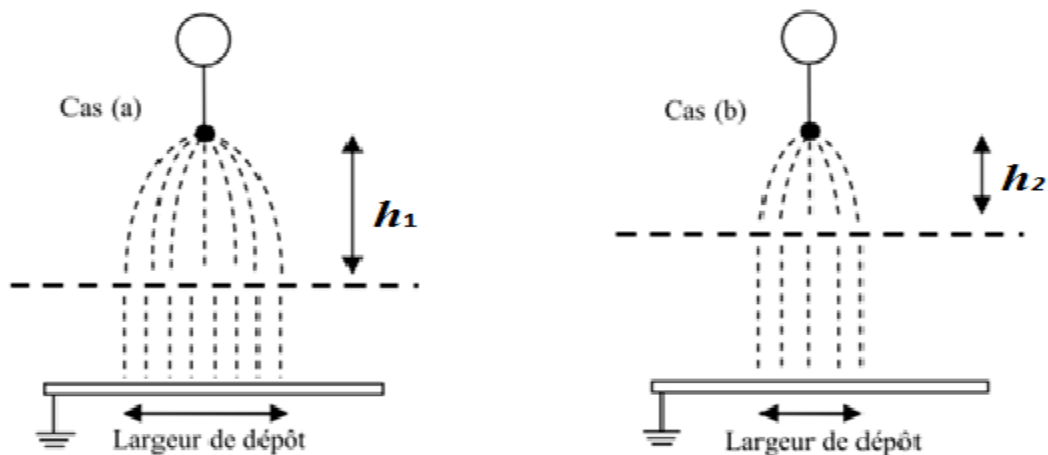


Figure II.6: Effet de la position de la grille sur la largeur de dépôt.

Si la grille est très proche de la masse, telle qu'elle est présentée à la figure II.7, l'inhomogénéité du champ électrique dans la zone (3) s'accroît et il apparaît des zones non chargées. En effet, les dimensions des mailles de la grille ne sont plus négligeables par rapport à cette distance d relativement petite [3], alors l'uniformité de dépôt n'est plus garantie. Ainsi, il faut maintenir une distance minimale entre la grille et le plan de masse pour éviter tout contact entre les échantillons et la grille et que l'ensemble grille-plan soit semblable à une configuration plan-plan.

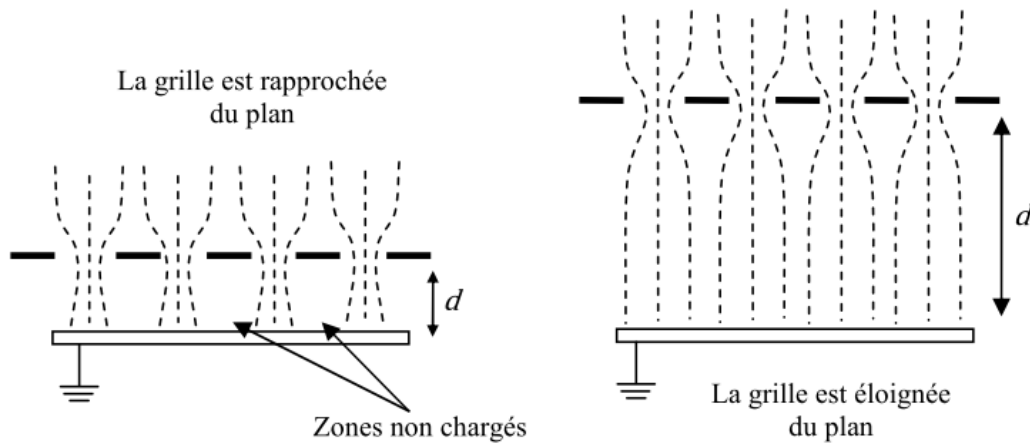


Figure II.7: Effet de la position de la grille l'uniformité de dépôt.

II.1.3. 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 films isolants sous une sonde électrostatique à condensateur vibrant de type Trek 3450 [6] reliée à un voltmètre électrostatique Trek, modèle 341B [3,7]. La sonde électrostatique est située à une distance $h = 3 \text{ mm}$ 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 II.8, illustre le principe de mesure du potentiel en surface.

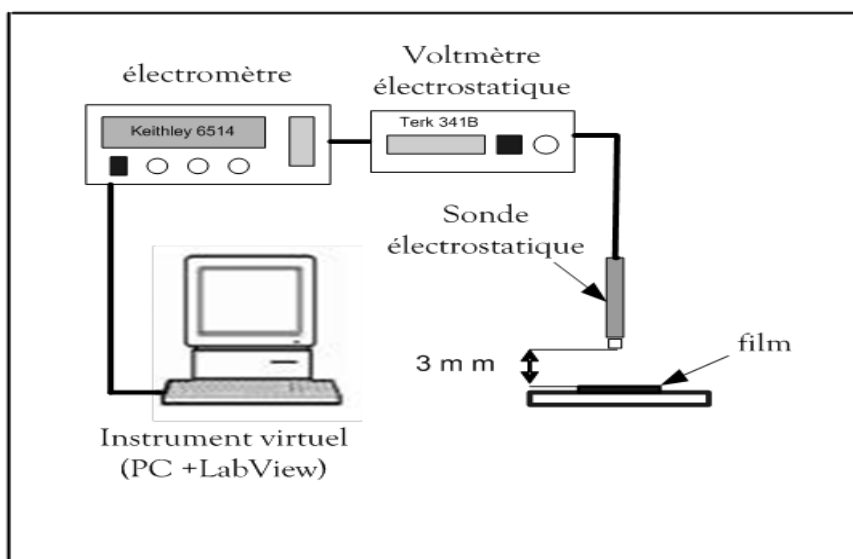


Figure II.8: Poste de mesure du déclin de potentiel en surface.

La figure II.9, présente la face avant de l'instrument virtuel LabView, qui n'est qu'une interface utilisateur graphique. Cette interface permet l'introduction des données des mesures et l'affichage de celles fournies, en sortie, par le programme. Cette face avant contient des éléments de commande et un indicateur graphique du déclin de potentiel.

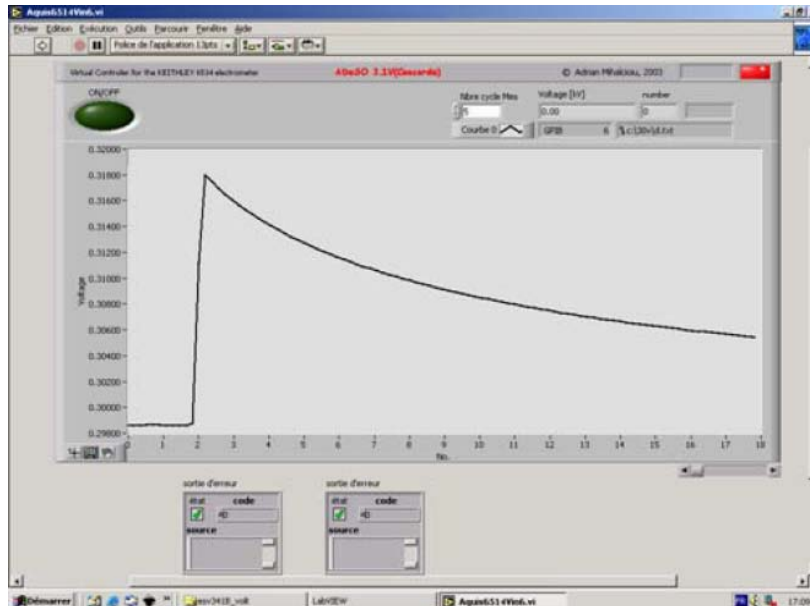


Figure II.9: Panneau frontal de l'instrument virtuel pour mesurer le DPS des films isolants.

II.1.4. 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 II.10, illustre le principe général de la mesure sans contact du potentiel de surface.

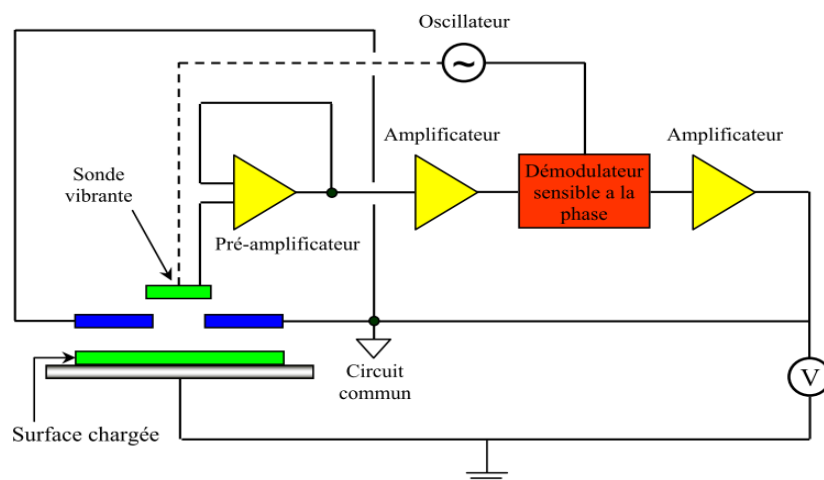


Figure II.10: Principe de mesure sans contact de potentiel de surface.

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 II.11, dont la modulation de la lame détectrice et les différents potentiels sont représentés.

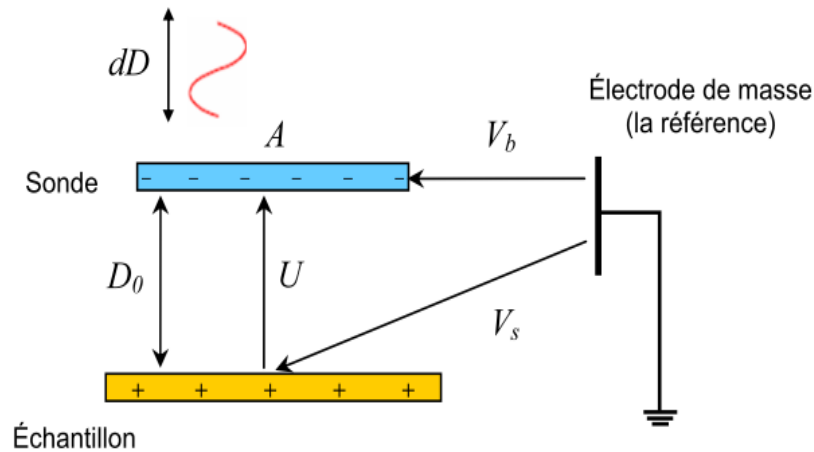


Figure II.11: Couplage capacitif entre la sonde et la surface de l'échantillon.

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 :

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

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 $D(t)$.

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

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 :

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

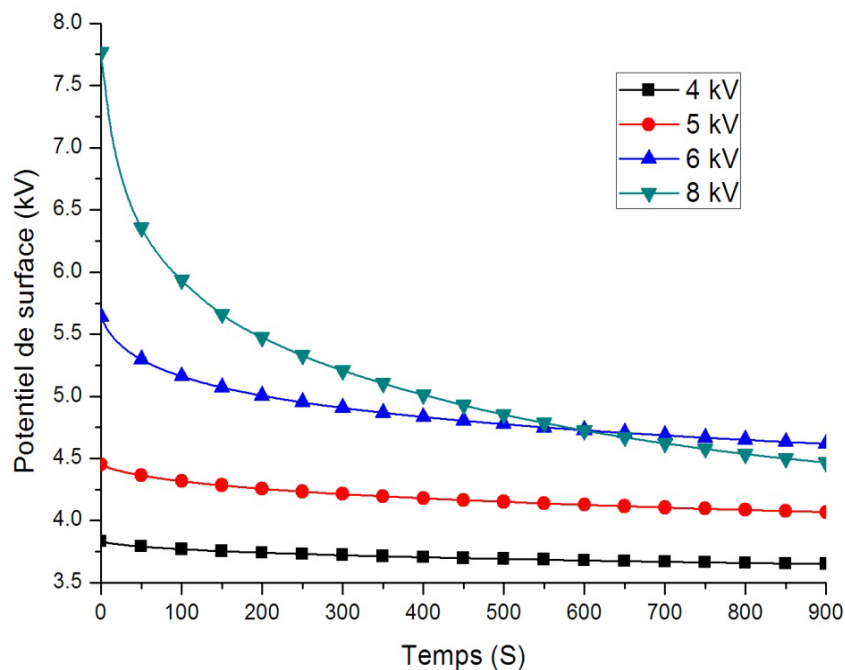
Pour que le courant soit nul, à tout instant, il faut que la tension U soit nulle, ce qui conduit à ramener le potentiel de la sonde à celui de la surface de l'échantillon, d'où l'annulation du champ et la détermination du potentiel de surface.

II.2. Déclin de potentiel à la surface des films

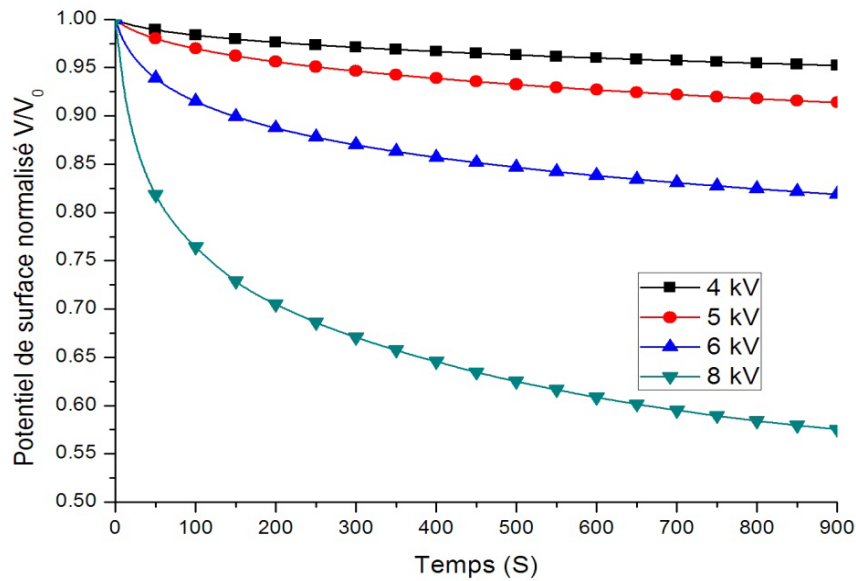
Dans cette partie, nous présenterons des mesures de DPS en montrant l'effet de certains paramètres et conditions sur l'évolution de processus de déclin.

II.2.1. Influence de la tension de dépôt

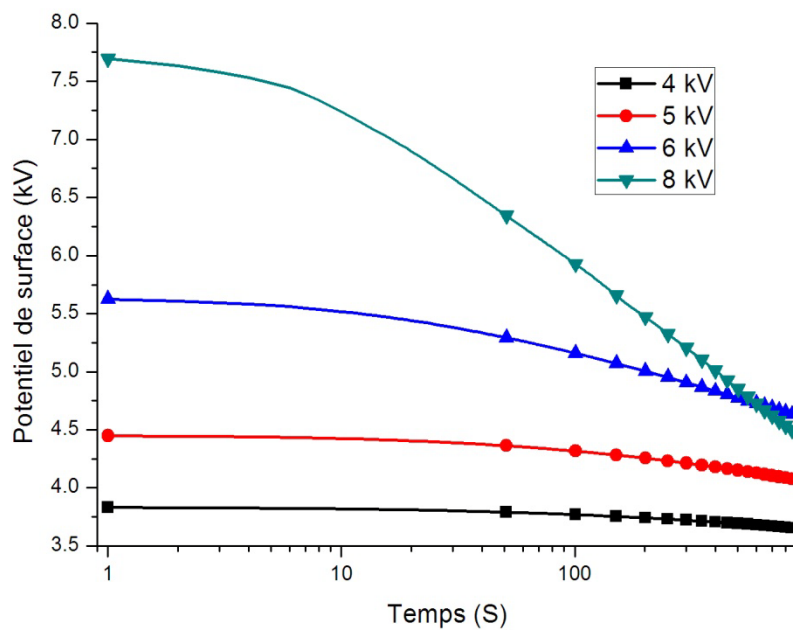
La figure II.12, présente les courbes de déclin de potentiel de surface des échantillons de polypropylène "PP" chargé par une décharge couronne positive (axe en valeur absolue), pour des niveaux différents de tension de dépôt (tensions de grille).



(a)



(b)



(c)

Figure II.12: Courbes de déclin de potentiel de surface de PP d'une épaisseur de 0.08mm (a) : en fonction de la tension initiale, (b) : normalisé par rapport au V_0 , (c) : en coordonnées logarithmiques, à $T=20\pm 2^\circ\text{C}$ et $RH=59\pm 3\%$, $I_g=50\mu\text{A}$. (Polarité positive) [8].

On observe que le déclin de potentiel de surface reste modéré jusqu'à la tension de dépôt 6 kV. Ce déclin s'accroît et devient de plus en plus important au fur et à mesure que la tension augmente. Un croisement des courbes, communément appelé « Cross-over » est visible dès le début du déclin.

Nous discutons ci-après les résultats obtenus et nous essayons de répondre à la question de la nature du phénomène de transport de charges dans le matériau isolant et identifier les composantes fondamentales de la réponse diélectrique du matériau comme la conduction, la relaxation dipolaire ou l'injection de charge. Nous avons suggéré l'utilisation systématique des représentations mettant nettement en évidence la dynamique du déclin et nous avons proposé l'emploi de la représentation $V(t)$ en fonction du temps en coordonnées logarithmiques et la représentation du DPS normalisée. En coordonnées logarithmiques, on observe pour les tensions de dépôt de 6 et 8 kV deux asymptotes ce qui suppose deux vitesses différentes des porteurs de charges. Pour les autres tensions de dépôt, on remarque une seule asymptote [9,10]. Nous avons représenté des courbes normalisées par rapport au potentiel V_0 (figure II.12.b). Les résultats nous montrent que les courbes ne se superposent pas. Ceci peut expliquer l'existence d'un effet de champ sur le matériau. De plus, au fur et à mesure qu'on augmente la tension, le déclin s'accroît davantage. Il est également important de noter l'existence du phénomène de « Cross-over ». Le croisement des courbes du DPS montre qu'au bout du temps de mesure, la déclinaison de l'échantillon le plus chargé est plus grande que celle du moins chargé.

L'apparition du « Cross-over » est généralement significative d'une injection de charges dans le volume du matériau. Par conséquent, les charges déposées sur la surface de l'échantillon sont injectées dans le volume du matériau et la charge injectée dépend du niveau de chargement. Une fois les charges injectées, ils peuvent dériver vers l'autre face de l'électrode sous l'influence de leur propre champ.

Il est également important de signaler que le déclin de potentiel de surface enregistré est plus significatif particulièrement dans les premiers instants de mesure. Ceci reflète probablement que le mécanisme physique qui gouverne l'évolution de la charge aux premiers instants du déclin est plus influencé par l'effet de la tension initiale V_0 . Ce comportement est représentatif d'un mode d'injection partielle de charges dans le volume du matériau, en même temps, on observe le croisement des courbes de DPS. Pour les mesures de longue durée, on observe une évolution moins rapide du DPS et un effet moins important de la tension de dépôt V_0 . Pour les basses tensions de dépôt, on observe un DPS quasi stationnaire. Il est possible que ces charges n'aient pas assez d'énergie pour être injectées dans le volume du matériau. Les états profonds de la surface piègent durablement une partie de la charge déposée.

II.2.2. Influence du mode de chargement

Pour monter l'influence de la technique de chargement sur le DPS, nous avons d'abord effectué un dépôt de charge par décharge couronne sur des échantillons de polypropylène puis, le chargement triboélectrique est obtenu par frottement des échantillons vierges de polypropylène contre des tissus de laine jusqu'on obtient pratiquement les mêmes tensions que la décharge couronne.

Les résultats obtenus sont présentés sur la figure II.13.

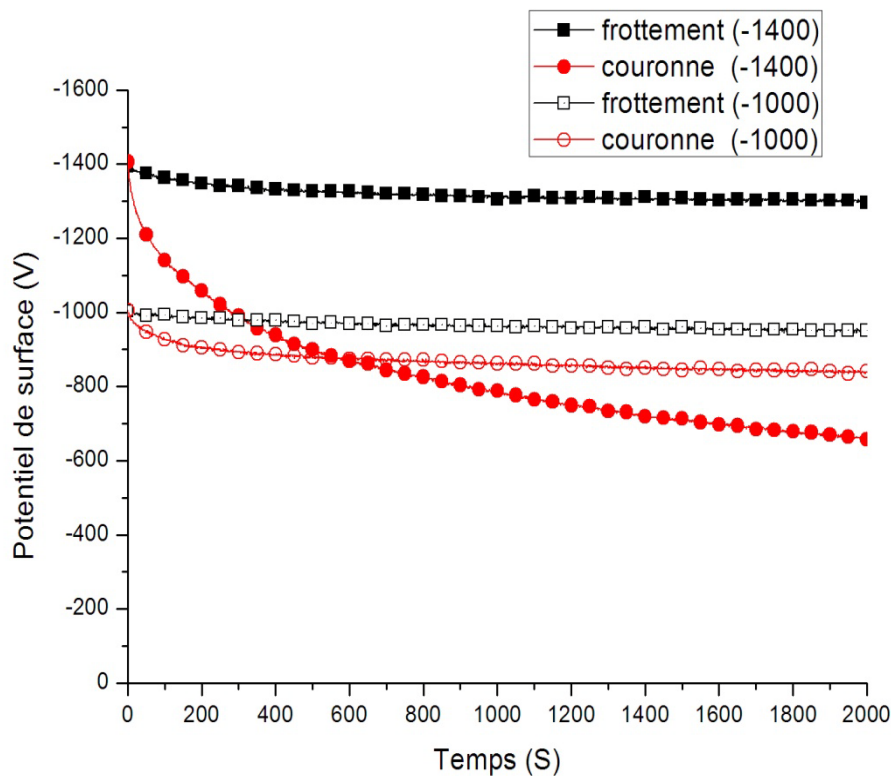


Figure II.13: Déclin de potentiel de surface de PP d'une épaisseur de 0.2mm en fonction de la technique de chargement, à $T=22^{\circ}\text{C} \pm 1$ et $RH=55 \pm 2\%$.

On observe un déclin initial rapide ainsi que l'existence d'un intéressant phénomène de « Cross-over » [12]. La surface du matériau chargée initialement à un potentiel supérieur présente un déclin plus rapide que celle chargée à un potentiel inférieur. Le phénomène de Cross-over est généralement relatif à une injection de charge dans le volume du matériau et que l'injection de charge dépend du niveau de chargement. Cette forte décroissance initiale pourrait être attribuée à l'injection d'une fraction de charges déposées sous l'effet du champ créé par ces charges elles-mêmes. Cet effet est mis en valeur si la quantité initiale de charges

déposée augmente. Une fois les charges injectées, elles sont soumises au champ local qui les entraînera vers la face arrière [11]. Dans le cas d'un chargement par triboélectricité (courbes noires), on observe un déclin avec une très faible vitesse de diminution. De plus, le phénomène de croisement des courbes n'a pas été observé dans le cadre de ces mesures ce qui permet d'écarter la prédominance du mécanisme d'injection de charges en volume pour l'interprétation des résultats par tribochargement.

II.2.3. Distribution de potentiel de surface

Pour montrer la distribution des charges sur la surface des échantillons de polypropylène après le chargement, nous avons chargé les échantillons au centre par une décharge couronne négative, en utilisant une configuration pointe-plan, puis, on a mesuré des profils aux différents intervalles de temps en passant par la zone de dépôt, ces profils nous permettent d'avoir plus d'information sur la distribution de potentiel de surface, les résultats obtenus sont représentés par la figure II.14.

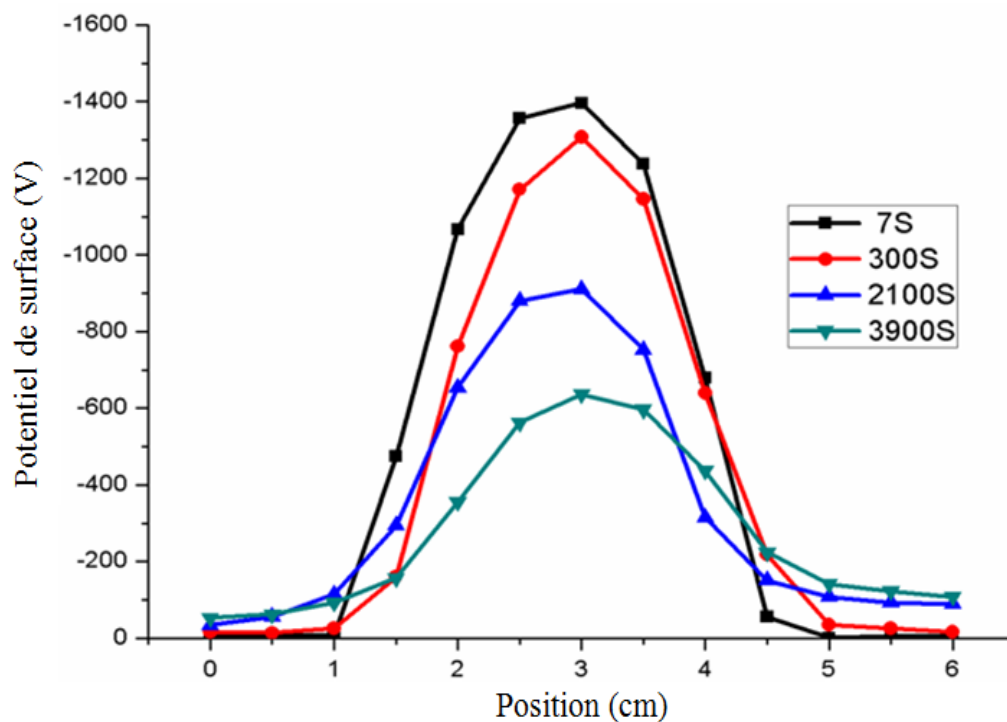


Figure II.14: Distribution de potentiel de surface de PP d'une épaisseur de 0.2mm, $V_0 = -1400V$ à $T = 15^\circ C \pm 1$ et $RH = 50 \pm 2\%$, [12].

On voit clairement que les charges initialement déposées sont concentrées dans la zone centrale de l'échantillon, la valeur de potentiel de surface de cette zone atteint -1400V, par

contre hors la zone de chargement le potentiel de surface est presque nulle. Après une durée de 2100 s, on observe une décroissance de potentiel centrale avec une augmentation bien visible de potentiel au périphérique, cette observation est très importante et peut signifier que la conduction surfacique contribue au déclin de potentiel de surface.

II.2.4. Le vieillissement par l'eau

Pour vérifier l'influence de l'eau sur les caractéristiques électriques de la surface de polypropylène "PP", nous avons trempé des échantillons de PP pendant 7 mois dans l'eau, nous avons ensuite nettoyé ces échantillons par un papier absorbant et laissé sécher à l'air ambiant pendant quelques minutes.

Les résultats présentés sur la figure II.15. qui regroupe le DPS d'un échantillon neuf et un autre trempé dans l'eau, ne montrent aucune influence.

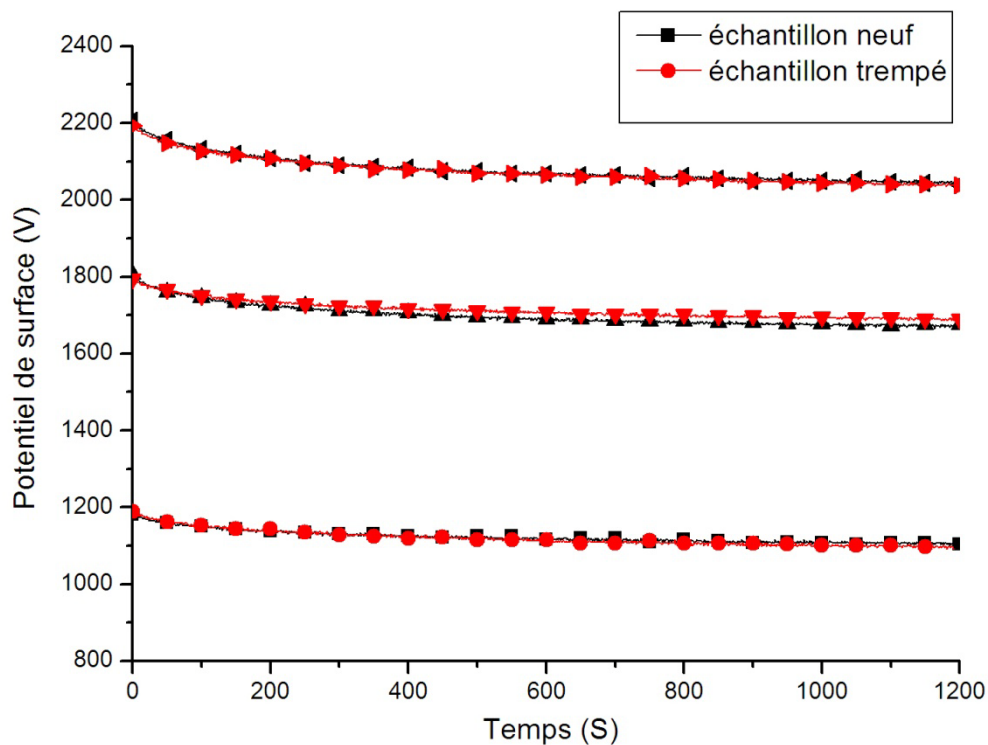


Figure II.15: Déclin de potentiel de surface sur des échantillons de PP (0.2mm) trempés à l'eau, à $T=20\pm 1^{\circ}\text{C}$ et $RH=45\pm 2\%$.

Conclusion

La technique du DPS ou l'étude de l'évolution dans le temps du potentiel de surface est une technique simple, mais riche en résultats, et une source aussi d'informations sur les propriétés électriques des isolants et des polymères en particulier.

L'étude du déclin de potentiel de surface des films par décharge couronne montre que le potentiel de surface dépend fortement du potentiel de chargement initial V_0 .

Les mesures de la variation du profil de potentiel de surface montrent un déclin significatif de ce potentiel dans la zone de chargement. Cette diminution est compensée par une augmentation du potentiel en dehors de la zone chargée. Cette observation suggère la contribution de la conduction surfacique dans le processus de déclin de potentiel.

L'étude de DPS sur des films de PP trempé à l'eau, montre que l'eau n'a aucune influence sur les caractéristiques électriques de la surface de polypropylène.

Références bibliographiques du chapitre II

- [1] J.A. Giacometti, O.N. Oliveira, " Corona charging of polymers, " *IEEE. Trans. Elec. Insul.* vol. 27, pp. 924-943, 1992.
- [2] M. Remadnia, " Déclin de potentiel sur la surface de matériaux granulaires isolants, " *Thèse de Doctorat, Université de Guelma*, 2012.
- [3] B. Tabti, " Contribution à la modélisation de dispositifs et la caractérisation de matériaux en électrotechnique, " *Thèse de Doctorat, Université de Bejaia*, 2011.
- [4] A. Iuga, A. Samuila, M. Blajan, R. Beleca, R. Morar, and L. Dascalescu, " 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.
- [5] L. Dascalescu, A. Iuga, R. Morar, et al., " Corona and electrostatic electrodes for high-tension separators, " *J. of Electrostatics*, vol. 29, pp. 211-225, 1993.
- [6] M. A. Noras, " Non-contact surface charge/voltage measurements. Capacitive probe Principle of operation, " *TREK Application Note*, no. 3001, 2002. [Online]. Available : www.trekinc.com
- [7] A. W. Bright, R. P. Corbett, and J. F. Hughes, " Electrostatics, " *Oxford, U.K. : Oxford Univ. Press*, 1978.
- [8] **K. Rouagdia**, L. Herous, M. Nemamcha, " L'influence des facteurs électriques et physiques sur le déclin de potentiel de surface d'un film de polypropylène (PP), " *Séminaire National d'Électromécanique, Annaba, Algeria, 2014*.
- [9] P. Llovera and P. Molinié, " Charge injection dynamics on thin films: limited by surface detrapping or by charge drift mobility ? a new contribution using surface potential measurements," in *3^{ème} congrès de la société française d'électrostatique, SFE, Toulouse*, 2002.
- [10] P. S. Llovera, " étude des mécanismes d'injection de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin et retour de potentiel, nouveaux outil d'analyse," *Thèse de Doctorat, Université de Paris*, 2002.
- [11] E. A. Baum, T. J. Lewis, R. Toomer, " Decay of electrical charge on polyethylene films," *J. Phys. D.*, vol. 10, pp. 487-497, 1977.
- [12] **K. Rouagdia**, M. Nemamcha, L. Herous, "Analyse de la dynamique des charges électriques à la surface des polymères isolants, " *2^{ème} CIMGLE, Oran, Algérie*, 2012.

CHAPITRE III

Modélisation expérimentale du déclin de potentiel en surface

Les plans d'expériences permettent d'organiser au mieux les essais qui accompagnent une recherche scientifique ou des études industrielles 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 :

$$Y = f(x) \quad (\text{III.1})$$

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 [1,2]. 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 [3].

III.1. Méthodologie des plans d'expérience

III.1.1. 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 III.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.

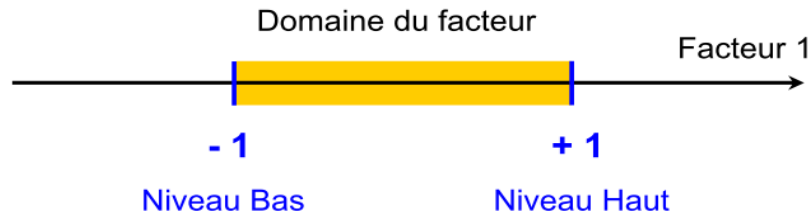


Figure III.1: Le niveau bas du facteur est noté par -1 et le niveau haut par $+1$. Le domaine de variation du facteur est constitué de toutes les valeurs comprises entre le niveau bas et le niveau haut.

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 III.2).

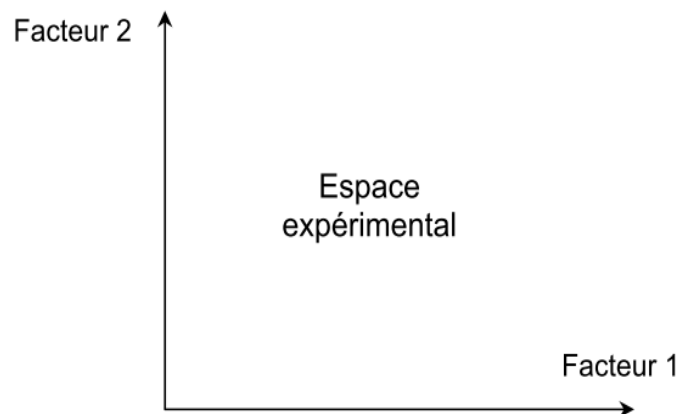


Figure III.2: Chaque facteur est représenté par un axe gradué et orienté. Les axes des facteurs sont orthogonaux entre eux. L'espace ainsi défini est l'espace expérimental.

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 III.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.

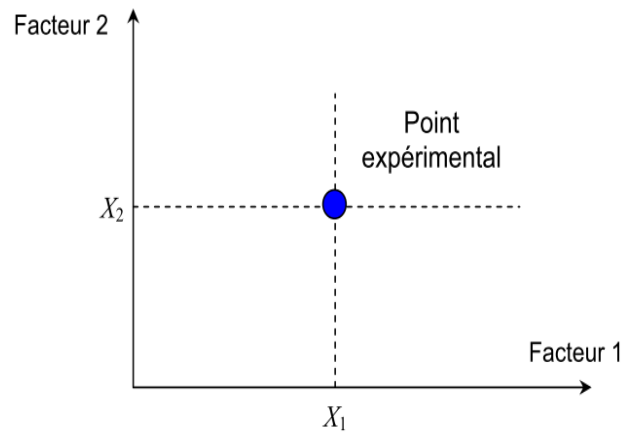


Figure III.3: Dans l'espace expérimental, les niveaux des facteurs définissent des points expérimentaux.

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 III.4).

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

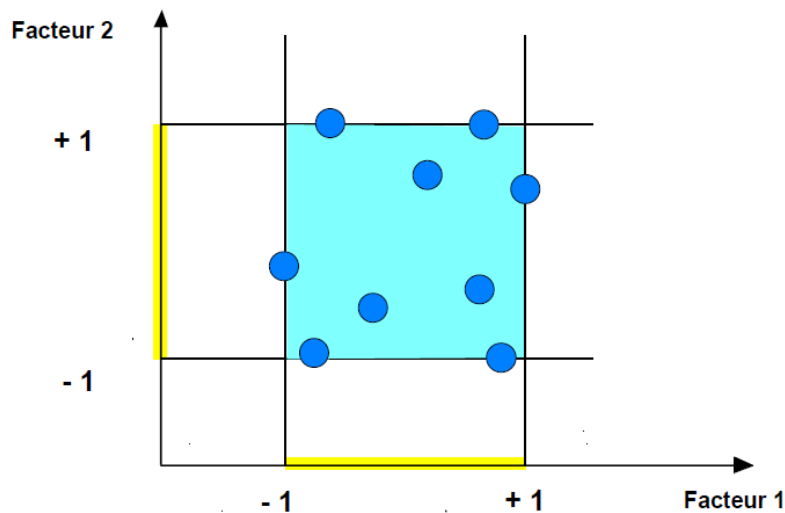


Figure III.4: Les points expérimentaux sont disposés dans le domaine d'étude défini par l'expérimentateur.

III.1.2. 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.

À chaque point du domaine d'étude correspond une réponse. À 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 III.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.

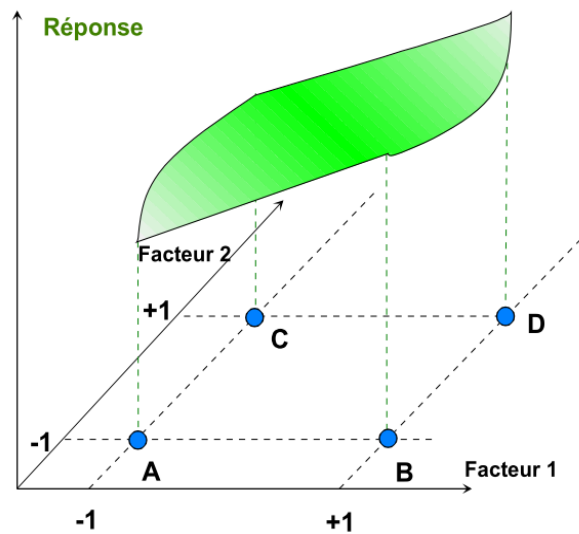


Figure III.5: Les réponses associées aux points du domaine d'étude forment la surface de réponse. Les quelques réponses mesurées aux points du plan d'expériences permettent de calculer l'équation de la surface de réponses.

III.1.3. 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 :

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".

III.1.4. 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.

III.2. 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. 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.

III.2.1. Plans factoriels complets à deux niveaux

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 .

$$y = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{ij} x_i x_j + \sum a_{ijl} x_i x_j x_l + \dots + \sum a_{ij\dots k} x_i x_j \dots x_k \quad (\text{III.2})$$

Un plan 2^k comporte 2^k points expérimentaux qui se situent aux 2^k sommets d'un hypercube 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 :

$$Y = X_a \quad (\text{III.3})$$

Avec :

Y : vecteur ayant pour composantes les réponses de chaque essai, et représentées 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.3) prend la forme suivante :

$$\begin{bmatrix} y_1 \\ y_2 \\ y_3 \\ y_4 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} +1 & -1 & -1 & +1 \\ +1 & +1 & -1 & -1 \\ +1 & -1 & +1 & -1 \\ +1 & +1 & +1 & +1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \\ a_3 \end{bmatrix} \quad (\text{III.4})$$

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 égal 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 :

$$\left\{ \begin{array}{l} X'Y = X'X_a \\ X'Y = nIa \\ a = \frac{1}{n} X'Y \end{array} \right\} \quad (\text{III.5})$$

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

$$a_1 = \frac{1}{n} (\pm y_1 \pm y_2 \pm y_3 \pm \dots \pm y_n) \quad (\text{III.6})$$

III.2.2. Construction des plans factoriels complets

Une manière simple de construire les plans factoriels complets est d'étendre celle que nous avons trouvée pour les plans "2²". La colonne de signes du facteur 1 est :

- + - + - + - +

C'est-à-dire, une suite de signes - et + alternés en commençant par un signe -. La colonne de signes du facteur 2 est constituée de deux signes -, suivis de deux signes +, ... etc.

- - + + - - + +

Pour le facteur 3, la série de signes est constituée de quatre signes - suivis de quatre signes +, ...etc. Les facteurs suivants, s'il y en a, ont 8, 16, 32, ..., signes -, suivis de 8, 16, 32, ..., signes +... etc. Pour chaque facteur, il y a autant de signes - que de signes +.

Si les signes - et + de chaque facteur sont disposés comme indiqué, l'ordre des expériences ainsi écrites est couramment appelé ordre standard ou ordre de Yates. La réalisation des expériences ne doit pas suivre cet ordre ; il est nécessaire de procéder à une randomisation des essais lors de l'expérimentation.

III.2.3. Les avantages et les inconvénients

Les avantages des plans factoriels complets sont nombreux et nous en citerons que les principaux :

- Les plans factoriels complets sont faciles à construire.
- Comme chaque facteur ne prend que deux niveaux, les essais sont faciles à contrôler et les risques d'erreur sont minimisés.
- Le calcul des effets et des interactions est très simple et ne demande pas d'outils informatiques évolués.
- L'interprétation des résultats est à la portée de tout expérimentateur et ne demande pas de connaissances approfondies en statistiques.
- La modélisation mathématique est immédiate.
- Les résultats obtenus avec un premier plan peuvent être utilisés en partie ou en totalité soit, pour explorer une autre zone du domaine expérimental, soit pour établir un modèle mathématique de degré plus élevé.
- Un inconvénient majeur de ces plans factoriels complets est que le nombre d'expériences croît rapidement et cela peut être très coûteux pour l'expérimentateur ou impossible à réaliser.

(Pour plus de détails voir 7, 8, 9).

III.3. Logiciels des plans d'expérience

Les logiciels de plan d'expériences [4,5] 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 [6], 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'isoréponses, 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 ces 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 appropriée.

III.4. Résultats du déclin de potentiel en surface sur des films de polypropylène "PP"

Les mesures de déclin de potentiel de surface sont réalisées sur des films de polypropylène "PP" d'une épaisseur 0.08mm, chargé par une décharge couronne générée par une duale électrode pendant 10 s, toutes les mesures de DPS ont été réalisées à l'air ambiant (l'humidité relative : 56 à 62 % et la température $T=20$ à 22 °C).

III.4.1. L'influence de la tension de dépôt

La figure III.6, présente les courbes de déclin de potentiel de surface des échantillons de polypropylène "PP" chargé par une décharge couronne négative pour des niveaux différents de tension de dépôt (tensions de grille).

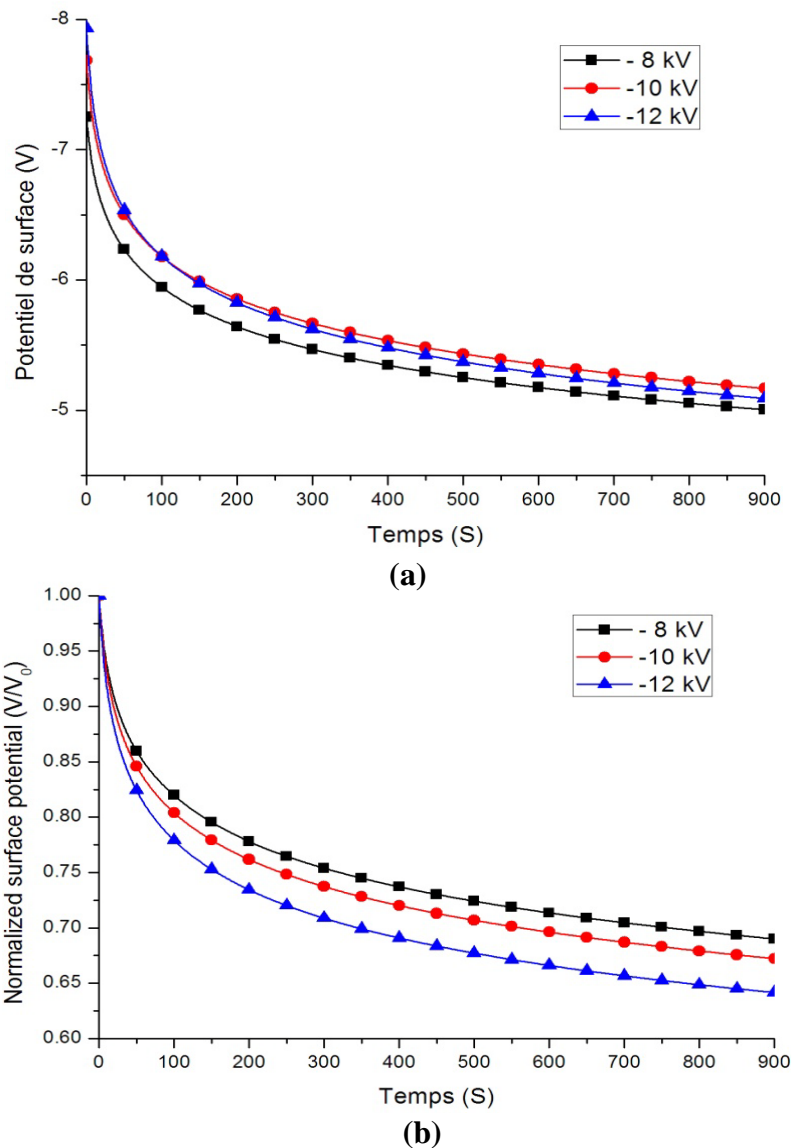


Figure III.6: Courbes de déclin de potentiel de surface (a) : en fonction de la tension initiale, (b) : normalisé par rapport au V_0 (courant de grille $I=-80$ μ A, longueur d'échantillon $L = 110$ mm) [15].

Nous avons noté sur la figure III.6.a, que le déclin du potentiel de surface dépend de la quantité de la charge déposée. Plusieurs phénomènes peuvent agir sur l'évolution de la charge déposée par décharge couronne, leur distinction est parfois complexe à cause de la morphologie du matériau et de la teneur en impuretés. Par ailleurs, pour voir l'influence du potentiel déposé sur la surface de l'échantillon, nous avons représenté des courbes normalisées par rapport au potentiel initial V_0 (figure III.6.b).

Les résultats nous montrent qu'au fur et à mesure qu'on augmente la tension, le déclin s'accroît davantage. Ce qui conduit au phénomène de « Cross-over ». Le croisement des courbes du DPS, montre qu'au bout du temps de mesure, la déclinaison de l'échantillon le plus chargé est plus grande que celle du moins chargé [11].

L'apparition du « Cross-over » est généralement significative d'une injection de charges dans le volume du matériau. La charge injectée dépend du niveau de chargement. Une fois les charges injectées, elles peuvent dériver vers l'autre face de l'électrode sous l'influence de leur propre champ.

III.4.2. L'influence du courant de dépôt

La figure III.7, présente les courbes de déclin de potentiel de surface sur des échantillons de polypropylène chargé par une même tension négative $V_0 = -8$ kV, pour deux niveaux différents de courant de dépôt.

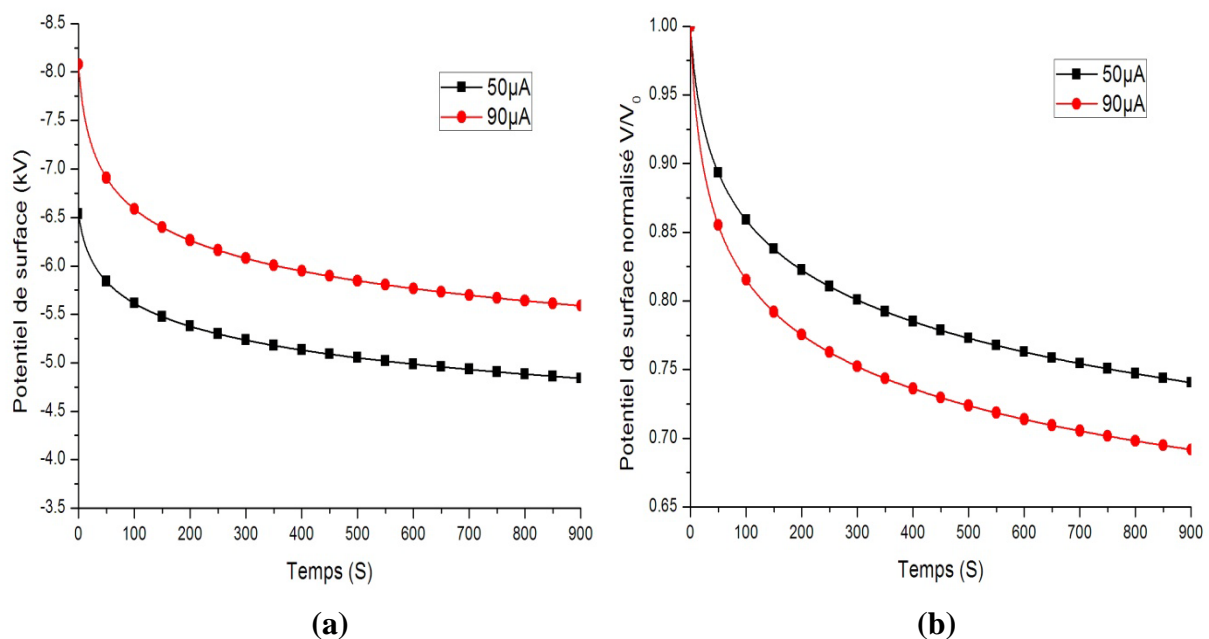


Figure III.7: Déclin de potentiel de surface (a) : en fonction du courant initial, (b) : normalisé par rapport au V_0 .

On observe que l'intensité du courant de dépôt a une influence significative. Il apparaît clairement que la déclination de l'échantillon chargé à $-90 \mu\text{A}$ est plus importante que celle de $-50 \mu\text{A}$ [10]. Cela conduit à montrer 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.

III.4.3. L'influence de la polarité

La figure III.8, présente des résultats de la mesure brute de DPS et de potentiel de surface normalisé par rapport au potentiel initial V_0 ($V_0 = -8 \text{ kV}$) en double polarité (polarité positive et négative). On remarque une symétrie presque parfaite. On retrouve pratiquement le même résultat sur les courbes des deux polarités normalisé par rapport au potentiel V/V_0 . Ces résultats supposent le même mécanisme physique qui gouverne l'évolution des porteurs de charges. Par rapport à la nature des charges déposées, nous pouvons prédire une polarisation du matériau par la charge déposée (déplacement de dipôles) [10].

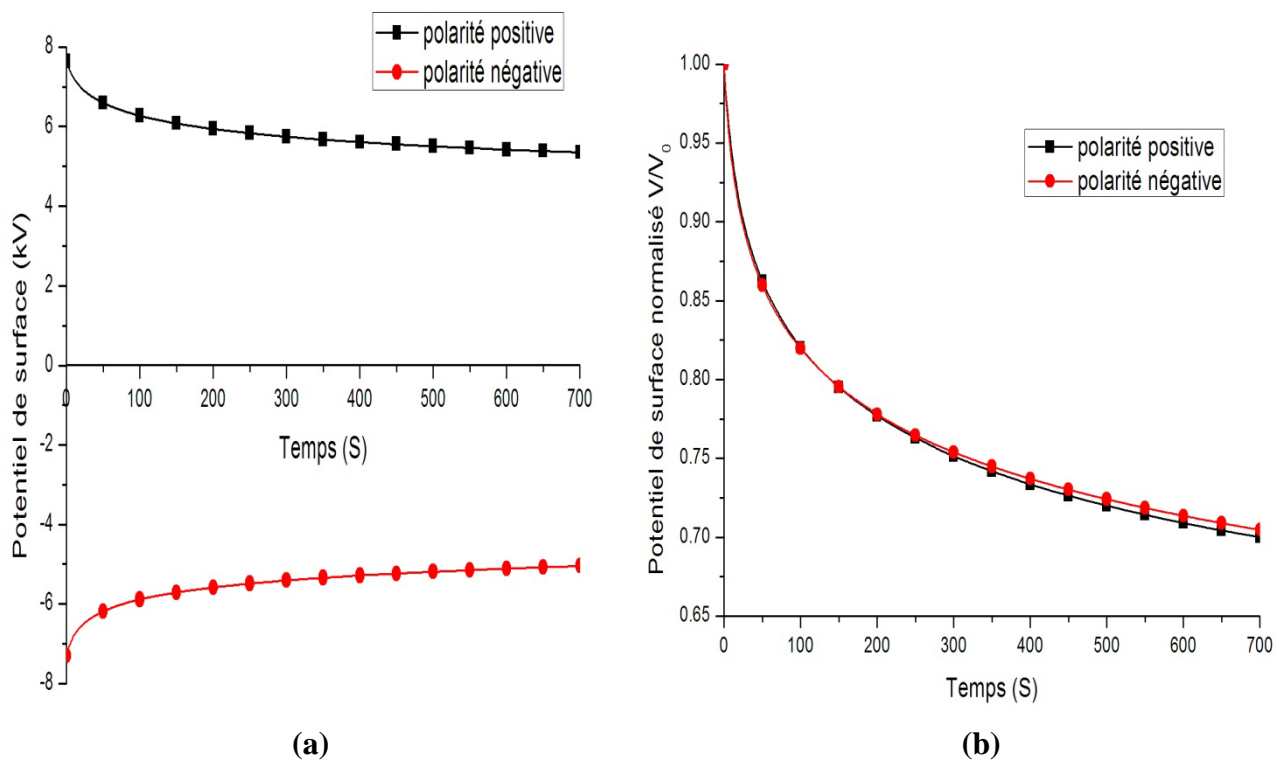


Figure III.8: (a) : Déclin de potentiel de surface en double polarité,
(b) : normalisé par rapport au V_0 .

III.5. Modélisation du taux de déclin de potentiel de surface de polypropylène "PP" 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 interactions. 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 [12-14].

III.5.1. Grandeur d'intérêt et facteurs

L'objectif de ce travail est de caractériser le comportement de décharge des films isolants 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 .

$$D_t = (V_{t0} - V_t) / V_{t0} \times 100(\%) \quad (\text{III.7})$$

V_t est le potentiel mesuré à l'instant t , pour ce travail deux valeurs de temps ont été choisies $t=300$ s et $t=900$ s, V_{t0} est le potentiel initial mesuré à l'instant $t = 0$ s pour D_{300} s et à l'instant $t = 300$ s pour D_{900} 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 d'un film de PP [15] :

- Potentiel de grille : $V_{0(\text{min})} = -8$ kV ; $V_{0(\text{max})} = -12$ kV.
- Courant de grille : $I_{(\text{min})} = -50$ μ A ; $I_{(\text{max})} = -90$ μ A.
- La longueur de l'échantillon : $L_{(\text{min})} = 70$ mm ; $L_{(\text{max})} = 150$ mm.

III.5.2. Modèle mathématique

Le modèle linéaire de la réponse du système est un polynôme du premier degré (III.8), ou la réponse de ce processus est exprimée en fonction de e facteurs u_i ($i=1, \dots, e$).

$$y = f(u_i) = c_0 + \sum c_i u_i + \sum c_{i,j} u_i u_j + \dots \quad (\text{III.8})$$

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

$$x_i = (u_i - u_{ic}) / \Delta u_i = u_i^* \quad (\text{III.9})$$

Où

$$u_{ic} = \frac{u_{i\max} + u_{i\min}}{2}; \Delta u_i = \frac{u_{i\max} - u_{i\min}}{2} \quad (\text{III.10})$$

Ainsi, 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 :

$$y = f(x_i) = a_0 + \sum a_i x_i + \sum a_{i,j} x_i x_j \quad (\text{III.11})$$

Et pour les trois facteurs choisis pour cette étude $x_1=V_0$, $x_2=I$, $x_3=L$ on obtient le modèle linéaire suivant :

$$y = a_0 + a_1 V_0 + a_2 I + a_3 L + a_{1,2} V_0 I + a_{1,3} V_0 L + a_{2,3} I L \quad (\text{III.12})$$

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

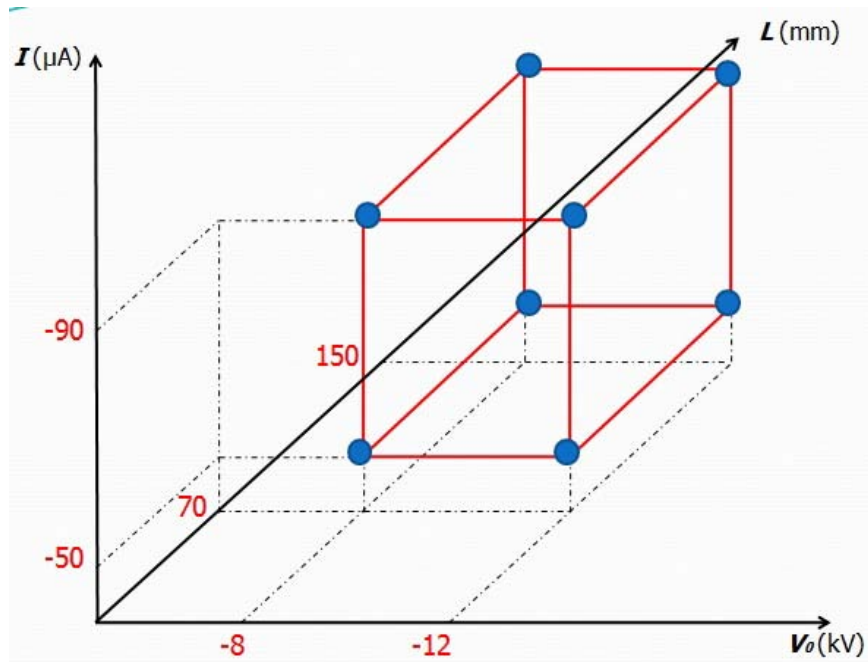


Figure III.10 : Diagramme d'un plan factoriel complet des essais réalisés [15].

III.5.3. Résultats de l'étude

Les 11 essais du plan factoriel complet sont reportés dans le tableau.III.1. Ils ont été effectués sur des échantillons de PP. Les modèles linéaires : D_{300s} et D_{900s} proposés par le logiciel MODDE 8.0 sont :

$$D_{300s} = 25,827 + 3,186 V_0 + 2,582 I - 0,301 L - 0,29 V_0 I - 0,309 V_0 L + 0,39 IL \quad (\text{III.13})$$

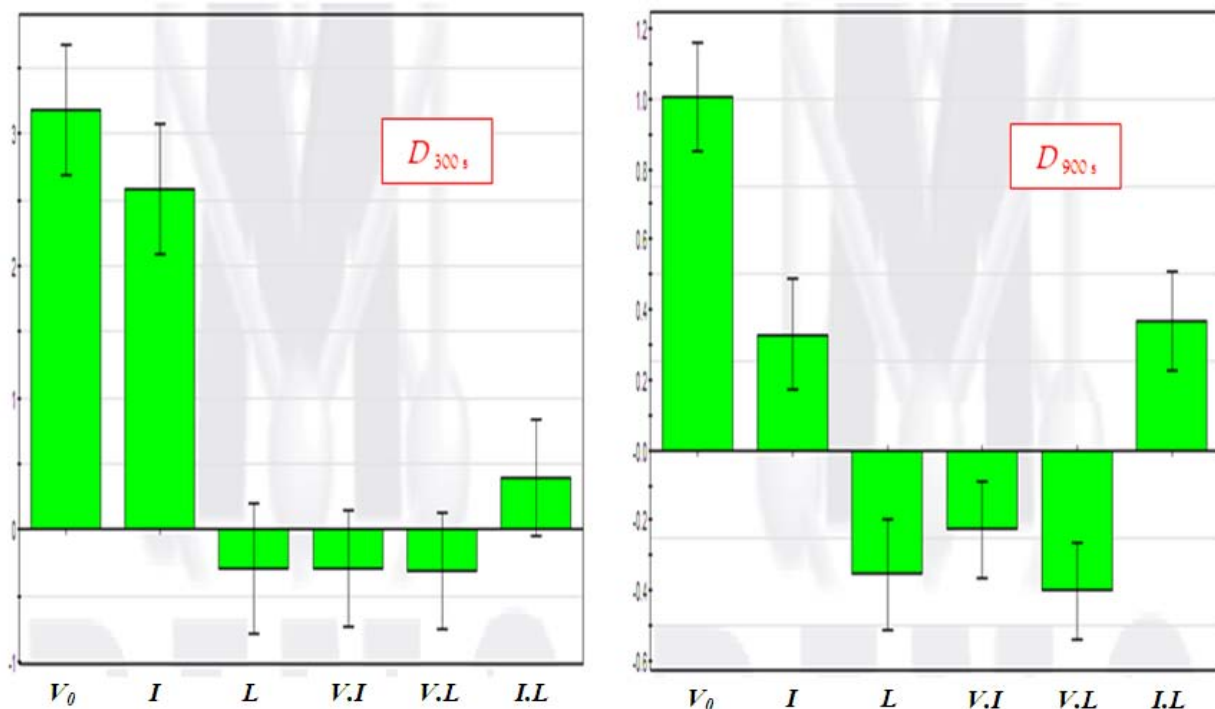
$$D_{900s} = 8,967 + 1,004 V_0 + 0,328 I - 0,353 L - 0,226 V_0 I - 0,401 V_0 L + 0,366 IL \quad (\text{III.14})$$

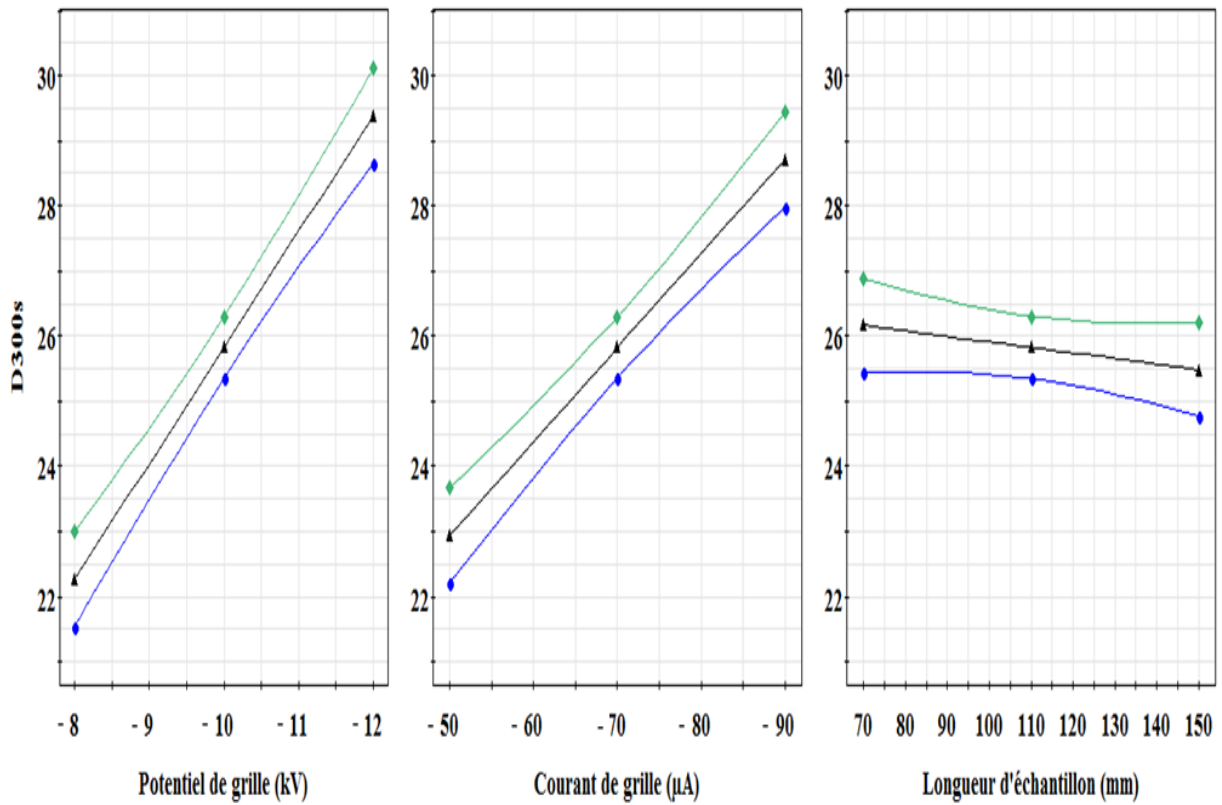
La qualité descriptive et prédictive de ces deux modèles est exprimée respectivement par les coefficients statistiques R^2 et Q^2 , le coefficient R^2 des modèles D_{300s} et D_{900s} est égale 0,993, 0,992 ce qui signifie que les polynômes (III.13) et (III.14) décrivent bien le taux de déclin de potentiel de surface. Le coefficient de la qualité prédictive Q^2 des deux modèles est aussi élevé : 0,809 et 0,814 respectivement.

L'analyse des données réalisée par MODDE 8.0 a montré que toutes les interactions entre les facteurs sont statistiquement non significatives pour le court terme D_{300s} (l'intervalle de confiance traverse le zéro), mais à long terme D_{900s} toutes les interactions sont significatives (l'intervalle de confiance ne traverse pas le zéro) figure III.11.

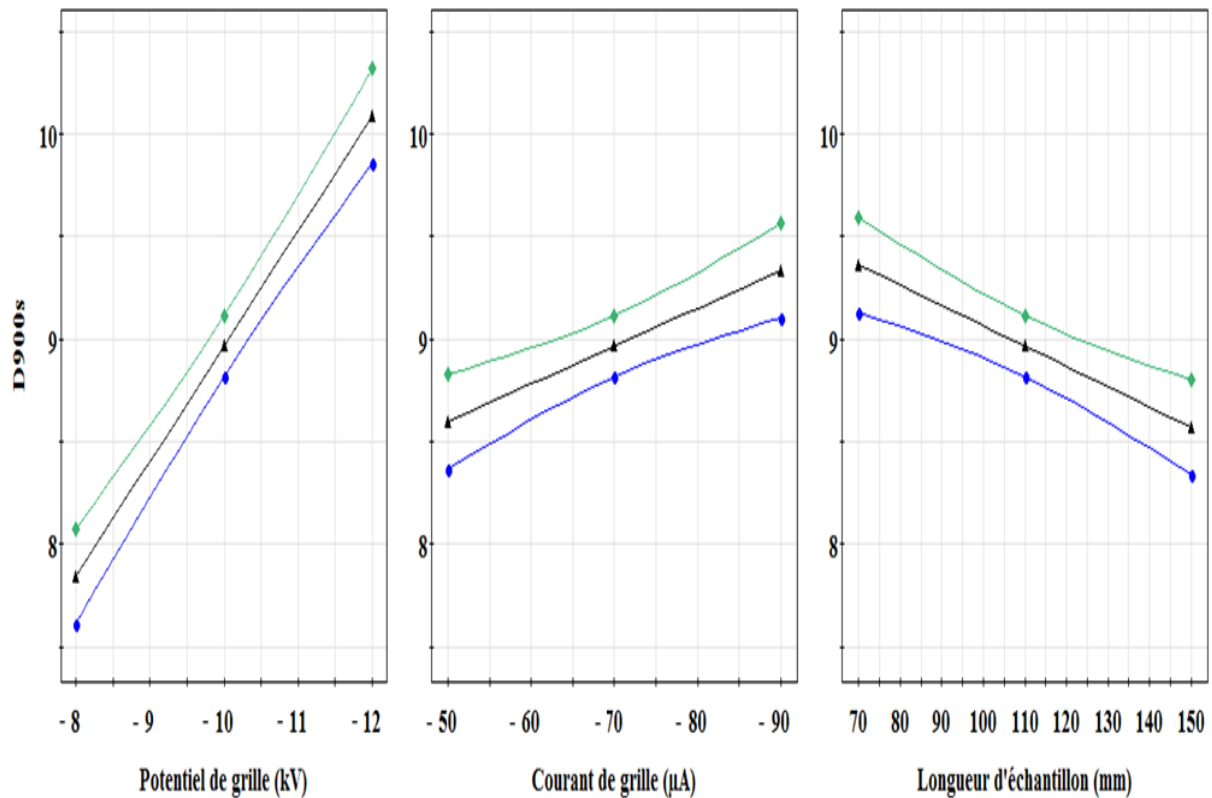
Tableau.III.1: Résultats des expériences du plan factoriel complet.

N ₀	Facteurs			Réponses	
	Potentiel de grille V_0 (kV)	Courant de grille I (μ A)	Longueur d'échantillon L (mm)	D_{300s} (%)	D_{900s} (%)
1	-8	-50	70	19.8	7.51
2	-12	-50	70	27.9	11.46
3	-8	-90	70	24.8	8.03
4	-12	-90	70	32.5	10.58
5	-8	-50	150	18.4	6.94
6	-12	-50	150	26	8.62
7	-8	-90	150	26.4	9.03
8	-12	-90	150	31.5	9.83
9	-10	-70	110	25.1	8.72
10	-10	-70	110	26.1	9.04
11	-10	-70	110	25.6	8.82

**Figure III.11 :** Coefficients des modèles polynomiaux quadratiques à court et à long terme calculés par le MODDE 8.0.



(a)



(b)

Figure III.12 : Relevés graphiques des taux prédits du déclin de potentiel en surface à court terme D_{300s} (a) et à long terme D_{900s} (b) en fonction de : potentiel initial V_0 (polarité négatives), l'intensité de courant I et la longueur de l'échantillon L . les calculs ont été effectués avec le logiciel MODDE 8.0, pour un niveau de confiance de 0,95.

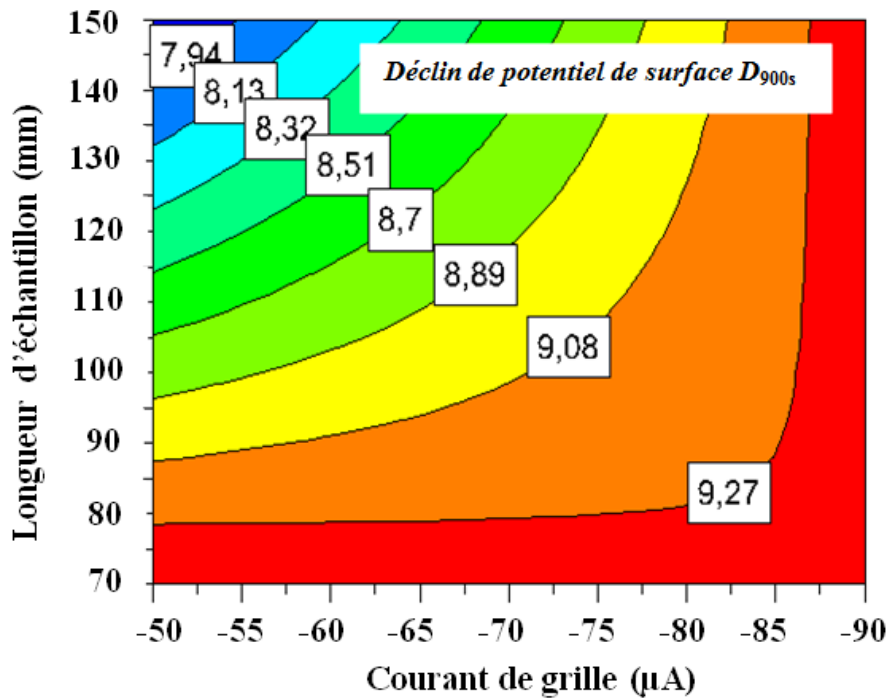


Figure III.13 : Iso-contours des taux prédicts du déclin de potentiel de surface à long terme D_{900s} , en fonction de la longueur de l'échantillon et le courant de grille.

Le déclin de potentiel de surface (DPS) aux premiers moments D_{300s} (0-300 s) dépend fortement de la tension initiale et de l'intensité de courant, par contre l'effet de la taille de l'échantillon est presque négligeable (figure III.12). À long terme D_{900s} (300-900 s), il semble que l'effet des deux facteurs que ce soit la tension initiale ou l'intensité de courant sur le DPS devient moins important que celle à court terme D_{300s} , mais l'effet de la taille devient de plus en plus important (figure III.13). Il est également important de signaler que le déclin de potentiel de surface enregistré est plus significatif particulièrement dans les premiers instants de mesure ($\sim 300s$). Le mécanisme physique qui gouverne l'évolution de la charge aux premiers instants du déclin est influencé par la tension initiale V_0 .

Pour les mesures de longue durée $> 300s$, on observe une évolution moins rapide du DPS et un effet moins important de la tension de dépôt V_0 . On retient donc que l'évolution du DPS pour les temps courts est différente que pour les temps longs. Ce résultat peut confirmer l'hypothèse d'un effet plus important de certains facteurs (potentiel de grille ; courant de grille) sur la première phase du DPS. Pour les temps longs, on observe un potentiel à déclin très lent voir quasi-stationnaire, il est possible que les charges n'aient pas assez d'énergie pour être injectées dans le volume du matériau [16]. Les états profonds de la surface piègent durablement une partie de la charge déposée [17]. Pour les temps longs, l'effet de la dimension L de l'échantillon devient de plus en plus important.

Conclusion

La méthode des plans d'expériences est un outil très efficace dans l'analyse des facteurs qui influent sur le DPS et une source d'information qui nous permet de comprendre les propriétés diélectriques des isolants. D'après cette étude nous pouvons conclure que :

L'influence des facteurs électriques (le potentiel de grille et le courant de grille) sur l'évolution du potentiel de surface aux premiers moments est très significative.

L'influence du facteur physique (la longueur d'échantillon) sur le DPS est plus importante à longue durée qu'au début du processus.

Références bibliographiques du chapitre III

- [1] E. P. Box, W. G. Hunter, J. S. Hunter, " Statistics for Experimenters," 2^e edition, *John Wiley and Sons. New-York*, 2005.
- [2] M. Remadnia, " Déclin de potentiel sur la surface de matériaux granulaires isolants, " *Thèse de Doctorat, Université de Guelma*, 2012.
- [3] J. Goupy, " Les plans d'expériences", *Revue Modulad*, no. 34, pp. 74-116, 2006.
- [4] J. Goupy, " Plans d'expériences, " *Techniques de l'ingénieur. Traité Analyse Chimique et Caractérisation*, P230, pp. 1-20, 1992.
- [5] J. Goupy, " Pratiquer les plans d'expériences, " *Dunod. Paris*, 2005.
- [6] A. Morineau, Y. M. Chatelin, " L'analyse statistique des données. Apprendre, comprendre et réaliser avec Excel, " *Ellipses*, 2005.
- [7] J. Goupy, " Plans d'expériences pour surfaces de réponse, " 3^e édition, *Dunod. Paris*, 1999.
- [8] E.P. Box, N. R. Draper, " Empirical model-building and response surfaces, " *Ed. John Wiley and Sons*, 1987.
- [9] K. Medles, " Méthodologie des plans d'expériences, " *Note de cours, Université de sidi belabes*, 2006.
- [10] **K. Rouagdia**, L. Herous, M. Nemamcha, " L'influence des facteurs électriques et physiques sur le déclin de potentiel de surface d'un film de polypropylène (PP), " *Séminaire National d'Electromécanique, Annaba, Algeria*. 2014.
- [11] P. Llovera, " Etude des mécanismes d'injection de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin et retour de potentiel. Nouveau outils d'analyse, " *Thèse de doctorat, Université de Paris*, 2002.
- [12] N.L. Frigon, D. Mathews, " Practical Guide to Experimental Design, " *Wiley, New York*, 1996.
- [13] D. C. Montgomery, " Design and analysis of experiments, " 6th edition. *New York : Wiley*, 2004.
- [14] C.R. Hicks, Jr. K.V. Turner, " Fundamental Concepts in the Design of Experiments, " *Oxford University Press, Oxford*, 1999.
- [15] **K. Rouagdia**, L. Herous, M. Nemamcha, L. Dascalescu, A. Fatihou, B. Tabti, " Experimental modeling of the electric potential decay at the surface of polypropylene films (PP), " *Journal of Electrostatics*, vol.76, pp. 262-267, 2015.

- [16] H.V. Segger, " Detection of surface and bulk traps, " *J. Appl. Phys.* vol.52, pp. 4086-4089, 1981.
- [17] D. M. Taylor, " Electron-beam charging of polyethylene terephthalate films, " *J. Phys. D : Appl. Phys*, vol. 9, pp. 2269-2279, 1976.

CHAPITRE IV

Caractérisation des films isolants par mesure de déclin de potentiel en surface

La plupart des liquides sont des isolants (si on excepte le cas particulier des métaux liquides). Pourtant, il existe en permanence, dans tous les liquides, deux types de porteurs de charges : les porteurs de charges libres et les dipôles. Les dipôles sont des molécules ou des atomes globalement neutres qui se polarisent en présence d'un champ électrique. Comme les liquides sont des isolants, la quantité d'électrons libres qu'ils contiennent est négligeable et les porteurs libres sont des ions.

L'objectif de cette étude est d'évaluer l'effet de l'électrode humide sur l'évolution du potentiel de surface. Le principe consiste à charger par la décharge couronne des échantillons posés sur un tissu trempé à l'eau de mer et à l'eau de pluie sous forme une électrode plane (figure IV.1, a) relier à la terre.

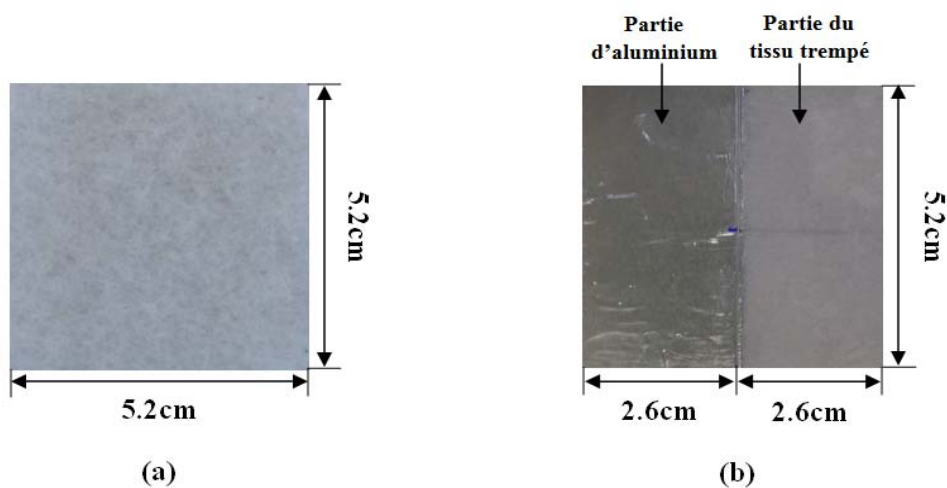


Figure IV.1: Photographie de l'électrode : (a) électrode humide (en tissu trempé) (b) électrode composée (demi électrode en aluminium et l'autre demi électrode en tissu trempé).

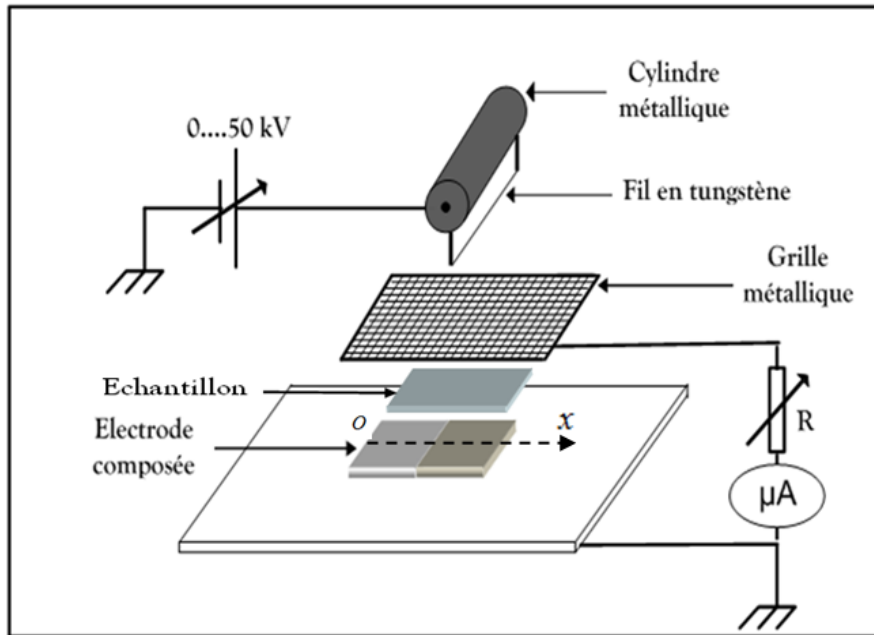


Figure IV.2: Position du chargement.

N.B: Cette étude a été réalisée sur deux matériaux différents, c'est une étude démonstrative d'autant plus qu'une étude comparative, en raison de l'indisponibilité des films qui possèdent les mêmes caractéristiques physiques (notamment l'épaisseur).

IV.1. L'effet de l'électrode humide sur le polyéthylène téréphtalate "PET"

Toutes les expériences ont été réalisées à l'air ambiant (humidité relative : 42 à 48 % et température $T=25$ à 29 °C) sur des échantillons de PET 5x5 cm et d'une épaisseur de 1 mm.

IV.1.1. L'influence de la tension de dépôt

La figure IV.3, présente les courbes de déclin de potentiel de surface des échantillons de polyéthylène téréphtalate "PET" chargé par une décharge couronne négative, pour des niveaux différents de tension de dépôt (tensions de grille).

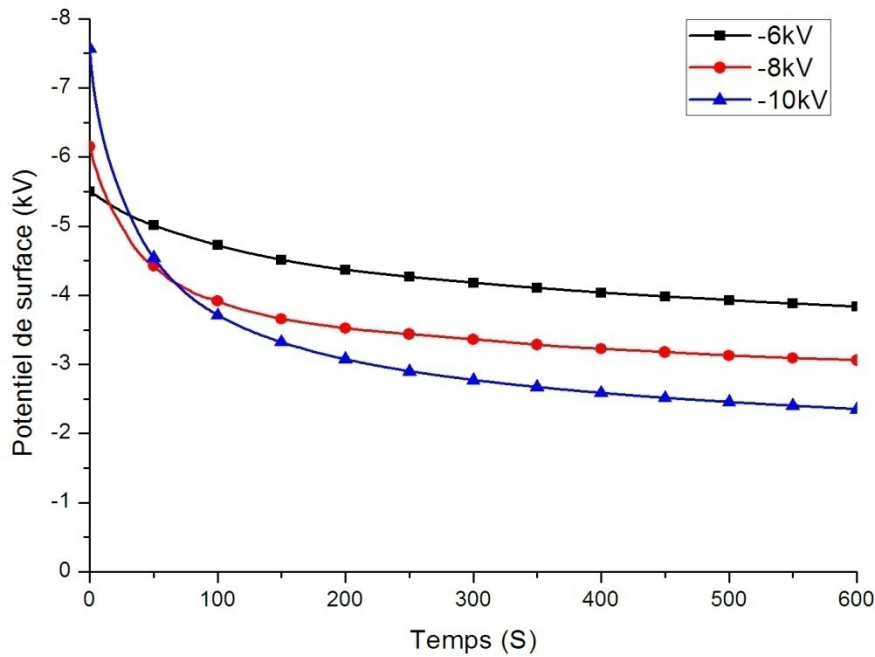


Figure IV.3: Courbes de déclin de potentiel en surface de PET en fonction du potentiel initial V_0 , $I_g = -30 \mu A$, à $T = 27 \pm 2 \text{ } ^\circ C$ et $RH = 45 \pm 3 \%$, [1].

On remarque que le déclin de potentiel de surface reste modéré à tension de dépôt – 6 kV. Ce déclin s'accroît et devient de plus en plus important au fur et à mesure que la tension augmente. Un croisement des courbes communément appelé « Cross-over » est visible dès le début du déclin. Ce comportement est représentatif d'un mode d'injection partielle de charges dans le volume du matériau [2].

IV.1.2. La distribution spatiale de potentiel de surface

IV.1.2.1. L'électrode sèche

Les mesures des profils du potentiel de surface permettent d'avoir plus d'informations sur la conduction de surface. On mesure l'évolution du potentiel de surface au long d'axe centrale "ox" d'échantillon de polyéthylène téréphtalate "PET" à différents temps de mesure après la fin du chargement, le balayage des échantillons assuré par un système qui se déplace d'une vitesse de 150 mm/min.

Les résultats obtenus sont représentés par la figure IV.4.

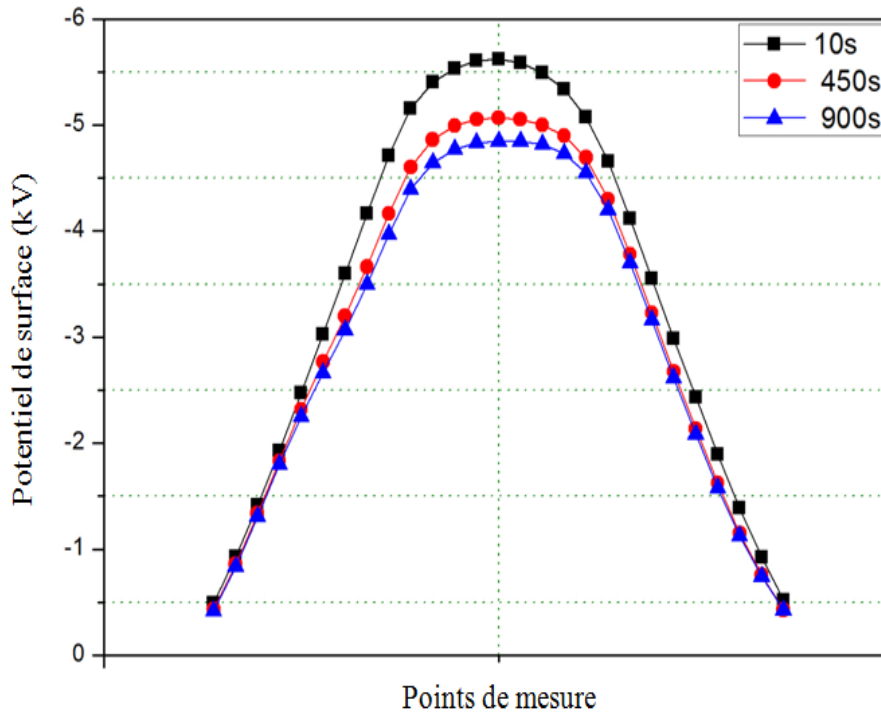


Figure IV.4: Distribution spatiale du potentiel sur la surface de PET.

$V_g = -6\text{kV}$, $I_g = -30\mu\text{A}$, à $T = 27 \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ et $RH = 45 \pm 3\%$, [1].

On observe que les charges initialement déposées sont concentrées dans la zone centrale de l'échantillon (zone de chargement), la valeur de potentiel de surface de cette zone atteint - 5.6 kV, ce potentiel décline après certaine durée notamment 450 s (figure IV.4).

À l'extérieur de la zone de chargement, le potentiel de surface reste pratiquement invariable, ce qui montre que la diminution du potentiel de surface à l'intérieur de la zone chargée n'est pas compensée par une augmentation du potentiel en dehors de la zone chargée.

Cette observation peut être considérée comme une évidence que les charges implantées sur la surface du PET ne s'étaient pas (l'étalement des charges sur une surface devrait être accompagné par une augmentation du potentiel de surface en dehors de la zone de dépôt).

L'absence d'un étalement surfacique des charges déposées sur la surface du film suggère que le mécanisme de transport de charges à l'intérieur du volume joue un rôle important dans l'évolution du déclin de potentiel observé au centre de la zone de dépôt et la conduction surfacique basée sur l'écoulement par diffusion de charges déposées sur la surface de l'échantillon ne contribue pas à l'évolution du déclin de potentiel de surface (figure IV.5).

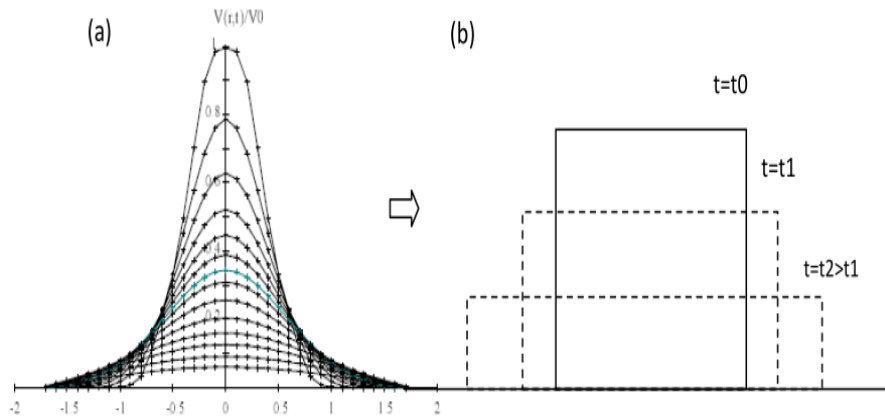


Figure IV.5: Effet de la conduction surfacique sur la distribution des charges : (a) évolution de la distribution du potentiel calculée par [3] et (b) représentation simplifiée du déplacement des charges suite à la conduction surfacique.

IV.1.2.2. L'électrode humide

Pour montrer l'influence de la présence de l'eau sur l'évolution de potentiel de surface, on a chargé des échantillons de PET posés sur un tissu trempé à l'eau de pluie et à l'eau de mer (la quantité d'eau versée est : 1.6 à 1.8 ml) sous forme une électrode plane (figure IV.1.a), les profils de potentiel obtenus sont représentés par la figure IV.6, a et b.

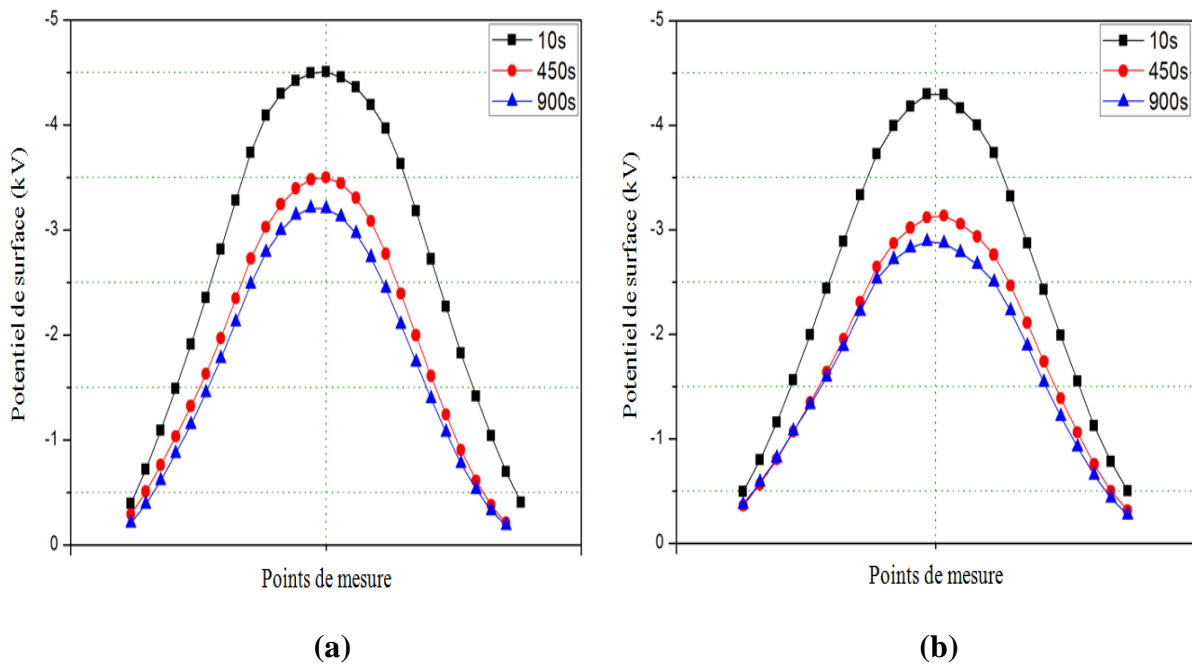


Figure IV.6: Distribution du potentiel sur la surface de PET posé sur un tissu trempé à: (a) l'eau de pluie, (b) l'eau de mer. $V_g = -6kV$, $I_g = -30\mu A$, à $T = 27 \pm 2$ °C et $RH = 45 \pm 3$ %.

Dans les liquides, la quantité d'électrons libres qu'ils contiennent est négligeable et les porteurs libres sont des ions. Les ions peuvent être nombreux (cas de l'eau de mer) ou rares (cas de l'eau de pluie). Cependant, quel que soit le nombre de ces porteurs de charge, les liquides sont naturellement neutres, ce qui signifie qu'ils contiennent autant de charges des deux signes [4].

Il existe différents procédés physico-chimiques qui peuvent être à l'origine de la création de porteurs de charge, parmi ces procédés on trouve le principe de dissociation/recombinaison sous l'effet de rayons ionisants ou en présence d'impuretés ou encore à cause d'une autodissociation du liquide lui-même, certaines molécules neutres se dissocient de façon uniforme dans tout le volume du liquide en produisant des ions positif et négatif.

Lorsque le champ électrique est faible [5] la réaction de dissociation recombinaison atteint un niveau d'équilibre, si le champ électrique est intense, dans ce cas, l'effet de champ renforce la dissociation des molécules, qui maintient en permanence la présence de n^+ ions positifs et n^- ions négatifs par unité de volume.

La figure IV.6 (a et b) montre l'effet majeur de l'électrode trempée sur l'évolution de potentiel, on voit clairement que la vitesse de déclination est très importante aux premiers moments (450s), après cette durée le potentiel se maintient pratiquement constant, ce résultat inspire que la présence de l'eau (l'eau de pluie ou l'eau de mer) à la face arrière de l'échantillon assiste l'injection des charges dans ce côté, donc le mécanisme d'injection bipolaire [6] domine le déclin de potentiel de surface.

IV.1.2.3. Etude comparative entre l'électrode sèche et l'électrode humide

Pour montrer l'influence de la nature de l'électrode en temps réel, on a posé les échantillons de PET sur une électrode composée (figure IV.1.b) préalablement chargée par une décharge couronne (négative et positive), les résultats obtenus sont représentés par les figures IV.7 et IV.8.

D'après les figures IV.7 et IV.8, on observe que la différence est très claire, il y a une asymétrie des profils (dans les deux polarités) notamment après certaine durée (450 s), on voit clairement que le déclin de potentiel dans la partie posée sur le tissu trempé (à droite) est très significatif que celle posée sur l'électrode d'aluminium. Cette observation est très importante et confirme que la nature de l'électrode joue un rôle très significatif sur l'évolution de potentiel de surface [1].

➤ Polarité négative

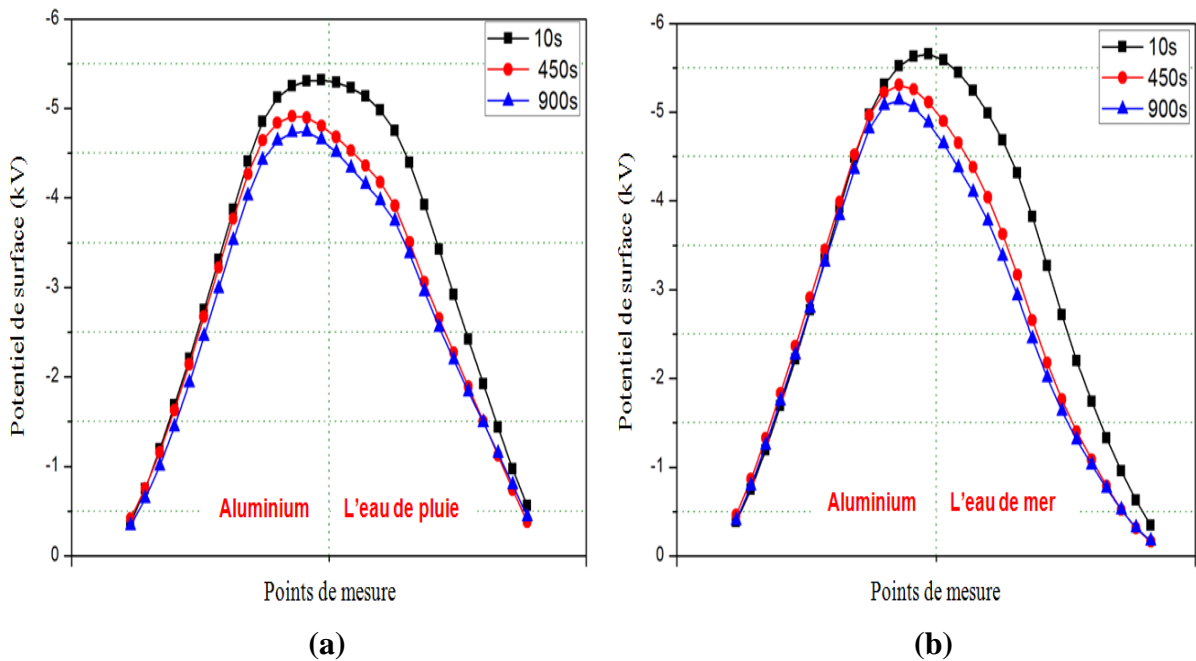


Figure IV.7: Distribution du potentiel négatif sur la surface de PET posé sur une électrode composée : à gauche en aluminium et à droite en : (a) eau de pluie, (b) eau de mer.

$V_g = -6kV$, $I_g = -30\mu A$, à $T = 27 \pm 2$ °C et $RH = 45 \pm 3$ %.

➤ Polarité positive

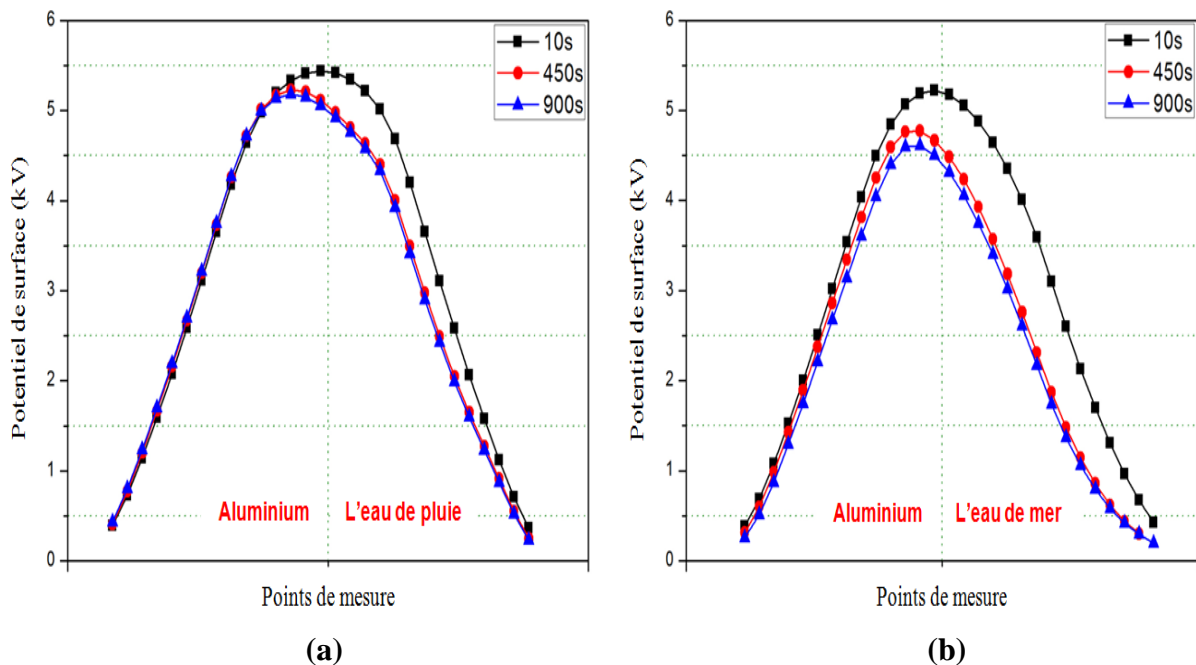


Figure IV.8: Distribution du potentiel positif sur la surface de PET posé sur une électrode composée : à gauche en aluminium et à droite en : (a) eau de pluie, (b) eau de mer.

$V_g = 6kV$, $I_g = 30\mu A$, à $T = 27 \pm 2$ °C et $RH = 45 \pm 3$ %.

IV.2. L'effet de l'électrode humide sur le polypropylène "PP"

Toutes les expériences ont été réalisées à l'air ambiant (humidité relative : 42 à 48 % et température $T=25$ à 29 °C) sur des échantillons de PP 5x5 cm et d'une épaisseur de 0.02 mm.

IV.2.1. L'influence de la tension de dépôt

La figure IV.9, représente les courbes de déclin de potentiel de surface des échantillons de polypropylène "PP" chargé par une décharge couronne négative, pour des niveaux différents de tension de dépôt (tensions de grille).

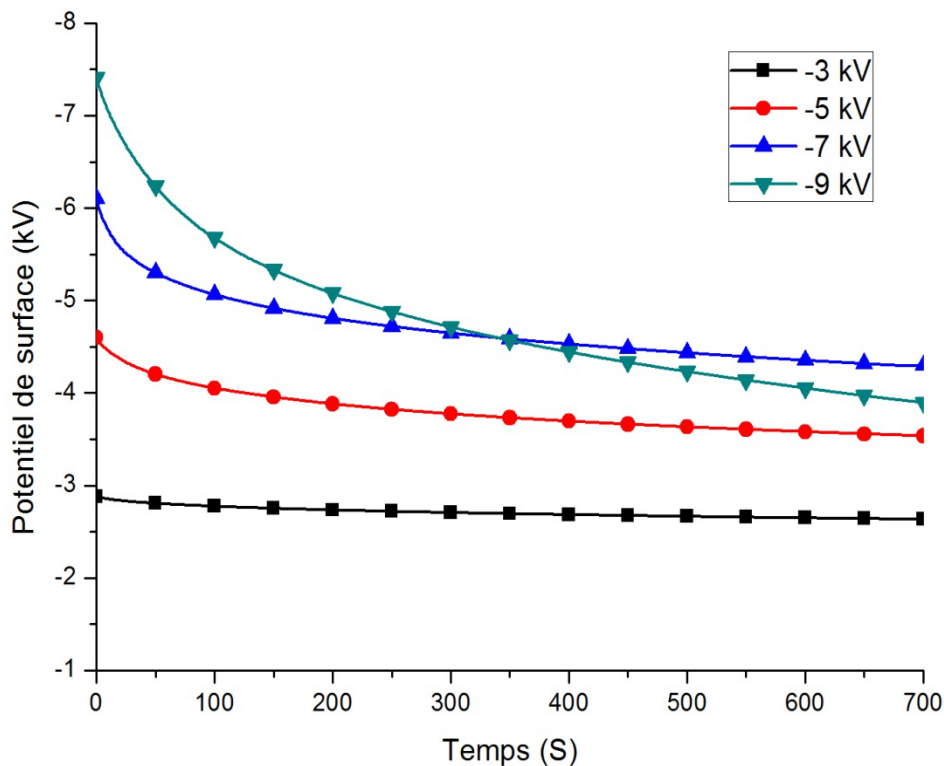


Figure IV.9: : Courbes de déclin de potentiel en surface de PP en fonction du potentiel initial V_0 , $I_g=-30\mu A$, à $T=27 \pm 2$ °C et $RH=45 \pm 3$ %, [7].

La figure IV.9, montre le phénomène de « Cross-over ». On observe nettement le croisement des courbes particulièrement aux premiers instants de déclin, la déclinaison des échantillons chargé à -9 kV est plus importante que celle de -7 kV. 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 déclinaison [2].

IV.2.2. La distribution spatiale de potentiel de surface

IV.2.2.1. L'électrode sèche

Les mesures des profils du potentiel de surface, se font au long d'axe centrale "ox" d'échantillon de polypropylène "PP" à différents temps de mesure après la fin du chargement.

Le balayage des échantillons assuré par un système qui se déplace à une vitesse de 150 mm/min. Les résultats obtenus sont représentés par la figure IV.10.

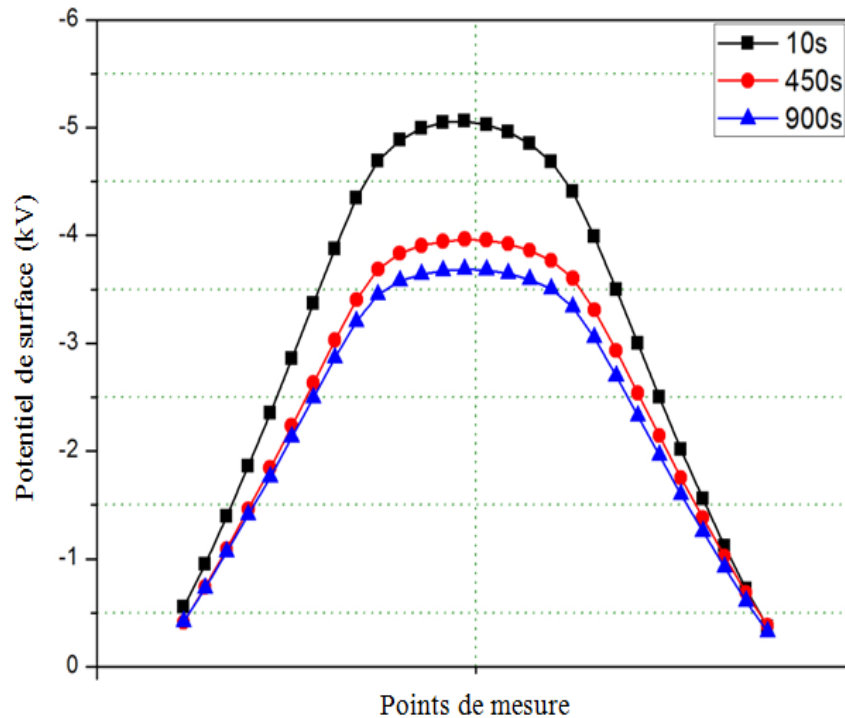


Figure IV.10: *Distribution spatiale du potentiel sur la surface de PP.*

$V_g = -6\text{kV}$, $I_g = -30\mu\text{A}$, à $T = 27 \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ et $RH = 45 \pm 3\%$, [7].

La figure IV.10, nous montre que le déclin de potentiel de surface au niveau de la zone de dépôt devient de plus en plus important au cours du temps (notamment après 450s), mais en dehors de la zone de dépôt, le potentiel de surface reste pratiquement invariable, ce qui montre que la diminution du potentiel de surface au niveau de la zone chargée n'est pas compensée par une augmentation du potentiel en dehors (dans les extrémités d'échantillon), cette observation est très importante et nous confirme que la conduction de surface ne contribue pas au déclin de potentiel de surface.

IV.2.2.2. L'électrode humide

Les profils représentés par la figure IV.11, montrent l'influence de la présence de l'eau sur l'évolution de potentiel de surface du PP posé sur un tissu trempé à l'eau de pluie et à l'eau de mer sous forme une électrode plane (figure IV.1.a).

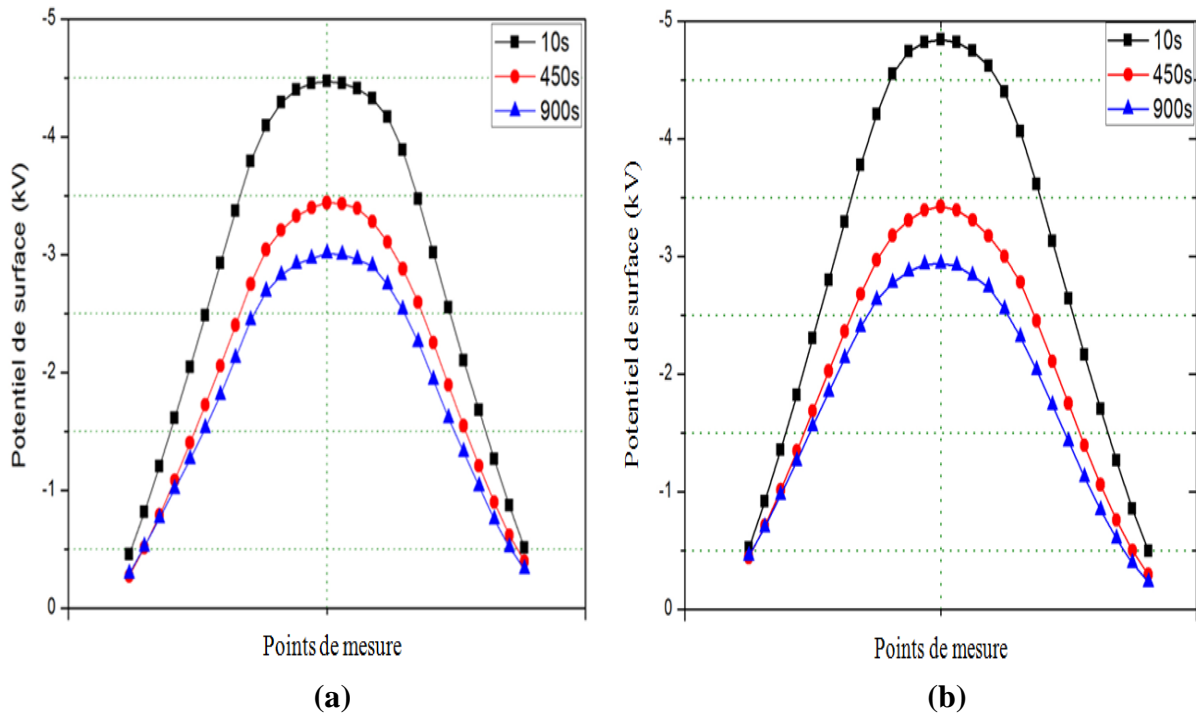


Figure IV.11: Distribution du potentiel sur la surface de PP posé sur un tissu trempé à: (a) l'eau de pluie, (b) l'eau de mer. $V_g = -6kV$, $I_g = -30\mu A$, à $T = 27 \pm 2^\circ C$ et $RH = 45 \pm 3\%$.

On voit clairement l'influence de la présence de l'eau sur l'évolution de potentiel de surface notamment aux premiers moments où la vitesse de déclination est très importante, ce résultat inspire que la nature de l'électrode joue un rôle très important sur le déclin de potentiel de surface.

IV.2.2.3. Etude comparative entre l'électrode sèche et l'électrode humide

Pour montrer l'influence de la nature de l'électrode en temps réel, on a posé des échantillons de PP sur une électrode composée (figure IV.1.b) préalablement chargé par une décharge couronne (négative et positive), les résultats obtenus sont représentés par les figures IV.12 et IV.13.

➤ Polarité négative

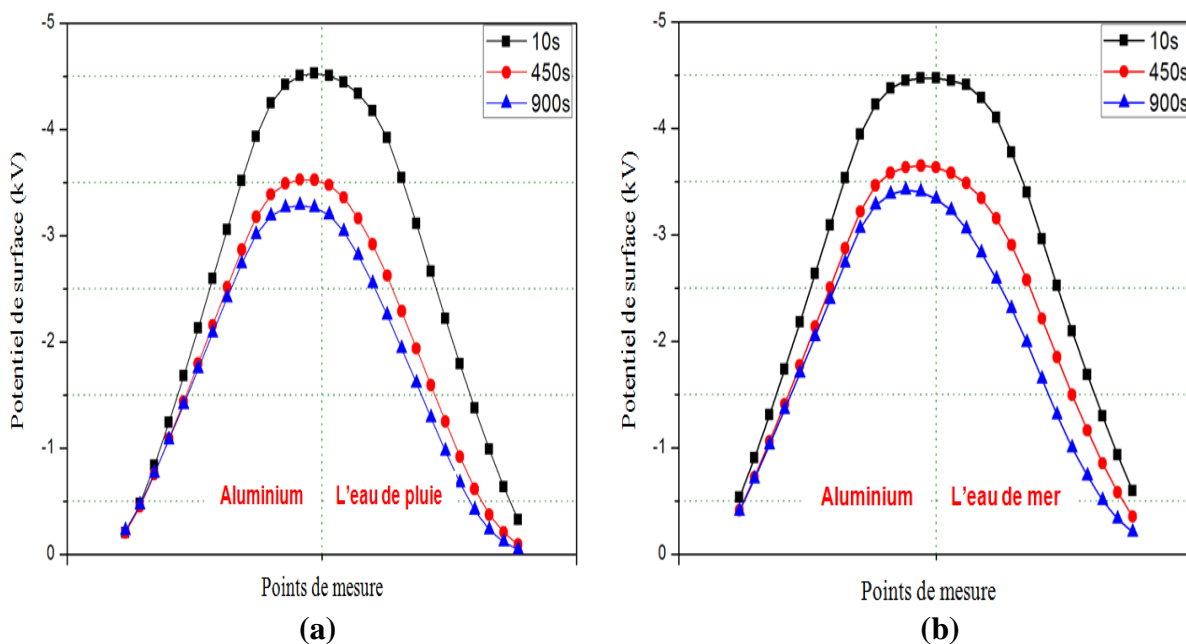


Figure IV.12: Distribution du potentiel négatif sur la surface de PP posé sur une électrode composée : à gauche en aluminium et à droite en : (a) eau de pluie, (b) eau de mer.

$V_g = -6kV$, $I_g = -30\mu A$, à $T = 27 \pm 2$ °C et $RH = 45 \pm 3$ %, [7].

➤ Polarité positive

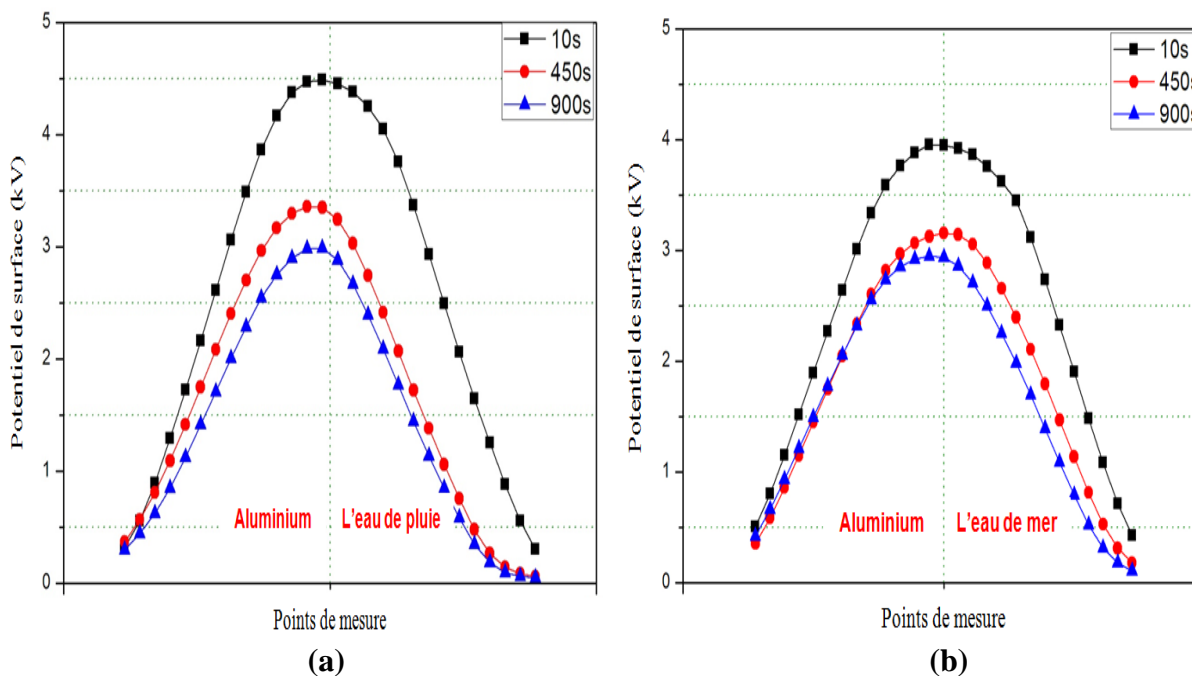


Figure IV.13: Distribution du potentiel positif sur la surface de PP posé sur une électrode composée : à gauche en aluminium et à droite en : (a) eau de pluie, (b) eau de mer.

$V_g = -6kV$, $I_g = -30\mu A$, à $T = 27 \pm 2$ °C et $RH = 45 \pm 3$ %.

On voit clairement l'asymétrie des profils (dans les deux polarités) notamment après certaine durée (450 s), il est bien visible que le déclin de potentiel dans la partie posée sur le tissu trempé (à droite) est plus rapide que celle posée sur l'électrode d'aluminium. Cette observation inspire que la nature de l'électrode influe significativement sur l'évolution du potentiel de surface.

Conclusion

L'objectif de cette étude est de montrer l'influence de l'électrode humide sur l'évolution spatio-temporelle du potentiel à la surface des films en polyéthylène téréphtalate et en polypropylène, préalablement chargés par la décharge couronne. Les résultats expérimentaux obtenus lors de cette étude ont permis de tirer que la présence de l'eau de pluie, ou l'eau de mer à une influence très significative sur l'évolution de potentiel sur la surface des échantillons de polyéthylène téréphtalate "PET" ainsi que de polypropylène "PP".

Ces résultats prouvent aussi que l'injection bipolaire des charges est le mécanisme principal qui gouverne le déclin. L'injection des charges à la face arrière de l'échantillon peut jouer un rôle très important sur le processus de déclin de potentiel de surface.

Références bibliographiques du chapitre IV

- [1] **K. Rouagdia**, M. Nemamcha, L. Herous, L. Dascalescu, H. Mellouki, " Surface potential decay of DC-corona-charged PET films on humid electrodes, " *Journal of Electrostatics*, vol.78, pp. 17-21, 2015.
- [2] P. Llovera, " Etude des mécanismes d'injection de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin et retour de potentiel. Nouveau outils d'analyse, " *Thèse PhD, Université Paris VI*, 2002.
- [3] A. Crisci, B. Gosse, J. P. Gosse, V. Ollier-Durault, " surface potential decay due to surface conduction, " *Eur. Phys. J. AP*, vol. 4, pp. 107-116, 1998.
- [4] R. Tobazéon, A. Denat, " Conduction électrique dans les liquides, " *Techniques de l'ingénieur*, D2 430v2, pp. 1-19, 2006.
- [5] C. Louste, " Les phénomènes électriques dans les liquides et leurs applications, ", *9^{ème} conférence de la Société Française d'Electrostatique, Toulouse, France*, pp. 1-9, 2014.
- [6] Y. Zhuang, G. Chen and M. Rotaru, " Charge Injection in Gold Ground Electrode Corona Charged Polyethylene Film: Surface Potential Decay and Corona Charging Current Measurement, " *IEEE 14th International Symposium on Electrets ISE 14, Montpellier, France*, pp. 125-126, 2011.
- [7] **K. Rouagdia**, M. Nemamcha, L. Herous, H. Mellouki, L. Dascalescu, " Influence de la nature de l'électrode plane sur l'évolution de la charge déposée sur la surface de Polypropylène par décharge couronne, " *International Electrical and Computer Engeneering Conference, Sétif, Algeria*, 2015.

CHAPITRE V

Amélioration de dispositif de mesure de DPS

Les mesures de déclin de potentiel de surface (DPS) sont considérées comme la technique la plus appropriée pour l'investigation des propriétés électriques d'un matériau isolant préalablement chargé par décharge couronne, et elle demeure la seule technique utilisable en dessous 5 μm d'épaisseur, mais l'inconvénient principal de cette technique est la perte d'information pendant les 3 premières secondes après la décharge couronne, notamment pour les matériaux qui perdent rapidement leurs charges. Dans ce contexte, le laboratoire de génie électrique de Guelma (LGEG) a créé un nouveau dispositif de DPS qui nous permet de prendre les mesures de potentiel de surface dans un temps record enregistré de 0.4 s , le principe de ce nouveau dispositif est basé sur le basculement d'une plaque en bois d'un angle de 180^0 grâce à un ressort, la sonde de mesure et l'électrode de chargement sont positionnés au centre et d'une manière symétrique par rapport à la plaque.

Les résultats obtenus montrent l'efficacité et l'importance de ce nouveau dispositif et son rôle dans la récupération des informations très importantes pendant les 3 premières secondes.

V.1. Procédure expérimentale de mesure de DPS

La technique du DPS comporte deux phases :(1) chargement d'un échantillon par décharge couronne pendant 10 s dans une configuration d'électrodes de type duale pointe-plan ; (2) mesure du potentiel à la surface de l'échantillon, sans contact avec le matériau. L'électrode haute tension, qui génère la décharge couronne est une pointe de tungstène (diamètre 0,2 mm) connectée à une alimentation haute tension réglable jusqu'à -10 kV. La distance entre la pointe et la surface de l'électrode plane (en aluminium, 130 mm x 110 mm reliée à la terre) est de 15 mm. Le potentiel de surface est mesuré avec une sonde électrostatique (sonde de Monroe), équipé un voltmètre électrostatique (TREK, modèle 347) et connecté avec un PC par l'intermédiaire d'une carte d'interface (international instrument) pour l'acquisition des données expérimentales.

Une fois que le chargement des échantillons se termine (figure V.2, a), la plaque se bascule d'un angle de 180° de manière à positionner la sonde au dessus de l'échantillon pour mesurer le potentiel de surface (figure V.2, b).

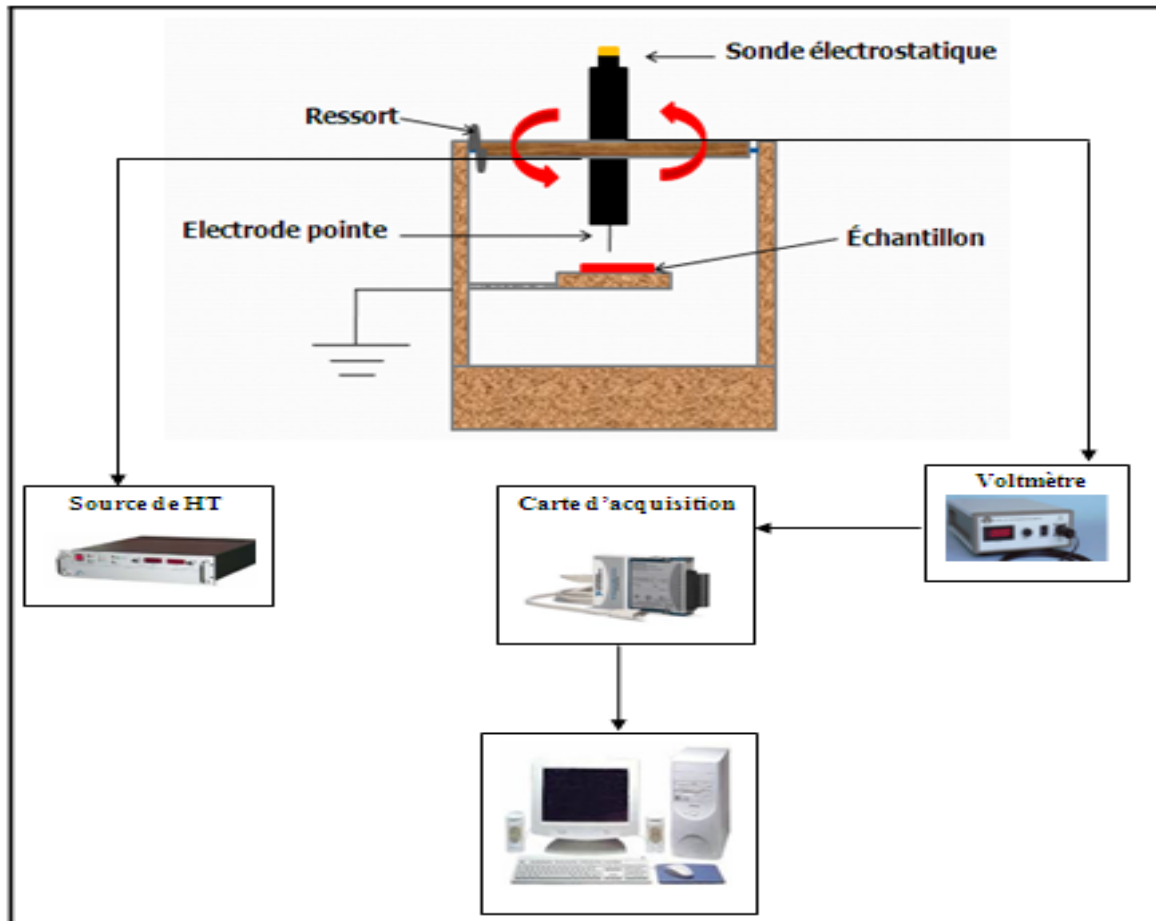


Figure V.1 : *Dispositif expérimental de déchargement par décharge couronne et mesure du déclin de potentiel en surface [1].*

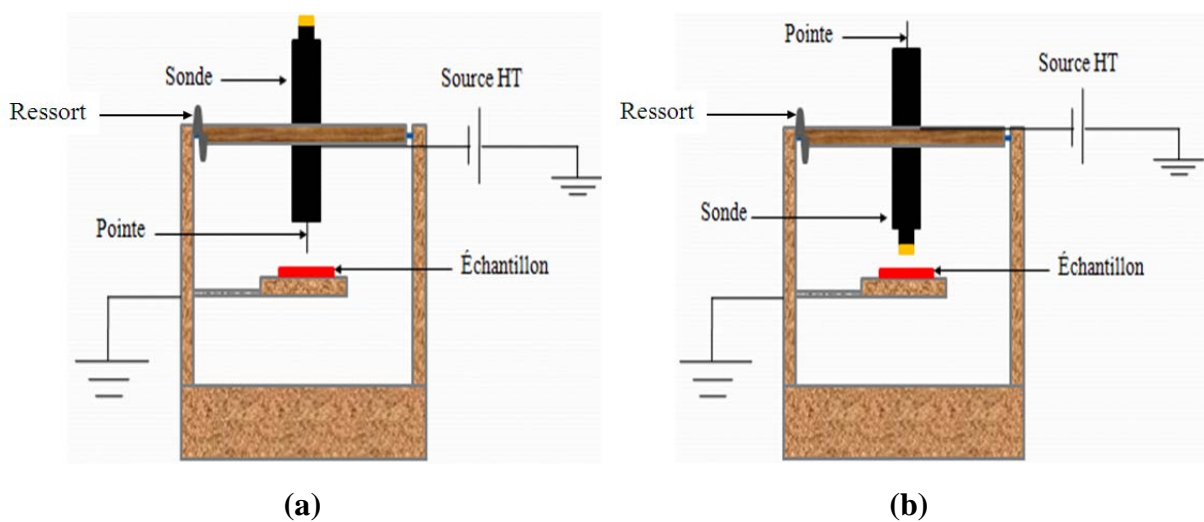


Figure V.2 : (a) *Position de chargement, (b) position de mesure.*



Figure V.3 : Photographie du nouveau prototype de mesure de DPS.

- 1- Ressort.
- 2- L'électrode de chargement.
- 3- La sonde électrostatique.
- 4- Porte échantillon.

V.2. La Comparaison des deux dispositifs

Dans le tableau V.1, nous voulons mentionner les principales différences entre les deux dispositifs installés dans notre laboratoire, l'ancien dispositif (figure V.4, a) et le nouveau dispositif (figure V.4, b).

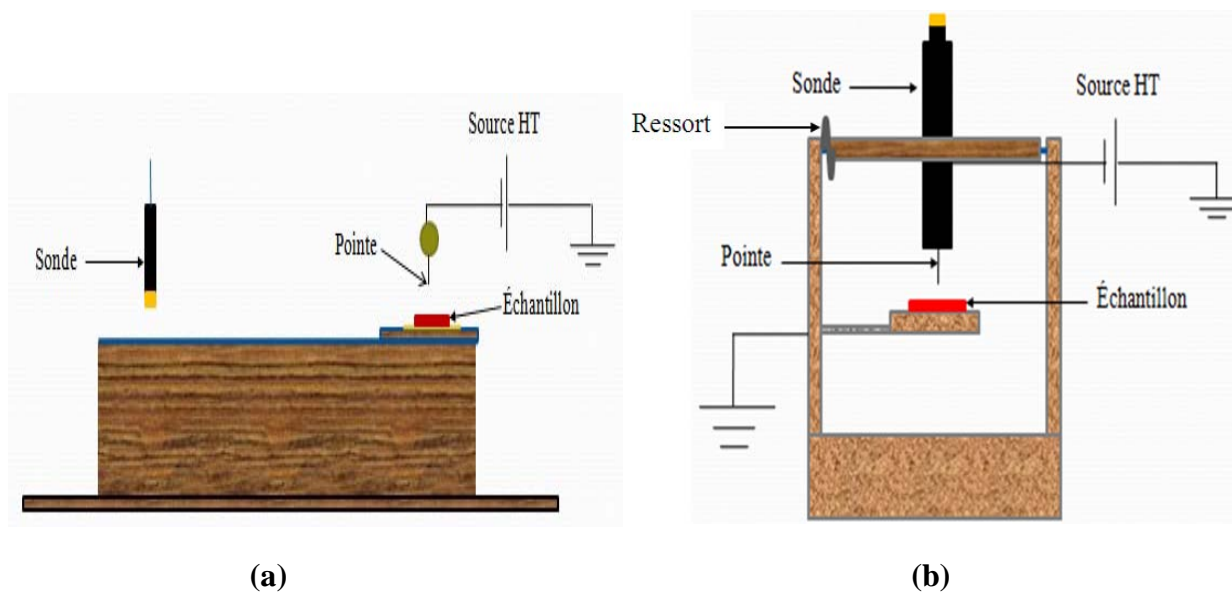


Figure V.4 : (a) Ancien dispositif, (b) Nouveau dispositif.

Tableau V.1: Les principales différences entre les deux dispositifs.

	Ancien dispositif	Nouveau dispositif
Temps nécessaire de déplacement entre les 2 postes	$\geq 3s$	0.4s
Système d'entraînement	Moteur	Ressort
L'échantillon	Mobile	Fixe
L'électrode et la sonde (poste de chargement et poste de mesure)	Fixe	Rotatif (Basculement de 180^0)

V.3. Résultats et discussion de nouveau dispositif

La figure V.5, (a et b), représente les courbes de déclin de potentiel de surface des films de polypropylène "PP" d'une épaisseur de 0.2 mm, et des granules d'ABS de diamètre 0.9 mm [2] chargé par une décharge couronne négative, pour des niveaux de tension de dépôt différents.

Toutes les expériences ont été réalisées à l'air ambiant (humidité relative RH =30 % et température T=18°C).

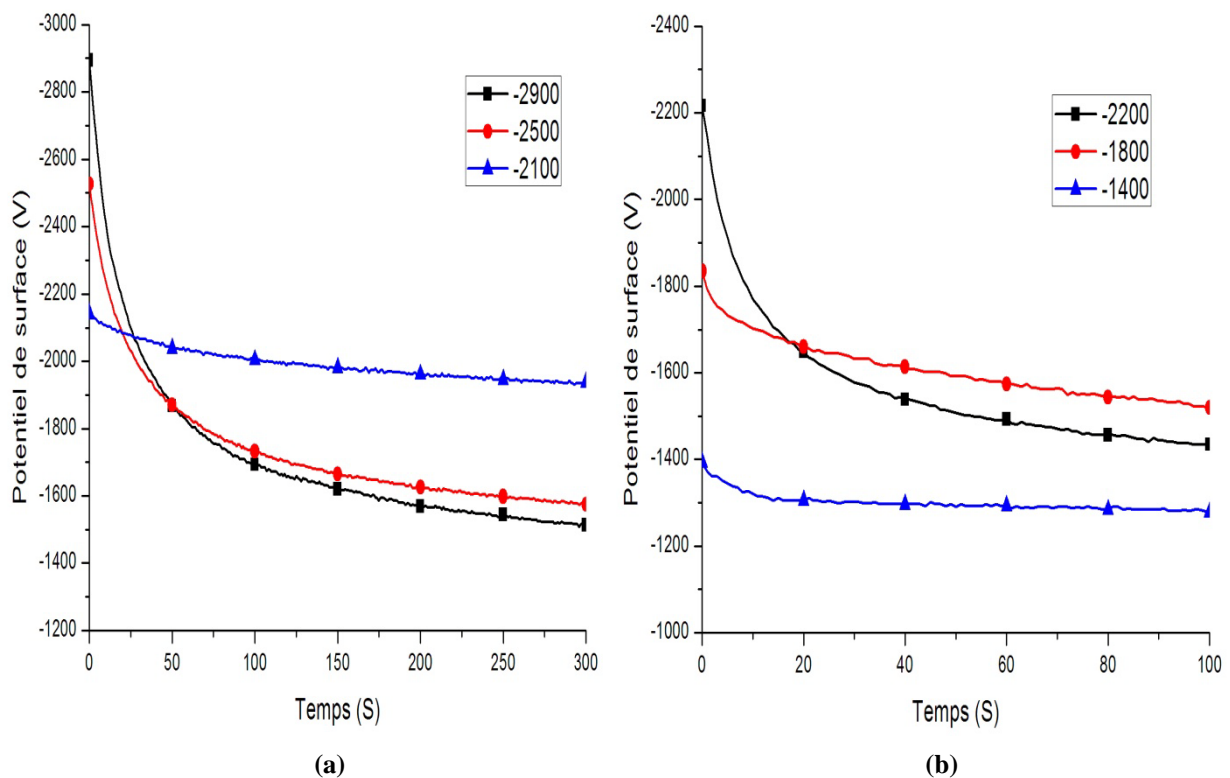


Figure V.5 : Courbes de déclin de potentiel de surface en fonction du potentiel initial V_0 pour : (a) des films de polypropylène "PP", (b) des granules d'ABS.

On voit que le déclin de potentiel de surface s'accroît davantage à mesure que la tension de dépôt augmente (figure V.5. a et b). Un croisement des courbes communément appelé « Cross-over » est visible dès le début du déclin. Ce comportement est représentatif d'un mode d'injection partielle de charges dans le volume du matériau [3].

L'importance de potentiel de surface aux premiers moments est largement discutée dans la littérature, d'après la figure V.6, on observe qu'à mesure qu'on augmente la tension de dépôt, le potentiel de surface mesuré pendant les 3 premières secondes devient de plus en plus important. Cette observation nous permet de quantifier la valeur de potentiel récupéré par ce nouveau dispositif dans cette courte durée.

L'un des problèmes important et délicat pour la mesure du DPS est les premiers instants de mesure. En effet pour passer de l'étape chargement à l'étape de mesure, on perd des informations importantes concernant les premiers instants de mesure. Ces informations sont très importantes, ils peuvent nous être utiles pour comprendre le mécanisme physique qui gouverne l'évolution des charges par une évolution rapide ou non du DPS. De plus, cette perte d'information peut nous cacher une deuxième asymptote dans la caractéristique $dV/dt = f(\log t)$. En effet, selon nos résultats, on peut remarquer que pour des tensions de chargement : -2900 V pour des films de polypropylène "PP" et -2200 V pour les granules d'ABS, on observe un déclin de plus de -160 V, et -200V respectivement.

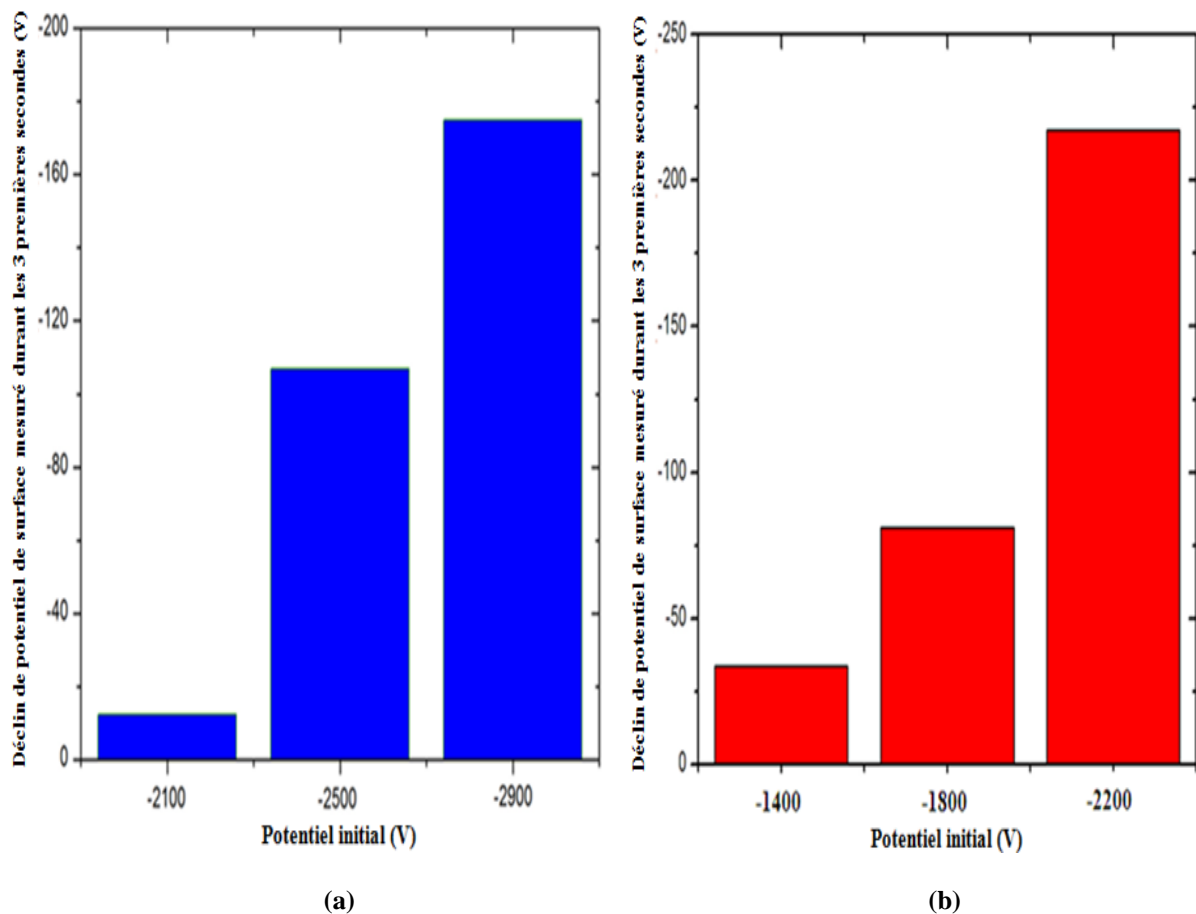


Figure V.6 : Déclin de potentiel de surface mesuré pendant les 3 premières secondes pour : (a) des films de polypropylène "PP", (b) des granules d'ABS, [1].

Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté un nouveau prototype de mesure de DPS avec des résultats issus de son utilisation, lors cette étude nous pouvons conclure l'efficacité et l'importance de nouveau dispositif et son rôle dans la récupération des informations sont assez importantes pendant les 3 premières secondes. C'est un dispositif simple, et utilisable pour tous les types des polymères que ce soient en films ou en granules.

Références bibliographiques du chapitre V

- [1] **K. Rouagdia**, L. Herous, M. Nemamcha, L. Dascalescu, H. Mellouki, " New Setup of Surface Potential Decay, " *IEEE 4th International Conference on Electrical Engineering, Boumerdes, Algeria, 2015.*
- [2] M. Remadnia, " Déclin de potentiel sur la surface de matériaux granulaires isolants, " *Thèse de doctorat, Université de Guelma, 2012.*
- [3] P. Llovera, " Etude des mécanismes d'injection de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin et retour de potentiel. Nouveau outils d'analyse, " *Thèse de doctorat, Université Paris VI, 2002.*

Conclusion générale et perspectives

Le travail de notre thèse de doctorat s'inscrit dans le cadre général de l'étude du déclin de potentiel de surface des polymères isolants, une des techniques les plus performantes parmi celles utilisées pour l'investigation des propriétés électriques des matériaux isolants, et elle demeure la seule technique utilisable en dessous 5 μm d'épaisseur des films.

Nous avons utilisé pour cette étude la méthode des plans d'expériences. Cette méthode simple est capable de caractériser le comportement des polymères isolants préalablement chargés par la décharge couronne. Nous avons montré l'efficacité de cette méthode à la quantification des effets des facteurs, ainsi que des interactions entre eux. Les résultats obtenus par cette méthode ont montré que les facteurs électriques (tension et courant de dépôt) et le facteur physique (longueur de l'échantillon) ne contribuent pas de la même manière dans le processus de déclin de potentiel en surface. En effet, les facteurs électriques interviennent en accélérant ce processus aux premiers moments, tandis que le facteur physique semble agir avec une constante de temps longue.

L'étude de l'électrode humide nous a permis de mettre clairement en évidence l'impact de la nature de l'électrode sur le processus de déclin de potentiel à la surface des films en polyéthylène téréphtalate "PET" et en polypropylène "PP". Les résultats expérimentaux obtenus nous ont montré que la présence de l'eau (quel que soit sa nature, l'eau de pluie ou l'eau de mer) à une influence très significative sur l'évolution de potentiel de surface. Ces résultats nous permettent de constater que le mécanisme d'injection des charges à la face arrière de l'échantillon peut jouer un rôle très important dans le processus de déclin de potentiel de surface.

Ce qui est plus important, c'est l'amélioration de dispositif de mesure de DPS installé dans notre laboratoire LGEG. Il s'agit d'un dispositif simple, efficace et original, capable de prendre les mesures de potentiel en surface aux temps très courts ~ 0.4 s. Il est utilisable pour tous les types des polymères isolants, que ceux soient en films, en granules ou en medias non tissés.

Perspectives

- Utilisation la méthode des plans d'expériences dans le traitement des résultats sur l'influence d'autres facteurs sur le DPS.
- Etudier d'une manière systématique l'influence des conditions atmosphériques agressives sur d'autres matériaux isolants.
- Amélioration du nouveau prototype pour permettre de faire une cartographie du DPS sur tout le film.
- Traitement des résultats expérimentaux par d'autres outils d'analyse comme la représentation $\log (dv/dt) = f (\log (t))$.

Annexe

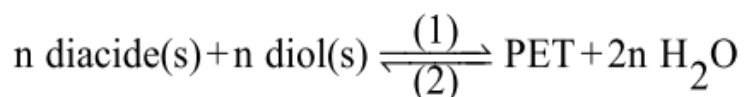
A. Matériaux utilisés

A.1. Polyéthylène téréphtalate "PET"

A.1.1. Caractéristiques fondamentales

Le polyéthylène téréphtalate "PET" est un polyester linéaire, semi aromatique à enchaînement para (figure IV.1). Cette structure lui confère certaines caractéristiques physico-chimiques, telles que la réversibilité chimique, la thermoplasticité, l'aptitude à cristalliser et une relativement bonne stabilité thermique [1].

Les divers polyéthylènes téréphtalate sont des polymères obtenus par polycondensation d'un ou deux diacides avec un ou deux diols, selon le schéma réactionnel suivant :



C'est une réaction équilibrée : pour produire le polyester, il faut aller dans le sens (1) avec élimination d'eau. Par contre, si le polyester est amené à l'état fondu en présence d'eau l'équilibre se déplace dans le sens (2).

L'eau provoque la rupture de chaînes macromoléculaires, ce qui conduit, entre autres, à une diminution des propriétés mécaniques [2].

Le PET s'est d'abord développé dans le domaine du textile (fils et fibres) et du film (emballage, arts graphiques, photos, audio et vidéocassettes), puis dans les fils industriels (bande transporteuse, renfort pour pneumatique, tissus pour sérigraphie) et aujourd'hui, de plus en plus, dans les corps creux, grâce à la parfaite maîtrise de la cristallisation (cinétique et morphologie cristalline) qui permet de concilier transparence et propriétés thermomécaniques. Le degré de polymérisation du polymère et son indice de viscosité seront plus ou moins élevés en fonction du type d'applications visé [1].

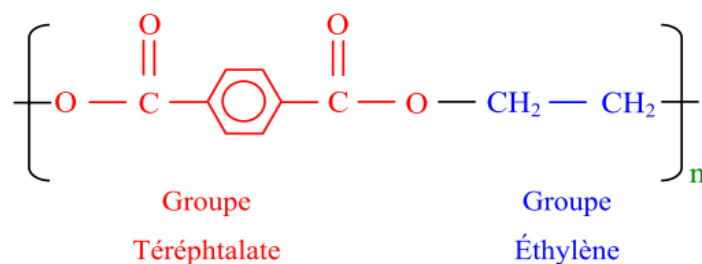


Figure IV.1: La structure chimique de polyéthylène téréphtalate PET.

A.1.2. Les propriétés de polyéthylène téréphtalate

Les propriétés principales des résines d'une part, des films et des feuilles d'autre part sont rassemblées dans le tableau A.1.

Tableau A.1: Propriétés principales des PET (résine ou films et feuilles) mesurées à 23 °C et 50 % HR [2]

	Norme	Unité	PET semi cristallin	PET amorphe
PROPRIÉTÉS PHYSIQUES				
Masse volumique.....	NF T 51-063	g/cm ³	1,4	1,4
Indice limite de viscosité		mg/L	0,74 à 0,85	0,8 à 1,05
Absorption d'eau (24h).....	ASTM D 570	%	0,1 à 0,2	0,1 à 0,2
Température de fusion.....	NF T 51-621	°C	249 à 271	245 à 250
Conductivité thermique.....	NF X 10-021	W.m ⁻¹ .K ⁻¹	0.13	0,25
Capacité thermique massique.....		Kj.Kg ⁻¹ .K ⁻¹	1,1 à 1,3	1,1
PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES				
Des films d'épaisseur			10 à 25 µm	250 µm
Résistance à la rupture, L/T.....	DIN 53455	MPa	240/225	58/39
Allongement a la rupture, L/T....	DIN 53455	%	90/110	300/200
Module d'Young, L/T.....	DIN 53457	MPa	5300/4500	2200/2200
Résistance à l'impact, L/T.....	DIN 53448	mj.nm ⁻²	1400/2000	40/50
Résistance à la déchirure, L/T.....	DIN 53463	N.mm ⁻¹	220/250	
Retrait à 150 °C, 165 min, L et T.	DIN 53434	%	≤0,2	
PROPRIÉTÉS OPTIQUES				
Des films d'épaisseur			10 à 25 µm	250 µm
Trouble.....	ASTM D 1003	%	<15	<1
Brillance, 45 °.....	ASTM D 2457	%		108
Transparence.....	ASTM D 1746	%	85	85

A.1.3. Propriétés électriques

Les films et feuilles en PET sont des isolants très efficaces. De plus, leurs performances sont très stables d'une fabrication à l'autre, à épaisseur constante.

Les propriétés principales sont consignées dans le tableau A.2.

Tableau A.2: *Propriétés électriques principales des PET [2]*

Propriétés à 23 °C et 50 % d'humidité relative	Norme	Unité	Fréquence (en Hz)			Epaisseur du film (en μm)		
			50	10^3	10^6	10	25	100
Permittivité relative.....	NF C 26-230		3,3	3.2	2.9			
Facteur de dissipation diélectrique	NF C 26-230		0,002	0.0052	0.02			
Rigidité diélectrique à 50 Hz.....	NF C 26-226	KV.mm-1			1	57	30	15
Résistivité transversale.....	NF C 26-215	$\Omega\cdot\text{cm}$	10^{18}					
Résistivité superficiel.....	NF C 26-215	Ω	10^{14}					

Le facteur de dissipation diélectrique pour les fréquences de 50 à 100 KHz a une valeur minimale comprise entre 50 et 90 °C et une valeur maximale entre 100 et 130 °C.

La permittivité relative diminue avec la fréquence. La rigidité diélectrique diminue en fonction de l'épaisseur du film, et de la température. Les propriétés électriques et, en particulier la résistivité superficielle diminuent avec l'augmentation de l'humidité relative de l'air [2].

A.1.4. Propriétés mécaniques

Les films et feuilles de PET sont caractérisés par une rigidité et une résistance de rupture élevées à la température ambiante, et satisfaisante à des températures allant jusqu'à 150 °C. Les copolymères amorphes ont de bonnes résistances aux chocs, même à basse température.

À titre d'exemple, la résistance à l'impact d'un film de 250 μm d'épaisseur en PET est de :

- f 500 g à 23 °C
- f 400 g à -18 °C

En plus de leur rigidité très élevée (≥ 4500 MPa), les films orientés ont une résistance à la déchirure exceptionnelle [2].

A.1.5. Applications

Les divers films et feuilles en PET proposés sur le marché se différencient par leur épaisseur, leur largeur, leur longueur, le diamètre extérieur de la bobine et leur composition.

En raison de leurs bonnes propriétés thermomécaniques, optiques et électriques, ils ont trouvé de nombreuses applications dans les secteurs des industries électriques, l'électronique l'audiovisuel, les arts graphiques, les fournitures des bureaux, les emballages divers, etc.

A.2. Polypropylène "PP"

Le polypropylène est obtenu par polymérisation catalysée du propylène dont la mise au point par Giulio Natta date des années 50. Il existe différents types de polymérisation industriels [3] et il peut être produit sous forme d'homopolymère (résultat de la polymérisation de propylène uniquement) ou copolymère statistique ou séquencé (la polymérisation se fait avec un autre comonomère, en général l'éthylène).

L'homopolymère se présente sous trois formes qui dépendent de la manière dont les groupes méthyle sont ordonnés.

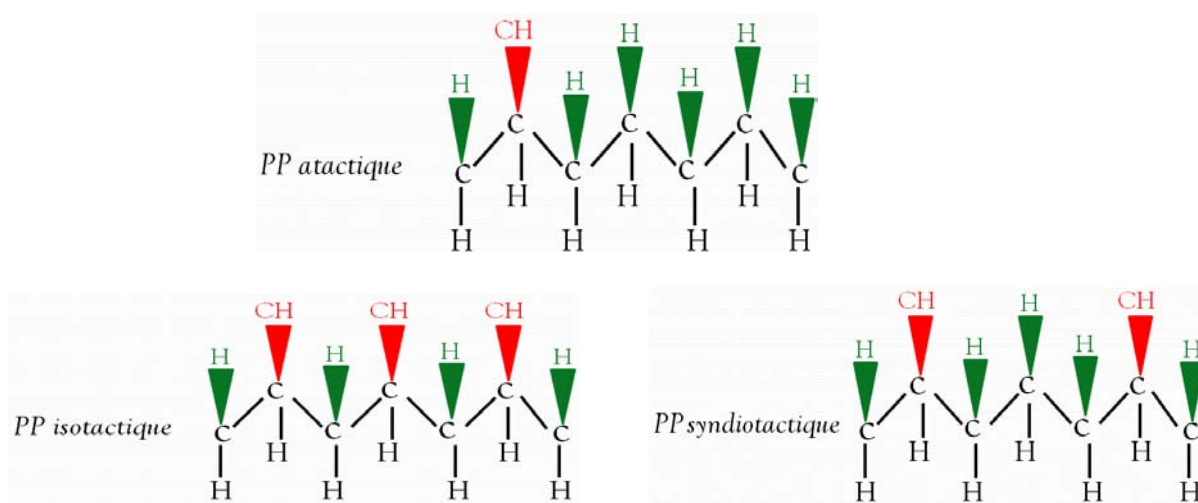


Figure A.2: Différentes configurations du polypropylène. *a)* polypropylène isotactique, *b)* polypropylène syndiotactique, *c)* polypropylène atactique [5,7]

- a) polypropylène isotactique (iPP), semicristallin, la seule forme véritablement intéressante et produite en grand tonnage.
- b) polypropylène atactique (aPP), amorphe et très collant, exploité industriellement, mais en faible tonnage, et pour des applications différentes de celles du polypropylène isotactique.
- c) polypropylène syndiotactique (sPP) dont les applications industrielles sont récentes [6]. Grâce à l'utilisation de catalyseurs metallocènes, ses propriétés sont différentes des iPP et aPP conventionnels.

Le polypropylène subit une transition vitreuse à une température proche de 0 °C avec une constante de temps de l'ordre de 1 s. Comme il est susceptible d'oxydation par la chaleur ou le rayonnement UV on incorpore des antioxydants dans sa production.

Ses caractéristiques générales sont résumées dans le tableau suivant [3]

Masse volumique..... (g/cm ³)	0,900 à 0,905
Indice de fluidité..... (g//10 min)	0,2 à 100
Température de fusion..... (°C)	140 à 150
Température de cristallisation..... (°C)	100 à 120
Résistance en traction à 23 °C.....(MPa)	30 à 35
Température de transition vitreuse..... (°C)	-50 à +20
Module de rigidité en flexion.....(MPa)	500 à 2000
Rigidité diélectrique..... (kV/mm)	600
Permittivité relative (ϵ_r).....	2,2
Pertes diélectriques ($\tan\delta$ à 1 kHz t 25 °C)..... ($\times 10^{-4}$)	2

Les faibles pertes diélectriques du polypropylène isotactique ainsi que leur stabilité avec la fréquence sont les raisons principales de l'utilisation du polypropylène dans les condensateurs pour l'électronique de puissance [7] et des condensateurs de puissance [8] où il est utilisé comme diélectrique sous forme de film biétiré mécaniquement, imprégné ou pas d'huile.

Malgré ses caractéristiques électriques performantes, il n'a pas été utilisé pour l'isolation de câbles à cause de sa fragilité pour des températures proches de 0 °C, et bien que sa rigidité

à haute température soit supérieure à celle du polyéthylène, ce dernier demeure le principal polymère utilisé dans les isolations électriques (température de service jusqu'à 70 °C et exceptionnellement 90 °C). Egalement, dans l'industrie automobile, sa fragilité à basse température réduit son utilisation sauf dans le cas de copolymères choc (copolymères séquencés propylène/éthylène) dont les propriétés à basse température sont meilleures que celle du polypropylène, mais dont les caractéristiques à haute température sont moins performantes [4].

Références bibliographiques de l'annexe

- [1] J. P. Quentin, " PET ou Polyéthylène téréphtalate, " *Technique de l'ingénieur*, vol. JB6, no. J6488. pp. J6488.1-J6488-12,1997.
- [2] S. Füzesséry, " Polyéthylène téréphtalate (PET) pour films et feuilles", *Techniques de l'ingénieur. Plastiques et composites*, Vol. 2, no. A3375, PP.A3375.1-A3375.6, 1997.
- [3] J-M. Béchet, " Polypropylènes, " *Techniques de l'Ingénieur*. J 6 545.
- [4] H. Lapeyre, " Polypropylène, " *Techniques de l'Ingénieur*. À 3320.
- [5] D.W. Kim, K. Yoshino, " Morphological characteristics and electrical conduction in syndiotactic polypropylene, " *J. Phys. D : Appl. Phys.* Vol 33, pp. 464-471, 1996.
- [6] K. Yoshino, X. H. Yin, K. Tada, T. Kawai, M. Hamaguchi, H. Araki, R. Sugimoto, N. Uchikawa, T. Asanuma, M. Kawahigashi, H. Kato , " Novel properties of new type conducting and insulating polymers and their composites, " *IEEE Trans. Dielectric. Electr. Insul.*, Vol 3, no. 3, pp. 331-344, 1996.
- [7] P. S. Llovera, " étude des mécanismes d'injection de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin et retour de potentiel, nouveaux outil d'analyse," *Thèse de Doctorat, Université de Paris*, 2002.