

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE DJILLALI LIABES DE SIDI BEL ABBES



Faculté de Génie Electrique
Département d'Electrotechnique

THÈSE

Présenté par :

BEKKARA Mohammed Fethi

Pour l'obtention du diplôme de :

Doctorat Es-Sciences en Electrotechnique

Option : **Matériaux Diélectriques Et Haute Tension**

Intitulé de la thèse :

**Contributions à l'étude du plasma froid.
Applications au dépôt des couches minces et à
la charge électrostatique des médias filtrants**

Présenté devant le jury composé de :

Mr. BENDAOUD Abdelber	Professeur	UDL de Sidi Bel Abbes	Président
Mr. BENMIMOUN Youcef	Professeur	UMS de Mascara	Directeur de thèse
Mr. TILMATINE Amar	Professeur	UDL de Sidi Bel Abbes	Co-directeur de thèse
Mr. DASCALESCU Lucien	Professeur	Université de Poitiers	Examineur
Mr. BRAHAMI Mostefa	Professeur	UDL de Sidi Bel Abbes	Examineur
Mr. OUIDIR Rabah	Professeur	USTMB d'Oran	Examineur

Soutenu le : 21/12/2017

Année universitaire : 2017/2018

Remerciement

Les travaux de recherche de cette thèse ont été effectués au sein du laboratoire LSTE de l'Université de Mascara ainsi qu'à l'institut Pprime – IUT d'Angoulême dans le cadre du programme national exceptionnel PNE 2015-2016.

Je tiens tout d'abord à exprimer ma reconnaissance à Monsieur Youcef BENMIMOUN professeur à l'Université de Mascara, pour m'avoir accueilli au laboratoire LSTE dont il est le directeur et pour avoir dirigé les travaux de cette thèse. Je le remercie plus particulièrement pour sa disponibilité, la qualité de son encadrement et ses conseils, aussi bien scientifiques que personnels. Je tiens ici à lui témoigner mon respect et mon amitié.

J'exprime mes vifs remerciements et ma profonde gratitude à Monsieur Amar TILMATINE, professeur à l'université de Sid Bel Abbes pour avoir accepté d'être mon co-directeur de thèse. J'ai beaucoup apprécié son soutien, ses discussions et ses avis éclairés. Je salue chaleureusement ses compétences scientifiques.

Je tiens aussi à remercier mon co-directeur de thèse Monsieur Lucian DASCALESCU, pour m'avoir accueilli au sein de son équipe à l'IUT d'Angoulême lors du PNE 2015-2016 et pour l'orientation, la confiance et la patience qui ont constitué un apport considérable sans lequel ce travail n'aurait pas pu être mené à bon port. Qu'il trouve dans ce travail un hommage vivant à sa haute personnalité.

Je mesure la chance qui m'a été donnée d'être encadré par des personnes aussi impliquées, ouvertes et compétentes. Qu'ils trouvent ici le témoignage de toute ma gratitude.

J'adresse aussi mes sincères remerciements à :

Monsieur Thami ZEGHLOUL, directeur de l'IUT d'Angoulême pour son soutien, ses discussions, ses idées novatrices et pour tous les moyens et le matériel de caractérisation qu'il a mis à ma disposition lors de mon séjour à Angoulême.

Monsieur Noureddine ZOUZOU, pour son accueil lors de mes visites au campus de Poitiers et pour ses discussions et suggestions ainsi que pour ses encouragements tout au long de ce travail.

Monsieur Karim MEDLES, pour son aimable bienveillance et son soutien fraternel et scientifique tout au long du séjour à l'IUT d'Angoulême.

Je tiens à remercier très chaleureusement tous les membres du jury qui ont porté une très grande attention à mon travail et qui ont accepté de le juger.

Monsieur Abdelber BENDAOUZ professeur à l'Université Djillali Liabes de Sidi Bel Abbes, pour m'avoir fait l'honneur de présider ce jury de mémoire. Je suis très reconnaissant pour ses qualités professionnelles, scientifiques, pédagogiques et humaines. Je le remercie pour son dynamisme et ses conseils très particuliers.

Monsieur Mostefa BRAHAMI, professeur à l'Université Djillali Liabes de Sidi Bel Abbes, pour avoir accepté de juger mon travail. Je salue également son expérience et ses qualités scientifiques.

Monsieur Rabah OUIDDIR, professeur à l'Université des sciences et de la technologie d'Oran, pour avoir accepté de participer, écouter et juger mon travail.

Je tiens aussi à remercier vivement le directeur de l'entreprise BAG Mascara, qui a accepté de m'accueillir en stage au sein de son organisme. Je le remercie d'avoir mis à ma disposition tous les moyens nécessaires au bon déroulement de mes travaux. Je voudrai remercier également tous les personnels de l'entreprise pour leur gentillesse et leur soutien notamment l'équipe de l'atelier « Realisation » avec laquelle j'ai travaillé.

Je voudrai remercier tous les personnels technique et administratif du laboratoire LSTE et du laboratoire de génie mécanique de l'université de Mascara, du laboratoire APELEC de l'université de Sidi Bel Abbes et de l'IUT d'Angoulême.

Je remercie tous mes collègues et amis chercheurs et plus particulièrement Kaddour MILOUDI, Fouad KHERBOUCHE, Mohammed El Amine SENOUSSAOUI, M. Neagoe BOGDAN, Yopa Eka PARAWATYA, Jalil REGUIG, Sarah MESSAL, Kader MEKHALEF et Richard GOTRAN.

J'adresse aussi mes remerciements les plus chaleureux à la famille DUFFET ainsi qu'à la famille BRUDEY pour leurs accueils familiales lors de mon long séjour à Angoulême.

Je remercie aussi tous les personnes qui ont contribué à ce travail de près ou de loin.

Je tiens tout particulièrement à remercier toute ma famille pour son soutien moral et pour l'appui inconditionnel qu'elle m'a toujours apporté. Un remerciement particulier, à l'être le plus cher dans ma vie, à celle qui m'a donné la vie, celle qui s'est sacrifiée durant de longues années, celle qui a tant donné... sans jamais rien demander en revanche... Les mots s'épuisent maman ! Mais même en remplissant des pages entières, je demeurerai ingrat à ton égard. Je te dis tout simplement que tu es la perle qui orne ma vie et que ma réussite est la tienne !.

Table des matières

Remerciement.....	1
Table des matières	3
Liste des figures.....	9
Liste des tableaux	16
INTRODUCTION GENERALE.....	18
CHAPITRE I: ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE.....	22
I.1. Introduction	23
I.2. Notions sur les plasmas	23
I.2.1. Définition.....	23
I.2.2. Paramètres et grandeurs du plasma.....	25
I.2.2.1. Longueur de debye.....	25
I.2.2.2. Fréquence de plasma.....	25
I.2.2.3. Potentiel plasma	25
I.2.2.4. Potentiel flottant.....	25
I.3. Décharges à basse pression	26
I.3.1. Architecture de la décharge électroluminescente	27
I.3.1.1. Description générale	27
I.3.1.2. Processus de la région cathodique	29
I.3.1.3. Espace sombre d'Aston	31
I.3.1.4. Gaine cathodique	32
I.3.1.5. Lueur négative :	32
I.3.1.6. Espace sombre de Faraday.....	32
I.3.1.7. La colonne positive	32
I.3.1.8. Région anodique	33
I.3.2. Plasma à couplage inductif	34
I.4. Décharge en haute pression.....	34
I.4.1. Décharge couronne	34
I.4.1.1. Architecture de la décharge couronne.....	34
I.4.1.2. Streamers.....	35
I.4.1.3. Champ critique.....	38
I.4.2. Décharge à barrière diélectrique : DBD	38

I.4.2.1. Principe de fonctionnement	39
I.4.2.2. Configurations typiques	40
I.4.2.3. Régimes de décharge et propriétés électriques	42
I.5. Notion sur le traitement et la modification de surface	44
I.5.1. Modification par dépôt de couches minces	45
I.5.1.1. La pulvérisation cathodique	45
I.5.1.1.2. Rendement de la pulvérisation cathodique.....	47
I.5.2. Modification par interaction Plasma / Surface	48
I.5.2.1. Polymères.....	49
I.5.2.2. Fonctionnalisation de surface par plasma	50
I.6. Chargement de média filtrant par effet couronne.....	52
I.6.1. Définitions	52
I.6.2. Processus de chargement par effet couronne.....	54
I.6.3. Mécanismes de déclin de potentiel à la surface des médias filtrants.....	56
I.7. Conclusion.....	59
CHAPITRE II: ETUDE DES DECHARGES ELECTRIQUES EN BASSE PRESSION :	
APPLICATION AU DEPOT DE COUCHE MINCE.....	60
II.1. Introduction.....	61
II.2. Premier prototype de réacteur à plasma.....	62
II.2.1. Matériaux et méthodes de conception	62
II.2.2. Distance inter-électrodes	63
II.2.3. Contraintes mécaniques et matériaux de construction	64
II.2.4. Conception 3D.....	64
II.2.4.1. Système d'électrodes.....	64
II.2.5. Topographie du champ électrique	65
II.2.6. Installation expérimentale	67
II.2.6.1. Contraintes	69
II.2.7. Résultats préliminaires et discussion.....	69
II.2.7.1. Courbe de Paschen expérimentale.....	69
II.2.7.2. La caractéristique Tension-Courant (U / I).....	70
II.2.8. Limites et inconvénients du premier prototype.....	74
II.3. Deuxième prototype de réacteur à plasma	75
II.3.1. Description	75
II.3.2. Système d'électrodes.....	76

II.3.3. Installation expérimentale	77
II.3.4. Méthode de mesure et de relevé des caractéristiques.....	79
II.3.4.1. Moyen de mesure.....	79
II.3.4.2. Méthode d'acquisition des caractéristiques courant - tension	79
II.3.5. Essai préliminaire et reproductibilité des mesures	80
II.3.6. Caractéristiques courant – tension expérimentales	84
II.3.6.1. Effet de la distance inter-électrodes.....	84
II.3.6.1.1. Cas de l'Air	84
II.3.6.1.2. Cas de l'Argon	87
II.3.6.2. Effet de la pression	89
II.3.6.3. Comparaison entre l'air et l'argon :.....	90
II.3.7. Relevé des courbes de Paschen.....	91
II.3.7.1. Courbe de Paschen pour l'Air	92
II.3.7.1.1. Tension d'amorçage.....	92
II.3.7.1.2. Vérification de la loi de Paschen	93
IV.3.7.2. Courbe de Paschen pour l'Argon.....	94
II.3.7.2.1. Tension d'amorçage.....	94
V.3.7.2.2. Vérification de la loi de Paschen	95
IV.4. Champ électrique Laplacien.....	95
II.5. Traitement par dépôt de couche mince	97
IV.6. Conclusion.....	99
CHAPITRE III: ETUDE DES DECHARGES A BARRIERE DIELECTRIQUE DBD A	
PRESSION ATMOSPHERIQUE	101
III.1. Introduction	102
III.2. Moyens et méthodes expérimentales.....	102
III.2.1. L'amplificateur haute tension	102
III.2.2. Cellule de la DBD	104
III.2.3. Méthode de mesure	104
III.2.4. Cellule DBD réalisé	105
III.2.5. Méthode de calcul	105
III.2.6. Reproductibilité des mesures	108
III.3. Effet de l'usure du diélectrique	108
III.4. Effet des paramètres électriques	110
III.4.1. Type de signal	110

III.4.2. Effet de la tension	112
III.4.3. Comportement en basse pression	113
III.4.4. Effet de la fréquence	115
III.4.5. Effet de la pente de transition du signal d'excitation.....	117
III.5. Effet des paramètres géométriques	118
III.5.1. Effet de la distance inter-electrodes	118
III.5.2. Effet de l'empilement de diélectrique	119
III.5.3. Effet de l'épaisseur du diélectrique.....	120
III.5.4. Effet du matériau du diélectrique.....	121
III.5.5. Configuration et position du diélectrique.....	123
III.6. Morphologie de la décharge à barrière diélectrique	124
III.6.1. Imagerie rapide de la DBD	124
III.6.2. Effet de la fréquence	125
III.7. Modèle de la décharge à barrière diélectrique.....	126
III.7.1. Configuration étudiée.....	126
III.7.2. Etude du modèle	127
III.7.2.1. Identification des paramètres	128
III.7.2.2. Construction du modèle	128
III.7.3 Résultats de la simulation	130
III.7.3.1 Oscillogramme tension/courant.....	130
III.7.3.1. Energie moyenne.....	131
III.8. Conclusion	132
CHAPITRE IV: ETUDE DE LA MODIFICATION DE SURFACE DES POLYMERES PAR TRAITEMENT DBD	134
IV.1. Introduction	135
IV.2 Méthodologie.....	136
IV.2.1 Matériaux.....	137
IV.2.2 Installation de traitement par DBD.....	137
IV.2.3 Traitement DBD des plaques de polymères	139
IV.2.4 Traitement DBD des granules de polymères	139
IV.3. Résultats et Analyse	140
IV.3.1 Traitement DBD	140
IV.3.2. Analyse par profilométrie optique	141
IV.3.2.1. Présentation du système de profilométrie	141

IV.3.2.2. Résultats d'analyse du profil de surface	142
IV.3.3. Analyse par Spectroscopie FTIR	144
IV.3.3.1. Présentation du système de spectroscopie FTIR	144
IV.3.3.2. Résultats de l'analyse FTIR	145
IV.3.4. Angle de contact	147
IV.3.4.1. Définition et présentation de la méthode	147
IV.3.4.2. Analyse des résultats de mesure	149
IV.3.5. Etude de la charge triboélectrique	150
IV.3.5.1. Dispositif d'étude de la charge triboélectrique	150
IV.3.5.2 Résultats de mesure de la charge Triboélectrique.....	151
IV.6. Application du traitement par plasma de DBD à la séparation électrostatique.....	153
IV.7. Conclusion.....	158
CHAPITRE V: APPLICATION DU TRAITEMENT PAR DBD AU CHARGEMENT	
ELECTROSTATIQUE DES MÉDIAS FILTRANTS	160
V.1. Introduction.....	161
V.2. Banc de charge des médias filtrants.....	162
V.3. Problématique du choix de l'échantillon	163
V.3.1. Choix de l'échantillon	164
V.4. Influence de la densité de fibre	166
V.5. Effet de l'empilement de tissus.....	169
V.6. Effet des dimensions de voile	172
V.7. Effet de la tension de la grille	174
V.8. Effet du temps de chargement	176
V.9. Traitement du média filtrant par DBD.....	177
V.9.1. Dispositif de traitement par plasma de DBD	178
V.9.2. Problématique et méthodologie d'étude du déclin de potentiel.....	180
V.9.3. Reproductibilité des mesures	182
V.9.4. Effet de la tension de la DBD	182
V.9.4.1. Effet de la résistivité sur la Décharge couronne inverse	184
V.9.5. Effet du temps d'exposition à la DBD	187
V.9.6. Effet des signaux d'excitation.....	187
V.9.7. Effet de la fréquence	188
V.9.8. Effet du temps de latence	189
V.9.10. Traitement en basse pression	190

V.10. Caractéristiques courant / tension	191
V.11. Densité de courant	194
V.12. Impulsions de Trichel	197
V.13. Effet du chargement par effet couronne	198
V.14. Conclusion	199
CONCLUSION GENERALE.....	201
REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES	206
PUBLICATIONS ET COMMUNICATIONS	220

Liste des figures

Figure I.1. Classification des plasmas en fonction de la température et la densité électronique	24
Figure I.2. Décharge électrique auto-entretenu. (a) Amorçage de plasma de décharge entre deux électrodes planes et contrôle du régime par une résistance série. (b) Caractéristiques courant – tension de la décharge électrique établit et ses régimes	27
Figure I.3. Décharge électroluminescente établit dans un tube cylindrique. (a) Les différents espaces sombres et régions lumineuses. (b) Schéma du potentiel électrique Φ et du champ électrique axial E pour une décharge électroluminescente normale	28
Figure I.4. Exemple de plasma de décharge obtenu dans un réacteur à plasma (a) tension = 300V (b) tension = 600V – laboratoire LSTE Université de Mascara.....	28
Figure I.5. Un électron émis par la cathode génère une cascade de nouvelles paires électrons-ions. L'équilibre est atteint, quand la probabilité d'extraction d'électron par bombardement de la cathode est égale à $P = I$	29
Figure I.6. Evolution de la région cathodique dans le réacteur à plasma conçu dans le cadre de la thèse (a) tension 500V (b) 750V – laboratoire LSTE - Université de Mascara.....	29
Figure I.7. Tension de claquage U_c dans l'air pour $\gamma = 10^{-2}$ en fonction du produit pd	31
Figure I.8. Plasma couplé inductivement (a) avec une bobine hélicoïdale enroulée autour du tube à décharge. (b) avec une bobine en spirale sur le hublot du réacteur en quartz	34
Figure I.9. Architecture de la décharge couronne.	35
Figure I.10. Schéma de développement de la décharge par avalanches photo ionisantes.....	36
Figure I.11. Etapes successives de développement d'un streamer dans un gaz en configuration d'électrodes pointe - plan : (a) pointe positive ; (b) pointe négative	37
Figure I.12. Configuration classique d'une DBD.....	39
Figure I.13. Principe de fonctionnement d'une DBD	40
Figure I.14. Différentes configuration de réacteur à DBD	41
Figure I.15. Différents régimes des DBD à pression atmosphérique	42
Figure I.16. Formes d'ondes électriques d'une décharge filamentaire.....	42
Figure I.17. Formes d'ondes électriques d'une décharge homogène de type Glow	43
Figure I.18. Formes d'ondes électriques d'une décharge homogène de type Townsend	44
Figure I.19. Principe de dépôt de couche mince par la pulvérisation cathodique.	46
Figure I.20. (a) Exemple de dépôt de couche mince de cuivre sur un substrat en verre à l'aide de réacteur à plasma (b) cible en cuivre – Laboratoire LSTE – Université de Mascara.	46
Figure I.21. Exemple de revêtement (a) de prothèse médicale (DOT GmbH Rostok) (b) résultat du revêtement de verre en cuivre (Laboratoire LSTE université de Mascara).....	47
Figure I.22. Evolution du rendement de pulvérisation pour certains métaux en fonction de l'énergie des ions d'argon incidents.	48
Figure I.23. Exemple de chaîne moléculaire de polymère.	49
Figure I.24. Classes des polymères	50
Figure I.25. Schéma des réactions du contact d'un plasma à la surface d'un polymère.....	51
Figure I.26. Modification chimique de surface par plasma non polymérisant.	52
Figure I.27. Voile de non-tissé à liage thermique.	52
Figure I.28. Colmatage par des aérosols solides (a) colmatage par des particules submicroniques et formation de dendrites. (b) Colmatage par des particules microniques et formation d'agrégat	53
Figure I.29. Principaux mécanismes de capture de particules.....	54
Figure I.30. Configuration de chargement par effet couronne.	55
Figure I.31. Comparaison entre configurations duale et triode.	56

Figure I.32. Exemple de courbes de déclin de potentiel pour un dépôt de charge (a) dans l'air, (b) dans le vide	57
Figure I.33. Différents processus contribuant au déclin du potentiel de surface.....	58
Figure II.1. Schéma simplifié du réacteur à réaliser.	62
Figure II. 2. Assemblage du réacteur en 3D.....	65
Figure II. 3. Ligne équipotentielle et intensité du champ électrique Laplacien à l'intérieur du réacteur pour trois distances inter-électrodes.	66
Figure II. 4. Champ électrique réduit d'amorçage théorique (zone1 : amorçage assuré, zone 2 : aucun amorçage).	67
Figure II.5. Schéma simplifié de l'installation expérimentale.	68
Figure II. 6. Photographie de l'installation expérimentale au laboratoire.....	68
Figure II. 7. Courbe de Paschen expérimentale et calculée.	70
Figure II. 8. Variation du courant électrique de décharge et la tension aux bornes des électrodes du réacteur en fonction du temps.....	71
Figure II. 9. Caractéristique U / I de la décharge électrique pour $d_{Electrodes} = 3$ cm et $p_{Argon} = 2$ mbar.....	71
Figure II.10. Deuxième prototype de réacteur.	75
Figure II.11. Système d'électrodes.....	76
Figure II.12. Système d'ajustement manuel de la distance inter-électrodes.	76
Figure II.13. Installation expérimentale du réacteur à plasma.	77
Figure II.14. Schéma détaillé de l'installation expérimentale du nouveau prototype de réacteur.	78
Figure III.15. Méthode de relevé de la caractéristique de la diode par oscilloscope.	79
Figure II.16. Méthode d'acquisition de courant et de la tension appliquée au réacteur à plasma.	80
Figure II.17. Méthode de mesure traditionnelle.	80
Figure II.18. Reproductibilité des mesures par la méthode d'acquisition par oscilloscope.	81
Figure II.19. Exemple de relevé de la tension et du courant de décharge à l'aide d'un signal HT en demi-sinusoïde.....	82
Figure II.20. Exemple de caractéristique de décharge obtenu en utilisant le mode XY.	82
Figure II.21. Exemple de caractéristique obtenu en utilisant le post traitement des données.	83
Figure III.22. Caractéristique courant - tension sans hystérésis.	83
Figure II.23. Caractéristiques I/U en fonction de la distance inter-électrodes. Conditions : gaz = air, polarité = (-), $p = 1.8$ mbar.	84
Figure II.24. Caractéristiques I/U en fonction de la distance inter-électrodes. Conditions : gaz = air, polarité = (+), $p = 1,8$ mbar.	85
Figure II.25. Régimes de la décharge électrique en basse pression.	86
Figure II.26. Photographie du régime normale et anormale de la décharge électrique en basse pression.....	86
Figure II.27. Comparaison entre caractéristiques U/I en polarité positive et négative. Conditions : gaz = air, $d = 4$ cm, $p = 1,8$ mbar.	87
Figure II.28. Caractéristiques U/I en fonction de la distance inter électrodes pour l'argon. Conditions : gaz = Argon, polarité = (-), $p = 1,8$ mbar.	87
Figure II.29. Caractéristiques U/I en fonction de la distance inter électrodes pour l'argon Conditions : gaz = Argon, polarité = (+), $p = 1,8$ mbar.	88
Figure II.30. Comparaison entre caractéristiques U/I en polarité positive et négative. Conditions : gaz = argon, $d = 4$ cm, $p = 1,8$ mbar.....	88
Figure II.31. Caractéristiques U/I en fonction de la pression. Conditions : gaz = argon, $d = 8$ cm, Polarité = (-).	89
Figure II.32. Comparaison entre les caractéristiques U/I de l'air de l'argon. Conditions : $p = 5$ mbar, $d = 8$ cm, Polarité = (-).	91

Figure II.33. Schématisation de la méthode d'étude de la courbe de Paschen.....	91
Figure II.34. Evolution de la tension de claquage (a) en fonction de la distance et (b) en fonction de la pression.....	92
Figure II.35. Courbe de Paschen expérimentale (a) à pression constante (b) à distance inter-électrodes constante.....	93
Figure II.36. Evolution de la tension de claquage (a) en fonction de la distance et (b) en fonction de la pression.....	94
Figure II.37. Courbe de Paschen expérimentale (a) à pression constante (b) à distance inter-électrodes constante.....	95
Figure II.38. Intensité du champ électrique dans la chambre du réacteur (face avant).....	96
Figure II.39. Évolution de l'intensité du champs électrique en fonction de la distance inter électrode dans deux zones du reacteur à plasma.....	97
Figure II.40. Variation de l'aspect optique du substrat en verre due au dépôt de couche mince de cuivre.....	97
Figure II.41. Schéma et cellule de mesure de la résistance.....	98
Figure II.42. Variation de la résistance de la couche mince de cuivre en fonction du temps de dépôt.....	98
Figure III.1. Schématisation de l'installation expérimentale d'étude de la DBD.....	103
Figure III.2. Pilotage de l'amplificateur haute tension.....	103
Figure III.3. Configuration géométrique de la cellule de la DBD.....	104
Figure III.4. Photographies de la cellule de DBD d'étude.....	105
Figure III.5. Oscillogramme tension – courant d'une DBD. Conditions : Signal : Carré, Tension = 30 kV, Fréquence = 800 Hz.....	106
Figure III. 6. Exemple de l'allure de la puissance et de l'énergie instantané calculé pour une alternance positive de tension carré.....	107
Figure III. 7. Evolution de l'énergie moyenne en fonction du temps d'usure. Conditions : type de signal : carré, tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, distance inter-électrodes d = 10 mm, épaisseur du diélectrique e = 5 mm.....	109
Figure III.8. Oscillogrammes courant/ tension pour différents types de signaux haute tensions.....	111
Figure III.9. Effet du type de signal sur l'énergie moyenne dissipé par la cellule de DBD. Conditions : Tension = 30 kV, Fréquence = 800 Hz.....	112
Figure III. 10. Effet de la tension de la décharge sur l'énergie moyenne dissipé par la cellule de DBD. Conditions : Type de signal : Carré, Fréquence = 800Hz.....	112
Figure. III.11 Oscillogramme tension – courant avant établissement de la DBD, Tension = 320 V et après établissement de la DBD, Tension = 630 V, fréquence = 50Hz.....	113
Figure III.12. Effet de la tension de la décharge sur l'énergie moyenne de la DBD en basse pression. Conditions : Type de signal : Sinus, Fréquence = 50 Hz, Pression = 3 mbar.....	114
Figure III. 13. Effet de la fréquence du signal haute tension d'excitation sur l'énergie moyenne de la DBD. Conditions : Type de signal : carré, Tension = 30 kV, Fréquence = 800 Hz.....	115
Figure III.14. Variation théorique de la permittivité en fonction de la fréquence.....	116
Figure III.15. Simulation du champs electric Laplacien et des lignes equipotentiels pour deux type de dielectriques. Conditions, tension = 30 kV, permittivité $\epsilon_{r1} = 2$ et $\epsilon_{r2} = 5$	116
Figure III.16. Zoom sur la partie encadrée en blanc de la figure precedente.....	116
Figure III.17. Variation de la pente de transition de la tension par la variation de la fréquence du signal. Conditions : Tension = 30 kV.....	117
Figure III. 18. Effet de la pente du signal haute tension d'excitation sur l'énergie moyenne de la DBD. Conditions : Type de signal : carré, Tension = 30 kV.....	118
Figure III.19. Effet de la distance inter-électrodes sur l'énergie moyenne. Conditions : Type de signal = carré, tension = 30kV, fréquence = 800 Hz, épaisseur de diélectrique e = 5mm.....	119

Figure III.20. Comparaison entre l'énergie dissipée par une DBD avec un diélectrique en une seule pièce et en empilement. Conditions : Tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, épaisseur $e = 5$ mm, distance inter-électrodes $d = 10$ mm.....	120
Figure III.21. Effet de l'épaisseur du diélectrique sur l'énergie moyenne dissipée par la DBD. Conditions : Type de signal : carré, tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, distance inter-électrodes $d = 10$ mm.	121
Figure III.22. Influence de la nature du matériaux sur le l'énergie moyenne. Conditions : type de signal : carré, tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, distance inetrelectrode $d = 10$ mm, epaisseur du dielectrique $e = 5$ mm.	122
Figure III.23. Permittivité diélectrique relatives des matériaux utilisés dans nos expériences. (Fréquence 1kHz).	122
Figure III. 24. Effet de la position du diélectrique sur l'énergie moyenne dissipée par la DBD. Conditions : type de signal : carré, tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, distance inter-électrodes $d = 10$ mm, épaisseur totale du diélectrique $e = 5$ mm.	123
Figure III.25. Séquences de photographie rapide de la DBD, conditions : Tension carré = 30kV, fréquence = 800Hz, temps d'obturation = 10^{-4} s, fréquence de capture 1000 images /seconde.	124
Figure III.26. Effet de la fréquence sur l'allure de la décharge à barrière diélectrique. Conditions Tension carré = 30kV, temps d'obturation = 10^{-4} s.	126
Figure III.27. Configuration étudiée de la cellule à DBD.....	127
Figure III.28. Modèle électrique simplifié de la DBD.....	127
Figure III. 29. Schéma détaillé du modèle de la DBD.....	129
Figure III. 30. Oscillogramme courant- tension obtenu à l'aide du modèle de la DBD.	130
Figure III. 31. Allure de la puissance et de l'énergie instantané pour une alternance positive de tension carré, (a) expérimentale, (b) modèle de la DBD.	131
Figure III.32. Comparaison entre l'énergie moyenne dissipée par la DBD du modèle et celle de l'expérimentale.....	132
Figure. IV.1. Exemple de polymères utilisés dans les expériences (granulaire et plaque).....	137
Figure. IV.2. Représentation schématique de l'installation expérimentale de la DBD. (1) cellule DBD, (2) amplificateur haute tension, (3) générateur de fonction (4), chaine de mesure du courant, (5) résistance non inductive de 100 Ω , (6) chaine de mesure de tension (7), Oscilloscope, (8) Protection contre les surtensions.....	138
Figure IV.3. Architecture de la décharge DBD pour une fréquence de (a) 800 Hz et (b) de 2,5 kHz ; Amplitude de la tension appliquée : $V_{DBD} = 30$ kV.	138
Figure. IV 4. Configuration et disposition de traitement DBD. (1) Electrode active, (2) électrode mise à la terre, (3) barrière diélectrique (verre), (4) échantillon de polymère (granules ou plaque), (5) plasma.....	139
Figure IV.5. Formes d'onde de courant et de tension typiques à la DBD, cas de traitement de polypropylène, $V_{DBD} = 30$ kV, $f = 800$ Hz.	140
Figure IV.6. Energie par période de la DBD en fonction de la nature du polymère traité, $V_{DBD}=30$ kV, $f = 800$ Hz.	141
Figure IV.7. Profilomètre sans contact utilisé pour la cartographie des échantillons de polymères. (Faculté des sciences - SP2MI - Université de Poitiers).	141
Figure IV.8. Évolution de la rugosité de surface moyenne en fonction du temps d'exposition. $V_{DBD} = 30$ kV, $f = 800$ Hz, forme d'onde de tension carrée.	142
Figure IV.9. Images 3D reconstituées par profilométrie dans le cas de (a) PP non traité, (b) PP traiter, (c) PE non traité, (d) PE traitées, (e) PVC non traité, et (f) PVC traitée, $V_{DBD} = 30$ kV, $f = 800$ Hz, forme d'onde de tension carrée, temps d'exposition = 15 min.	143
Figure IV.10. Principe de la spectroscopie infrarouge.	144

Figure IV.11. Photo du spectromètre infrarouge utilisé pour l'identification et l'étude des modifications chimiques des polymères traité par DBD. Espace de Formation à l'Eco-Conception (EFEC) IUT d'Angoulême.	145
Figure IV.12. Evolution du spectre FTIR des polymères en fonction du temps d'exposition. Conditions : V DBD = 30 kV, f = 800 Hz, forme d'onde de tension carrée.	146
Figure IV.13. Évaluation de la mouillabilité par la mesure de l'angle de contact.	147
Figure IV.14. Méthode de mesure de l'angle de contact.	148
Figure IV.15. Système utilisé pour le de dépôt des gouttelettes d'eau.	148
Figure IV.16. Photographies et analyse des images obtenues pour deux états de surfaces.	149
Figure IV.17. Évolution de l'angle de contact en fonction du temps d'exposition au plasma de DBD	150
Figure IV.18. Installation d'étude de la charge triboélectrique. (1) granules traité par DBD, (2) Récipient en Polypropylène, (3) Plaque vibrante, (4) Cage de Faraday, (5) Electromètre.	151
Figure IV. 19. Evolution de la Tribo charge des granules en fonction du temps d'exposition à la DBD.	151
Figure IV.20. Schéma de principe du fonctionnement du séparateur à chute libre.	154
Figure IV.21. Séparateur à chute libre utilisé dans les expériences – IUT d'Angoulême.	154
Figure IV.22. Procédure d'étude de l'intégration du traitement de surface dans la séparation électrostatique.	155
Figure IV.23. Effet du temps de traitement par la DBD sur la séparation électrostatique du mélange PP-PE.	157
Figure V.01. Banc de charge et de caractérisation par la mesure de potentiel de surface. $R = 100 \text{ M}\Omega$	162
Figure V.02. Photographie du dispositif expérimental.	163
Figure V.03. Courbe de déclin de potentiel pour différents types d'échantillons de voile de tissu. RH=56.3% - T= 25.4°C.	164
Figure V.04. Méthode de cartographie de potentiel électrique à la surface du tissu.	166
Figure V.05. Méthode de photographie de l'échantillon de tissu.	167
Figure V.06. Corrélation entre la densité de fibre et le potentiel de surface. (a) Photo en négatif du tissus éclairé en dessous. (b) Image thermique infrarouge du tissu après chauffage au four à 40°C. (d) Distribution du potentiel électrique après chargement avec un potentiel de grille de 1kV.	168
Figure V.07. Cartographie du déclin de potentiel de surface du tissu. Potentiel de grille 1kV. (a) Potentiel initiale. (b) Potentiel après 60s. (c) Potentiel après 120s. (d) Potentiel après 180s. RH= 40.7% - 27.6°C	169
Figure V.08. Evolution du déclin de potentiel en fonction de l'épaisseur de l'échantillon. Paramètres : Tension de grille $V_g = 1\text{kV}$, $I_g = 10 \mu\text{A}$, $R_g = 100 \text{ M}\Omega$. Temps de charge $T_c = 10\text{s}$. RH% = 40.2% - T= 22.3°C.	170
Figure V.09. Disposition du tissu utilisé pour la simulation du potentiel de surface.	171
Figure V.10. Résultat de simulation du profil de potentiel à densité de charge constante.	172
Figure V.11. Déclin de potentiel en fonction des dimensions de l'échantillon. Conditions : chargement statique, temps de charge : 10s, RH% = 38.2% - 24.3°C.	173
Figure V.12. Vitesse du déclin de potentiel en fonction des dimensions de l'échantillon.	174
Figure V.13. Déclin de potentiel en fonction de la tension de la grille et la polarité. Conditions : Temps de chargement = 10 s. RH% = 51.8% - 26.1°C.	174
Figure V.14. Potentiel de surface initial et celui à $t = 600 \text{ s}$ en fonction de la tension de la grille.	175
Figure V.15. Effet du temps de chargement des échantillons sur le déclin de potentiel. RH% = 52%, T = 27°C.	176
Figure V.16. Etude de l'effet du traitement par DBD sur le chargement du média filtrant.	177

Figure V.17. Installation de traitement de surface par DBD.	178
Figure V.18. Photographie de l'installation de traitement de surface par DBD.	179
Figure V.19. Cellule de traitement de l'échantillon de tissu par DBD.	179
Figure V.20. Aspect visuel du tissu (a) avant et (b) après traitement DBD.	180
Figure V.21. Méthode d'étude de l'effet du traitement par plasma de DBD sur le déclin de potentiel.	181
Figure V.22. Test de reproductibilité de mesure du déclin de potentiel.	182
RH = 57.8% - 24.5°C	182
Figure V.23. Effet de la tension de la DBD sur le gain de potentiel. RH% = 50% - 24.7°C.	183
Figure V. 24. Géométrie du model étudiée de la configuration triode (a) Configuration générale, (b) Zoom sur la géométrie du tissu.	184
Figure V.25. Topographie et intensité du champ électrique, (a) Champ électrique globale pour $\rho_{tissu} = 10^{15} \Omega.m$, (a.1) zoom sur le champ électrique près du tissu (cas sans traitement DBD), (b) Champ électrique globale pour $\rho_{tissu} = 10^{10} \Omega.m$. (b.1) zoom sur le champ électrique près du tissu (cas avec traitement DBD).	186
Figure V.26. Effet de la résistivité du tissu sur l'intensité du champ électrique le long de l'axe de symétrie de l'échantillon.	186
Figure V.27. Effet du temps d'exposition sur le gain de potentiel. RH% = 63% - 24.8°C, $U_{dbd} = 30kV$	187
Figure V.28. Effet du type de signal d'excitation de la DBD sur le gain de potentiel. Temps d'exposition = 15s, $U_{dbd} = 30 kV$. RH% = 60.3% - 26.6°C	188
Figure V.29. Effet de la fréquence du signal d'excitation de la DBD sur le gain de potentiel. Temps d'exposition = 15s, $U_{dbd} = 30 kV$, RH% = 55% - 23,7°C.	189
Figure V.30. Effet du temps de latence après traitement DBD sur le déclin et le gain de potentiel. RH% = [54- 57.6] % et T = [22.8 – 24.7] °C.	189
Figure V.31. Effet du temps de latence après chauffage à une température de 45°C.	190
RH% = [54- 57.6] % et T = [22.8 – 24.7] °C	190
Figure V.32. Traitement du tissu dans le réacteur à plasma en basse pression.	191
RH% = 21%, T = 23,7°C, P = 2.5 mbar.	191
Figure V.33. Variation du gain de potentiel en fonction du temps de traitement en basse pression. RH% = 57.6% - 22.8°C.	191
Figure V.34. Montage utilisé pour le relevé des caractéristiques électriques.	192
Figure V.35. Caractéristique courant / tension pour la configuration duale (sans grille). RH% = [37- 38] % et T = [24-25] °C	192
Figure V.36. Caractéristique courant / tension pour une configuration triode. RH% =[37-38]% et T = [24-25] °C.	192
Figure V.37. Évolution de la caractéristique courant / tension en fonction du type de tissu déposé sur la plaque de masse (configuration duale). RH% = [37- 39] % et T = [24-26] °C	194
Figure V.38. Évolution de la caractéristique courant / tension en fonction du type de tissu déposé sur la plaque de masse (configuration triode). RH% = [37- 39] % et T = [24-26] °C.	194
Figure V.39. Plan de masse et sonde de mesure de densité de courant.	195
Figure V.40. Montage utilisé pour le relevé de la densité de courant électrique.	195
Figure V.41. Densité de courant pour une configuration duale. RH = 47,6% - T = 25°C.	196
Figure V.42. Densité de courant pour une configuration triode. $I_{grille} = 55 \mu A$, RH = 47,6% - T= 25°C.	197
Figure V.43. Courant instantané de la décharge couronne en configuration duale, Polarité positive, Vs = 20kV, RH = 46.6% - T = 24.8 °C.	198

Figure V.44. Courant instantané de la décharge couronne en configuration duale, Polarité négative, $V_s = 20\text{kV}$, $RH = 46.6\%$ - $T = 24.8\text{ °C}$ **198**

Figure V.45. Comparaison entre le spectre d'un échantillon de tissu avant et après exposition à l'effet couronne. **199**

Liste des tableaux

Tableau I.1. Exemple de tension de claquage minimale.	31
Tableau I.2. Exemple de coefficient de surface.	38
Tableau II. 1. Evolution de la décharge dans le réacteur à plasma froid selon les sections de la caractéristique U/I	72
Tableau. IV. 1. Affectation des pics d'absorbance infrarouge.	147
Tableau V.1. Caractéristiques des échantillons des voiles.	165

INTRODUCTION GENERALE

Introduction générale

Les plasmas constituent l'essentiel de l'environnement terrestre au-delà de la haute atmosphère ; à l'échelle cosmique plus de 99,9 % de la matière visible se présente sous forme ionisée. Ainsi, les plasmas froids, qui sont une forme de plasma en hors équilibre thermodynamique se situent en amont d'un vaste champ d'applications technologiques. Par exemple, dans les domaines des hautes technologies, plus de la moitié des opérations de fabrication des cartes et composants électroniques sont effectuées dans des réacteurs plasmas. Au cours de ces dernières années, l'introduction des procédés plasmas dans les processus industriels a augmenté de façon extrêmement rapide. Les technologies plasmas sont devenues incontournables pour bon nombre de procédés industriels ; ces technologies sont des procédés dits « secs » sans rejets chimiques et non polluants et donc très respectueuses de l'environnement.

Le traitement de surface est une application qui présente l'avantage d'améliorer les propriétés surfaciques entre autres des matériaux tout en gardant les propriétés de volume intactes. La pulvérisation cathodique dite "sputtering", l'une des plus anciennes méthodes de traitement, consiste à modifier les surfaces par un revêtement. Il s'agit de déposer des couches minces métalliques ou non sur n'importe quel type de substrat en utilisant le plasma froid en basse pression. L'intérêt de tels dépôts réside dans le fait que ceux-ci sont insensibles à la tribo-corrosion et mécaniquement plus résistants (c'est-à-dire en fatigue, en fluage et en usure). Par ailleurs, l'épaisseur de ces dépôts est parfaitement contrôlée par le procédé fabrication. La plupart des travaux de recherche se focalisaient plus particulièrement sur la caractérisation et la croissance de ces couches minces. Actuellement, le besoin d'adopter des réacteurs à plasma plus performants et moins encombrants se fait de plus en plus ressentir. Plusieurs études sur le type d'excitation électrique des plasmas ont donné naissance à des prototypes de dépôt améliorés (réacteur à plasma radiofréquence, DC pulsé, magnétron ...etc). Simultanément, l'étude des plasmas froids de décharge électrique en fonction de leurs régimes constitue aussi un terrain fertile pour le développement de ce type de technologie. En effet, l'utilisation de décharge électrique dans un régime qui lui permettra de fonctionner à une pression proche de la pression atmosphérique serait de nature à améliorer le procédé d'un point de vue technico-économique en évitant les installations du vide et de pompage.

Un autre type de traitement de surface par plasmas consiste en la modification des surfaces des matériaux par submersion dans un plasma suffisamment réactif pour qu'il engendre des

modifications à la surface. Les matériaux traités de cette façon sont généralement des polymères ; ainsi les caractéristiques surfaciques acquises dépendent de la phase gazeuse du plasma utilisé. Les nouvelles propriétés conférées aux polymères sont généralement liées à l'amélioration de l'adhésion pour les systèmes de packaging en plastique et la consolidation de l'adhésion des encres en transformant le plastique hydrophobe en matériaux hydrophile.

Aujourd'hui, de plus en plus d'applications voient le jour en utilisant ces méthodes, telle que la modification des propriétés chimiques pour des applications biomédicales ou encore la modification des propriétés physiques pour l'industrie de l'automobile, l'aérospatiale et le traitement de textiles. La recherche s'est aussi orientée vers le développement des sources à plasma facilement intégrables dans l'industrie, la décharge couronne a longtemps été utilisée comme source à plasma, cependant en raison de son instabilité électrique (arc électrique intempestif), l'usage des décharges à barrières diélectriques est devenue le choix par excellence pour l'exploration de ce domaine de recherche.

Les médias filtrants à base de voile non tissé constituent un très bon exemple d'utilisation des polymères. Ces derniers ont l'avantage d'être plus simple par rapport aux précipitateurs électrostatiques et permettent de filtrer l'air à l'échelle submicroniques, l'amélioration de leurs propriétés de filtration d'air pollué par chargement électrostatique par effet couronne peut être aussi considérée comme un traitement. Cependant, ce dernier est totalement différent du traitement par exposition au plasma car il consiste seulement à déposer des charges électriques à la surface du média sans que cette surface ne soit altérée ou modifiée.

Notre objectif de thèse est double, il s'agit premièrement à développer des réacteurs à plasmas froids de décharges électriques et d'étudier leurs régimes pour le traitement de surface. Durant ce travail deux types de réacteurs ont été réalisés, le premier type de réacteur a été développé pour l'étude des décharges électriques et leurs régimes en basse pression ainsi qu'à leurs applications au revêtement en couches minces. Le deuxième réacteur fonctionne à pression atmosphérique dans l'air et il est destiné à l'étude du traitement des surfaces des polymères d'une manière générale. Le second objectif est la caractérisation et l'étude des changements dus au traitement par plasma, cela est très important car cette dernière permet de comprendre les phénomènes et les transformations de surfaces produites par les réacteurs à plasma réalisés. Grâce à la synthèse de ces études, nous avons pu découvrir de nouvelles applications dans le domaine du chargement des médias filtrants ou encore dans la séparation électrostatique des déchets de plastiques.

Le présent manuscrit est structuré en cinq chapitres. Le premier chapitre présente une synthèse bibliographique sur les plasmas froids en basse pression et à pression atmosphérique et les méthodes de leurs générations. Les notions générales sur les différentes décharges électriques et leurs mécanismes sont brièvement abordées. Puis un accent particulier est mis sur les méthodes de traitement de surface avant de finir avec une brève présentation de notions générales sur le chargement des médias filtrants par effet couronne. Il s'agit d'un état de l'art actuel sur les plasmas froids.

Le second chapitre est consacré à l'étude des décharges électriques en basse pression générées par des prototypes de réacteurs à plasma froid qui ont été développés dans le cadre de cette thèse au laboratoire de recherche LSTE de l'université de Mascara, Algérie. Cette étude consistait à examiner l'influence des paramètres électriques, géométriques et de la phase gazeuse utilisés sur les caractéristiques électriques et sur les régimes de la décharge ainsi que sur sa morphologie. Une corrélation entre les régimes de la décharge et les caractéristiques électriques a pu être établie et un dépôt de couche mince de cuivre a été réalisé en se basant sur ces résultats. L'amorçage des décharges électriques a été aussi discuté en relevant les courbes de Paschen expérimentales. Des perspectives intéressantes ont émergé des résultats de cette partie.

Le troisième chapitre aborde l'étude d'un type de décharge à pression atmosphérique appelé décharge à barrière diélectrique « DBD » généré par un autre prototype de réacteur. Ce dernier a été développé lors du stage de longue durée à l'institut Pprime – IUT d'Angoulême, France. Ce réacteur à DBD est destiné au traitement de surface des polymères. Ainsi, dans ce chapitre nous présentons les résultats de l'analyse des paramètres électriques (courant, puissance et énergie par alternance) pour différents cas et pour les deux polarités positive et négative. Quelques aspects morphologiques de la DBD obtenus à l'aide d'une caméra rapide seront aussi discutés. Un modèle de la DBD basé sur le circuit électrique équivalent a été proposé et validé à la fin du chapitre.

Le quatrième chapitre est dédié à l'étude de la modification de surface des polymères par plasma de DBD. Une caractérisation des propriétés physicochimiques est ainsi présentée. Ces changements sont également mis en corrélation avec les modifications des propriétés triboélectriques des polymères. A la fin de ce chapitre, nous présentons une possible application de traitement par DBD dans le domaine de la séparation électrostatique. En effet, il s'est avéré

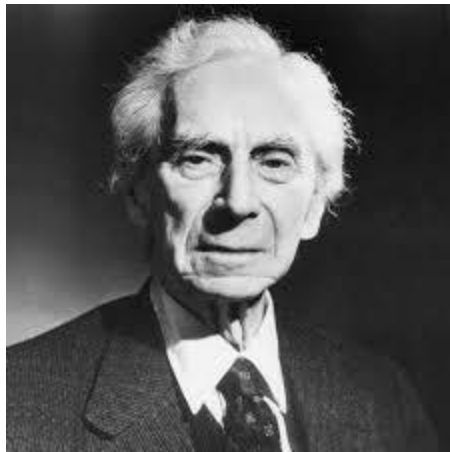
que le traitement de surface d'un mélange granulaire de polymère aide à améliorer significativement l'opération de séparation électrostatique.

Le dernier chapitre concerne l'application du traitement de surface par DBD aux médias filtrants en polypropylène afin d'améliorer leurs propriétés à se charger par effet couronne. Les performances du traitement sont évaluées par la notion de gain de potentiel à travers des mesures de déclin de potentiel par comparaison avec et sans traitement. Les mécanismes mis en jeu tel que l'effet « couronna inverse » sont ensuite analysés d'une part par l'usage de la simulation numérique et d'autre part par des relevés des caractéristiques électriques.

Enfin, nous terminons cette thèse par une conclusion générale sur les principaux résultats de nos travaux et des perspectives sur le traitement de surface par la décharge à barrière diélectrique.

CHAPITRE I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE



Bertrand Russell (1872 Trellech pays de Galles - 1970)

Mathématicien, logicien, philosophe, épistémologue, homme politique et moraliste britannique

Lorsque vous étudiez un problème ou vous apprenez une philosophie, vous devez vous demander quels sont les faits et quelle est la vérité renforcée par ces faits. Ne soyez pas influencé par ce que vous souhaitez croire ou par ce que vous pensez qu'il peut vous en apporter des effets positifs si vous y croyez. Regarder seulement les faits.

Chapitre I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

I.1. Introduction

Dans ce premier chapitre nous allons présenter une synthèse bibliographique sur les plasmas froids de décharges électriques ainsi que quelques une de leurs applications liés au contexte générale de notre travail de recherche. Nous allons en premier lieu aborder les plasmas de décharges électriques en fonction de leurs processus de génération en basse et haute pression. En deuxième lieu nous allons présenter des notions sur l'utilisation de ce type de plasma pour le traitement de surface des matériaux tel que le revêtement de surface par dépôt de couches minces et la modification par exposition au plasma qui constitue l'essence même de cette thèse. Enfin nous terminerons ce chapitre par quelques généralités sur les médias filtrants et leur chargement par effet couronne conformément à l'un des objectifs de cette thèse qui est le traitement de surface et l'amélioration de la charge de ces médias filtrants.

I.2. Notions sur les plasmas

I.2.1. Définition

Les plasmas sont le quatrième état de la matière et représentent près de 99 % de l'Univers. Ils existent soit à l'état naturel (couronne solaire, Soleil, ionosphère, ...), soit en laboratoire où ils sont généralement produits par des décharges électriques. Ce sont des gaz contenant des atomes, des molécules et des ions dans l'état fondamental ou dans un état excité, des électrons et des photons qui proviennent de la désexcitation des états excités [1].

On emploi aujourd'hui couramment le terme « plasma » pour désigner tout gaz partiellement ou totalement ionisé.

La connaissance du degré d'ionisation α_i défini par la relation (I.1) permet la classification des plasmas :

$$\alpha_i = \frac{n_i}{n_i + n_0} \quad (\text{I.1})$$

Où n_0 et n_i représentent respectivement les densités des espèces neutres et ionisées, exprimées en nombre de particules par unité de volume (généralement en cm^{-3}).

Deux grandes familles de gaz ionisés sont distinguées selon la valeur du degré d'ionisation « α_i » : les gaz fortement ionisés pour $\alpha_i > 10^{-4}$ et les gaz faiblement ionisés pour $\alpha_i < 10^{-4}$.

On s'intéressera ici particulièrement aux gaz faiblement ionisés pour lesquels on a, par définition, une densité de particules chargées (ions et électrons) très faible devant celle des neutres. Il s'agit en général de plasmas hors équilibre thermodynamique, chaque espèce (électrons, ions, particules neutres du gaz) étant caractérisée par sa propre température, respectivement T_e , T_i et T_0 . On peut en effet appliquer la relation suivante :

$$T_e \gg T_i \geq T_0 \quad (I.2)$$

La température des électrons est de l'ordre de quelques eV (1 eV=11 605 K) tandis que celle du gaz (et des ions) est « proche » de la température ambiante (typiquement inférieure à 400 K). On parle donc de « plasmas froids », en raison de la faible température des composants majoritaires.

D'autre part, ces plasmas froids étant principalement générés dans les laboratoires, par l'application d'une haute tension entre deux électrodes, on utilisera préférentiellement le terme de « décharge électrique » pour les désigner [2-4].

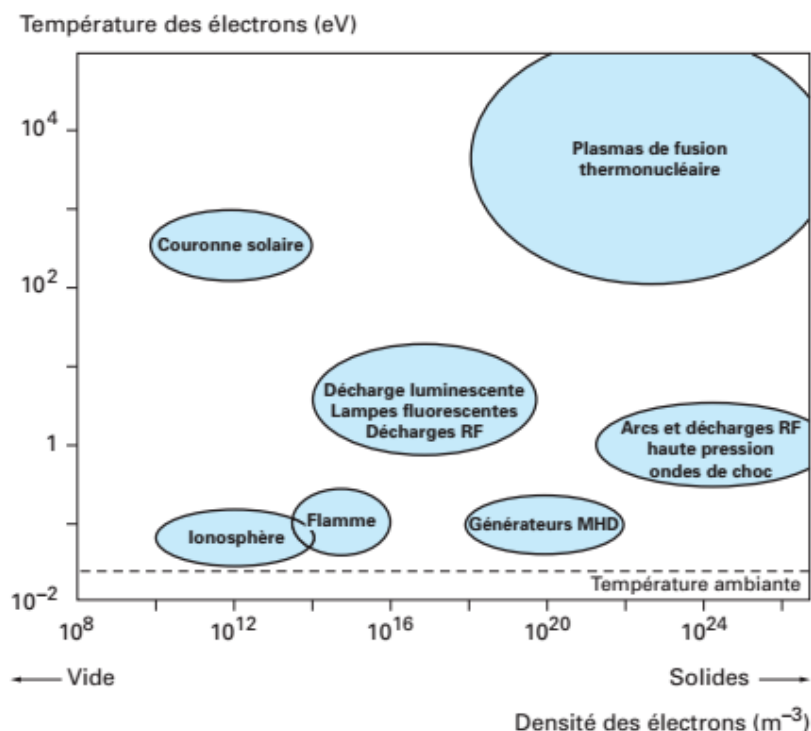


Figure I.1. Classification des plasmas en fonction de la température et la densité électronique [1].

I.2.2. Paramètres et grandeurs du plasma

I.2.2.1. Longueur de debye

Sachant que les plasmas sont globalement électriquement neutres, cette propriété n'est valable que macroscopiquement. Il existe une certaine longueur en dessous de laquelle, on peut observer des écarts à la neutralité électrique. Cette longueur est donnée pratiquement par :

$$\lambda_{De} = 6.9 \sqrt{\frac{T_e(K)}{n_e}} \quad (I.3)$$

Où λ_{De} : est la longueur de debye en [cm] et n_e est la densité électronique en [cm^{-3}].

I.2.2.2. Fréquence de plasma

La fréquence plasma est un caractère collectif du comportement des particules chargées. Considérons une densité de charge électronique recouvrant parfaitement une densité de charge ionique, et supposons également que les ions très lourds sont immobiles, si par une brève perturbation externe nous déplaçons le nuage électronique par rapport au nuage ionique, les électrons vont retourner à leur position initiale et vont osciller autour de leur position d'équilibre à une fréquence caractéristique appelée la fréquence plasma, cette dernière est donnée par :

$$f_{pe} = \frac{1}{\pi} \sqrt{\left(\frac{e^2 n_e}{\epsilon_0 m_e}\right)} = 8980 \sqrt{n_e} \quad (I.4)$$

Où f_{pe} : est la fréquence de plasma électronique en [Hz] et m_e : est la mass électronique.

I.2.2.3. Potentiel plasma

Le potentiel plasma est le potentiel dont lequel se porte un plasma dans les zones stationnaires qui sont loin des charges d'espace près des électrodes ; ainsi au milieu de l'espace inter-électrodes loin des gaines électrostatiques, le potentiel électrique est constant, il s'agit du potentiel plasma noté V_p . Il sert souvent de référence dans les études du plasma de décharge électrique.

I.2.2.4. Potentiel flottant

Le potentiel flottant est le potentiel que va atteindre un corps étranger isolé électriquement plongé dans un plasma. Il est toujours inférieur au potentiel plasma. Puisque les électrons sont plus rapides que les ions ils arriveront plus vite à la surface provoquant ainsi une accumulation

de charges négatives (différence de mobilité entre les électrons et les ions). Une gaine va donc se former autour du corps qui va avoir tendance à repousser les électrons et à attirer les ions jusqu'à l'établissement d'un équilibre entre les flux de ces deux espèces. Le potentiel flottant V_f est donné par la formule suivante :

$$V_f = \frac{KT_e}{2e} \ln \left(\frac{m_i}{2,25m_e} \right) \quad (I.5)$$

Où V_f est le potentiel flottant en [V], KT_e l'énergie électronique en [joule], m_i la masse ionique [kg], m_e la masse électronique [kg] et e la charge de l'électron en [Coulomb][5].

I.3. Décharges à basse pression

La figure. I.2 montre la caractéristique électrique d'une décharge à courant continu en basse pression. Selon le courant on peut distinguer les différents types ou régimes de décharges. Supposons qu'une tension continue soit appliquée à un système d'électrode en configuration de plaques parallèles d'une surface de quelques centimètres carrés et une distance inter-électrodes de quelques centimètres, (figure I.2. (a)). L'espace inter-électrodes est rempli d'un gaz à basse pression (par exemple $p = 3$ torr). Pour limiter le courant de la décharge, une résistance est connectée en série, initialement fixé à une grande valeur de 1 M Ω . La tension U_0 de l'alimentation électrique est choisie assez élevée pour que l'amorçage de la décharge se produise. Ceci peut survenir à $U_0 \approx 600$ V dans cet exemple. Pour des courants de décharge allant jusqu'à 1 μ A la tension de la décharge U est indépendante du courant et reste proche de la tension de claquage. Il n'y a aucune manifestation lumineuse dans l'espace inter-électrodes de la décharge dans ce cas. Ce régime est appelé « décharge sombre Townsend », du nom de John S. Townsend (1868-1957).

Lorsque la valeur de la résistance série est diminuée, le courant de la décharge augmente et une décharge « électroluminescente subnormale » se développe et couvre seulement une partie de la surface de la cathode. Ce mode de décharge a une tension de décharge faible qui reste constante sur un intervalle de courant de $I \approx (0.1 \text{ à } 10)$ mA, comme indiqué sur la figure I.2. (b), et cela jusqu'à ce que la cathode soit complètement recouverte par la lueur. Ce dernier régime est celui de la décharge électroluminescente normale. A partir de ce point la décharge est composée de diverses régions lumineuses qui remplissent l'espace inter-électrodes. La tension de la décharge augmente à nouveau pour des courants de décharge plus élevés en formant une décharge « électroluminescente anormale ». En continuant à augmenter encore le courant de la décharge, la décharge devient instable (partie pointillée de la courbe) et

une décharge différente « décharge d'arc » est formée avec des courants supérieurs à 1 A. Dans ce cas, le canal de décharge se contracte sur une petite partie de la surface de l'électrode. Notons que la décharge d'arc a une caractéristique avec une résistance différentielle négative, c'est-à-dire que la tension de la décharge diminue pour une augmentation de courant.

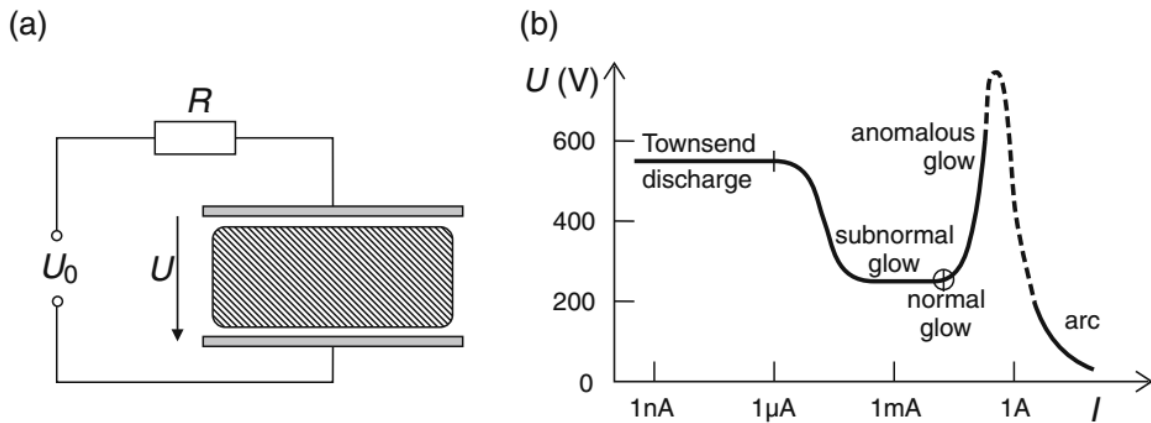


Figure I.2. Décharge électrique auto-entretenue. (a) Amorçage de plasma de décharge entre deux électrodes planes et contrôle du régime par une résistance série. (b) Caractéristiques courant – tension de la décharge électrique établie et ses régimes [6-7].

I.3.1. Architecture de la décharge électroluminescente

I.3.1.1. Description générale

La décharge dans un long tube en verre est un bon exemple à étudier afin de voir l'architecture de la décharge électroluminescente normale. On peut distinguer différentes régions dans la décharge selon leur luminosité ou leur obscurité, comme le montre la figure I.3. (a) et la figure I.4 (a). Les électrodes négative et positive sont appelés respectivement cathode et anode. Quand on a une décharge électroluminescente avec une cathode plane, un motif complexe d'espaces sombres et de zones lumineuses devient visible sur le côté de la cathode, comme esquissé sur la figure I.3. (a). Vers l'anode, un volume très étendu de luminosité apparaît, il s'agit de la colonne positive.

Lorsque la longueur du tube à décharge augmente alors que le courant de décharge et la pression du gaz sont maintenus constants, les caractéristiques cathodiques restent inchangées, mais la colonne positive devient plus longue et remplit le volume supplémentaire. On constate aussi que lorsque l'espace inter-électrodes de la décharge devient plus court ou bien la tension de la décharge devient élevée, la décharge est maintenue même lorsque la colonne positive et l'espace sombre de Faraday disparaissent laissant seulement la lueur négative et l'espace sombre adjacent aux électrodes, (figure I.4. (b)).

Ce comportement montre que la décharge lumineuse peut être divisée en deux parties fonctionnelles : la partie cathodique, chargée de libérer un nombre suffisant d'électrons de la cathode et se termine par la lueur négative, et la partie anodique consistant en une colonne positive et une région de transition vers l'anode. La colonne positive est la partie active dans les tubes fluorescents, elle est responsable de la génération de la lumière *UV* dans le cas de l'argon. La couleur de cette dernière dépend du gaz utilisé pour la décharge.

La distribution de potentiel dans une décharge lumineuse et le champ électrique axial correspondant sont représentés sur la figure I.3. (b). La plus grande chute de tension se produit dans la région cathodique. La lueur négative est principalement à champs nul, $E \approx 0$. Dans la colonne positive, le champ électrique axial est constant et il y a une faible chute de tension dans la région anodique [3] [6].

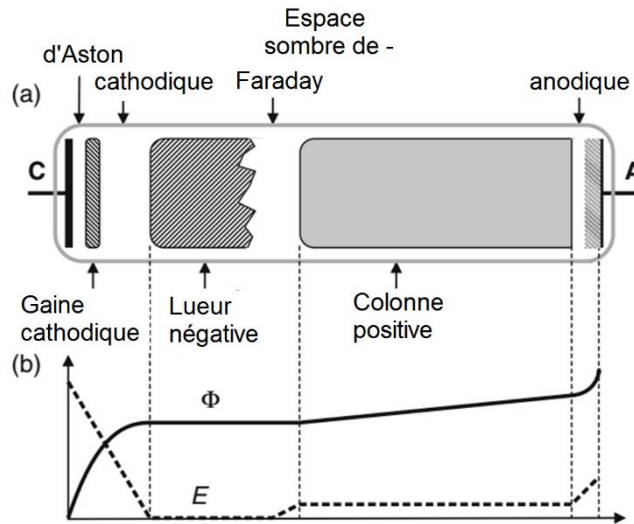


Figure I.3. Décharge électroluminescente établie dans un tube cylindrique. (a) Les différents espaces sombres et régions lumineuses. (b) Schéma du potentiel électrique Φ et du champ électrique axial E pour une décharge électroluminescente normale [6-7].

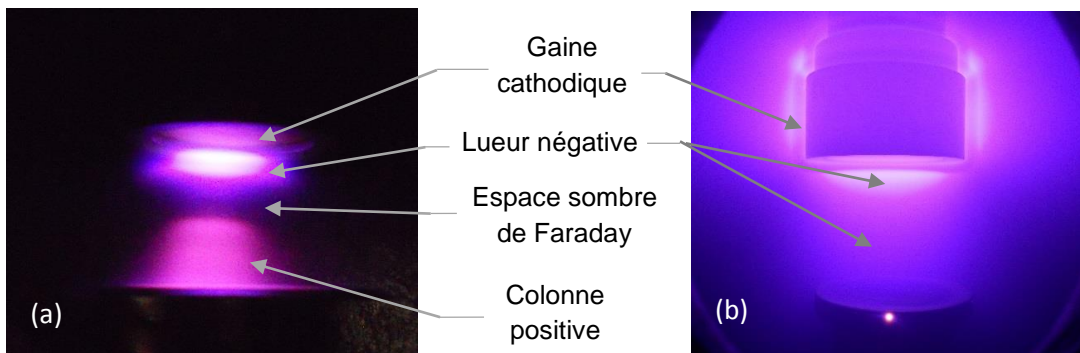


Figure I.4. Exemple de plasma de décharge obtenu dans un réacteur à plasma (a) tension = 300V (b) tension = 600V – laboratoire LSTE Université de Mascara.

I.3.1.2. Processus de la région cathodique

La clé pour comprendre l'amorçage des décharges électriques et l'état stationnaire de la région cathodique réside dans la compréhension de l'interaction et de la multiplication des électrons dans le gaz et leur libération de la cathode par bombardement ionique.

Effectivement, lorsqu'un électron primaire est libéré de la cathode et accéléré dans un champ électrique, que nous supposons homogène avant l'amorçage, il peut ioniser les atomes du gaz après avoir parcouru un libre parcours moyen typique d'ionisation λ_i . Dans ce processus d'ionisation une paire électron-ion est créée. Puis, les deux électrons sont accélérés et engendrent quatre électrons dans la prochaine génération et ainsi de suite, créant une avalanche d'électrons (figure I.5 et figure I.6). Les ions sont accélérés vers la cathode où ils ont une certaine probabilité de libérer un nouvel électron qui lancera l'avalanche suivante. L'équilibre est atteint quand la probabilité d'extraction d'électron par bombardement de la cathode est égale à $P = 1$ [6].

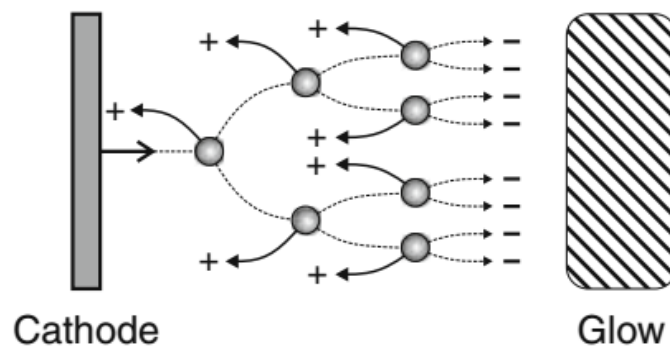


Figure I.5. Un électron émis par la cathode génère une cascade de nouvelles paires électrons-ions.

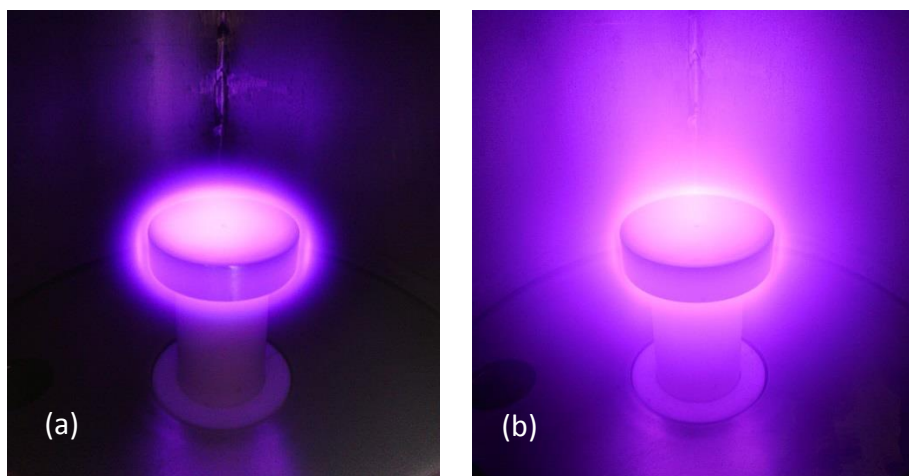


Figure I.6. Evolution de la région cathodique dans le réacteur à plasma conçu dans le cadre de la thèse (a) tension 500V (b) 700V – laboratoire LSTE - Université de Mascara.

Ce processus peut être décrit par le modèle suivant. Au sens statistique, la multiplication d'électrons est décrite par le nombre d'électrons dn_e nouvellement créés dans un intervalle dz , et on a :

$$\frac{dn_e}{dz} = \alpha \cdot n_e \quad (\text{I.6})$$

Où :

α : est le nombre de paires électrons-ions positifs créés par un électron sur un parcours élémentaire dz , il est souvent appelé 1^{er} coefficient de Townsend.

Cette équation décrit une croissance électronique exponentielle de la forme :

$$n_e(z) = n_e(0) e^{\alpha z} \quad (\text{I.7})$$

La possibilité de libérer un électron de la cathode par impact ionique est décrite par un coefficient γ qui est défini comme le rapport du flux d'électrons émis $\Gamma_e(0)$ sur le flux ionique bombardant la cathode $\Gamma_i(0)$.

$$\gamma = | \Gamma_e(0) / \Gamma_i(0) | \quad (\text{I.8})$$

La rupture de l'isolation du gaz et l'amorçage de la décharge se produit lorsque le processus d'avalanche peut se maintenir. Ceci est décrit par l'équation de l'équilibre :

$$\gamma (e^{\alpha d} - 1) = 1 \quad (\text{I.9})$$

Cette équation est appelé aussi critère d'auto entretien.

Townsend utilise aussi une loi empirique pour décrire la dépendance de α au champ électrique.

$$\frac{\alpha}{p} = A \exp\left(-\frac{B}{E/p}\right) \quad (\text{I.10})$$

Avec A et B des constantes dépendantes du type de gaz. Ici, α/p représente la multiplication des électrons par libre parcours moyen et E/p représente le gain d'énergie d'un électron par libre parcours moyen.

En utilisant la formule du critère d'auto entretien de Townsend, équation (I.9) et en définissant la tension de claquage $U_c = E_c \cdot d$, nous trouvons la loi de Paschen, du nom de Friedrich Paschen (1865-1947) :

$$U_c = \frac{Bpd}{C + \ln(pd)} \quad \text{avec} \quad C = \ln\left(\frac{A}{\ln(1 + \frac{1}{\gamma})}\right) \quad (\text{I.11})$$

Le nombre d'événements ionisants dans l'espace inter-électrodes de la décharge est proportionnel à la densité du gaz et à la distance inter-électrodes d . Lorsque nous traçons la tension de claquage U_c en fonction du produit pd , on obtient la courbe de Paschen proprement dite (figure I.7), cette dernière possède un minimum. À gauche du minimum, il y a trop peu d'atomes pour l'ionisation, à sa droite le gain d'énergie par libre parcours moyen devient insuffisant pour maintenir l'énergie électronique nécessaire à l'ionisation. Les deux effets doivent être compensés par un champ électrique plus élevé conduisant à une tension de rupture plus élevée. La tension de claquage minimale dépend de la combinaison du gaz et de matière cathodique. On donne quelques valeurs expérimentales typiques dans le tableau I.1 [3] [6].

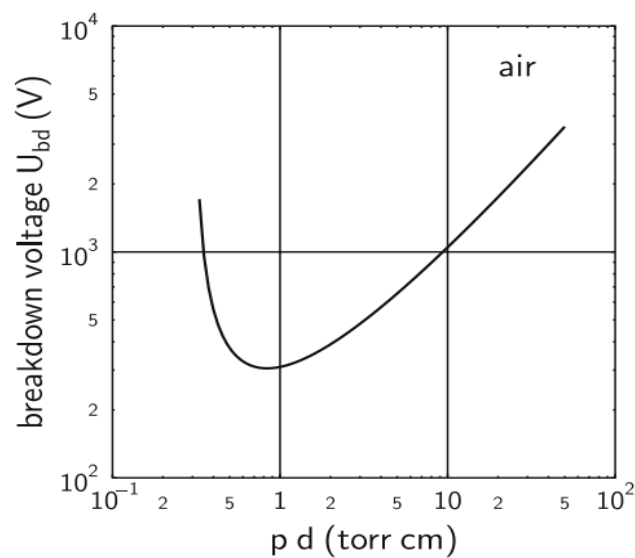


Figure I.7. Tension de claquage U_c dans l'air pour $\gamma = 10^{-2}$ en fonction du produit pd .

Tableau I.1. Exemple de tension de claquage minimale [6].

Gaz	Cathode	V_{\min} (V)	$(pd)_{\min}$ (torr.cm)
He	Fe	150	2.5
Ne	Fe	244	3
Ar	Fe	265	1.5
Air	Fe	330	0.57
Hg	W	425	1.8

I.3.1.3. Espace sombre d'Aston

Dans l'espace sombre d'Aston, les électrons issus de la cathode n'ont pas encore assez d'énergie ni pour ioniser ni pour exciter les atomes du gaz. D'autre part, les ions qui se dirigent vers la cathode ont déjà une vitesse telle que la probabilité de recombinaison radiative est faible.

Les ions excités ont déjà eu le temps de retomber, sur leur niveau fondamental. C'est pour toutes ces raisons que cette région n'émet pas de rayonnement.

I.3.1.4. Gaine cathodique

Elle apparaît à l'endroit où les atomes ou ions excités par les électrons reviennent à l'état fondamental. C'est dans l'espace sombre cathodique que se produit l'ionisation du gaz par les électrons qui n'ont pas perdu d'énergie en excitant les atomes de la gaine cathodique, mais qui, au contraire, ont été accélérés par le champ électrique. Il en résulte une multiplication des charges, mais les électrons ainsi libérés n'ont pas assez d'énergie pour exciter le gaz, tandis que les électrons qui leur ont donné naissance ont encore trop d'énergie. Faute d'excitations et de recombinaisons, cette région émet peu de lumière [8].

I.3.1.5. Lueur négative :

Dans cette région, les très nombreux électrons secondaires libérés dans l'espace sombre se mettent à exciter les atomes du gaz ambiant. Il en résulte une émission abondante de lumière. Comme la densité des ions est grande dans cette région, les recombinaisons y sont nombreuses

Par contre, le champ électrique décroît dans l'extrémité de cette lueur ainsi que l'énergie des électrons et l'intensité de la lumière émise. [8].

I.3.1.6. Espace sombre de Faraday

Dans cette région, les électrons qui ont perdu toute leur énergie dans la région de la lueur négative, ne peuvent plus exciter ni ioniser les atomes du gaz. De plus, le champ y est si faible qu'ils ne peuvent reprendre beaucoup d'énergie. Le peu de lumière que cette région émet est due à l'excitation des atomes neutres par les atomes métastables présents et par les photons des régions lumineuses.

La composante du vecteur de vitesse des particules chargées est nettement inférieure à la composante d'agitation thermique, c'est la situation inverse de celle qui règne dans la région cathodique [8-9].

I.3.1.7. La colonne positive

La colonne positive remplit toute la partie comprise entre l'espace sombre de Faraday et l'anode. Elle n'est pas caractéristique de la décharge luminescente :

D'une part, elle est absente si la distance entre électrodes est trop petite.

D'autre part, des volumes ionisés présentant les mêmes caractéristiques que la colonne positive peuvent être observés dans d'autres types de décharges comme les arcs par exemple.

En fait, la colonne positive est un très bon exemple de plasma et dans de très nombreux cas, elle occupe la plus grande partie des tubes à décharge luminescente.

Après la lumière négative, la colonne positive est la région la plus lumineuse du tube. Elle peut être homogène ou striée. Les stries n'apparaissent que dans certaines conditions de pression, de géométrie et de courant et pour certains gaz. Elles peuvent être fixes ou animées d'une vitesse longitudinale vers la cathode. Quelquefois elles se déplacent si vite que la colonne paraît homogène. L'énergie d'excitation mise en jeu est faible et les électrons ne sont pas très rapides. Comme dans l'espace de Faraday, leur vitesse d'entraînement est plus faible que leur vitesse d'agitation thermique. D'autres particularités de la colonne positive peuvent se résumer comme suit :

- La lenteur des électrons tient au fait que le champ électrique E est très faible.
- Les collisions inélastiques ne consomment qu'une partie de l'énergie électrique fournie par le circuit extérieur. Le reste sert à réchauffer le gaz et les parois du tube. La répartition de l'énergie entre ces divers processus varie suivant la pression, le courant et la géométrie du tube.
- La température du gaz et des ions positifs reste voisine de l'ambiante tandis que la température électronique est de plusieurs dizaines de milliers de degrés [3] [8-9].

I.3.1.8. Région anodique

Tant que l'anode n'émet pas d'ions, elle joue un rôle secondaire de collecteur d'électrons. La décharge dépend peu de sa forme et de sa position. En général, il existe une charge d'espace négative au voisinage de l'anode, accompagnée d'une chute anodique qui est de l'ordre de grandeur du potentiel d'ionisation V_i du gaz. C'est en effet dans cette région qu'apparaissent les ions qui vont traverser la colonne positive. L'augmentation de probabilité d'excitation engendre une légère augmentation de la luminosité. L'anode est chauffée par la décharge :

- Sous l'impact des électrons créés dans la colonne positive et éventuellement accélérés par la chute anodique V_a .
- Sous l'effet du dégagement d'énergie lors de la recombinaison des ions et des électrons à sa surface [7-8] [10].

I.3.2. Plasma à couplage inductif

Les plasmas couplés inductivement (ICP en Anglais) sont devenus très attractives pour l'industrie des semi-conducteurs et cela en raison du besoin d'utilisation de plasma de plus en plus dense de $n_i = (1-3) \times 10^{17} \text{ m}^{-3}$ à basse pression ($p = 0.11 - 2 \text{ Pa}$). Les densités plus élevées conduisent à des procédés plus rapides qui stimulent l'économie du processus.

Le transfert d'énergie par induction au plasma maintient la chute de tension aux bornes de la gaine très faible et conduit à des énergies ioniques modérées de (24 - 40) eV. Cela pourra éviter d'endommager les matériaux traités dans le réacteur et qui peuvent être très sensibles comme les cartes électroniques. Un ICP idéal agit comme un transformateur dont le primaire est une bobine qui est positionnée de manière très proche du plasma et le secondaire est le plasma lui-même formant ainsi une seule spire secondaire. Ce type de décharge est également connu sous le nom de « décharge annulaire ». La figure I.8 présente deux exemples de couplage de plasma [6] [11].

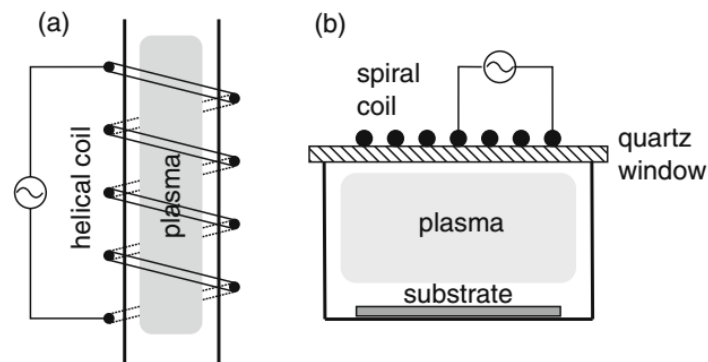


Figure I.8. Plasma couplé inductivement (a) avec une bobine hélicoïdale enroulée autour du tube à décharge. (b) avec une bobine en spirale sur le hublot du réacteur en quartz [6].

I.4. Décharge en haute pression

I.4.1. Décharge couronne

I.4.1.1. Architecture de la décharge couronne

On rencontre généralement ce type de décharge à la pression atmosphérique. Elle est caractérisée par un courant faible ($\approx 10^{-6} \text{ A}$) et se développe localement sous un champ électrique non uniforme. Ce type de décharge est initiés par un claquage de type "streamer".

Pour créer une décharge couronne on procède généralement à l'application d'une tension de valeur suffisante entre deux électrodes tel que celles montrées dans la figure I.9, cela entraîne une répartition de l'espace inter-électrodes en deux régions. La première région voisine de l'électrode couronne où le champ électrique est intense est le siège d'ionisation du gaz, c'est la région de plasma de couronne. Le reste de l'espace inter-électrodes constitue la deuxième région où le champ électrique est faible, c'est la zone de dérive mono polaire. Selon le type de polarité de l'électrode couronne les charges créées par collisions dérivent vers l'électrode collectrice sous l'effet du faible champ en constituant ainsi un dépôt de charge spatiale mono polaire [12-15].

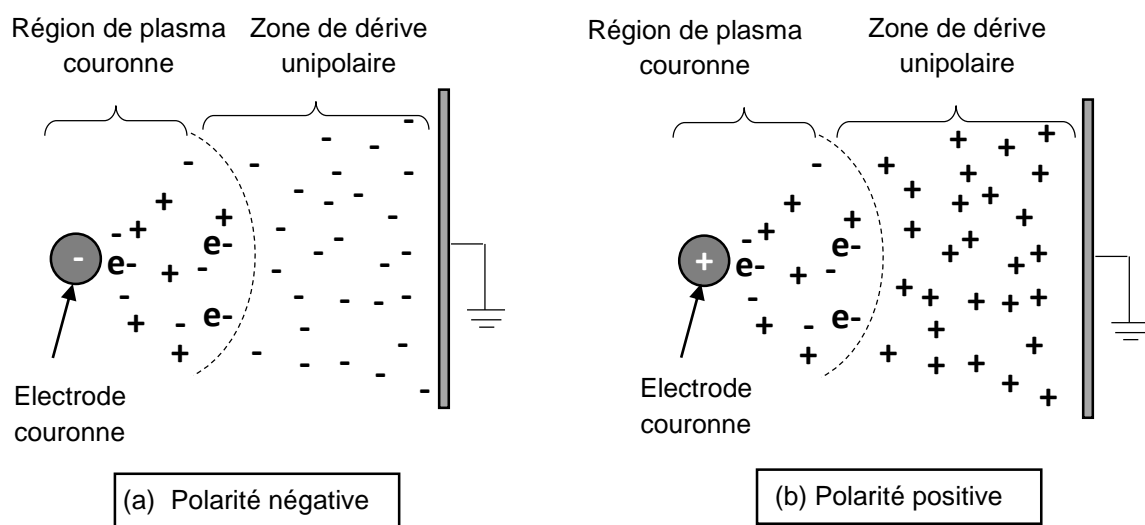


Figure I.9. Architecture de la décharge couronne.

I.4.1.2. Streamers

Dans la théorie de Townsend, les processus d'émission cathodique jouent un rôle fondamental dans l'amorçage de la décharge autonome. Cette théorie ne peut cependant expliquer les temps de développement de la décharge mesurés (10^{-9} à 10^{-7} s) dans le cas d'intervalles inter-électrodes importants et de pressions élevées. Ces temps sont beaucoup plus faibles que ceux nécessaires à l'apparition d'effets secondaires à la cathode conditionnant le passage des décharges non autonomes en autonomes (10^{-5} à 10^{-4} s). Aussi, la tension d'apparition de l'étincelle dans les grands intervalles ne dépend-t-elle pas du matériau de la cathode contrairement à ce qui est prévu par la théorie de Townsend. Pour expliquer le mécanisme de développement des décharges dans les grands intervalles, L. B. Loeb et J. M. Meek [16] ont proposé un modèle dans lequel la photo ionisation résultant des phénomènes

d'excitation et de recombinaison dans l'intervalle inter-électrodes et la charge d'espace sont à la base du développement de la décharge (Figure I.10).

Selon ce modèle, la décharge se développe sous forme d'un canal très conducteur appelé streamer (canal de plasma) [17].

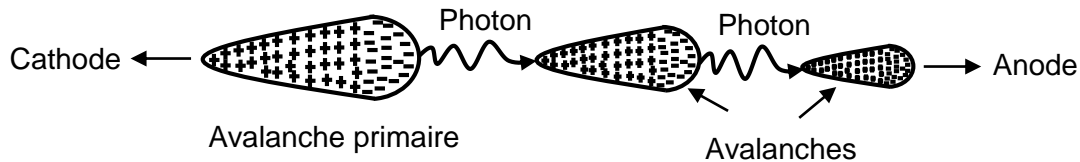


Figure I.10. Schéma de développement de la décharge par avalanches photo ionisantes.

Le premier stade d'évolution de la décharge en canal correspond à la création d'une avalanche dite primaire. Celle-ci prend naissance, par exemple, suite à des collisions ionisantes pour une valeur critique du champ électrique en un point quelconque de l'intervalle inter-électrodes. Cette avalanche est accompagnée de la création d'une charge d'espace. En effet, dans une avalanche, les électrons forment un nuage négatif qui progresse rapidement vers l'anode alors que de l'autre côté, les ions positifs restent pratiquement immobiles en raison de leur mobilité. Le champ devient alors hétérogène et plus intense près des pôles de l'avalanche et surtout au voisinage du pôle positif (constitué par les ions positifs) qui joue le rôle d'une pointe conductrice. Le champ sur les flancs de l'avalanche diminue alors. Dès que la charge d'espace de l'avalanche primaire atteint une taille critique (soit environ 10^8 électrons), elle va contribuer à intensifier les collisions ionisantes sur le front et sur la queue de l'avalanche. Dans l'avalanche, les électrons et les ions se recombinent en partie. L'énergie rayonnée peut provoquer la photo-ionisation des particules de gaz, se trouvant à l'intérieur et à l'extérieur de l'avalanche. Les électrons nouvellement créés peuvent, si le champ local est suffisamment intense, conduire par chocs ionisants, à la naissance de nouvelles avalanches, dites secondaires qui à leurs tours créeront une charge d'espace positive en avant de la première. Ces avalanches secondaires jouent le rôle de facteur d'entretien de la décharge (qui devient autonome) et d'amplification du nombre de porteurs de charges libres. Cette amplification va s'effectuer surtout dans l'axe du champ et de l'avalanche précédente. Chaque avalanche continue à se développer pour son propre compte et de façon très rapide. La première n'a pas fini de croître que déjà toute une chaîne se crée. Alors que les électrons se déplacent vers l'anode, la chaîne semble progresser vers la cathode. La progression de cette chaîne est très rapide du fait que les avalanches se transplantent par rayonnement lumineux et non par migration d'électrons et d'ions. L'ionisation se fait donc sans

intervention de la cathode. La décharge prend alors la forme d'un canal dans la direction de l'axe des électrodes ; son développement dépend de la répartition du champ.

D'autre part, lors de collisions élastiques avec les particules de gaz, les charges leurs transmettent une partie de leurs énergies cinétiques. Il en résulte une augmentation de la température du gaz. Tant que celle-ci est inférieure à celle nécessaire à l'ionisation thermique, elle n'aura aucune influence sur le développement de la décharge. Ce stade de la décharge est appelé streamer. Le champ extérieur nécessaire à son entretien est inférieur à celui conditionnant l'ionisation par collisions. Pour l'air par exemple, le champ moyen du streamer se développant à partir de l'anode est d'environ 5 kV/cm et de 15 kV/cm lorsque celui-ci se développe à partir de la cathode alors que le champ critique est d'environ 30 kV/cm (dans les conditions normales de pression et de température).

La figure I.11 représente les différents stades de développement de la décharge en streamer. Le modèle de développement de la décharge en canal dans les gaz, est très important du point de vue qualitatif ; il permet d'une manière convaincante, de connaître la probabilité conditionnant le mécanisme de décharges pour les grandes valeurs du produit ($p.d$) [16-17].

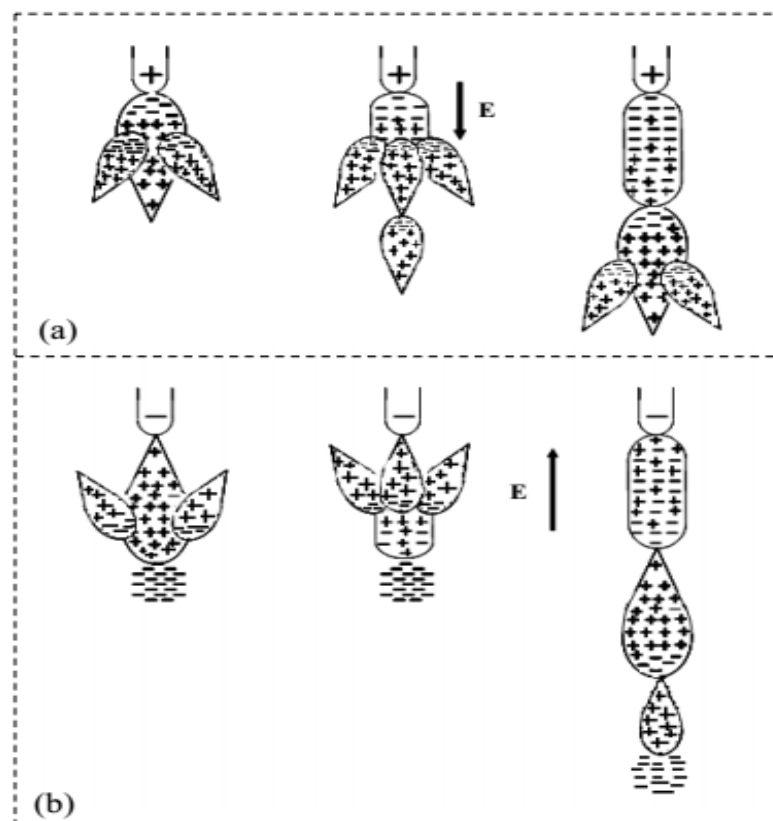


Figure I.11. Etapes successives de développement d'un streamer dans un gaz en configuration d'électrodes pointe - plan : (a) pointe positive ; (b) pointe négative [18].

I.4.1.3. Champ critique

Pour déterminer le champ critique (champ d'apparition de l'effet couronne), on emploie généralement la formule de Peek, qui est la plus connue. Cette dernière est habituellement utilisée pour le cas d'un conducteur cylindrique [12] [19-20]. Elle a pour expression :

$$E_C = 31 \delta \left(1 + \frac{0.308}{\sqrt{\delta r}}\right) \quad (\text{I.12})$$

Où E_c est le champ critique en [kV/cm], r : le rayon du conducteur en [cm] et δ la densité relative de l'air qui est calculée par la formule suivante :

$$\delta = \frac{3,92 p}{273+t} \quad (\text{I.13})$$

Avec $\delta = 1$ pour $p = 76$ mm Hg et $t = 25^\circ\text{C}$.

L'état de surface du conducteur est très important : la relation précédente ne se vérifie que pour des surfaces parfaitement polies. La rugosité superficielle diminue le champ critique ; on tient compte de cette influence en attribuant au conducteur un coefficient expérimental $m \leq 1$, appelé coefficient d'état de surface, voir le tableau I.2. Le champ critique E_0 d'un conducteur non poli s'exprime alors sous la forme :

$$E_0 = m E_c \quad (\text{I.14})$$

Tableau I.2. Exemples de coefficients de surface [12].

Conducteur	Coefficient de surface m
Poli	1
Poli oxydé	0.93-0.98
Par défaut	0.85

I.4.2. Décharge à barrière diélectrique : DBD

Les décharges couronnes dans l'air sont considérées comme l'une des méthodes les plus simples pour la génération des plasmas froids. Cependant, ces décharges couronnes ont un inconvénient majeur qui limite leurs utilisations. En effet, la formation d'importantes charges d'espace peuvent transformer la décharge en arcs électriques. Si ces arcs sont suffisamment énergétiques, ils peuvent devenir dangereux pour le matériel. Ainsi, pour limiter l'apparition de

tels phénomènes, une solution simple consiste à disposer entre les deux électrodes un matériau diélectrique tel que montré dans la figure I.12. Le diélectrique permet de limiter l'énergie de la décharge et d'éviter ainsi le passage à l'arc. On retrouve dans la littérature plusieurs travaux sur ce type de décharge nommée de ce fait « décharge à barrière diélectrique » ainsi que sur leurs applications. Citons par exemple les travaux de Massines *et al.* [21] et Zouzou *et al.* [22-24]. On note ainsi la multiplication des études sur l'utilisation d'une tension impulsionnelle pour générer les DBD à pression atmosphérique et leur intégration dans le domaine de la précipitation électrostatique [25-29].

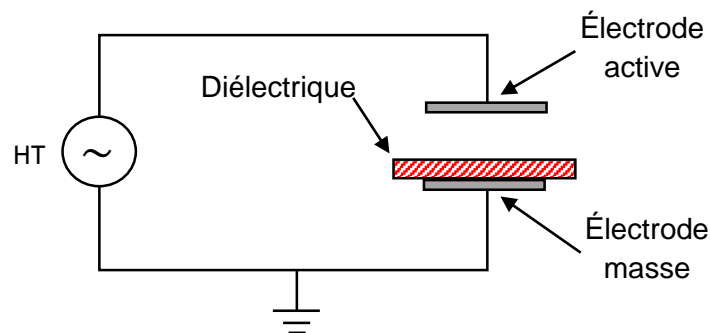


Figure I.12. Configuration classique d'une DBD.

I.4.2.1. Principe de fonctionnement

Lorsqu'on applique une tension suffisamment élevée entre les électrodes, le claquage du gaz conduit à la formation d'un canal conducteur, c'est-à-dire une micro-décharge (figure I.13 (a)). Cette micro-décharge peut être représentée par le schéma équivalent de la figure I.13 (d). Le diélectrique se comporte comme l'isolant d'un condensateur C_d , dont les armatures sont d'un côté la décharge et de l'autre l'électrode. Par la suite, nous noterons V_s la tension de source appliquée sur la cellule de décharge, V_g la tension aux bornes du gaz et enfin V_d la tension aux bornes du diélectrique. Le passage du courant induit une accumulation de charges sur la surface du diélectrique en vis-à-vis du canal de décharge, cela se traduit par une augmentation de la tension V_d et cause une chute de la tension V_g appliquée sur le gaz, ce qui conduit à l'extinction de la décharge. Ainsi, la micro-décharge est bloquée bien avant d'avoir atteint un degré d'ionisation suffisant pour transiter en régime d'arc. Tant que la tension appliquée augmente, des micro-décharges s'initient à de nouvelles positions car la présence de charges résiduelles sur le diélectrique diminue le champ électrique appliqué sur le gaz aux positions où des micro-décharges se sont déjà développées (figure I.13 (b)). Au changement de polarité (figure I.13 (c)), les charges précédemment déposées à la surface du diélectrique permettent un claquage du

gaz sous un champ plus faible que lors de la première phase : $V_g = V_s - V_d$. La fonction essentielle du diélectrique consiste à limiter le transit vers le régime d'arc et à favoriser une répartition uniforme des micro-décharges sur tout l'espace inter-électrodes [26] [30].

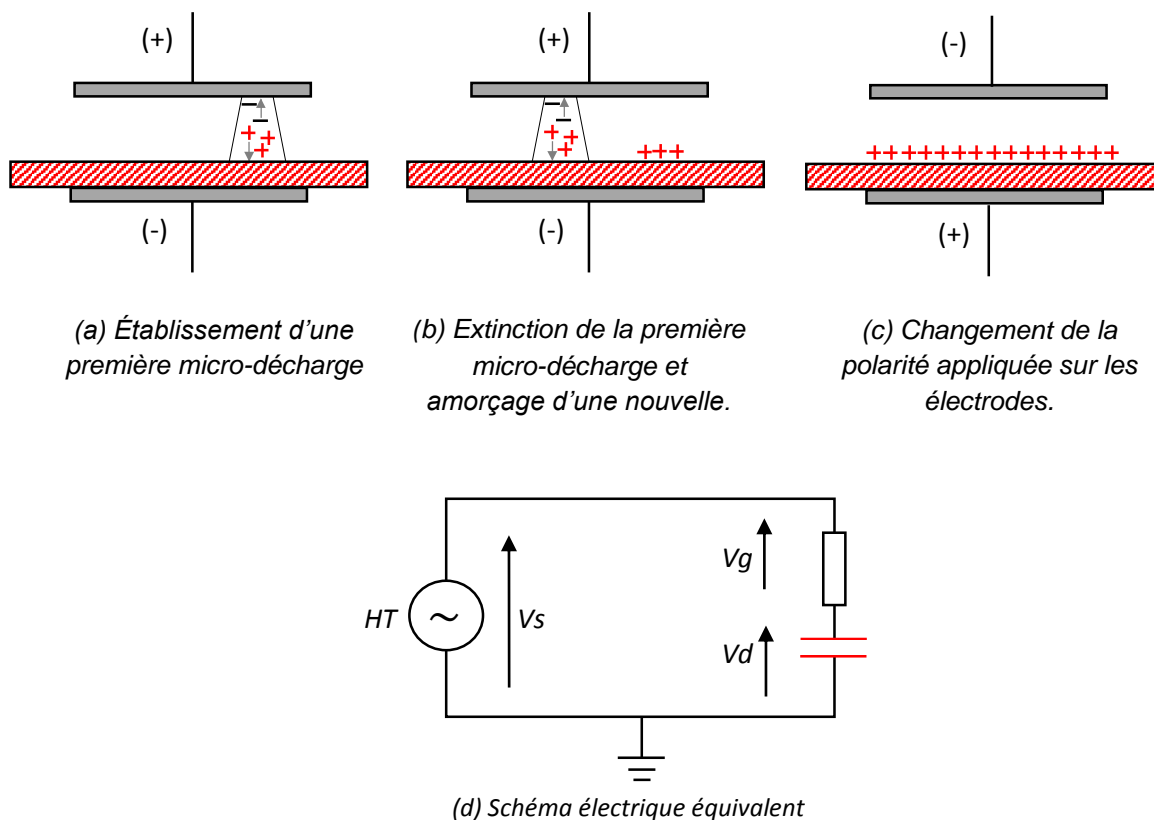


Figure I.13. Principe de fonctionnement d'une DBD [30].

I.4.2.2. Configurations typiques

Les configurations classiques des réacteurs DBD sont cylindriques ou planes comme schématisé sur la figure I.14 où l'on distingue également les DBD surfaciques et coplanaires. Les diélectriques couramment utilisés sont le verre, le quartz, la céramique et les polymères. Suivant l'application visée, les configurations planaires (figure I.14 (a)) sont utilisées pour les applications de traitement de surfaces, tandis que les cylindriques (figure I.14 (b) et (c)) sont plus adaptées aux traitements des gaz. Habituellement, les décharges à barrière diélectrique opèrent dans un mode filamentaire : des micro-décharges d'environ 100 μm de diamètre sont distribuées de façon aléatoire sur la surface de l'électrode. Toutefois l'homogénéité de la décharge aura une grande importance pour les applications de traitement de surface si l'on souhaite obtenir un traitement uniforme, c'est pourquoi de nombreuses études ont été réalisées sur l'obtention d'une telle décharge [31-33]. Cependant, on peut signaler que même si la

décharge n'est pas totalement homogène, mais que la densité de filaments est suffisamment grande, le mode filamentaire permet un traitement quasi homogène. De nouvelles possibilités s'ouvrent donc au milieu industriel. En particulier, le traitement des fibres, des tissus ou des films est très prometteur car il est possible d'envisager des traitements en continu, par défilement du matériau à traiter dans l'espace inter-électrodes [26] [34-35].

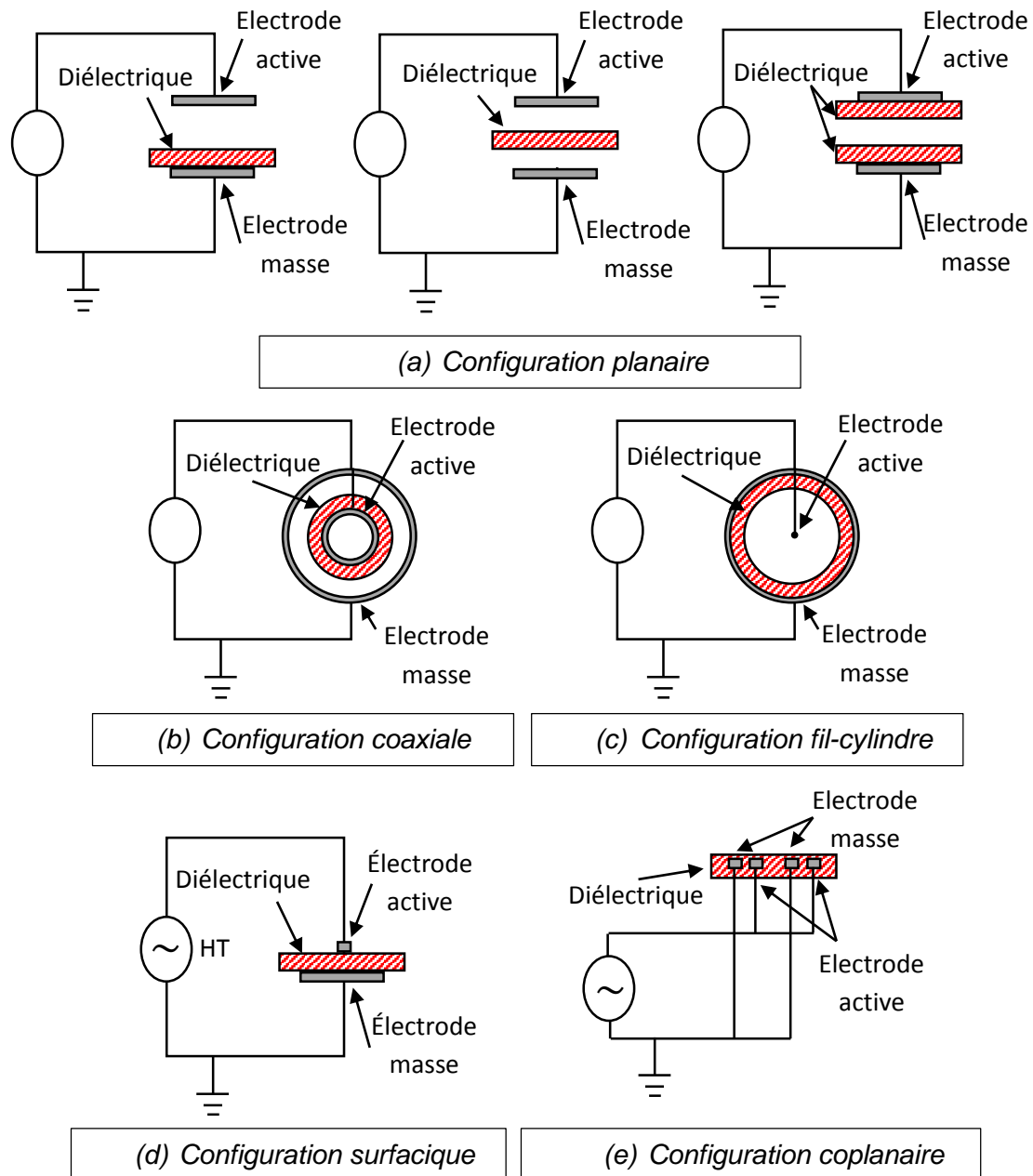


Figure I.14. Différentes configurations de réacteurs à DBD [26] [35].

I.4.2.3. Régimes de décharge et propriétés électriques

Selon les différents paramètres électriques et géométriques de la DBD les régimes de décharge observés à pression atmosphérique sont principalement le régime filamentaire de type streamer et le régime homogène. La figure I.15 présente les photographies de la DBD pour différents régimes de décharge. Certaines études ont démontré que l'espace inter-électrodes, le diélectrique et le gaz constituent des facteurs importants influençant la transition des deux principaux régimes de décharge sous excitation impulsionnelle [26] [36].

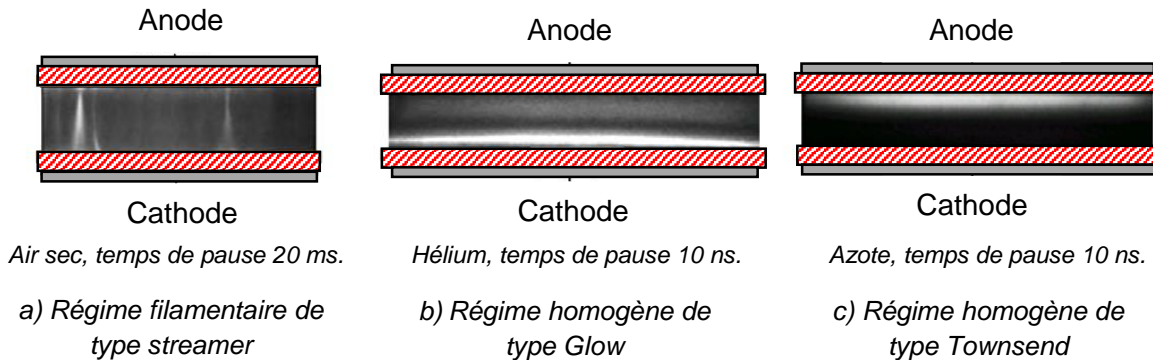


Figure I.15. Différents régimes des DBD à pression atmosphérique [25-26].

a) Régime filamentaire

La décharge est composée d'une multitude de filaments, initiés par un claquage de type streamer (figure I.15 (a)). Ce régime est caractérisé par la création d'une multitude de streamers se développant indépendamment et conduisant à la formation de micro-décharges. Chacune d'elles induit une impulsion de courant d'une durée moyenne de quelques dizaines de nanosecondes (figure I.16). Lorsque ces micro-décharges se développent indépendamment, le courant est constitué d'une multitude d'impulsions. Ces trains d'impulsions s'ajoutent à une composante capacitive due à la nature du système électrique de la DBD lui-même [37].

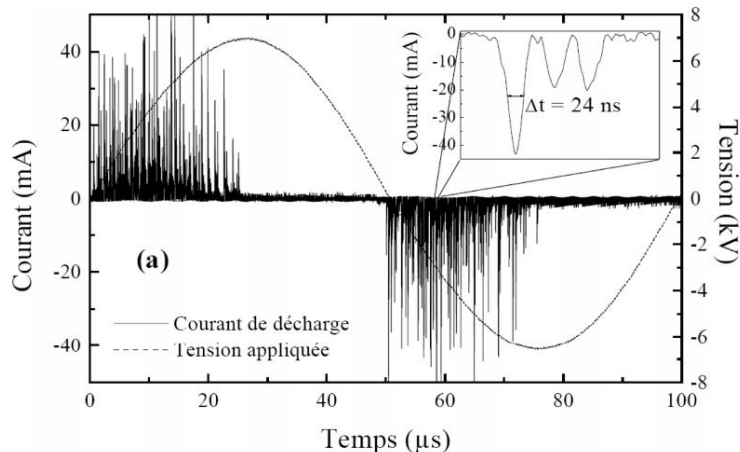


Figure I.16. Formes d'ondes électriques d'une décharge filamentaire [38].

b) Régime homogène

Ce type de régime n'est possible que sous certaines conditions et peut être de type Glow (électroluminescent) ou de type Townsend.

b.1) DBD homogène de type Glow

Dès 1969, R. Bartnikas observait dans une DBD dans l'hélium un régime différent du régime filamentaire classique [39]. Plus récemment, Kanazawa *et al.* montrèrent l'existence d'un régime homogène à la pression atmosphérique, qu'ils appelèrent « électroluminescent » [40]. La décharge est caractérisée par un seul pic de courant par demi-période en AC. Ceci suggère un développement unique de la décharge dans tout l'espace inter-électrodes (figure I.15 (b)). La caractéristique tension - courant d'une décharge lumineuse (figure I.17), permet de mettre en évidence qu'une fois la décharge amorcée, la tension appliquée sur le gaz diminue alors que le courant continue à augmenter.

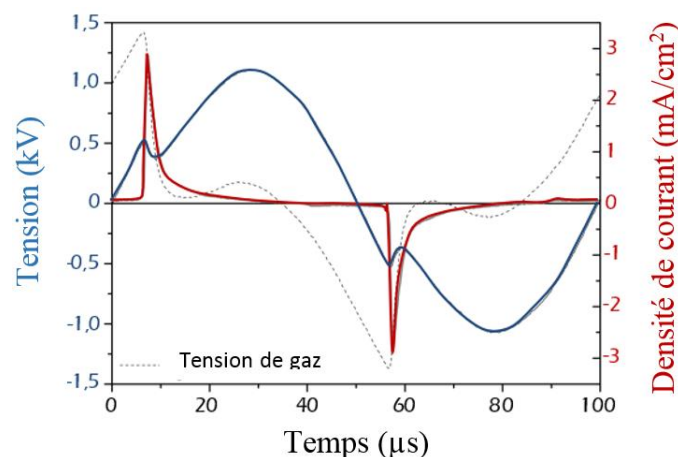


Figure I.17. Formes d'ondes électriques d'une décharge homogène de type Glow [41].

b.2) DBD homogène de type Townsend

Peu de temps après les travaux d'Okazaki, des travaux similaires furent réalisés par Roth *et al.* [42-43], ainsi que par Massines *et al.* [44] montrant l'existence d'un régime homogène à la pression atmosphérique, qu'ils appelèrent « Townsend DBD ». La décharge de type Townsend (figure I.15 (c)) est aussi caractérisée par un seul pic par demi-période en AC. Dans ce cas, le pic de courant est plus étendu (figure I.18). De plus, la tension dans le gaz reste sensiblement constante durant toute la phase de la décharge.

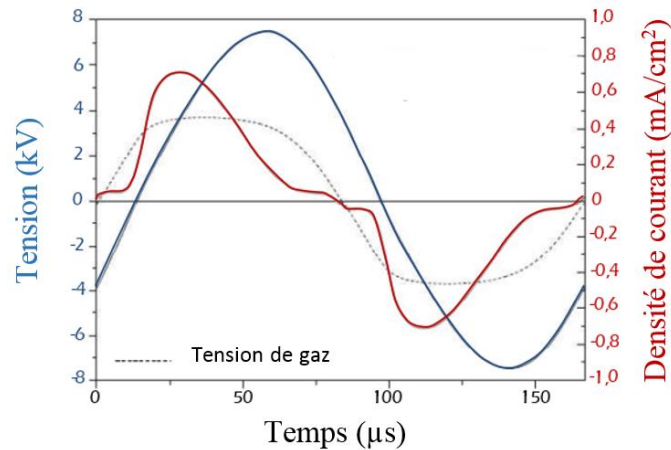


Figure I.18. Formes d'ondes électriques d'une décharge homogène de type Townsend [41]

I.5. Notions sur le traitement et la modification de surface

Les traitements de surface sont d'une manière générale des techniques dont la découverte s'est étalée dans le temps, de la plus ancienne (dorure de l'antiquité) à la plus récente (dépôt sous vide et traitement par plasma).

Traiter une surface consiste à en modifier la seule partie superficielle sans toucher à la matière de base.

Ainsi un objet ou une pièce ayant subi un traitement de surface aura par exemple un aspect visuel différent de celui qu'il avait auparavant ; ou encore des propriétés de surface, chimiques, mécaniques, électriques, optiques, magnétiques, tribologiques...etc également différentes des matériaux de base dont ils sont issus.

Deux grandes familles nous permettent de traiter des surfaces :

- Le traitement par dépôt de couche mince permet de revêtir un substrat par un matériau métallique (ou non métallique) à l'aide de la méthode de la pulvérisation cathodique, ce traitement permet à un substrat d'acquérir des propriétés différentes de ses propriétés d'origine. C'est par exemple le cas d'une pièce en fer qui est recouverte de nickel pour améliorer les propriétés anticorrosion. Il existe actuellement différentes méthodes de dépôt de couches minces, dans les paragraphes ci-dessous nous nous limiterons à ne présenter que la méthode de la pulvérisation cathodique qui est une méthode physico-électrique et non chimique.

- Le traitement par exposition au plasma est la seconde méthode de traitement de surface, cette dernière est surtout utilisée pour le traitement des surfaces des polymères, elle consiste en

l'immersion dans un plasma réactif et énergétique susceptible de modifier les propriétés surfaciques de ce dernier, par exemple le traitement par plasma d'un substrat en polypropylène permettra à ce dernier d'augmenter sa mouillabilité et d'améliorer ainsi l'adhésion des encres à sa surface [45-48].

I.5.1. Modification par dépôt de couches minces

I.5.1.1. La pulvérisation cathodique

C'est en 1853 que Grove a observé pour la première fois le phénomène de pulvérisation cathodique. Elle se manifeste lors de l'établissement d'une décharge électrique sous pression réduite de gaz inerte par la formation sur la surface de l'anode d'une fine couche du matériau constituant la cathode. Ce n'est, en revanche, qu'au cours de ces dernières années que les progrès réalisés sur la compréhension des phénomènes physiques mis en jeu ont pu conduire au développement industriel de cette technique pour la synthèse des revêtements métalliques ou céramiques [45].

I.5.1.1.1. Principe

La polarisation négative de l'ordre de 1 à 3 kV d'une électrode (cible) en présence d'une atmosphère raréfiée d'argon, à une pression d'environ 0,01 mbar à 0,1 mbar selon la taille du réacteur, conduit à l'établissement d'une décharge électrique dite « diode électroluminescente » (ou anormale) entre la cible et l'anode ou bien les parois du réacteur (qui sont reliées à la masse).

Les ions Ar^+ créés dans la décharge sont accélérés par le champ électrique dans la gaine cathodique et acquièrent ainsi de l'énergie qu'ils libèrent lors de leurs impacts à la surface de la cible. Cela peut entraîner l'éjection d'un atome par transfert de quantité de mouvement, ou l'émission d'électrons (mécanisme de Townsend) qui serviront à entretenir la décharge (figure I.19).

Les atomes éjectés de la cible vont venir se déposer sur le substrat et par un phénomène de croissance vont former une couche mince généralement de l'ordre du nano jusqu'au micromètre. L'importance relative de ces différents phénomènes dépend des caractéristiques de la décharge et des propriétés physicochimiques de la cible [45] [49-52].

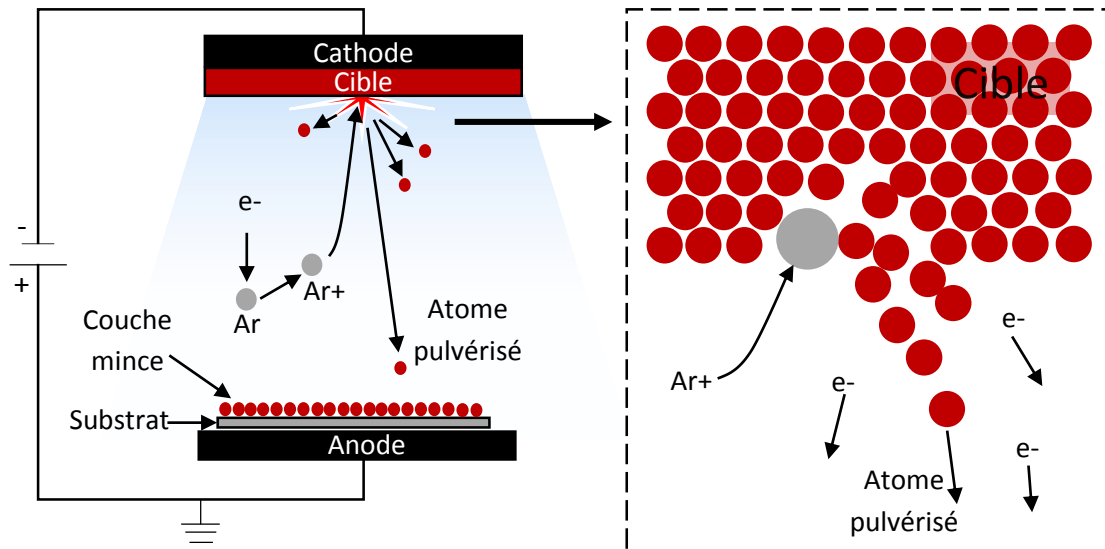


Figure I.19. Principe de dépôt de couche mince par la pulvérisation cathodique. [49-52]

La figure I.20 ci-dessous montre un exemple d'utilisation de la décharge électroluminescente et une cible en cuivre pour le dépôt de couches minces sur des substrats en verre ; on peut voir également sur la photo de droite le décapage de la cible après l'utilisation.

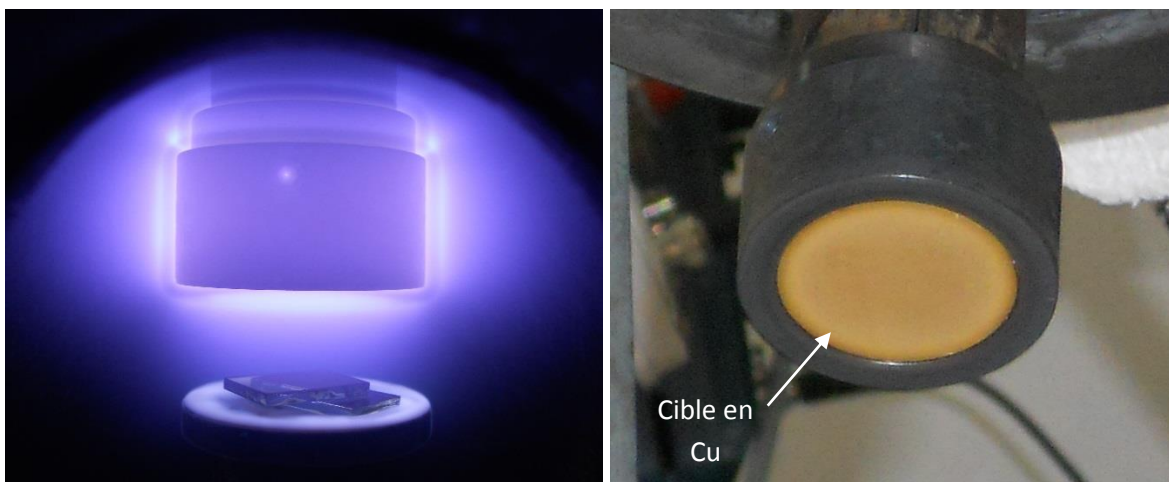


Figure I.20. (a) Exemple de dépôt de couche mince de cuivre sur un substrat en verre à l'aide de réacteur à plasma (b) cible en cuivre – Laboratoire LSTE – Université de Mascara.

La figure I.21 montre quelques exemples de pièces traités par revêtement en couches minces. Le point fort du traitement de surface par pulvérisation cathodique est que non seulement on peut déposer des couches minces métalliques tel qu'illustré sur la photo de droite de la figure I.21 mais qu'on peut aussi déposer des céramiques isolantes tel que montré dans la photo de gauche de la même figure.

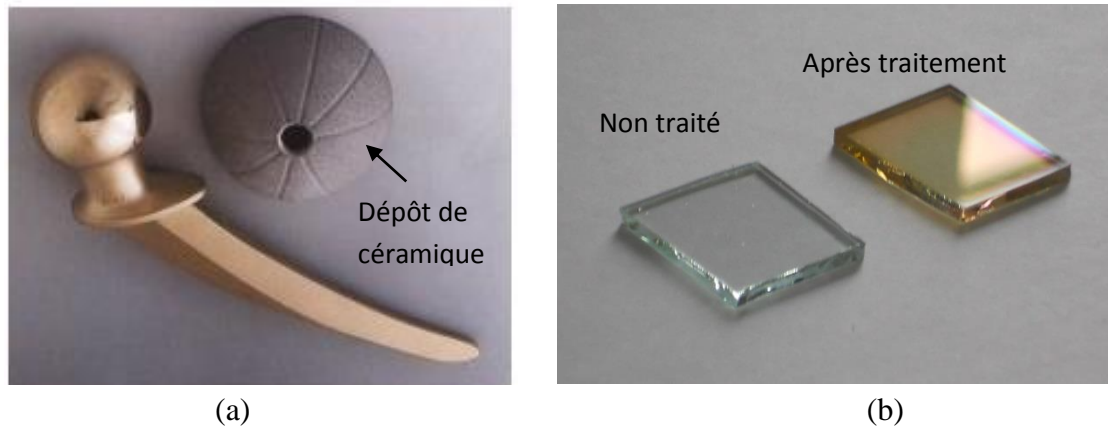


Figure I.21. Exemple de revêtement (a) de prothèse médicale (DOT GmbH Rostok) [53] (b) résultat du revêtement de verre en cuivre (Laboratoire LSTE université de Mascara).

I.5.1.1.2. Rendement de la pulvérisation cathodique

Le rendement de la pulvérisation S se définit comme le rapport du nombre d'atomes pulvérisés sur le nombre d'ions incidents.

$$S = \frac{\text{nombre de particules pulvérisées}}{\text{nombre de particules incidentes}} \quad (\text{I.14})$$

Ce rendement permet de prévoir la vitesse de dépôt pour un matériau cible donné. Il dépend :

- du gaz utilisé ; plus il sera lourd, meilleur sera le rendement.
- du matériau constituant la cible.
- de l'énergie des ions incidents (c'est-à-dire de la tension appliquée sur la cathode).
- de l'angle d'incidence des ions.

Il ne dépend pas de la température de la cible, ni du fait que les particules incidentes soient ionisées ou non. Cette notion de rendement est extrêmement importante car elle permet de prévoir les vitesses de dépôt que l'on obtiendra pour un matériau cible donné.

Le fait que la pulvérisation soit un ensemble d'interactions atome / atome ionisés signifie que les propriétés des espèces qui entrent en collision sont déterminantes dans les processus de dépôt. En particulier, on comprend aisément que l'angle d'attaque des ions d'Argon (de masse M_1), les masses des atomes de la cible (M_2), et les sections efficaces des atomes de la cible sont des paramètres fondamentaux.

On montre aussi que le rendement de pulvérisation (S) peut s'écrire :

$$S = C \frac{S_n(E)}{E_b} \cdot f\left(\frac{M_2}{M_1}, \xi\right) \quad (\text{I.15})$$

Où :

C : est une constante,

$Sn(E)$: est la section efficace de ralentissement nucléaire, liée à la masse des atomes de la cible (M_2) et des ions incidents (M_1),

E_b : est l'énergie de liaison des atomes du matériau à pulvériser, qui dépend de la nature des atomes de la cible et du type de liaison,

$f\left(\frac{M_2}{M_1}, \xi\right)$: est une fonction du rapport atomique $\frac{M_2}{M_1}$ et de l'angle d'attaque ξ des ions d'Argon par rapport à la normale à la cible [54].

Le rendement de pulvérisation dépend en réalité de l'angle entre l'ion projectile et la cible, pour un matériau donné, il augmente avec le numéro atomique et la masse de l'ion incident.

On a donc intérêt à utiliser un gaz de décharge le plus lourd que possible. Celui-ci devant être inerte chimiquement, c'est l'Argon qui est presque universellement utilisé. Il est à noter que le rendement effectif de pulvérisation d'une espèce atomique présente dans un composé diffère de celui du solide pur, les énergies de liaison et les masses atomiques mises en jeu n'étant pas les mêmes.

La figure I.22 montre l'évolution du rendement de pulvérisation en fonction de l'énergie cinétique des ions Ar^+ incidents pour quelques matériaux de cible [45] [54-58].

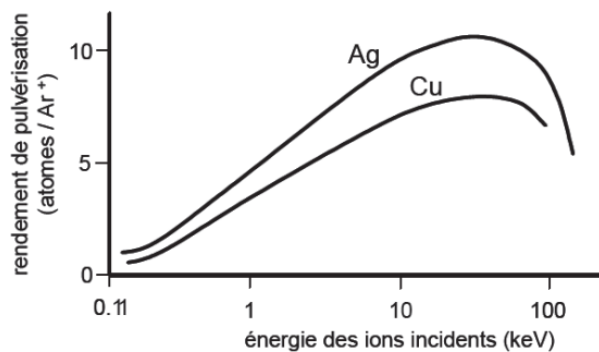


Figure I.22. Evolution du rendement de pulvérisation pour certains métaux en fonction de l'énergie des ions d'argon incidents.

I.5.2. Modification par interaction Plasma / Surface

Dans la dernière décennie, les avancées technologiques et les connaissances accumulées sur les décharges homogènes à pression atmosphérique ont rendu ce type de plasma attrayant pour l'industrie [59]. Les réactions élémentaires à la surface d'un matériau lors d'un traitement de surface ont été étudiées par plusieurs groupes de recherches et le sont encore aujourd'hui. Il est

généralement admis que les radicaux, les ions et les photons jouent un rôle important dans le transfert d'énergie du plasma à la surface du matériau. Cette section porte sur les différentes interactions plasma/surface et leurs importances pour les traitements de surface de polymère. Dès lors dans cette section nous allons présenter quelques notions fondamentales sur les polymères [60-61].

I.5.2.1. Polymères

Les polymères du grec « *polus*, plusieurs », et « *meros*, partie » constituent une classe de matériaux. D'un point de vue chimique, un polymère est une macromolécule car cette dernière est constituée de la répétition de nombreuses sous-unités. La macromolécule est en fait formée par l'enchaînement covalent d'un très grand nombre d'unités répétitives, dénommées monomères. Leur masse molaire est très élevée et souvent supérieure à 10 000 g/mol, (figure I.23). Les polymères les plus connus sont les matières plastiques, les fibres, cellulose, cuir (collagène), et laine (kératine)...etc [62-63].

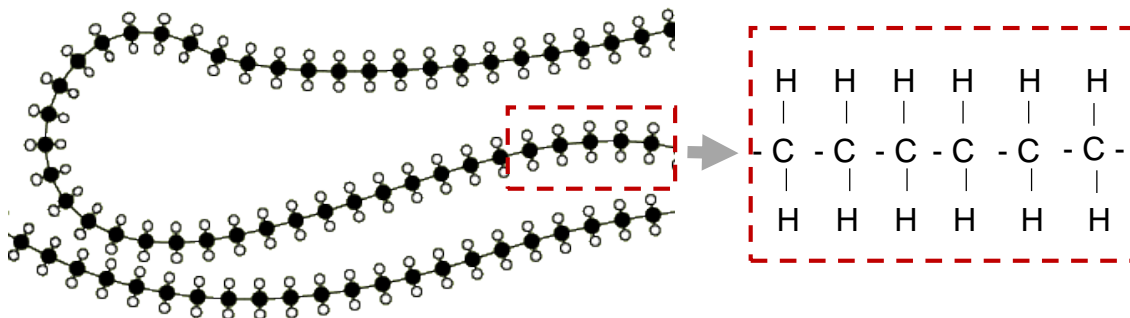


Figure I.23. Exemple de chaîne moléculaire de polymère [64].

a) Classification

Les polymères sont souvent classés d'après leurs propriétés thermomécaniques. On distingue :

- les polymères « thermoplastiques », qui deviennent malléables quand ils sont chauffés, ce qui permet leur mise en forme ;
- les « élastomères », qui sont déformables de manière réversible ;
- les « élastomères thermoplastiques » (TPE) ; qui combinent les deux propriétés précédentes.
- les polymères « thermodurcissables », qui durcissent de façon irréversible, le plus souvent sous l'action de la chaleur en présence de réactifs [65].

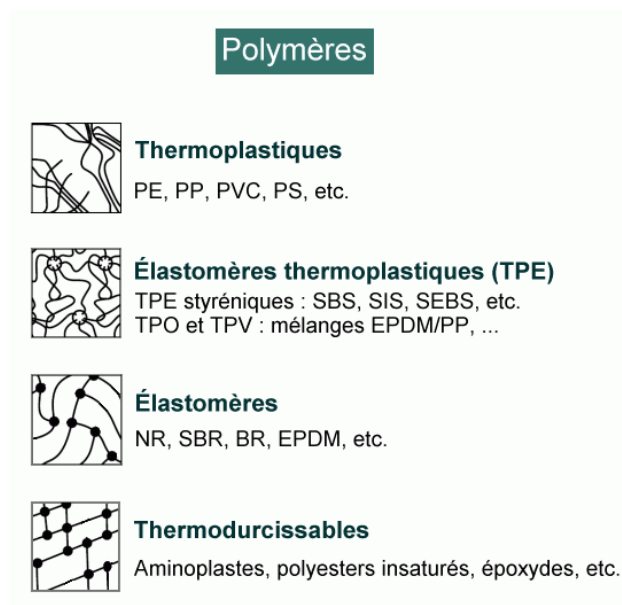


Figure I.24. Classes des polymères [65]

I.5.2.2. Fonctionnalisation de surface par plasma

En modifiant les propriétés de surface d'un matériau, on peut obtenir des matériaux uniques qui seraient impossibles à concevoir avec des moyens conventionnels. La fonctionnalisation de surface consiste à attacher des groupes chimiques fonctionnels sur une surface afin d'obtenir un matériau ayant les propriétés de surface recherchées tout en conservant ses propriétés de volume. Puisque les interactions entre le matériau et l'environnement ont lieu au niveau de la surface du matériau, il devient intéressant de pouvoir améliorer les propriétés de cette surface telles que la résistance à la corrosion, la biocompatibilité, la dureté, etc. Le traitement par plasma peut être utilisé également pour modifier l'énergie de la surface. En effet les surfaces peuvent être rendu hydrophobes ou hydrophiles en greffant les groupes fonctionnels adéquats.

Les interactions plasma / matériaux polymères en atmosphère de gaz non polymérisables engendrent des réactions à la surface des dits matériaux. Le bombardement de la surface des polymères par les espèces énergétiques créées au sein du plasma conduit à la rupture des liaisons covalentes (coupure des chaînes macromoléculaires) et à la formation de radicaux libres. Ces derniers réagissent avec les espèces actives du plasma d'où il résulte à la surface des matériaux la formation de groupements chimiques fonctionnels dépendant de la nature de la phase gazeuse du plasma (plasma d'oxygène ou d'azote ...etc). L'ensemble des modifications de la surface d'un polymère exposé à ce type de plasma sont synthétisées sur la figure I.25. Schématiquement, les espèces excitées, ionisées ou bien fragmentées interagissent avec la surface du polymère, scindent des liens dans les chaînes polymériques et activent la surface

pour permettre le greffage d'espèces ou de groupes fonctionnels en bout de la chaîne polymère ou sur un groupement latéral [61] [66-68].

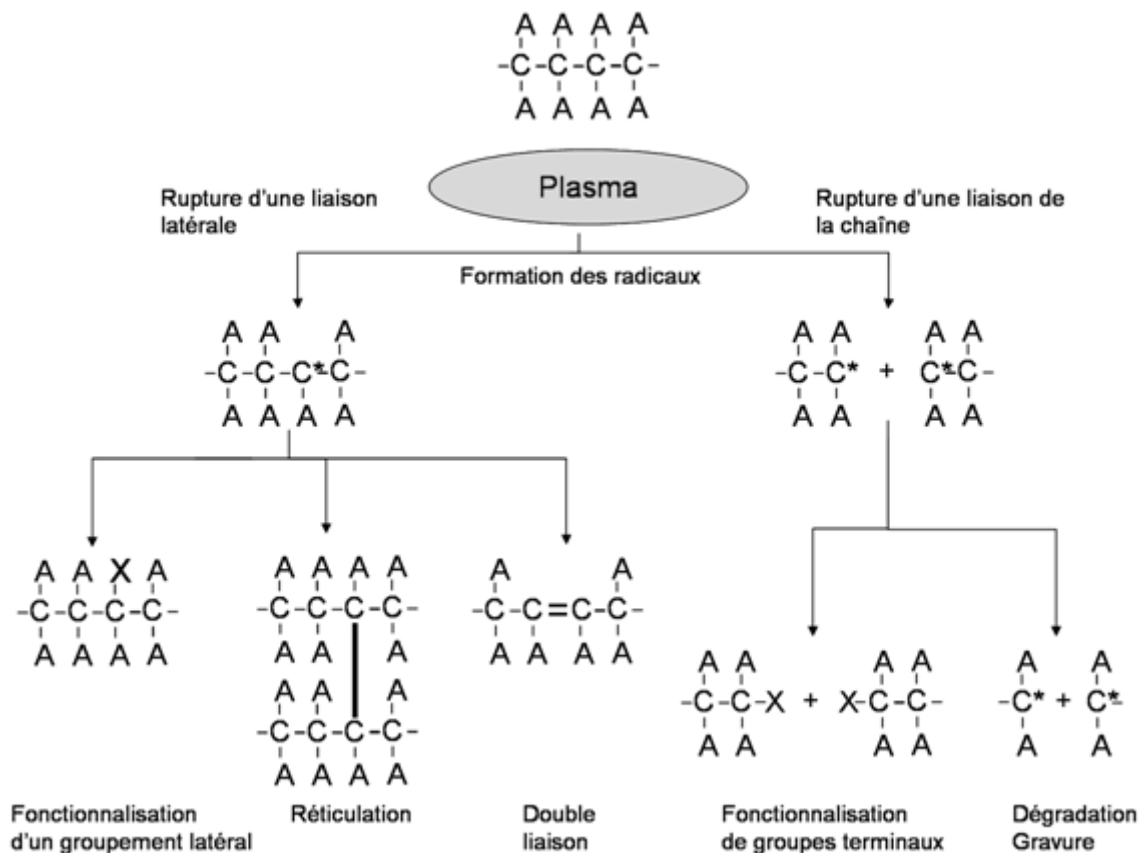


Figure I.25. Schéma des réactions du contact d'un plasma à la surface d'un polymère [61].

On distingue donc trois effets majeurs du plasma sur la surface des polymères :

a) Décapage ou ablation légère : la plupart des méthodes de nettoyage classiques laissent une fine couche de contaminant sur la surface, par contre le décapage par plasma permet d'éliminer cette couche. L'ablation légère permet aussi d'enlever les couches de faible cohésion. Cela permet d'améliorer l'adhésion de substrats polymères traités par plasma. Le décapage de couches superficielles de la surface par le plasma peut également la stériliser biologiquement [69-72].

b) Réticulation ou embranchement : cela est effectué dans un plasma de gaz nobles (ex : He ou Ar) qui ne rajoutent aucune nouvelle fonctionnalité chimique. Ainsi, cela mène à de la recombinaison, à des branchements ou réticulations. Les réticulations en surface sont souvent utilisées pour améliorer les performances des polymères. En effet, ces phénomènes pouvant augmenter la résistance à la chaleur et la force à la traction de la surface [61] [73].

c) Modification chimique : C'est l'effet le plus souvent reporté d'un traitement plasma sur un polymère dans la littérature, il consiste en l'introduction de nouvelles fonctionnalités chimiques à la surface venant de l'atmosphère gazeuse du plasma. On se sert généralement de plasmas d'oxygène ou contenant des espèces azotées pour greffer des fonctions polaires qui permettent d'améliorer de façon impressionnante l'adhésion, la mouillabilité, la biocompatibilité...etc. (figure I.26) [61] [69] [74].

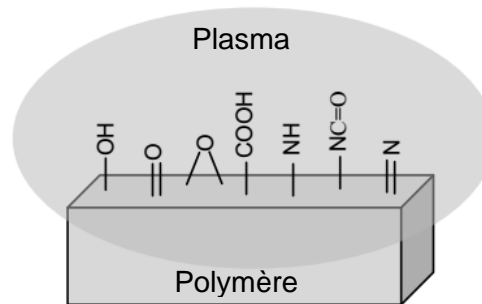


Figure I.26. Modification chimique de surface par plasma non polymérisant [63] [74-75].

I.6. Chargement de média filtrant par effet couronne

I.6.1. Définitions

Selon les normes ISO 9092 et DIN EN 29092 [76-77] un non-tissé est « une feuille manufacturée, constituée de voile ou de nappe de fibres orientées directionnellement ou au hasard, liées par friction et / ou cohésion, et / ou adhésion, à l'exclusion du papier et des produits obtenus par tissages, tricotages, tuftages, couturages incorporant des fils ou filament de liage ou feutrés par foulage humide, qu'ils soient ou non aiguilletés » [78].



Figure I.27. Voile de non-tissé à liage thermique.

Un média filtrant est un matériau qui, sous les conditions de fonctionnement du filtre, est perméable à un ou plusieurs composants du mélange, de la solution ou de la

suspension, et est imperméable aux autres composantes. Les filtres à air, à base des médias fibreux non tissés, sont largement utilisés pour la collecte de poussières et pour la protection de l'environnement. La collecte des particules submicroniques est d'une grande importance, car elles sont nocives pour la santé et nuisibles pour les applications de pointe développées dans le domaine médical et biomédical ainsi que dans les industries pharmaceutique, agroalimentaire, ou électronique [79-80].

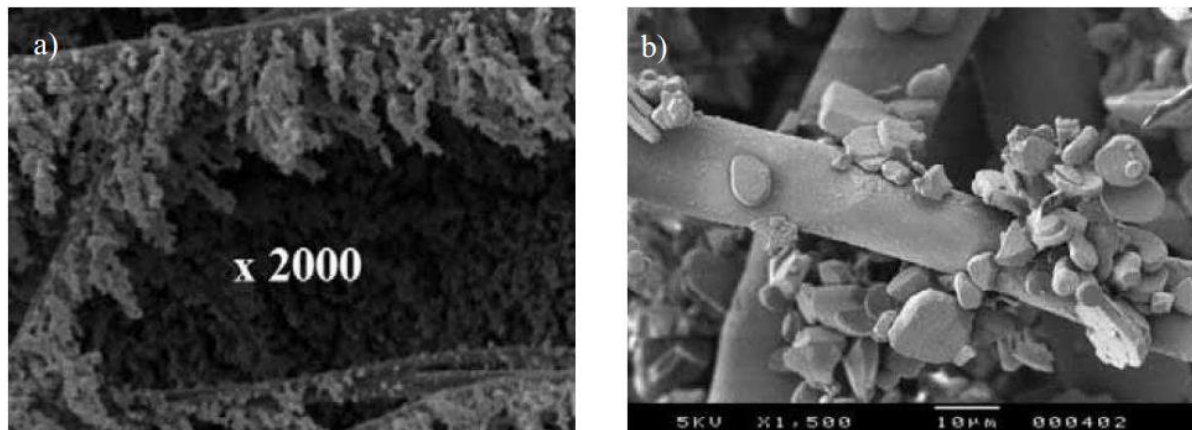


Figure I.28. Colmatage par des aérosols solides (a) colmatage par des particules submicroniques et formation de dendrites. (b) Colmatage par des particules microniques et formation d'agrégat [78] [81].

Les filtres à base des fibres polymères sont couramment utilisés pour la collecte des particules submicroniques dans les gaz pollués. Ils comportent des charges électrostatiques piégées dans les fibres du média filtrant. Ces charges renforcent d'avantage l'efficacité du filtre et permettent la collecte des particules plus fines que celle collectées par les filtres mécaniques [82-84]. Les filtres à électrets ont moins de perte de charge et les produits utilisant ces médias peuvent être plus légers et plus compacts que ceux qui utilisent des éléments de filtration mécanique [85].

La capacité d'un filtre à capturer des particules est exprimée en termes d'efficacité de filtration E_f qui est exprimé aussi par la concentration de particules en amont et en aval du filtre :

$$E_f = \frac{\text{Concentration}_{\text{amont}} - \text{Concentration}_{\text{aval}}}{\text{Concentration}_{\text{amont}}} \quad (\text{I.16})$$

Les mécanismes mécaniques et électriques de collecte des particules pour un filtre à électret coexistent. Leur importance respective varie en fonction de la taille et de la masse volumique de ces particules, de la vitesse de passage de l'air, des caractéristiques du média filtrant, notamment de la densité de charge électrique [80] [86-87]. En plus du tamisage, qui

est un mécanisme de filtration de l'air où les particules d'un diamètre supérieur à la distance libre entre deux fibres ne peuvent pas passer, nous illustrerons à travers la figure I.29 cinq mécanismes physiques.

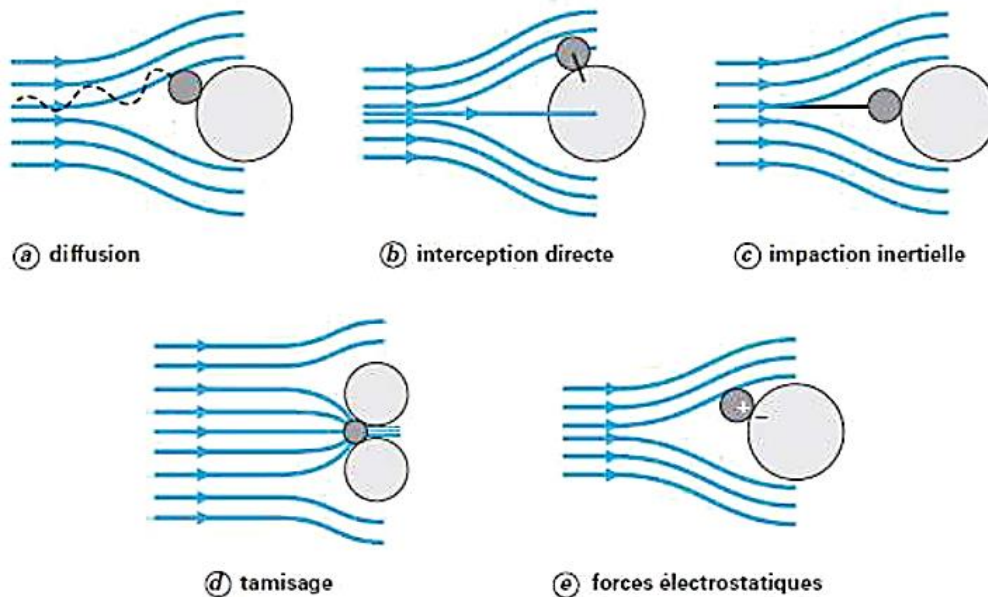


Figure I.29. Principaux mécanismes de capture de particules [79-80].

I.6.2. Processus de chargement par effet couronne

La décharge couronne est le moyen le plus simple et le plus fiable pour reproduire le chargement électrostatique des isolants en générale. Grâce à ce moyen, il est possible de déposer des charges aussi bien positives que négatives selon la polarité du système de décharge sur la surface d'un polymère (le média filtrant dans notre cas) (figure I.30 (a)) [88].

La décharge par effet couronne se produit quand une différence de potentiel suffisamment élevée (quelques kilovolts) est appliquée entre deux électrodes très dissymétriques (par exemple une pointe ou un fil de faible diamètre et une électrode plane ou un cylindre) distantes de quelques millimètres afin d'obtenir un champ électrique beaucoup plus important au voisinage de l'une des électrodes [89].

Les types d'ions générés dans les décharges couronnes positives et négatives selon la polarité de la tension appliquée ont été déterminés par les techniques de spectroscopie de masse [89]. Par exemple, dans l'air les espèces les plus rencontrées dans le cas d'une décharge positive sont des ions hydratés avec la formule générale $(\text{H}_2\text{O})_n\text{H}^+$, où n est un entier qui augmente avec le taux d'humidité relative. D'autres espèces d'ions peuvent apparaître à des faibles taux

d'humidité tels que $(H_2O)_nNO^+$ et $(H_2O)_n(NO_2)^+$. Pour la décharge négative, les ions les plus déposés sont : CO_3^- , CO_4^- , O_2^- et O_3^- ainsi que d'autres ions hydratés $(H_2O)_n CO_3^-$ à 50% d'humidité relative [13]. La décharge couronne produit aussi des espèces neutres excitées comme l'ozone (O_3), O_2 , N_2 et l'oxyde d'azote [90-93].

En effet, le procédé est tel qu'il se crée une région d'ionisation au voisinage de la pointe qui contient des porteurs de charges des deux polarités, voir section I.4.1 (effet couronne). Autour de cette région on retrouve une région de dérive ou unipolaire où les ions de même signe que la pointe dérivent jusqu'à l'autre électrode.

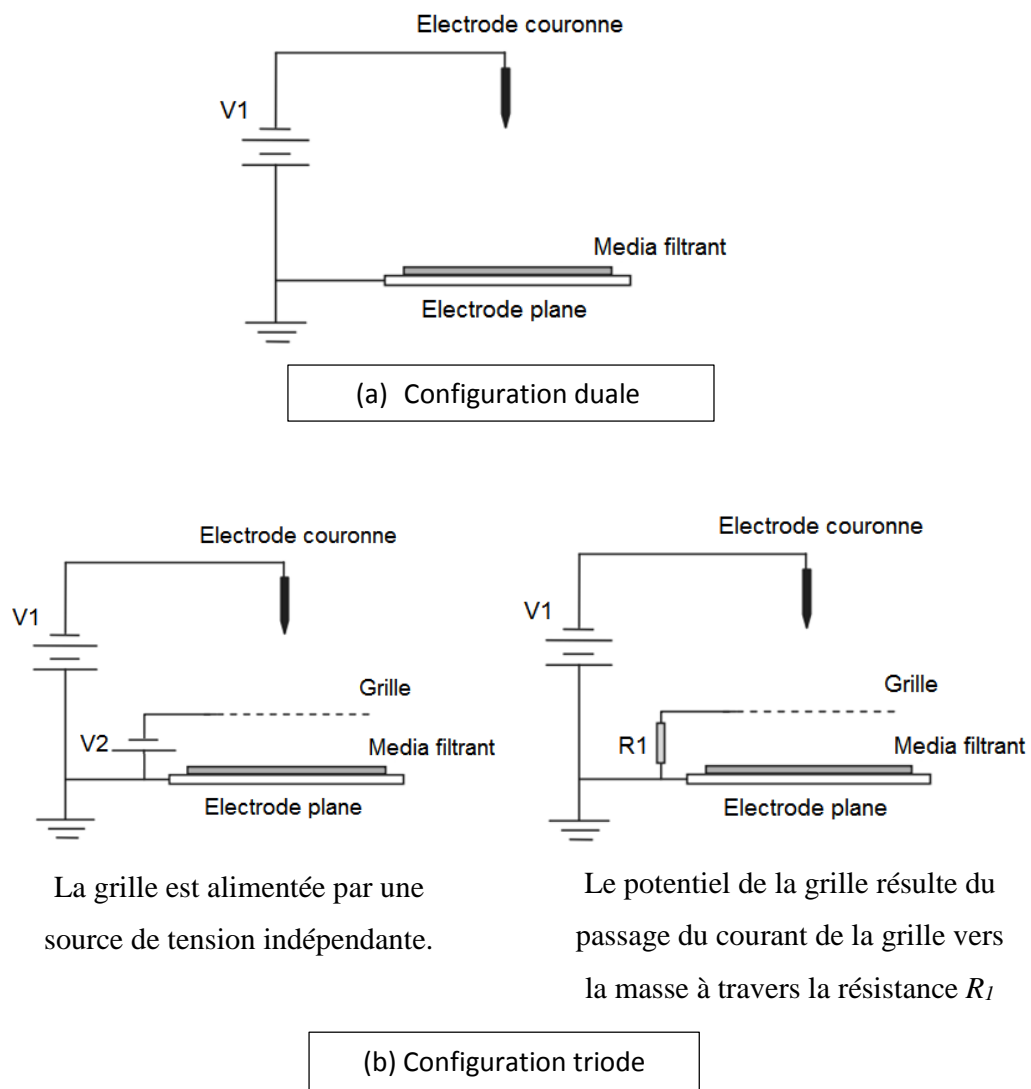


Figure I.30. Configuration de chargement par effet couronne [80].

Pour contrôler le potentiel de surface ainsi que l'uniformité de la répartition des charges déposées sur le média filtrant par décharge couronne, une configuration pointe-grille est

utilisée, (figure I.30 (b)). L'insertion, entre le média à charger et l'électrode couronne, d'une grille conductrice portée à un potentiel plus faible et de même polarité que le potentiel appliqué à l'électrode active permettra le contrôle du niveau du potentiel de surface et l'obtention d'un dépôt uniforme. Dans cette configuration d'électrode, appelée configuration « triode », les charges issues de l'ionisation de l'air sont accélérées sous action du champ électrique, passent à travers la grille et viennent se déposer sur la surface libre du média filtrant. Le potentiel de surface du diélectrique croît jusqu'au niveau du potentiel de la grille. A partir de ce moment-là, le champ entre la grille et la surface du média filtrant est nul. Les ions ne traversent plus la grille. Ainsi le potentiel de surface est limité par le potentiel de la grille. Il existe plusieurs dispositifs à triode pour le dépôt contrôlé de charge [89] [90] [94 - 98]. La figure I.30 présente deux exemples très utilisés de ces dispositifs.

La figure I.31 montre l'effet de la grille sur l'homogénéité du champ électrique ; ainsi sachant que les charges électriques issues de la zone d'ionisation vont dériver vers l'échantillon en suivant ces lignes de champ, le dépôt sera très homogène dans le cas de la configuration triode par rapport à la configuration duale [80] [91].

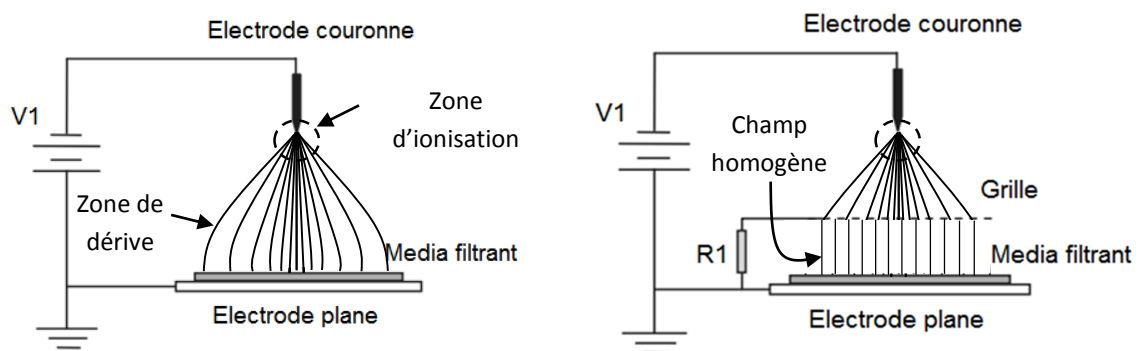


Figure I.31. Comparaison entre configurations duale et triode [99-102].

I.6.3. Mécanismes de déclin de potentiel à la surface des médias filtrants

L'utilisation de la sonde électrostatique pour la mesure du potentiel à la surface du média filtrant chargé est un très bon moyen de caractérisation de la charge déposée par effet couronne, la mesure du déclin de potentiel est considérée comme l'image de la mesure de la charge électrique déposée à la surface du média filtrant [103-105].

La figure I.32 montre un exemple de déclin de potentiel à la surface d'un échantillon en Téflon chargé par effet couronne à pression atmosphérique et dans le vide.

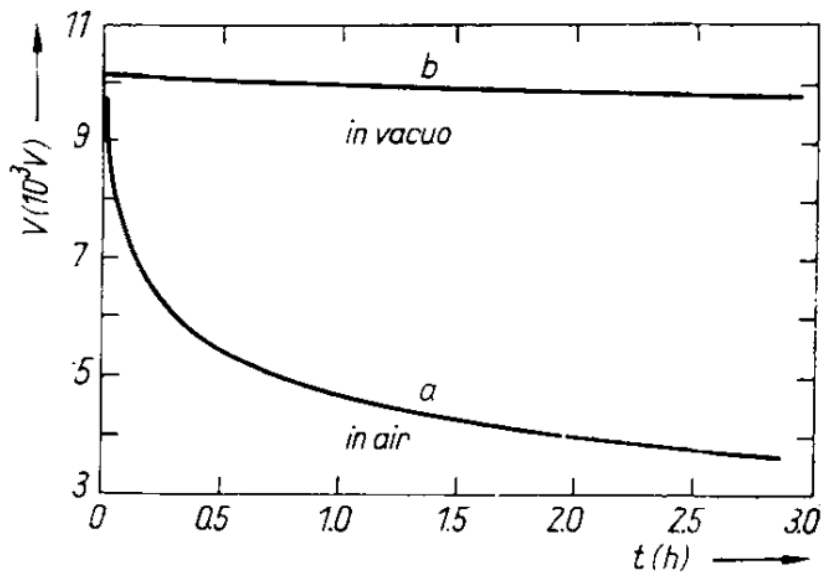


Figure I.32. Exemple de courbes de déclin de potentiel pour un dépôt de charge (a) dans l'air, (b) dans le vide [104].

Les phénomènes physiques qui interviennent dans le déclin du potentiel de surface d'un isolant après dépôt de charges sont nombreux [107-110]. De ce fait, l'interprétation des courbes d'évolution du potentiel de surface au cours du temps nécessite une connaissance de ces mécanismes et qui sont [88] [91] :

- Neutralisation atmosphérique.
- Phénomène piézoélectrique.
- Conduction de surface.
- Polarisation de l'échantillon.
- Injection de charges.

La figure I.33 résume schématiquement les différents processus qui peuvent contribuer au déclin du potentiel de surface.

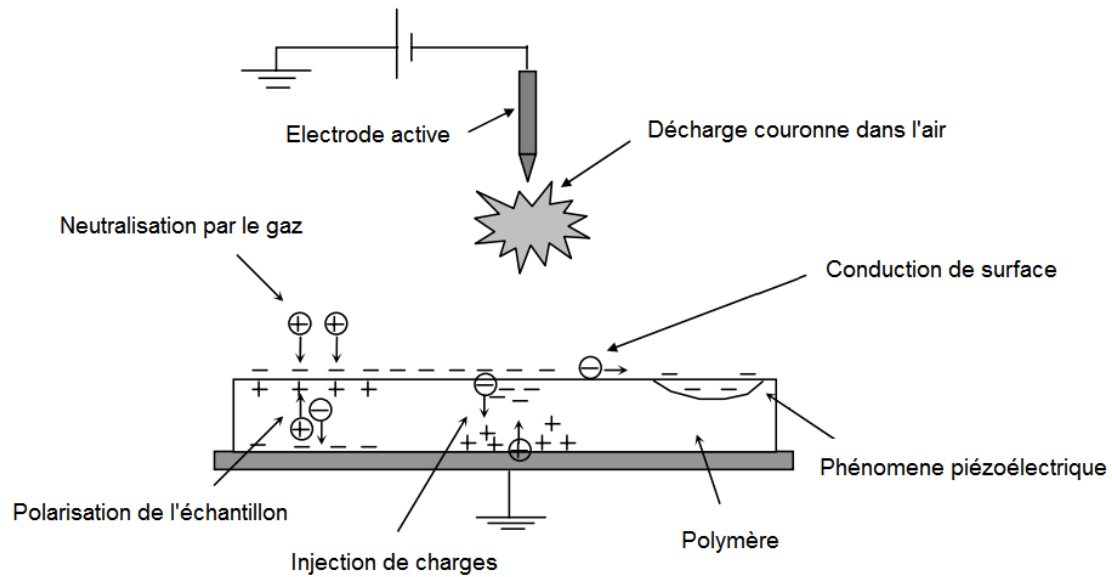


Figure I.33. Différents processus contribuant au déclin du potentiel de surface [91]

En effet, la charge déposée à la surface peut être neutralisée par les charges libres provenant du gaz qui entoure l'isolant. L'air ambiant est toujours légèrement ionisé à cause des rayons cosmiques. L'effet piézoélectrique est un processus physique qui peut contribuer au déclin du potentiel de surface d'un matériau. L'application d'un champ électrique élevé à un diélectrique (média filtrant) peut générer dans le matériau une pression électrostatique. Cette dernière conduit à une contraction mécanique du volume du matériau qui peut avoir une influence sur le potentiel de surface. Le champ appliqué par les charges déposées en surface oriente les dipôles déjà existants (dans le cas des matériaux dipolaires) ou crée des dipôles dans le volume, ce qui provoque l'apparition d'une charge de signe opposé près de la surface. La conduction dans le volume, de type électronique ou ionique, explique aussi le déplacement des charges. La conduction de surface est aussi une cause du déclin de potentiel, elle peut être de nature ohmique ou par sauts entre pièges. Egalement, la diffusion latérale de la charge en surface et dans le volume est considérée pour expliquer le déclin de potentiel, elle dépend du gradient de concentration de la charge déposée. D'autre part, la charge extérieure peut traverser l'interface et pénétrer dans le volume (phénomène d'injection de charges). Cette injection peut s'effectuer au niveau de la surface libre ou de l'électrode de masse. Le phénomène est généralement dissymétrique, non linéaire et dépend de l'électrode utilisée. Tous ces phénomènes peuvent agir en même temps et devront être considérés pour interpréter le déclin du potentiel [80]

I.7. Conclusion

Ce chapitre constitue une synthèse sur les plasmas froids de décharges électriques et leurs applications dans le domaine de traitement de surface (dépôt de couches minces, modification de surface par exposition ...etc). Le chargement électrostatique des médias filtrants par effet couronne est ainsi abordé. En effet, nous pouvons en conclure les points suivants :

La décharge en basse pression est un type de plasma froid en hors équilibre thermodynamique et qui peut avoir plusieurs régimes, la décharge « électroluminescente » est la plus adaptée pour les applications de traitement de surface tel que le revêtement par dépôt de couches mince.

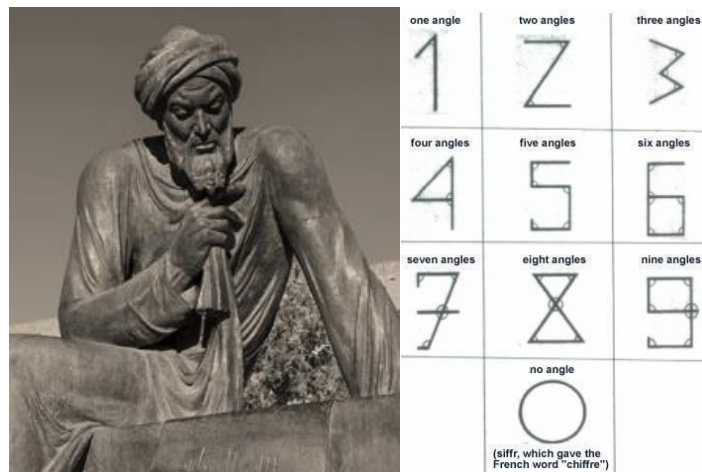
La décharge couronne est le moyen le plus simple pour générer un plasma à pression atmosphérique et son utilisation est encore d'actualité tel que le chargement électrostatique des médias filtrants, cependant la décharge à barrière diélectrique est bien plus stable et peut-être obtenu soit en régime homogène soit en régime filamentaire, c'est la raison pour laquelle nous avons choisi ce type de décharge pour le traitement de surface des médias filtrants.

Le traitement de surface des matériaux par plasma peut se résumer soit au revêtement par pulvérisation cathodique soit à la modification physico chimique de la surface par exposition au plasma. L'avantage du revêtement est que les propriétés de surface finales dépendent du type de matériau à déposer. L'avantage réside donc dans la possibilité de choisir la matière du revêtement, par contre cela n'est pas le cas du traitement par exposition. En effet les propriétés finales dépendent non seulement du type de plasma utilisé (type d'espèce présente dans la phase gazeuse du plasma) mais aussi de la nature du matériau à traiter, puisque ce traitement consiste à créer de nouvelles liaisons entre les atomes de la surface traité et les espèces actives issues du plasma.

Les travaux réalisés à l'institut Pprime IUT d'Angoulême par Mr Dascalescu et Mr Tabti ont permis d'explorer la capacité de la configuration duale et triode à charger électrostatiquement les médias filtrants, il s'est avéré que la configuration triode est la mieux adaptée en raison de la possibilité du contrôle de la charge et la très bonne homogénéité du chargement. Après ce premier chapitre de recherches bibliographiques, nous allons aborder un autre chapitre consacré à la caractérisation des plasmas en basse pression pour des applications de traitement de surface par revêtement en couche mince.

CHAPITRE II

ETUDE DES DECHARGES ELECTRIQUES EN BASSE PRESSION : APPLICATION AU DEPOT DE COUCHE MINCE



Muhammad Ibn Musa al-Khwarizmi, (780, Khwarezm Ouzbékistan - 850 Bagdad)

Mathématicien père de l'algèbre et de la méthode algorithmique, géographe, astrologue et astronome, membre de la Maison de la sagesse de Bagdad.

Si l'homme a une morale et une éthique, il est égale à un (1), s'il est charmant ajouter un zéro à un (10), s'il est riche ajouter un autre zéro (100), s'il est d'une lignée noble ajouter lui un autre zéro (1000). Si le un disparaît, la valeur de l'homme en fera de même, il en restera ainsi que des zéros.

Chapitre II

ETUDE DES DECHARGES ELECTRIQUES EN BASSE PRESSION : APPLICATION AU DEPOT DE COUCHE MINCE

II.1. Introduction

Dans ce chapitre nous, allons présenter le travail effectué sur les décharges électriques en basse pression qui constituent une source de plasma froid qui est très en vogue dans le domaine de la recherche sur le traitement de surface des matériaux. La pulvérisation cathodique est l'une des techniques de traitement utilisant ce type de décharge, cette dernière consiste à modifier la surface d'un matériau quelconque par un dépôt surfacique d'une couche mince de différentes caractéristiques, ce dépôt permettra au matériau traité d'acquérir les propriétés de la couche déposée tout en conservant ses propriétés volumiques.

Une autre technique de traitement utilisant ce type de décharge consiste à modifier la surface du matériau en exposant ce dernier directement au plasma, ce qui va altérer la surface par plusieurs mécanismes physico chimiques (chapitre IV) et va conférer au matériau traité de nouvelles propriétés surfaciques.

Dans ce chapitre, nous nous limiterons à la présentation des résultats de nos travaux effectués sur les décharges en basse pression. Lors de cette étude, nous avons conçu deux réacteurs à plasma froid, le premier a fait l'objet de tests préliminaires ; une caractéristique électrique a pu être établit ainsi qu'une corrélation avec l'architecture de la décharge ; cependant, quoique fonctionnel ce réacteur possédais des limites telles que la corrosion rapide et le dégazage de l'acier utilisé dans la chambre à vide, un dysfonctionnement du moteur électrique dans le vide... etc. Afin de pallier à ces problèmes et afin de continuer l'étude sur la décharge à basse pression, un nouveau réacteur à plasma froid a été conçu tout en tenant compte des anomalies du premier prototype.

Nous avons effectué ainsi une étude approfondie sur l'influence des différents paramètres sur les caractéristiques électriques des décharges en basse pression, nous avons aussi développé

en parallèle une méthode d'acquisition de données qui a permis d'étudier l'amorçage de ce type de décharge avec une très bonne précision.

Enfin, nous terminons ce chapitre par un exemple d'utilisation de ce type de plasma pour la modification de surface de plaque de verre par un dépôt de couches minces métalliques. Les résultats obtenus lors de l'étude sur les caractéristiques ont permis de localiser le régime de décharge le mieux conforme au dépôt métallique.

Un test de traitement de surface par exposition au plasma basse pression a aussi été effectué ; pour des raisons de convenance, les résultats seront présentés dans le dernier chapitre de cette thèse.

II.2. Premier prototype de réacteur à plasma

II.2.1. Matériaux et méthodes de conception

La conception du réacteur à plasma froid comprend la réalisation d'une chambre à vide équipée d'électrodes et d'un système d'admission de gaz étanche (figure II.1). Lors de la conception nous nous sommes basé sur le calcul de la distance inter-électrodes maximale ainsi que sur le choix du matériau de la chambre à vide puisqu'elle doit résister à la différence de pression appliquée à ses parois [111-115].

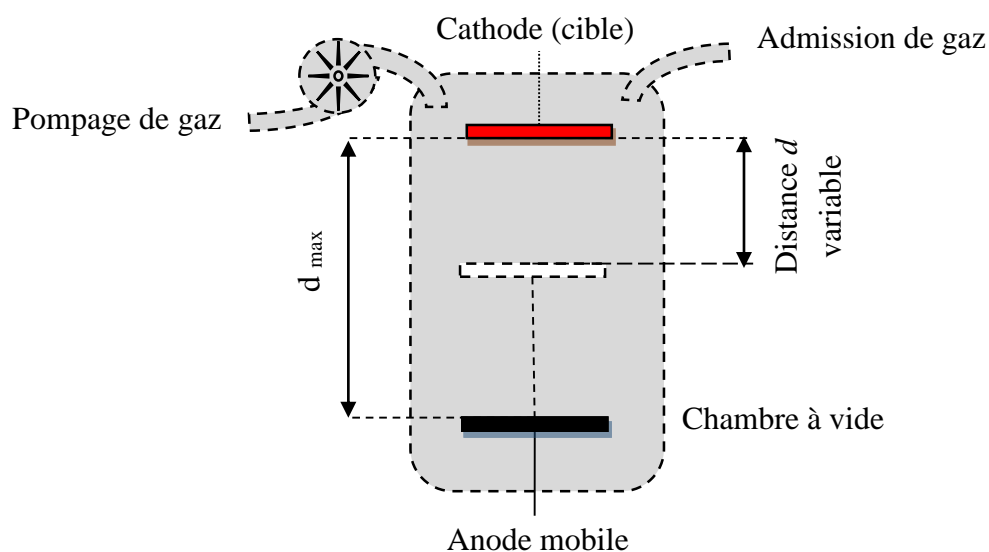


Figure II.1. Schéma simplifié du réacteur.

II.2.2. Distance inter-électrodes

Le réacteur à plasma est conçu avec une configuration à deux électrodes à courant continu DC dite « Diode », il comporte une cathode et une anode avec une distance inter-électrodes réglable ; l'espacement maximal des électrodes a été calculé car la géométrie finale du réacteur en dépend.

La courbe théorique de Paschen a été utilisée pour fournir des données sur la tension d'amorçage du plasma en fonction du produit de la distance inter-électrodes d et de la pression p du gaz à l'intérieur du réacteur. Le gaz utilisé est l'argon, c'est un gaz rare inerte thermiquement et chimiquement. Les paramètres de fonctionnement de pulvérisation ont été choisis de manière à ce que la tension d'amorçage soit la plus proche de la tension minimale dans la courbe de Paschen. Ce choix se justifie par le fait qu'il est nécessaire de choisir une tension d'amorçage V_b qui est la plus proche de la tension d'amorçage minimale $V_{b\ min}$ et cela afin d'optimiser l'alimentation à courant continu [3] [112] [116-118].

Pour calculer la distance inter-électrodes approximative, il faut que :

1) Le produit pd soit situé autour de $(pd)_{\ min}$ pour des raisons d'optimisation, sachant que [119] :

$$(Pd)_{\ min\ Argon} = 1,1999\ \text{mbar.cm} \quad (\text{II.1})$$

$$V_{b\ min\ Argon} = 137\ \text{V} \quad (\text{II.2})$$

2) La pression de fonctionnement de la pulvérisation cathodique doit être réglée autour [45] [46] :

$$p_{Argon} \approx 10^{-1}\ \text{mbar} \quad (\text{II.3})$$

A partir des équations (II.1) et (II.3), la distance approximative d est la suivante :

$$d \approx 12\ \text{cm} \quad (\text{II.4})$$

Afin de faciliter l'étude expérimentale et pour rendre le design plus souple, nous avons choisi un espacement inter-électrodes variable entre 0 et 15 cm :

$$0 \leq d_{choisi} \leq 15\ \text{cm} \quad (\text{III.5})$$

II.2.3. Contraintes mécaniques et matériaux de construction

Le matériau de construction de la chambre à vide doit résister aux contraintes mécaniques élevées dues à la différence de pression appliquée sur les parois du réacteur. La différence de pression est donnée par :

$$\Delta p = p_{\text{exterieur}} - p_{\text{interieur}} \quad (\text{III.6})$$

$$\Delta p = p_{\text{Atmospherique}} - p_{\text{Argon}} \quad (\text{III.7})$$

$$\Delta p \approx 1,01325 \text{ bar} \quad (\text{III.8})$$

Pour des raisons de sécurité et afin d'éliminer le risque d'implosion pendant le fonctionnement, un type d'acier relativement épais et solide a été utilisé comme matériau de fabrication, la différence de pression que ce dernier peut supporter est de :

$$\Delta p_{\text{toléré acier}} = 50 \text{ bar} \gg \Delta p \quad (\text{III.9})$$

Le type d'acier utilisé peut supporter 50 bar, soit 50 fois la différence de pression estimée dans l'équation (III.8).

II.2.4. Conception 3D

Le réacteur à plasma, (figure II.2), se compose principalement de :

- 1) Un tube cylindrique (le corps du réacteur).
- 2) Deux disques épais utilisés comme couvercles.
- 3) Hublots de visualisation.
- 4) Un système d'électrode cathodique.
- 5) Un système d'électrode anodique mobile et commandé.
- 6) Autres pièces (tuyauteries, valves, raccords, joints ...).

II.2.4.1. Système d'électrodes

La cathode a été conçue de telle sorte que la cible pourrait être remplacée facilement par une autre de matière différente et selon le type de dépôt ou de film mince souhaité. La cathode est creuse et peut loger un système de refroidissement et / ou un système de magnétron pour d'autres modes de configuration du réacteur. L'anode, qui est également un support de substrat, est un simple disque en acier qui est rendu mobile grâce à un système coulissant, le mouvement du

système mécanique est assuré par un petit moteur électrique, situé en bas de l'ensemble mécanique qui est contrôlé de l'extérieur de la chambre à vide afin de permettre le réglage de la distance inter-électrodes sans interruption du fonctionnement du réacteur.

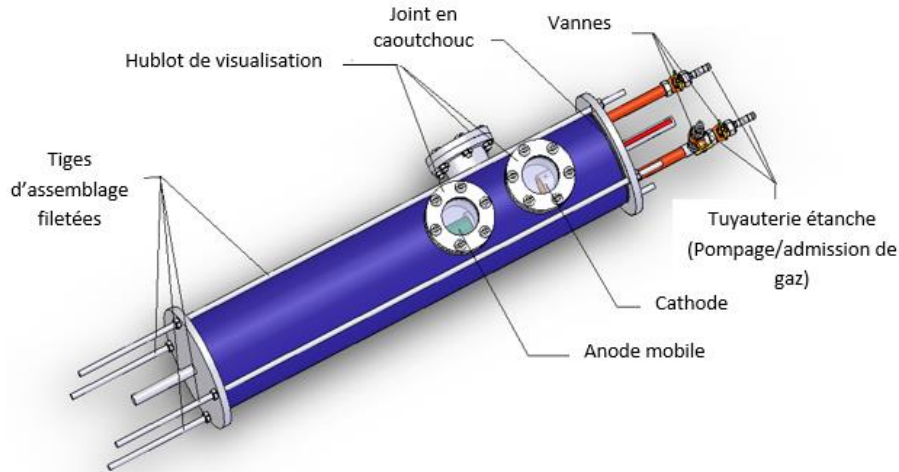


Figure II. 2. Assemblage du réacteur en 3D.

II.2.5. Topographie du champ électrique

Cette étape consiste à simuler le potentiel et le champ électrique Laplacien dans le réacteur en utilisant la méthode des éléments finis sous l'interface de COMSOL afin de prédire l'initiation de l'ionisation et la génération du plasma. Le système est géométriquement symétrique, les coordonnées cartésiennes sont suffisantes pour le dimensionnement.

La simulation a été faite pour trois distances inter-électrodes : $d_1 = 4$ cm, $d_2 = 8$ cm et $d_3 = 12$ cm, (figure II. 3).

Les conditions aux limites sont ceux de Dirichlet et elles ont été choisies de façon à valider les hypothèses suivantes :

- 1) Le potentiel de surface de l'ensemble cathode/cible est $V_{cathode/cible} = 600V$.
- 2) La surface de l'anode est mise à la terre.
- 3) Les parois du réacteur ont une charge nulle et sont mises à la terre.
- 4) L'intérieur du réacteur est considéré comme un gaz plasmagène "Argon" et non un plasma.

La simulation du potentiel électrique dans le réacteur montre que la diminution de la distance inter-électrodes a pour conséquence une compression des lignes équipotentielles sur le côté de l'anode mobile ; cela va augmenter le gradient de potentiel dans la région (figure II. 3), ainsi

que la probabilité d'initier l'ionisation dans la partie inférieure de la cathode où se trouve la cible de pulvérisation.

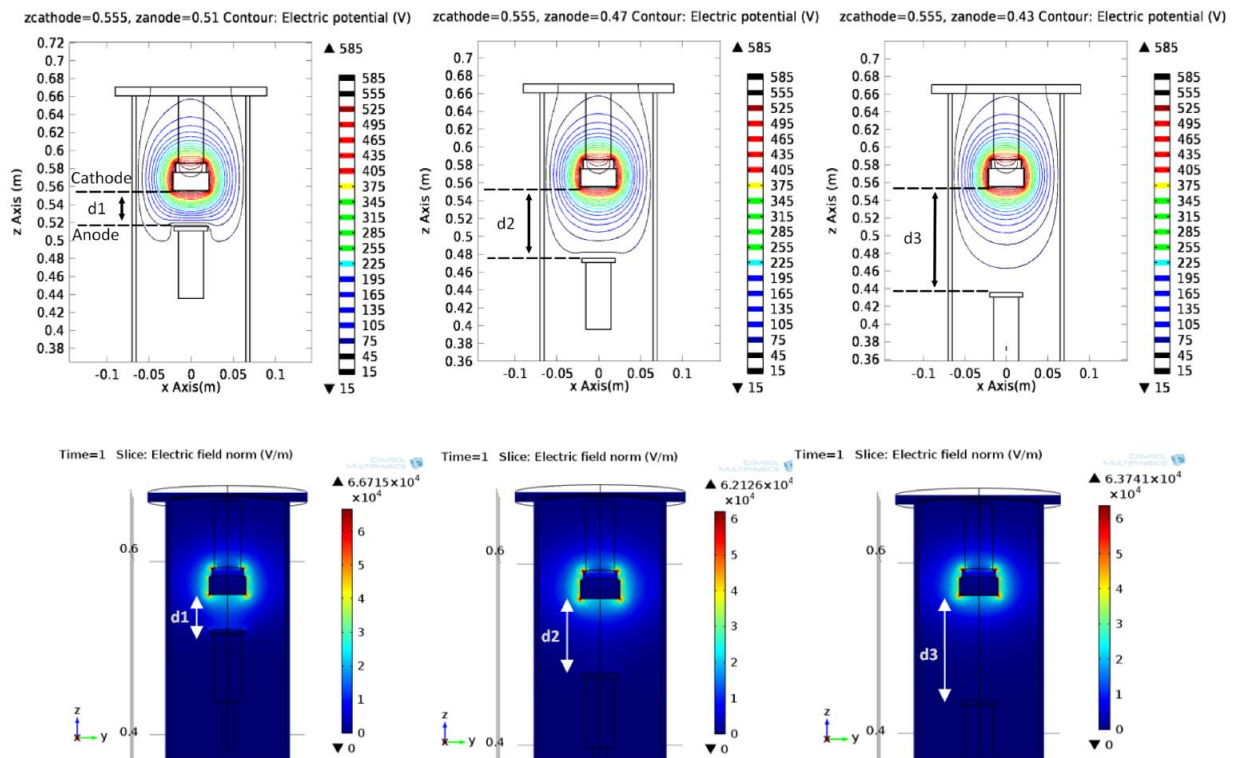


Figure II. 3. Lignes équipotentielles et intensité du champ électrique Laplacien à l'intérieur du réacteur pour trois distances inter-électrodes.

Les résultats montrent aussi que le champ électrique est très intense, atteignant 26 kV/m sous la cathode (à la mi-distance inter-électrodes) pour un espacement inter-électrodes de 4 cm et 20 kV/m pour 8 cm et 12 cm ; les valeurs du champ réduit d'amorçage E/p correspondant à ces trois distances inter-électrodes sont représentées dans la figure II. 4 pour une pression de travail égale à 0,1 mbar. Ces trois points sont situés au-dessus de la courbe théorique du champ électrique réduits d'amorçage (zone 1) ce qui signifie que l'ionisation apparaîtra certainement sous la cathode pour les trois cas d'espacement inter-électrodes.

D'après la figure II.3, on constate la présence de l'effet de pointe sur les extrémités tranchantes circulaires de la cathode. Ces effets ont été réduits lors de la fabrication des électrodes par arrondissement des bords.

La variation de la distance inter-électrodes sur des valeurs plus élevées n'affecte pas l'amorçage de la décharge, en effet la simulation montre que le champ électrique pour une

distance $d = 12$ cm est similaire pour le cas où $d = 8$ cm, cela est dû au fait que pour des grandes distances inter-électrodes, les parois agissent comme une anode secondaire relativement à la cathode [116]. Cependant, toutes ces observations sont cohérentes avec l'objectif d'obtenir un plasma stable près de la cible.

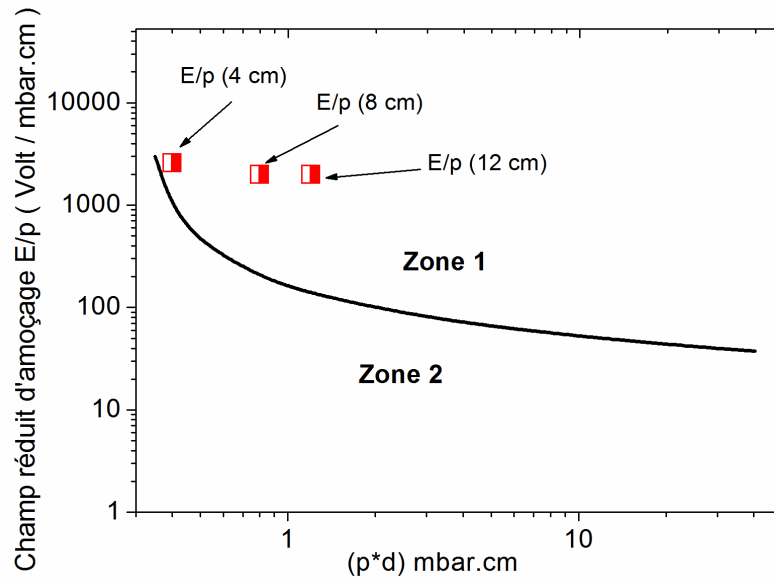


Figure II. 4. Champ électrique réduit d'amorçage théorique (zone1 : amorçage assuré, zone 2 : aucun amorçage).

II.2.6. Installation expérimentale

Une fois le prototype du réacteur à plasma froid réalisé, un système de pulvérisation a été mis en place en laboratoire, (figure II. 5 et II.6). Ce système est composé de :

- 1) - Réacteur à plasma froid réalisé.
- 2) - Système de pompage : constitué de deux pompes à palettes ($P_{limite} = 6,7 \cdot 10^{-2}$ mbar).
- 3) - Obus d'argon 4.6.
- 4) - Alimentation haute tension conçue et testé au laboratoire.
- 5) - Autotransformateur.
- 6) - Jauge Pirani «modèle BLAZER».
- 7) - Afficheur de pression pour la jauge Pirani.
- 8) - Résistance de charge "variable" pour limiter le courant de décharge et éviter le régime d'arc.
- 9) - Deux multimètres de mesure (courant / tension).
- 10) - Unité de contrôle de la distance inter-électrodes.

11) - Support de substrat ou anode mobile.

12) - Unité de mesure.

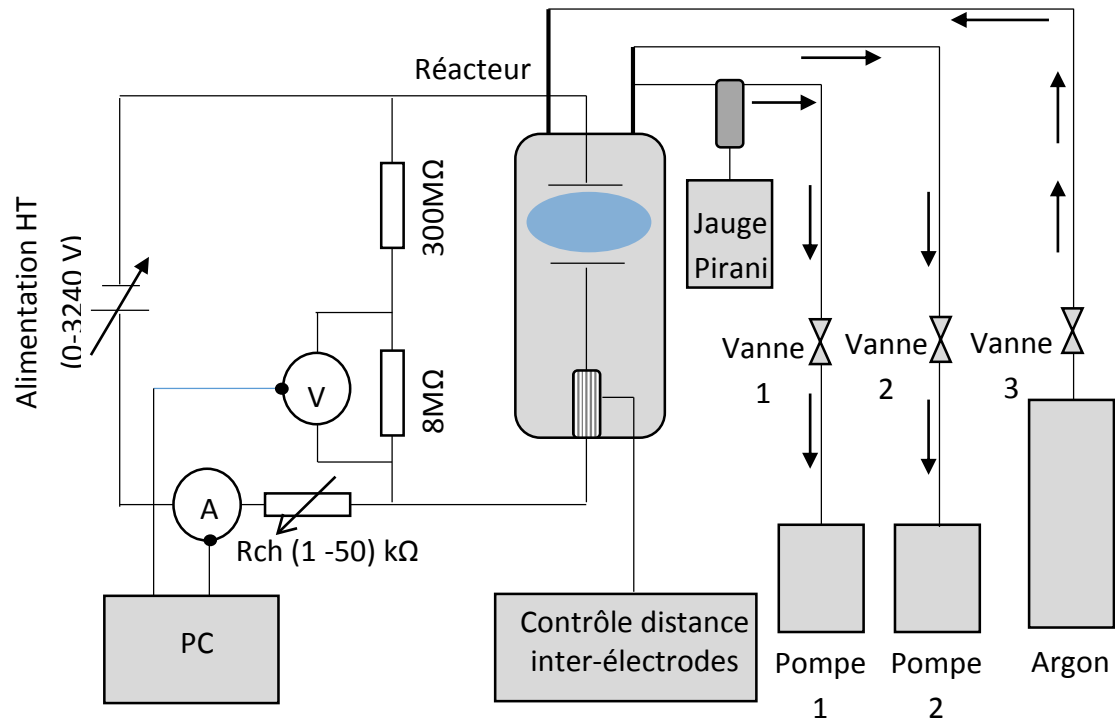


Figure II.5. Schéma simplifié de l'installation expérimentale.

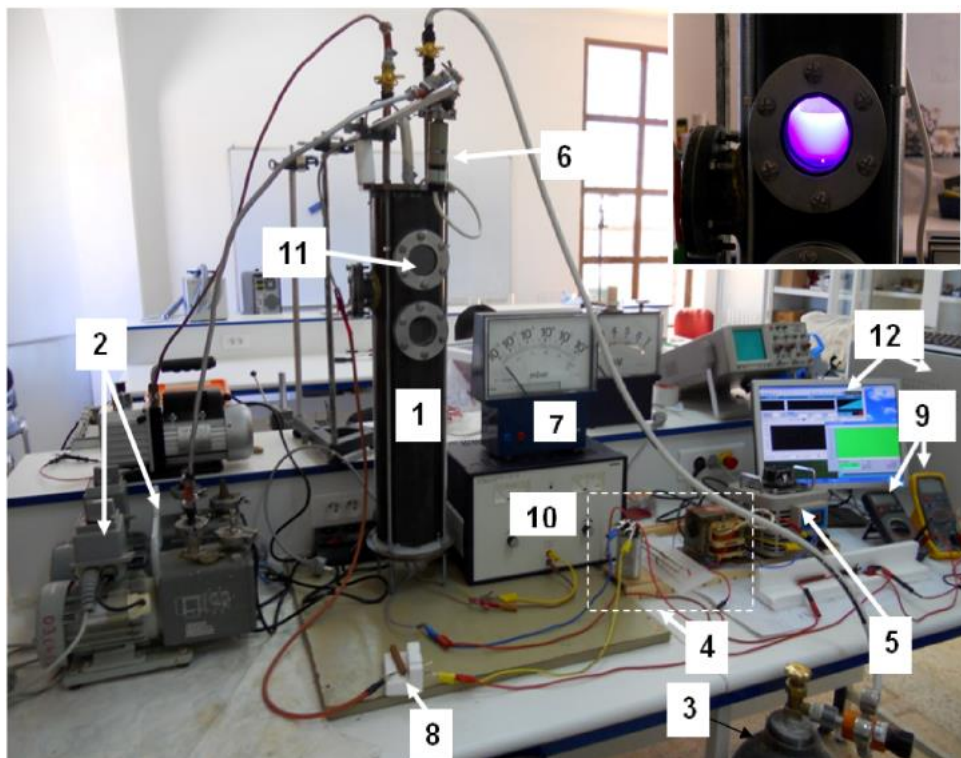


Figure II. 6. Photographie de l'installation expérimentale au laboratoire LSTE.

II.2.6.1. Contraintes

Au cours des expériences, nous avons rencontré deux contraintes :

1) La première concerne la pression limite de la chambre à vide ; puisque cette dernière dépend de différents facteurs tels que : la pression limite de la pompe, la vitesse de pompage, le taux de dégazage et les dimensions de la chambre ; la pression limite à l'intérieur du réacteur n'atteindra jamais les $6,7 \times 10^{-2}$ mbar. Par conséquent, Une pression relativement élevée entraîne une perte d'énergie cinétique de l'atome pulvérisé à partir de la cible à cause des collisions avec d'autres atomes. Afin de remédier à ce problème, il était raisonnable de réduire la distance inter-électrodes afin de limiter ces pertes qui se manifestent également par une augmentation du temps de dépôt des couches minces [3] [120-121].

2) Le second obstacle a été lié à la nécessité d'utiliser une alimentation haute tension de puissance électrique relativement élevée autour de 1 kW. [45] [121 -123] pour pallier à cette contrainte nous avons conçu une alimentation qui répond aux exigences et dont les caractéristiques sont :

$V_{input} = 0 - 220V$ (AC) (variable).

$V_{output} = 0 - 3240 V$ (DC) (variable).

$I_{DC max} = 1 A$ (DC).

II.2.7. Résultats préliminaires et discussion

II.2.7.1. Courbe de Paschen expérimentale

La courbe de Paschen est une caractéristique très importante puisqu'elle inclut tous les points de données d'allumage pour le réacteur à plasma froid. Nous avons identifié la courbe de Paschen expérimentale en mesurant à chaque fois la tension d'allumage correspondante au produit de la pression d'argon et de la distance inter-électrodes. Le résultat de mesure est montré dans la figure II. 7. La courbe de Paschen expérimentale a une forme typique de courbes théoriques ; cependant, cette courbe n'est valable que pour le prototype du réacteur à plasma froid réalisé car cette dernière est relative à la géométrie et à la nature du type de matériau d'électrodes.

La tension critique d'amorçage minimale a été enregistrée pour un produit (pd) tels que :

$$(Pd)_{min} = 0,76 \text{ mbar.cm} \quad \text{(II.10)}$$

La tension critique minimale correspondante est :

$$V_{bmin} = 237,91 \text{ V} \quad (\text{II.11})$$

On remarque que la tension critique d'amorçage minimale dans l'argon V_{bmin} est très faible par rapport à d'autres gaz. Cela représente un avantage technico-économique, car le système à haute tension peut être optimisé pour être plus sûr et sécurisé du point de vue électrique. De plus, le produit $(pd)_{min}$ est inférieur à celui de la littérature, cela n'aura aucun impact sur la conception, car même si la distance inter-électrodes est recalculée, elle sera égale à $d = 7,6 \text{ cm}$, le réacteur est conçu pour une distance variable jusqu'à 15 cm.

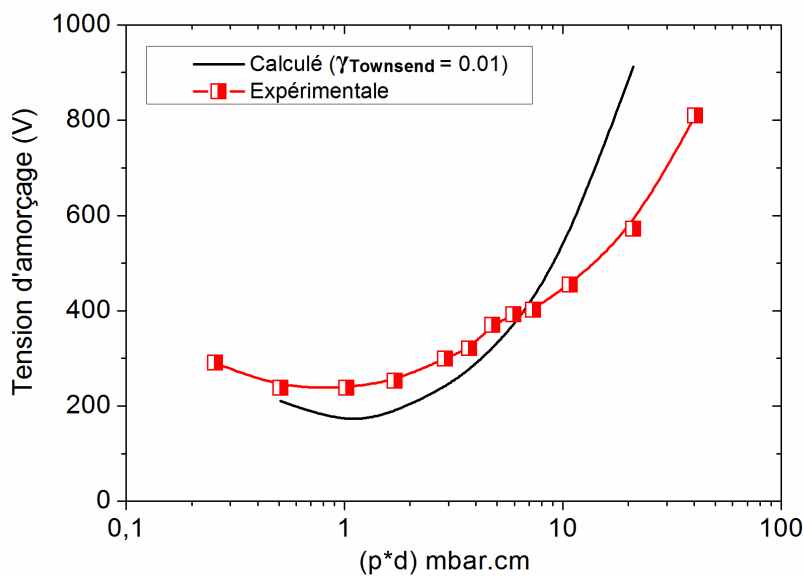


Figure II. 7. Courbe de Paschen expérimentale et calculée.

II.2.7.2. La caractéristique Tension-Courant (U / I)

La caractéristique tension-courant peut décrire le régime de fonctionnement de la décharge électrique. Pour obtenir cette dernière, la tension d'alimentation et la valeur de la résistance de charge (R_c) ont été variées [115] [124-125]. Les conditions de mesure sont une distance inter-électrodes de 3 cm et une pression d'argon de 2 mbar. La figure II.8 montre le résultat de variation de la tension aux bornes des électrodes du réacteur et le courant électrique en fonction du temps pour une augmentation linéaire de la tension d'entrée de l'autotransformateur. Les points de mesure sont séparés par intervalle de temps de 5 min afin d'éviter toute augmentation de température qui pourrait fausser les mesures [126-127].

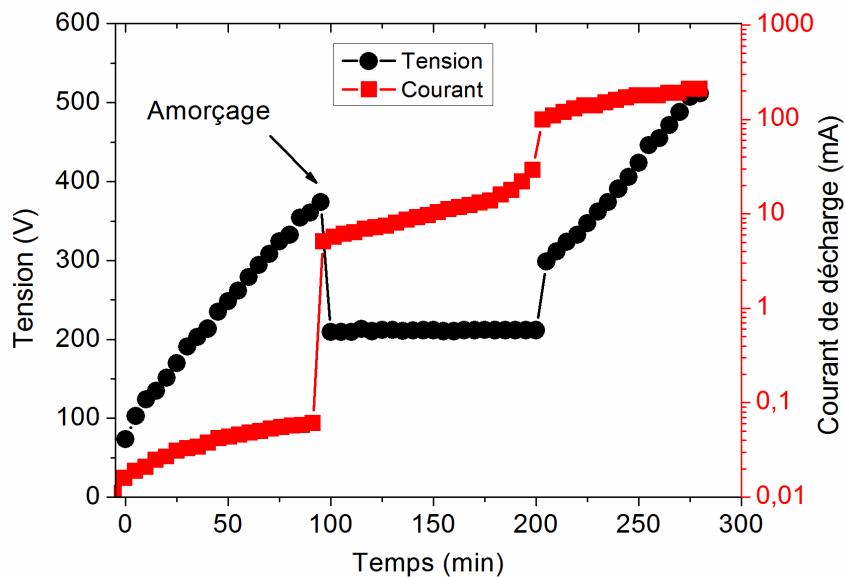


Figure II. 8. Variation du courant électrique de décharge et la tension aux bornes des électrodes du réacteur en fonction du temps.

La caractéristique U / I de la décharge électrique est obtenue par une combinaison des résultats de mesure de la tension et du courant, (figure II. 9). On remarque que la caractéristique U / I de la décharge est composée de plusieurs sections délimitées par un intervalle de courant [3] [119] [128-129].

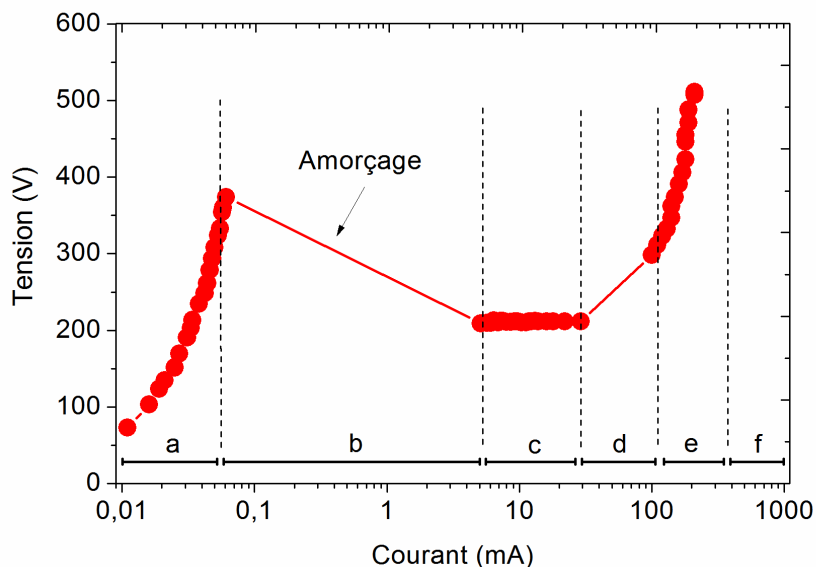

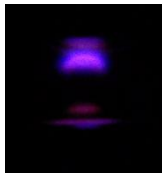
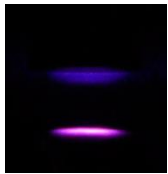
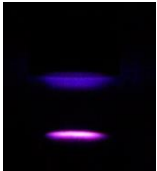
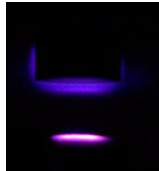


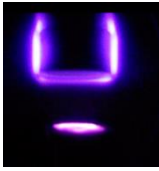

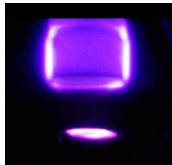
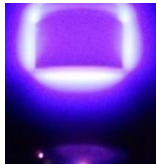




Figure II. 9. Caractéristique U / I de la décharge électrique pour $d = 3$ cm et $p_{Argon} = 2$ mbar.

Le tableau II. 1 représente une corrélation entre les sections de la caractéristique U/I et l'aspect visuel de la décharge.

Tableau II. 1. Evolution de la décharge dans le réacteur à plasma froid selon les sections de la caractéristique U/I .

		Direction d'évolution de la décharge (Pour des courants de décharge croissants) →					
Sections de la caractéristique courant – tension de la décharge	(a)	Aucune manifestation visuelle					
	Limite (b) & (c)						
	(c)						
	(d)						
	(e)						
	(f)	Décharge d'arc présentant un risque potentiel pour l'équipement et le personnel du laboratoire.					

La section (a) : Elle représente l'évolution de la tension à travers les électrodes avant l'établissement de la décharge ; elle se caractérise par un courant très faible : $10 \mu\text{A}$ à $100 \mu\text{A}$. Il n'y a aucun effet visuel dans cette région.

La section (b) : Lorsque la tension atteint une valeur critique $U_c = 373.83 \text{ V}$, la décharge électrique apparaît et l'argon gazeux devient conducteur, il y a une forte augmentation du

courant de décharge électrique. La figure II. 9 illustre ce fait pour $t = 100$ min lorsque le courant électrique augmente de manière brusque : de $I = 61 \mu\text{A}$ à $I = 5,1 \text{ mA}$. Ceci est également accompagné d'une chute de tension due à la rupture de l'isolation de l'argon. La décharge dans cette section se comporte comme une résistance de pente négative. C'est la décharge électroluminescente subnormale.

La section (c): En augmentant la tension d'alimentation, la tension de la décharge reste constante aux alentours de $U_{\text{décharge}} = 211 \text{ V}$; Ceci est dû à l'extension spatiale et volumique de la décharge électrique autour de la cathode, en effet, dans cette section, la décharge a tendance à couvrir toute la cathode et par conséquent, à augmenter le contact de la décharge électrique avec cette dernière (tableau II. 1). Lors de cette étape il y a une diminution de la résistance du milieu alors que le courant électrique augmente. Ce processus a pour effet de stabiliser la tension de la décharge. La section (c) représente la décharge normale. [129-130]

La section (d) : Dans cette région, la tension de la décharge commence à augmenter une autre fois encore, ceci est dû au fait que la surface de la cathode est totalement recouverte par la décharge (lueur négative) et la section de contact de la décharge avec la cathode est maintenant devenue constante, voir le Tableau II. 1, cela signifie aussi que la résistance du milieu est devenue aussi constante ; par conséquent s'il y a une augmentation de la tension d'alimentation, la tension aux bornes des électrodes du réacteur va suivre cette variation, c'est la décharge électroluminescente anormale. [129-130]

La section (e) : Dans cette région, la décharge se comporte comme une résistance électrique fixe ; elle est spatialement stable et transite un courant électrique élevé autour de $0,2 \text{ A}$. C'est la zone de la décharge électroluminescente anormale la mieux adaptée pour la pulvérisation cathodique puisque la caractéristique de la décharge dans cette section est linéaire, contrôlable et combine une densité de courant élevée et une haute tension qui confère une forte énergie aux ions pour la pulvérisation cathodique [45-46] [121].

La section (f) : C'est le régime d'arc, cette section n'a pas été mesurée pour des raisons de sécurité ; elle se caractérise par une chute de tension très brusque et une forte augmentation de courant qui peut détruire les électrodes et les alimentations [129-130]

II.2.8. Limites et inconvénients du premier prototype

Lors de notre étude, il s'est avéré que le prototype de réacteur utilisé possède quelques limites du point de vue fonctionnement. Parmi ces limites, on cite :

Interaction parois plasma et usure : Ce défaut est dû au fait que l'acier utilisé dans la conception est un acier ordinaire, l'utilisation répétée du réacteur a fait que les parois soient rongé petit à petit par le plasma froid, le risque d'accident par fuite de gaz devient alors élevé.

Le dégazage des parois : Le dégazage est un relâchement brusque et soudain de gaz emprisonné dans les parois, cela intervient surtout quand les parois sont conçu par des matériaux moins purs et moins propres. Le dégazage engendre beaucoup de difficultés lors des mesures à pression constante.

Le pompage à vide : Les traversés de pompage à vide étaient réalisés dans le coté haut du réacteur, ceci est une erreur du point de vue conception car le pompage de fluide est toujours effectué à partir du bas. Cela a constitué une contrainte de plus pour le pompage à vide surtout avec l'usure des pompes secondaires et l'indisponibilité de pompe turbo moléculaire qui peuvent pallier à ce problème.

Système électrique anodique : Lors des essais, la distance inter-électrodes était variée en utilisant un système coulissant et un moteur électrique logé dans la partie basse du réacteur, le changement de la distance inter-électrodes, qui est nécessaire pour l'étude, est devenu très difficile car les moteurs électriques fonctionnaient très mal dans le vide. Nous avons remarqué aussi que les systèmes électriques et électroniques finissaient toujours par tomber en panne.

L'isolation électrique : Ce problème est dû à l'utilisation de la bakélite comme support isolant des électrodes. Bien que cette dernière soit un très bon isolant électrique, elle ne l'est pas thermiquement. La bakélite se déforme par la chaleur et au bout d'un certain moment elle réagit au vide par un dégazage intense, cela limite l'utilisation du réacteur pour l'étude à long termes.

L'accumulation de ces inconvénients a insufflé qu'il n'est en aucun cas possible de continuer les expériences avec le réacteur réalisé, la réalisation d'un nouveau prototype de réacteur à plasma froid était nécessaire pour étudier les décharges en basse pression et les paramètres influents. La deuxième partie de ce chapitre est consacrée à l'étude des décharges en utilisant le nouveau prototype de réacteur qui est une version améliorée du premier prototype.

II.3. Deuxième prototype de réacteur à plasma

II.3.1. Description

Le deuxième réacteur à plasma qui a servi à notre étude a été réalisé de manière à éviter les problèmes cités dans le paragraphe précédent. Les parois du réacteur sont construites en tôles de 4 mm d'épaisseur d'Inox 304 L, ce matériau étant inoxydable convient très bien à notre application, ce dernier ne provoque pas de dégazage brusque lors de l'expérimentation. L'inox est aussi un matériau très résistant, il n'est ni affecté ni érodé par le plasma froid.

La chambre du réacteur est en forme cylindrique de 30 cm de diamètre et de 30 cm de hauteur. La partie supérieure fait office de couvercle. L'isolation haute tension du réacteur a été réalisée en utilisant le PTFE appelé commercialement « Téflon », ce dernier possède une très bonne rigidité diélectrique et une très bonne résistance thermique. Le réacteur peut ainsi fonctionner pour de longue durée sans problème. Afin d'augmenter les performances des pompes à vide un système d'aspiration a été intégré dans la partie basse du réacteur, afin que la gravité aide les pompes à évacuer les gaz. L'admission des gaz de travail dans le réacteur se fait dans le coté droite de la chambre. Des micros-vannes sont utilisés pour le réglage de la pression.

Pour l'ajustement de la distance inter-électrodes nous avons réalisé un système mécanique à variation manuelle, aucun moteur électrique et aucune électronique sensible au vide n'ont été utilisés. Le réacteur dispose de plusieurs hublots hermétiquement fermés par un disque en téflon pour prévoir des éventuelles extensions dans le futur (figure II.10) [131].



Figure II.10. Deuxième prototype de réacteur.

II.3.2. Système d'électrodes

Le réacteur est conçu en configuration diode (deux électrodes) :

Cathode : C'est un cylindre en acier inoxydable creux d'une hauteur de 30 mm et d'épaisseur de 5 mm, un disque de cuivre d'une épaisseur de 5 mm et de diamètres de 70 mm est logé dans la partie basse comme le montre la figure II.11. Ce dernier fait office de cible de pulvérisation destinée au dépôt de couches minces en cuivre.

Anode : C'est un disque en acier inoxydable d'une hauteur de 15 mm et de diamètre de 70 mm. La position de l'anode est ajustée d'une manière manuelle grâce à un système mécanique logé à l'extérieur du réacteur, un soufflet en caoutchouc est utilisé pour assurer l'étanchéité, (figure II.12).



Figure II.11. Système d'électrodes.



Figure II.12. Système d'ajustement manuel de la distance inter-électrodes.

II.3.3. Installation expérimentale

La figure II.13 montre une photographie du nouveau dispositif du réacteur à plasma réalisé au laboratoire LSTE.

Le réacteur est fixé sur une table chariot qui rassemble tous les instruments de l'étude et permet aux pompes d'être logées en bas du réacteur. L'ajustement de la distance inter-électrodes se fait aussi dans cette zone en utilisant une simple manivelle graduée. Le système d'alimentation haute tension ainsi que ceux des mesures électriques et ceux de la mesure de la pression du gaz sont logés sur une étagère à gauche du réacteur. L'oscilloscope est relié au système de mesure à travers des sondes basse tension. Ce qui permet l'acquisition des signaux de tension et de courant.

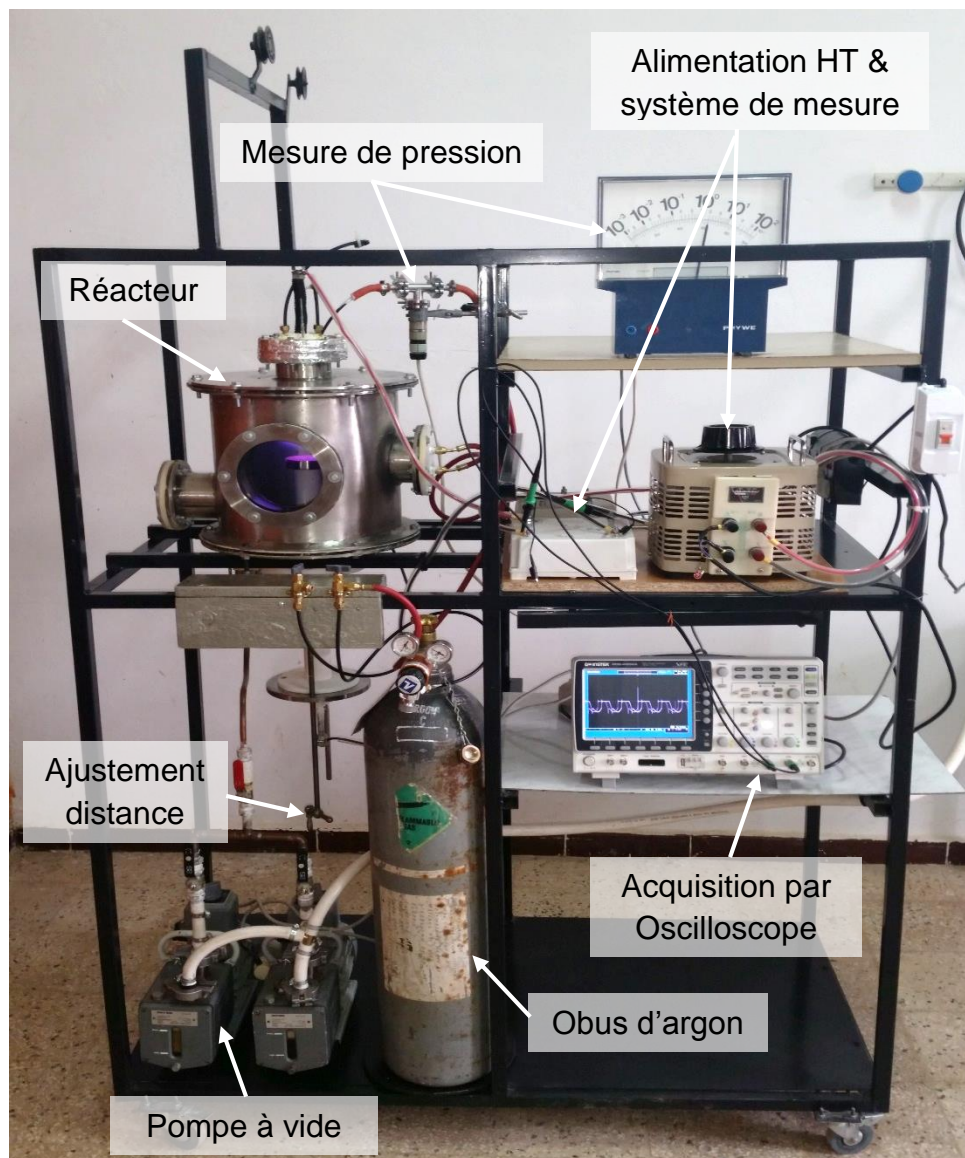


Figure II.13. Installation expérimentale du réacteur à plasma au laboratoire LSTE.

La figure II.14 montre un schéma détaillé du circuit électrique et pneumatique de l'installation expérimentale. Le circuit électrique est composé d'un autotransformateur qui alimente un transformateur haute tension de 2,1 kV à la sortie. La haute tension variable est reliée au réacteur par un système de diode de redressement haute tension. Ces diodes sont montées en tête bêche et un interrupteur bidirectionnel permet le choix de la polarité de l'étude. Pour la mesure électrique on a utilisé un système de diviseur résistif et une résistance de charge. Un oscilloscope est relié aux résistances de mesure en mode XY afin tracer les caractéristiques électriques.

Pour le pompage de gaz, deux pompes à palettes sont montées en parallèle à travers 3 vanne de contrôles ; la vanne V4 permet le contrôle de l'admission du gaz issu de l'obus. Une jauge Pirani est utilisée pour la mesure de la pression, cette dernière est montée en série avec une vanne V5 qui permet aussi de purger le réacteur avant chaque essai.

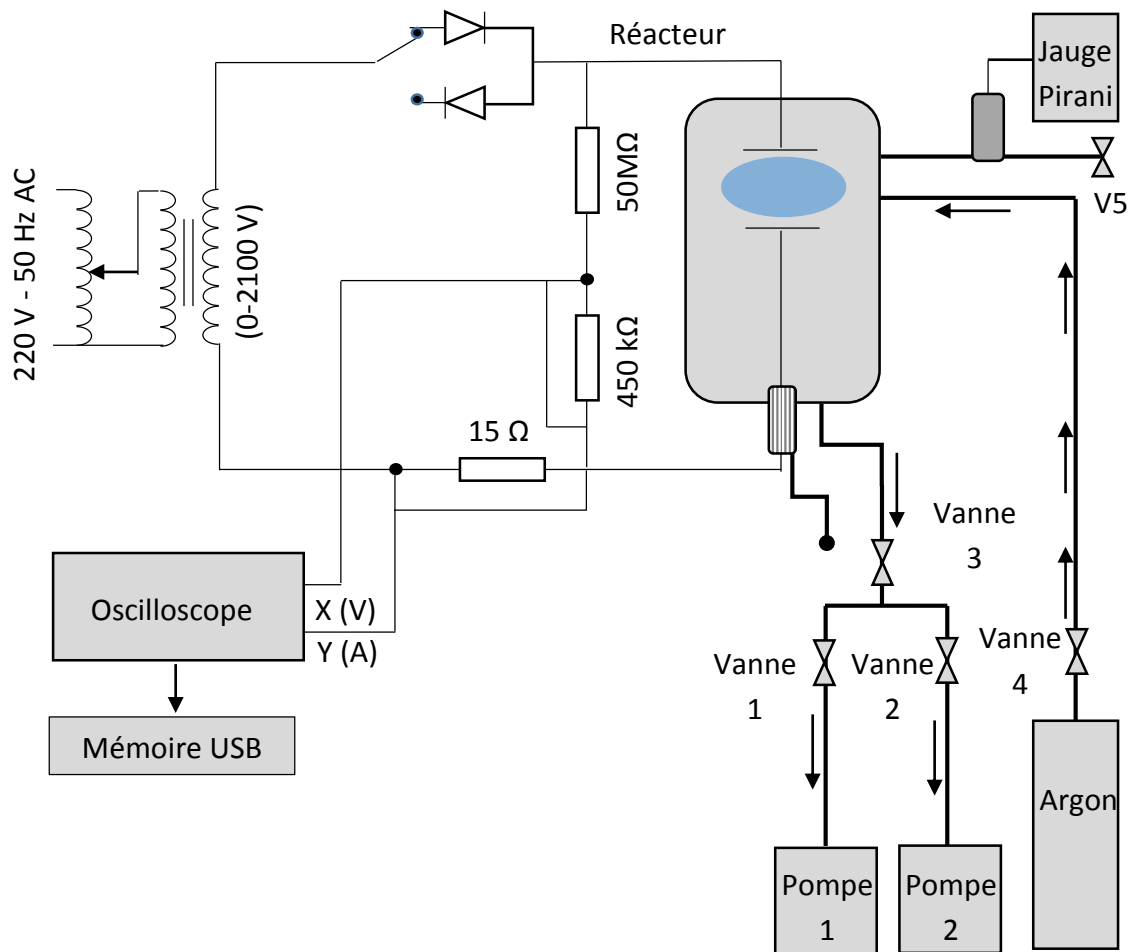


Figure II.14. Schéma détaillé de l'installation expérimentale du nouveau prototype de réacteur.

II.3.4. Méthode de mesure et de relevé des caractéristiques

II.3.4.1. Moyen de mesure

Durant l'étape de mesures électriques, nous avons utilisé l'oscilloscope au lieu de la méthode classique utilisée lors des travaux avec le premier prototype de réacteur (acquisition par voltmètre et ampèremètre).

L'oscilloscope utilisé pour l'acquisition est de marque GW INSTEK GDS-2000A, l'avantage de ce dernier est qu'il possède un taux d'échantillonnage égal à 2 Giga échantillons par seconde. Cela permet une acquisition des signaux avec une très grande précision par rapport à la méthode conventionnelle ou de simples multimètres ont été utilisés (avec un temps d'échantillonnage égale à 1 échantillon par seconde).

II.3.4.2. Méthode d'acquisition des caractéristiques courant - tension

Pour relever les caractéristiques électriques, nous nous sommes inspirés d'une méthode qui permet de tirer les caractéristiques des dipôles (comme les diodes) en électronique de puissance. Pour obtenir les caractéristiques, il suffit dans ce cas d'utiliser un oscilloscope en mode XY. Le montage est composé d'une source, d'une diode (le système à caractériser) et d'une résistance de charge (figure II.15). La première chaîne de mesure de l'oscilloscope (chaîne Y) est placée entre la source d'alimentation et la diode, elle permet de mesurer la tension aux bornes de la diode, la deuxième chaîne de l'oscilloscope (chaîne X) est placée aux bornes la résistance de charge afin de mesurer la tension aux bornes de la résistance, celle-ci étant considérée comme l'image du courant électrique passant par la diode [132].

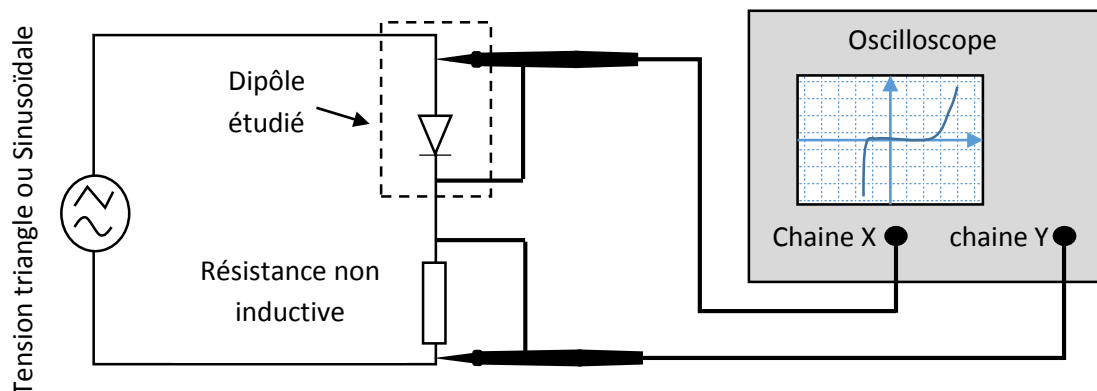


Figure II.15. Méthode de relevé de la caractéristique d'un dipôle (diode) par oscilloscope.

Le même système a été utilisé pour l'étude de notre réacteur ; en intégrant un diviseur de tension, on peut soit sauvegarder un oscillogramme courant – tension soit sauvegarder la caractéristique courant/tension du réacteur directement sur une mémoire, voir la figure II.16 ci-dessous.

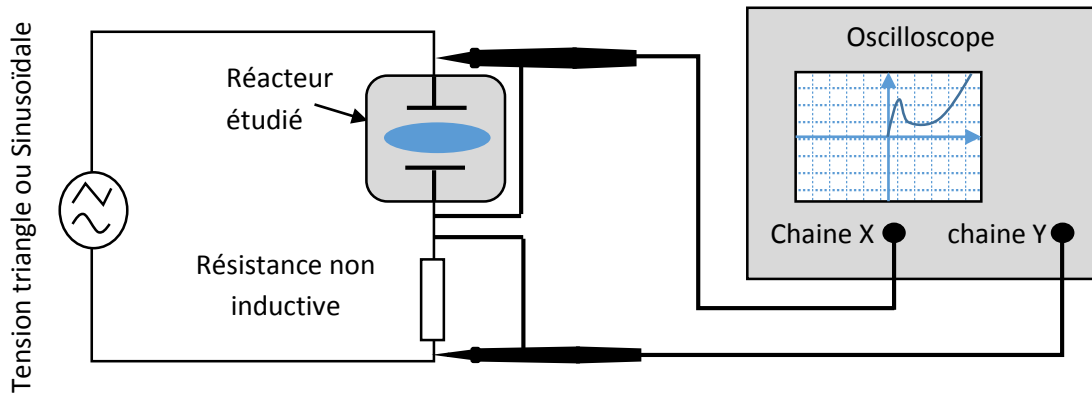


Figure II.16. Méthode d'acquisition de courant et de la tension appliquée au réacteur à plasma.

II.3.5. Essai préliminaire et reproductibilité des mesures

Lors du relevé de la caractéristique courant/tension par la méthode traditionnelle, on faisait varier la tension de la source en augmentant ses valeurs d'une manière le plus linéaires que possible, puis on mesurait la tension aux bornes de la décharge, ainsi que le courant correspondant en chaque point (figure II.17). Le temps entre chaque point de mesure était encore trop grand pour pouvoir mesurer et détecter les changements rapides du comportement de la décharge. Aussi, la crédibilité des mesures était très affectée par les changements des conditions de mesure.

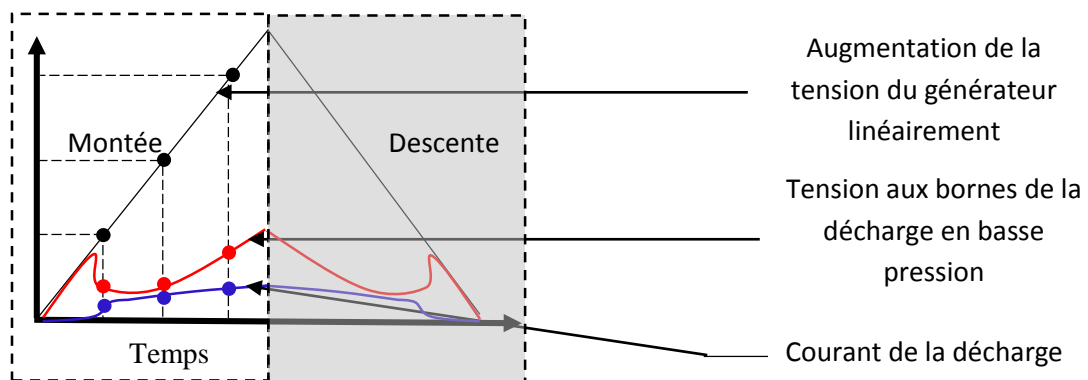


Figure II.17. Méthode de mesure traditionnelle.

Grace à une source HT bien adaptée et un oscilloscope digital on peut effectuer plusieurs essais dans un temps très court. En utilisant un signal de tension montant tel que le signal triangle ou demi-sinusoïde, l'oscilloscope permet d'acquérir tous les points du graphe de la tension de la décharge et l'image du courant en fonction du temps. Ainsi en utilisant un tableur tel que Excel ou bien le mode XY de l'oscilloscope on peut reconstituer les caractéristiques en plusieurs fois et pendant un temps très court (quelques millisecondes) ; le nombre de mesure dépend alors de la fréquence du signal utilisé, (figure III.18) :

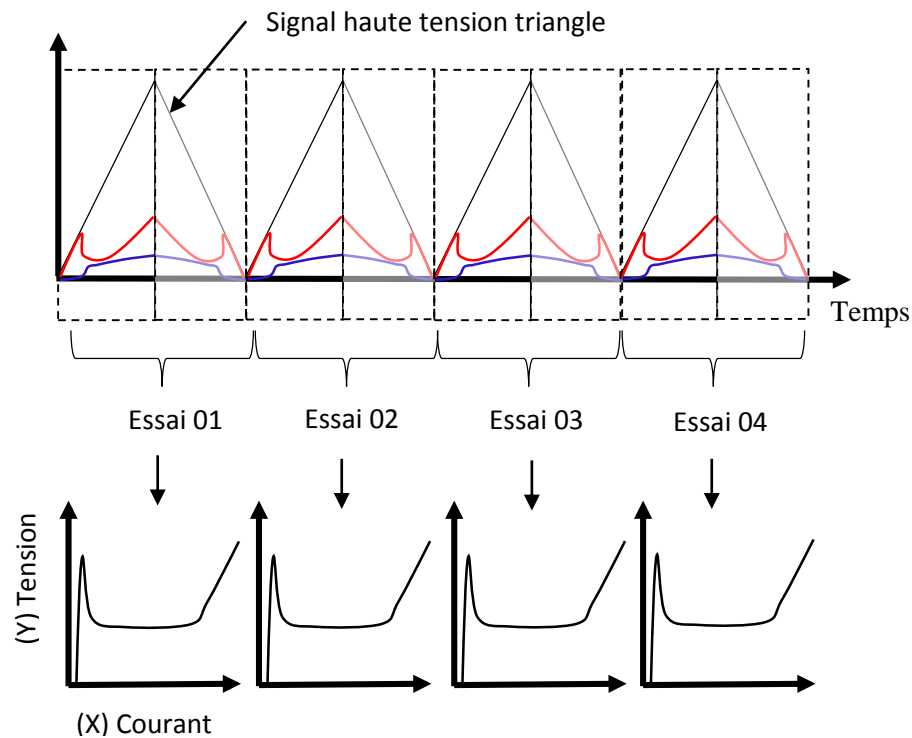


Figure II.18. Reproductibilité des mesures par la méthode d'acquisition par oscilloscope.

L'utilisation de l'oscilloscope est un moyen sûr, car il permet de tracer plusieurs caractéristiques en un seul test très rapide et dans les mêmes conditions (distance, température et humidité) et avec une grande précision et reproductibilité (fréquence de l'oscilloscope). La figure III.19 présente un exemple d'acquisition de la tension et du courant de la décharge relevé aux bornes de notre réacteur à l'aide d'une haute tension de signal demi sinusoïde (fournie par les diodes HT en tête bêche). La fréquence du signal d'étude est de 50Hz, c'est à dire qu'on fait une mesure de la caractéristique chaque 20 ms, alors qu'avec les méthodes classiques et manuelles, il fallait répéter au moins trois essais pour ne tracer qu'un point. Cela est très avantageux du point de vue crédibilité de mesure.

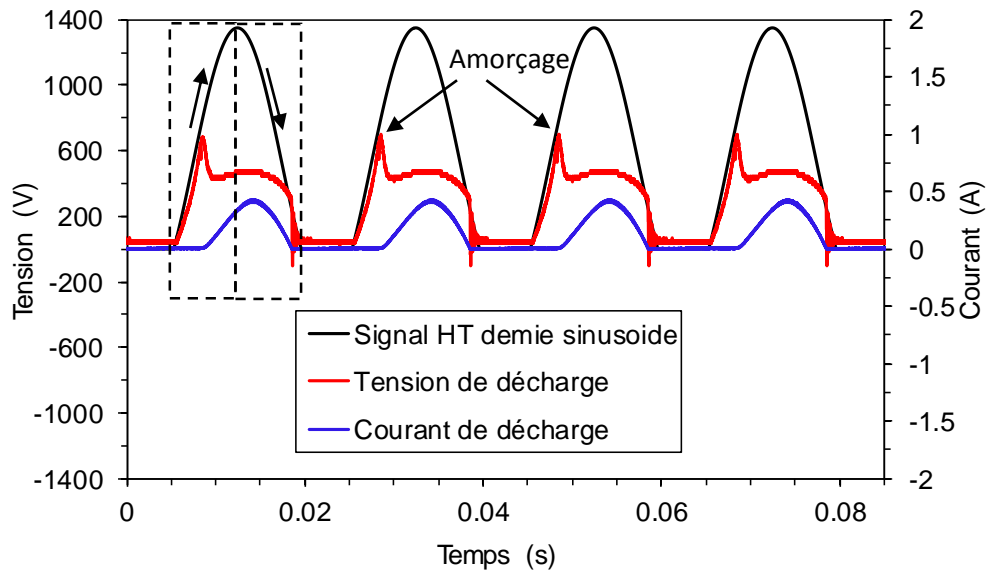


Figure II.19. Exemple de relevé de la tension et du courant de décharge à l'aide d'un signal HT en demi-sinusoïde.

La figure II.20 montre une capture d'écran de l'oscilloscope, à l'aide du mode XY on peut obtenir la caractéristique tension – courant et la sauvegarder en mémoire directement.

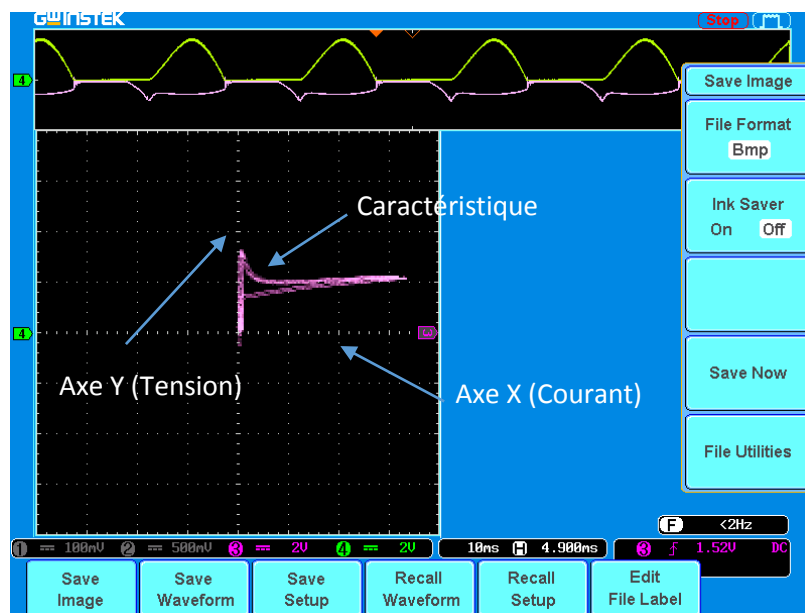


Figure II.20. Exemple de caractéristique de décharge obtenue en utilisant le mode XY.

On peut aussi obtenir la caractéristique par un post traitement des données des oscillogrammes de la figure II.19, le résultat est montré dans la figure II.21 pour le cas de l'argon en polarité positive et une distance de 12 cm.

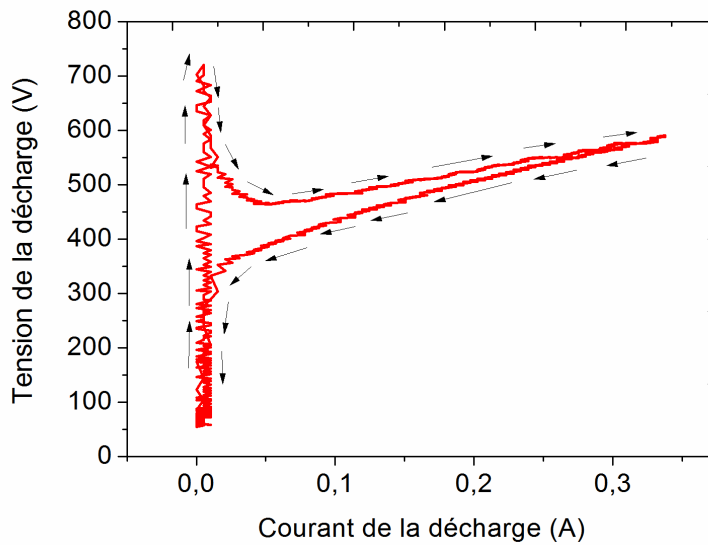


Figure II.21. Exemple de caractéristique obtenu en utilisant le post traitement des données.

A partir des caractéristiques relevées, on remarque qu'il existe un phénomène d'hystérésis, c'est-à-dire que la caractéristique relevé lors de la montée de la tension n'est pas la même que celle de la descente, voir les flèches dans la figure II.21. Cela est dû à l'état initial ou bien à la pré-ionisation du milieu de la décharge, en effet lors de la montée de la tension le milieu n'était pas encore ionisé alors que lors de la descente le milieu initiale est déjà ionisé et conducteur. Cette dissimilitude cause une petite différence entre les caractéristiques. Pour des raisons de concision et de clarté lors de l'étude qui va suivre, on s'intéresse plutôt aux caractéristiques relevé lors de la montée de la tension sans hystérésis. La figure II.22 montre la même caractéristique courant - tension après élimination du retour hystérésis.

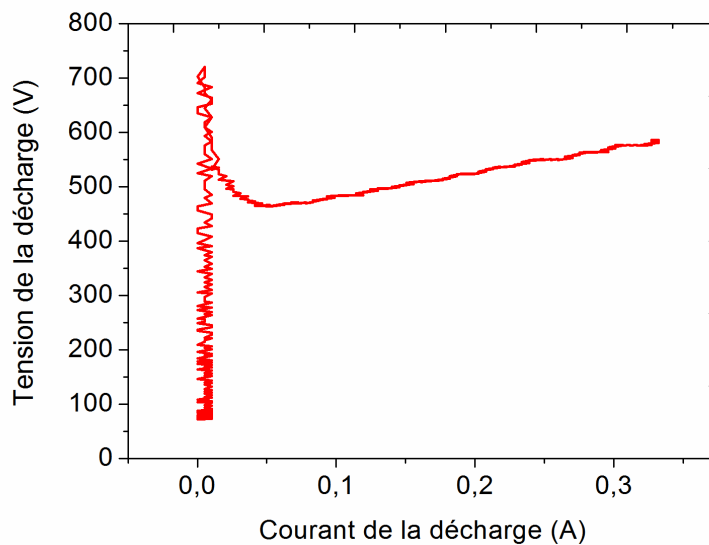


Figure III.22. Caractéristique courant - tension sans hystérésis.

II.3.6. Caractéristiques courant – tension expérimentales

II.3.6.1. Effet de la distance inter électrodes

II.3.6.1.1. Cas de l’Air

Les figures II.23 et II.24 présentent l’effet de la variation de la distance inter-électrodes sur les caractéristiques courant - tension de la décharge électrique dans l’air. Lors de cet essai, la pression a été fixée à une valeur de 1,8 mbar, le relevé a été effectué en variant la distance inter-électrodes et la polarité de l’alimentation haute tension.

D’après les deux figures, on remarque que l’effet de la distance inter électrodes a un impact direct sur les régimes de la décharge électrique et cela pour les deux types de polarités.

En effet, on remarque en premier lieu une absence totale du régime de la décharge sombre de Townsend, voir la caractéristique théorique figure II.25, la décharge vire rapidement vers le régime d’amorçage. En d’autres termes, la décharge sombre de Townsend qui correspond à la multiplication des électrons par ionisation par impact électronique sur les molécules du gaz est très rapide, une infime augmentation de l’énergie fait passer la décharge vers le régime d’amorçage qui correspond à un régime où l’essentiel de la multiplication est assuré par l’augmentation du flux d’électrons extraits par bombardement ionique de la cathode. L’absence de ce régime revient au fait que la cathode du réacteur possède une grande surface (diamètre de 7 cm), cette dernière permet d’extraire d’avantage d’électrons secondaires par bombardement ionique et d’initier l’amorçage sans passer par la zone de la décharge sombre de Townsend.

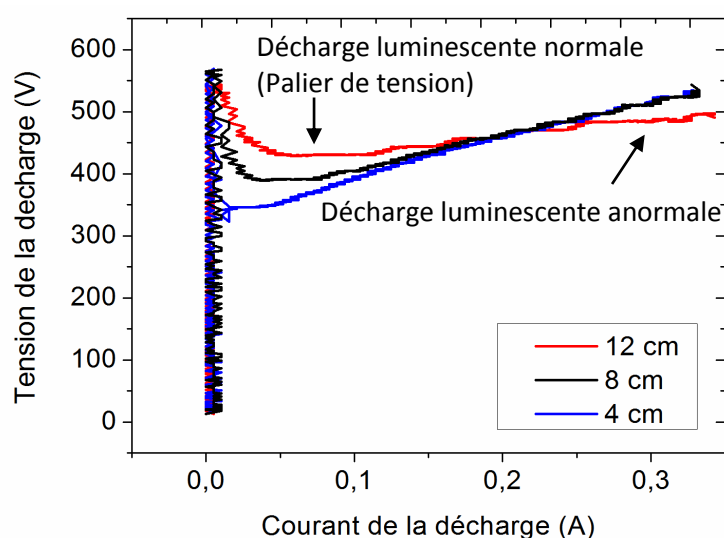


Figure II.23. Caractéristiques I/U en fonction de la distance inter-électrodes.

Conditions : gaz = air, polarité = (-), $p = 1,8$ mbar.

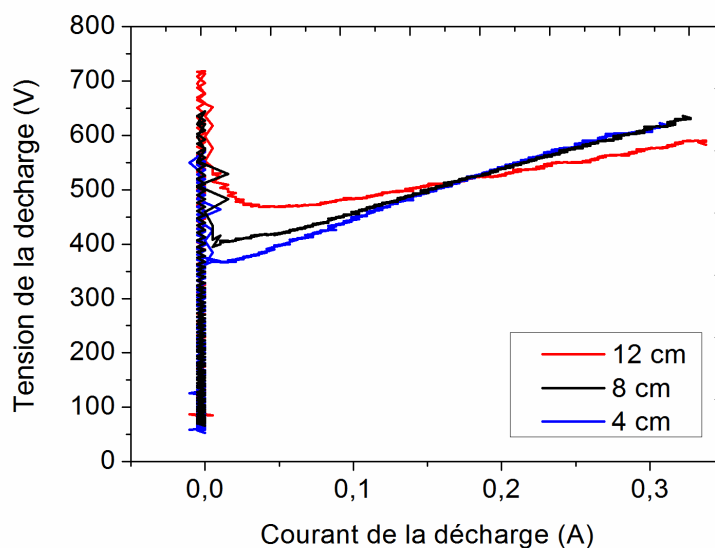


Figure II.24. Caractéristiques I/U en fonction de la distance inter-électrodes.

Conditions : gaz = air, polarité = (+), $p = 1,8$ mbar.

On remarque aussi qu'au fur et à mesure qu'on diminue la distance inter-électrodes, le régime de la décharge électroluminescente normale tend à disparaître ($d = 4$ cm) laissant place au régime anormale plus énergétique. Le régime de la décharge électroluminescente normale se distingue théoriquement par un pallier de tension constante qui est dû à l'augmentation de la surface émissive de la cathode, figure II.26, et la diminution de la résistance du milieu en même temps que l'augmentation du courant. L'équation ci-dessous est vérifiée :

$$V_i = Z \downarrow \cdot I \uparrow = \text{Constante} \quad (\text{II.12})$$

Tel que :

V_i : Valeur de la tension de décharge au régime « électroluminescente normale ».

$Z \downarrow$: Résistance du milieu en diminution.

$I \uparrow$: Densité de courant en augmentation.

En diminuant la distance inter électrodes les mécanismes d'augmentation de l'émissivité de la cathode sont si rapide (plasma énergétique) que la décharge vire directement vers le régime de la décharge anormale, lors de ce régime, la cathode est totalement recouverte de plasma et la résistance du milieu est constante, c'est pour cela que la décharge anormale possède une caractéristique semblable à celle d'une résistance électrique fixe ; ainsi au fur et à mesure que le courant croît la tension augmente aussi.

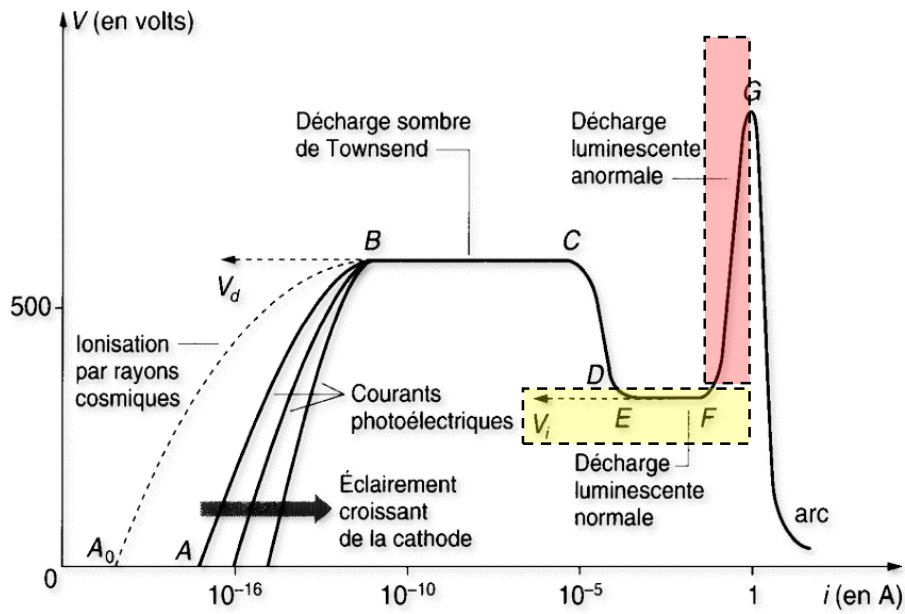


Figure II.25. Régimes de la décharge électrique en basse pression [6] [11].

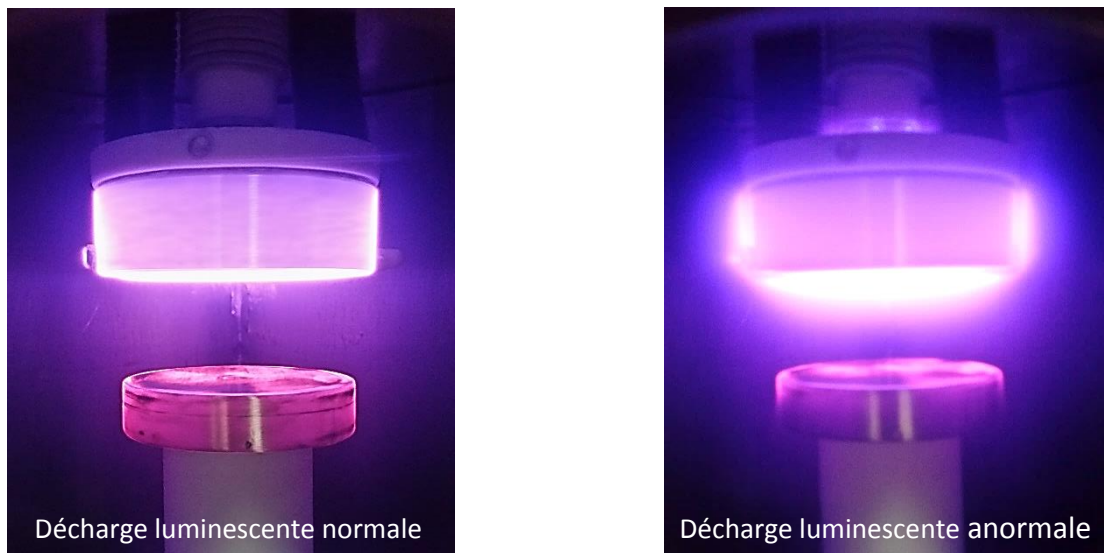


Figure II.26. Photographie du régime normale et anormale de la décharge électrique en basse pression.

D'après la figure II.27 on remarque qu'il y a une différence nette entre la polarité positive et la polarité négative. En effet on observe bien que le courant en polarité négative est très élevé, cela revient au fait que l'air, une fois ionisé, contient une multitude d'ions positifs et négatifs ; lors de la polarité positive, le courant récolté à la masse est le courant des ions positifs alors que lors de la polarité négative, le courant récolté est un courant d'ions négatives et un courant d'électrons. Puisque ces derniers possèdent des mobilités et des natures différentes, les courants sont aussi différents. On remarque aussi que dans les deux cas de polarités, les caractéristiques ne sont pas identiques au début, cela revient au fait que la quantité

de charge initiale libre présente dans le gaz avant l'initiation de la décharge n'est pas la même, ces charges libres dépendent des rayons cosmiques et des éclaircissements de la cathode, voir la caractéristique théorique dans la figure II.25.

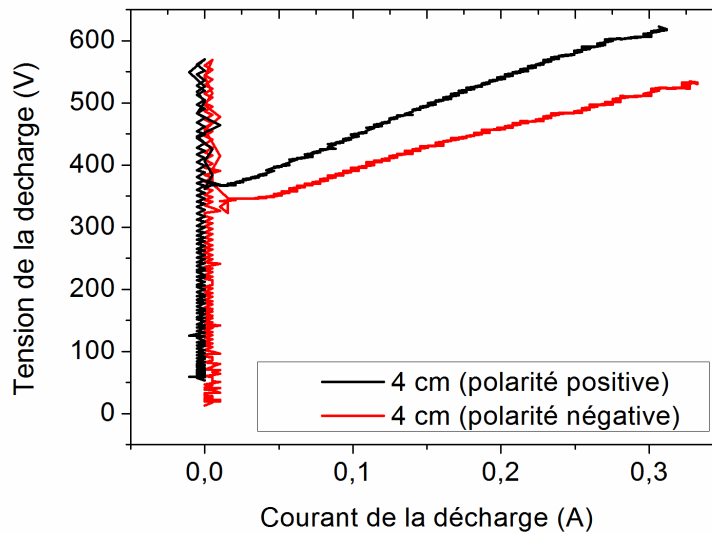


Figure II.27 : Comparaison entre caractéristiques U/I en polarité positive et négative.

Conditions : gaz = air, $d = 4$ cm, $p = 1,8$ mbar.

II.3.6.1.2. Cas de l'Argon

L'argon est le gaz le plus utilisé pour le traitement de surface des matériaux. Dès lors, nous avons refait les mêmes expériences que l'air. Voir les résultats dans les figures II.28 et II.29.

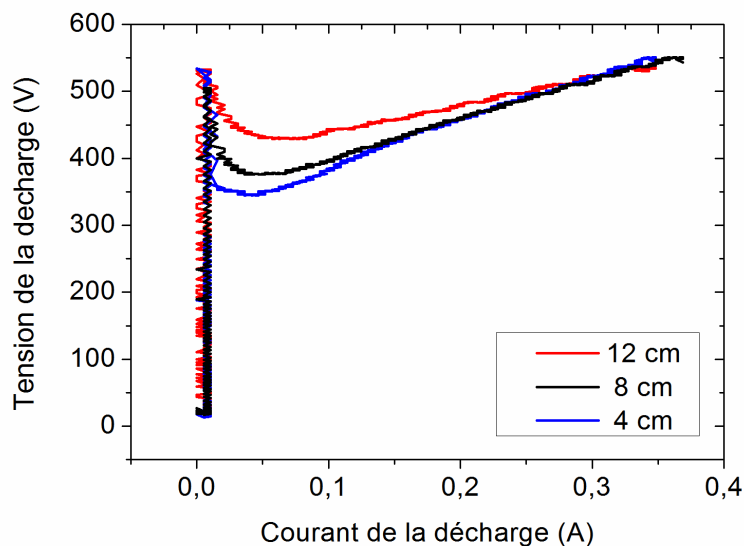


Figure II.28. Caractéristiques U/I en fonction de la distance inter-électrodes pour l'argon.

Conditions : gaz = Argon, polarité = (-), $p = 1,8$ mbar.

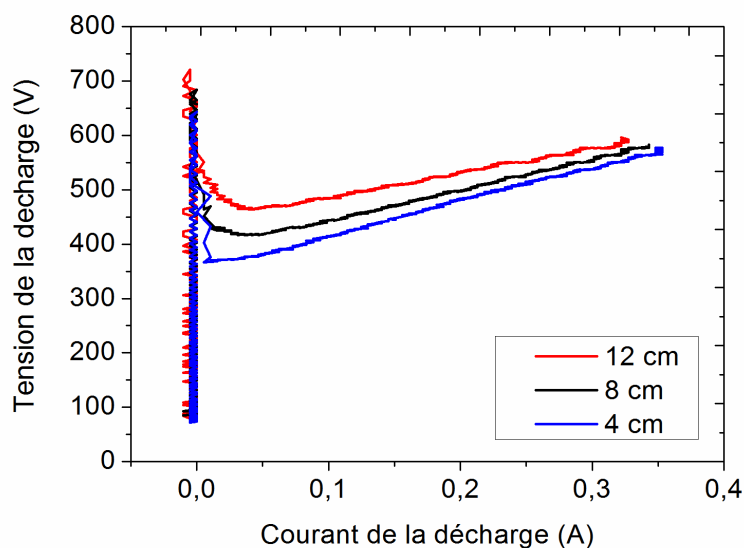


Figure II.29. Caractéristiques U/I en fonction de la distance inter électrodes pour l'argon
Conditions : gaz = Argon, polarité = (+), $p = 1,8$ mbar.

Les deux figures II.28 et II.29 montrent l'effet de la distance inter-électrodes sur les régimes de la décharge en polarité négative et positive. Nous constatons que l'effet de la distance inter-électrodes est le même que dans le cas de l'air. On distingue ainsi l'absence du régime sombre de Townsend et la disparition du régime électroluminescent normale lors de la diminution de la distance inter-électrodes.

La figure II.30 montre une comparaison entre les caractéristiques en polarité positive et négative.

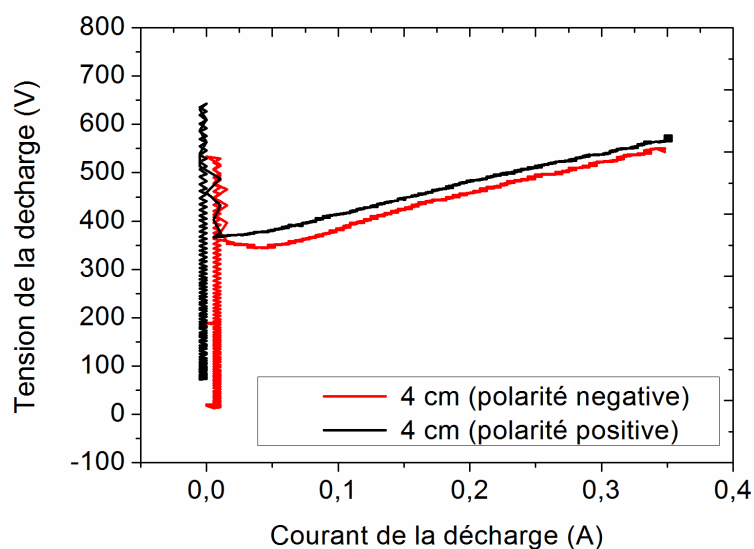


Figure II.30. Comparaison entre caractéristiques U/I en polarité positive et négative.
Conditions : gaz = argon, $d = 4$ cm, $p = 1,8$ mbar.

D'après la figure II.30, nous avons remarqué que le courant en la polarité négative est légèrement élevé par rapport à la polarité positive, la différence est ainsi très faible ; ceci est dû à la nature des porteurs de charges existants dans l'argon. En effet à l'inverse du cas de l'air, l'argon une fois ionisé est formé que de deux espèces, les ions d'argon positives et les électrons, en d'autres termes, le nombre d'espèces positives est égales au nombre d'espèces négatives, ainsi la quantité de courant récolté à la masse pour les deux polarités semble très proches.

II.3.6.2. Effet de la pression

Afin d'étudier l'influence de la pression sur les caractéristiques courant - tension de la décharge électrique, nous avons relevé les caractéristiques en variant la pression et en fixant tous les autres paramètres comme suit :

- 1- La distance inter électrodes est réglée à 8 cm.
- 2- Le gaz de l'étude est l'argon.
- 3- Polarité : négative.

La figure II.31 présente l'effet de la pression de l'argon sur les caractéristiques électriques courant – tension.

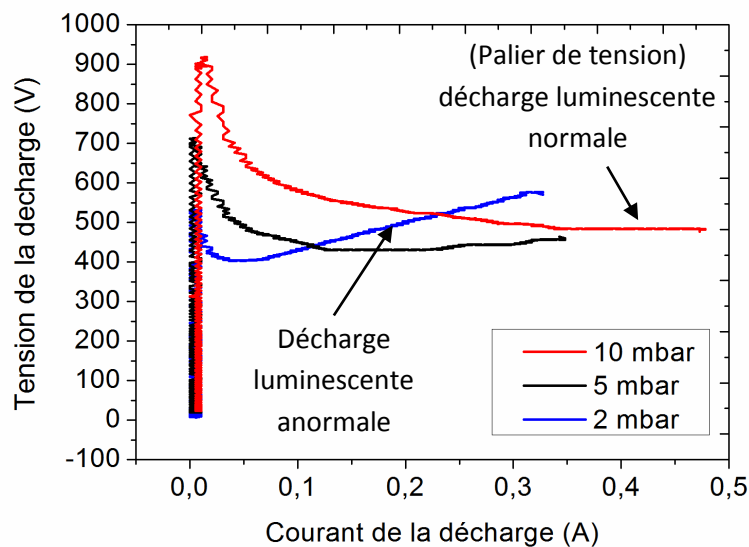


Figure II.31. Caractéristiques U/I en fonction de la pression. Conditions : gaz = argon, $d = 8$ cm, Polarité = (-).

On observe que la pression a un effet très important sur les régimes de la décharge électrique. Le régime de la décharge électroluminescente normale (palier de tension) devient de plus en plus apparent avec l'augmentation de la pression. Cela est logique car lorsque la pression est

élevée, le libre parcours moyen entre les particules du gaz est très petit et la décharge ne peut pas évoluer rapidement dans tout l'espace cathodique en raison des pertes cinétiques. La diminution de la résistance du milieu en même temps que l'augmentation du courant se traduit dans ce cas par un long palier de tension.

En diminuant la pression, on augmente l'espace entre particule, ce qui facilite la dérive des particules et des charges dans l'espace inter-électrodes, ainsi les mécanismes d'augmentation de l'émissivité de la cathode et de l'expansion de la décharge en volume sont si rapides que la décharge vire rapidement vers le régime anormal. La décharge se comporte dans ce régime comme une résistance électrique fixe. La caractéristique électrique dans ce cas (faible pression) devient très linéaire directement après l'amorçage. En d'autres termes, le régime de la décharge électroluminescente normale tend à disparaître dans ce cas laissant place au régime anormal plus énergétique.

Le régime anormal est le régime qui convient le mieux au traitement de surface par la pulvérisation cathodique, car dans ce cas le plasma est très énergétique et plus accommodé pour le dépôt de couche mince.

En effet, les ions qui bombardent la cathode vont non seulement extraire des électrons secondaires (avalanche secondaire), mais aussi des atomes de cette même cathode qui vont être déposés sur tous les matériaux situés au-dessous de la cathode et former ainsi une couche mince du même matériau que la cathode.

II.3.6.3. Comparaison entre l'air et l'argon :

D'après la figure II.32, on peut voir que la tension d'amorçage dans le cas de l'argon est très faible par rapport à celle de l'air, cela revient au fait que les gazes inertes (argon, néon, hélium,...) ont une tension d'ionisation très faible par rapport aux autres types de gaz.

On remarque aussi que pour l'argon la tension de la décharge reste toujours faible par rapport à l'air même après ionisation. Cela s'explique par le fait que l'air est un gaz électronégatif et tend à piéger des électrons au lieu de les libérer lors de l'ionisation, cela rend l'ionisation très difficile par rapport à l'argon, ainsi l'air une fois ionisé, possède une résistance un peu plus élevée que celle de l'argon et par conséquent la tension de décharge est aussi élevée.

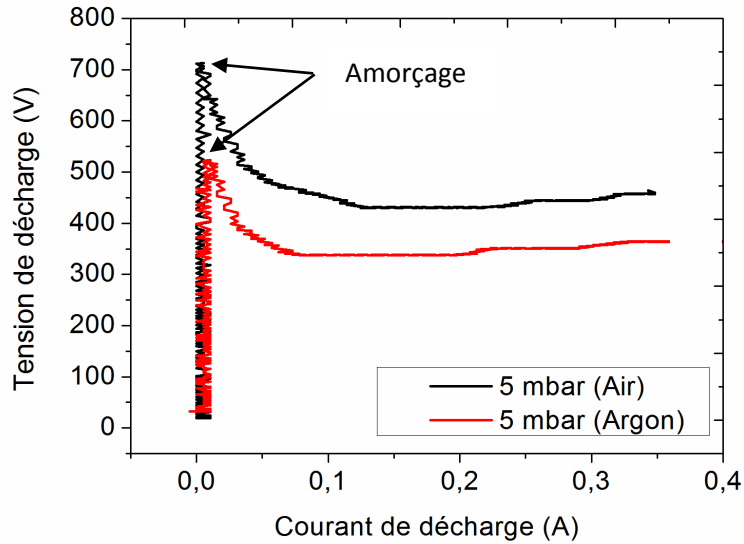


Figure II.32. Comparaison entre les caractéristiques U/I de l'air et de l'argon.

Conditions : $p = 5 \text{ mbar}$, $d = 8 \text{ cm}$, Polarité = (-).

II.3.7. Relevé des courbes de Paschen

Durant cette étude, nous avons relevé les courbes de Paschen en suivant les étapes de l'organigramme de la figure II.33.

L'idée consiste à étudier la courbe expérimentale de Paschen à distance variable puis à pression variable et de vérifier la loi de Paschen dans les deux cas.

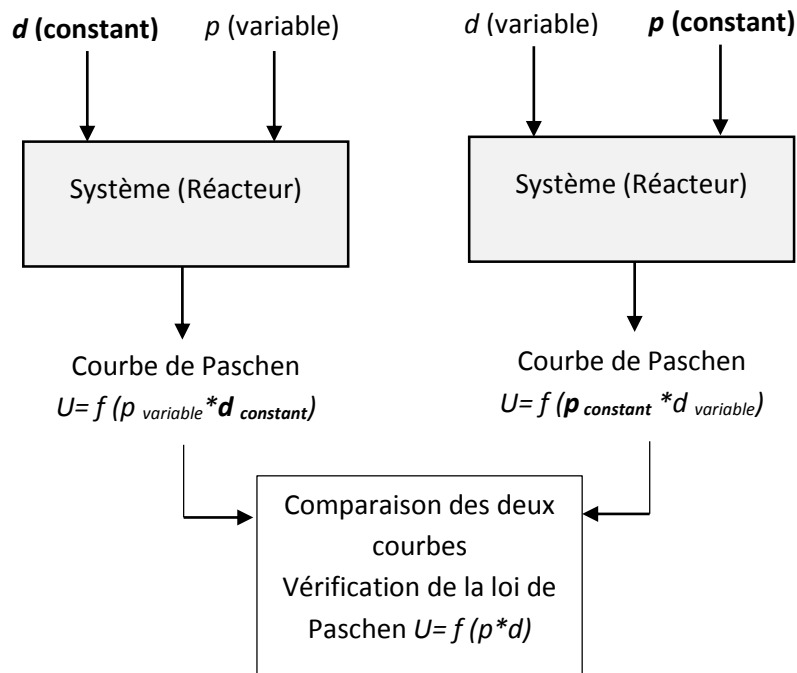


Figure II.33. Schématisation de la méthode d'étude de la courbe de Paschen.

Pour les relevés nous avons aussi utilisé un oscilloscope car ce dernier permet d'enregistrer la valeur qu'atteindra la tension de la décharge juste avant l'amorçage. Cette fonction permet d'avoir des données plus crédibles et plus précises.

II.3.7.1. Courbe de Paschen pour l'Air

II.3.7.1.1. Tension d'amorçage

Les figures II.34 (a) et II.34 (b) représentent respectivement l'évolution de la tension d'amorçage en fonction de la distance inter-électrodes (à pression constante) et en fonction de la pression de l'air (à distance constante).

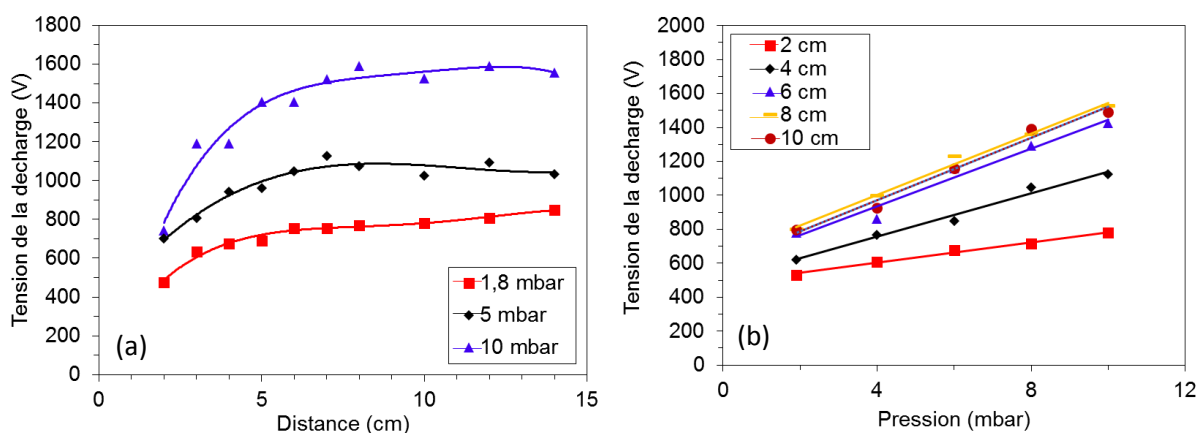


Figure II.34. Evolution de la tension de claquage (a) en fonction de la distance et (b) en fonction de la pression.

D'après la figure II.34 (a), on remarque que si la distance inter électrode augmente, la tension de la décharge augmente aussi, cela est normal car quand la distance augmente le champ électrique diminue, et il est de plus en plus difficile d'amorcer la décharge.

On observe aussi qu'au fur et à mesure que la distance inter-électrodes augmente, la tension de claquage devient presque constante pour les grandes distances inter-électrodes, cela est due au fait qu'au bout d'une certaine distance inter-électrodes les parois du réacteur commencent à interagir avec les électrodes et agissent comme une nouvelle anode fixe, voir la simulation du champ électrique dans les paragraphes suivants pour plus de détail.

D'après la figure II.34 on remarque aussi que si la pression augmente, la tension de claquage augmente aussi et d'une manière quasi linéaire, cela revient au fait que lors de l'augmentation de la pression le libre parcours moyen diminue, étant donné que ce dernier correspond à la

distance entre les particules du gaz, il sera donc très difficile d'ioniser des atomes à cause des pertes d'énergie cinétique occasionnés par les collisions entre espèces.

L'effet de la distance inter-électrodes se fait aussi ressentir sur les courbes de la figure II.34 (b), en effet au-delà d'une certaine distance inter-électrodes $d = 6$ cm tous les courbes se superposent et la tension de claquage devient la même pour les distances au-delà de 6 cm, cela confirme l'existence d'une certaine distance limite à ne pas dépasser dans le réacteur faute d'interactions avec les parois du réacteur.

II.3.7.1.2. Vérification de la loi de Paschen

Les figures II.35 (a) et II.35 (b) représentent les courbes de Paschen expérimentales. Ces courbes ont été obtenus en multipliant les axes des abscisses des courbes des figures II.34 (a) et II.34 (b) par la valeur de la pression ou bien de la distance correspondante à chaque cas. En d'autres termes, le graphe de la figure II.35 (a) a été tracé pour une pression constante alors que le graphe de la figure II.35 (b) a été tracé pour une distance inter-électrodes constante. Le but est de voir si ces courbes seront identiques et suivront la loi de Paschen.

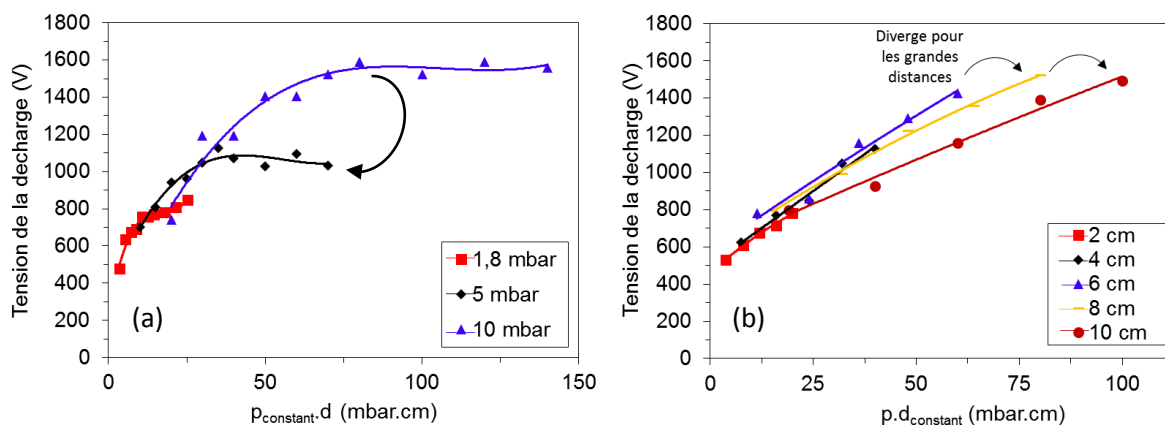


Figure II.35. Courbe de Paschen expérimentale (a) à pression constante (b) à distance inter-électrodes constante.

D'après les deux figures, on remarque qu'il existe une différence très nette entre les deux courbes alors que ces dernières devraient être identiques selon la loi de Paschen [133-134]. Il est très intéressant de noter aussi que ces courbes expérimentales ne suivent pas l'allure théorique de la courbe de Paschen et ne possèdent pas de minimum global. La loi de Paschen n'est pas vérifiée dans ce cas et nécessite une modification, cela représente des perspectives intéressantes, ainsi plusieurs travaux dans le monde commencent à investiguer cette piste [135-138]. D'après ces courbes on remarque aussi qu'il existe une différence entre les courbes du

même graphe surtout pour les grandes valeurs du produit ($p \times d$) (voir les flèches figure II.35). D'après la littérature [134] [139] la tension de claquage est approximativement proportionnelle au produit ($p \times d$), et le terme de loi de Paschen est utilisé pour désigner cette relation plus simple. Cependant, il semble que ce n'est que vraisemblablement vrai, sur une gamme limitée de la courbe (pour les faibles valeurs du produit $p \times d$).

IV.3.7.2. Courbe de Paschen pour l'Argon

II.3.7.2.1. Tension d'amorçage

Les figures II.36 (a) et II.36 (b) représentent respectivement l'évolution de la tension d'amorçage en fonction de la distance inter-électrodes (à pression constante) et en fonction de la pression de l'argon (à distance constante).

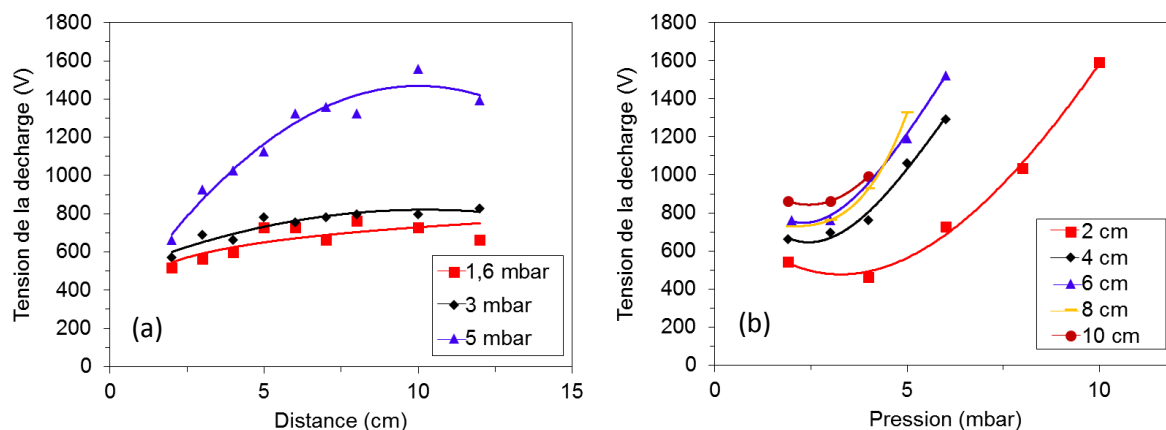


Figure II.36. Evolution de la tension de claquage (a) en fonction de la distance et (b) en fonction de la pression.

Là aussi on remarque que la tension de claquage augmente en fonction de la distance inter-électrodes et la pression.

L'effet des parois est très présent pour les grandes distances inter-électrodes. Effectivement cela se manifeste par le fait que la tension d'amorçage devient constante pour les grandes distances inter-électrodes, figure II.36 (a), et la superposition des courbes de la figure II.36 (b) au-delà d'une distance de 6 cm, tout se comporte comme si la distance inter-électrodes est devenu constante, cela est vraisemblablement juste car la distance entre la cathode et les parois est constante et égale à 7 cm.

V.3.7.2.2. Vérification de la loi de Paschen

En utilisant les deux graphes précédents nous avons tracé deux courbes de Paschen, l'une à pression constante (figure II.37 (a)) et l'autre à distance constante (figure II.37 (b)).

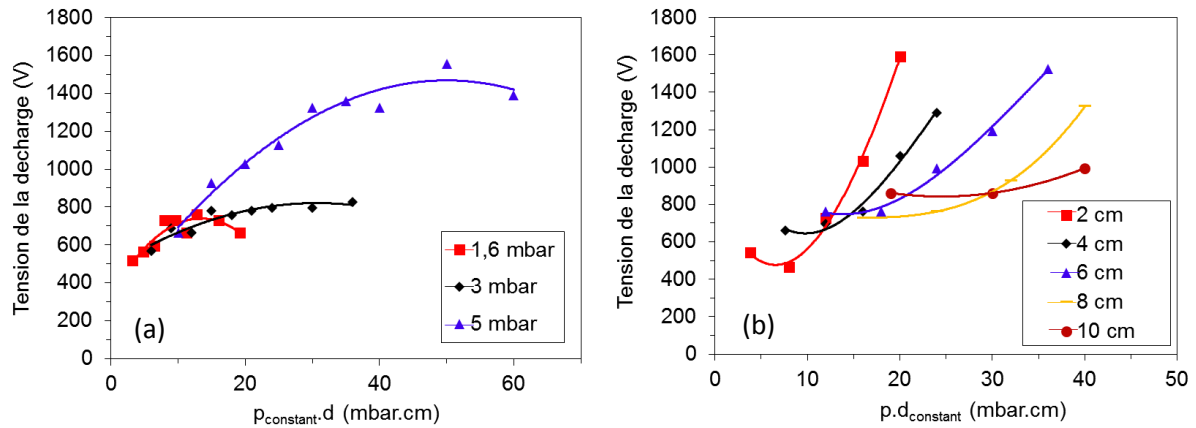


Figure II.37. Courbe de Paschen expérimentale (a) à pression constante (b) à distance inter-électrodes constante.

Dans ce cas on distingue ainsi clairement que les deux graphes des figures II.37 (a) et (b) ne sont pas identiques, par contre on retrouve dans la figure II.37 (b) des allures typiques des courbes de Paschen théoriques. Cependant, même les courbes expérimentales de la figure II.37 (b) diffèrent entre eux quelques soit la distances inter-électrodes. Ces constats sont paradoxalement incompatibles avec la loi de Paschen qui postule que pour un produit $p \times d$ donné et constant, si on varie la pression p ou bien la distance d de façon à conserver le produit $p \times d$ constant on obtiendra toujours la même valeur de la tension d'amorçage.

IV.4. Champ électrique Laplacien

Afin de vérifier l'interaction parois - électrodes qui s'est manifesté lors de l'étude des courbes de Paschen, nous avons simulé le champ électrique à l'intérieur du réacteur en utilisant COMSOL Multiphysics.

Les conditions aux limites sont celles de Dirichlet tel que :

- 1- la cathode est portée à un potentiel électrique négative $V_{cathode} = 750 \text{ V}$.
- 2- L'anode est mise à la terre $V_{anode} = 0 \text{ V}$.
- 3- Les parois sont portées à un potentiel flottant $V_f = 30 \text{ V}$; (mesuré expérimentalement).
- 4- Le gaz (Argon) est considéré comme un gaz plasmagene et non un plasma.

La figure II.38 montre le résultat de la simulation du champ électrique pour une coupe longitudinale du réacteur (vue de face).

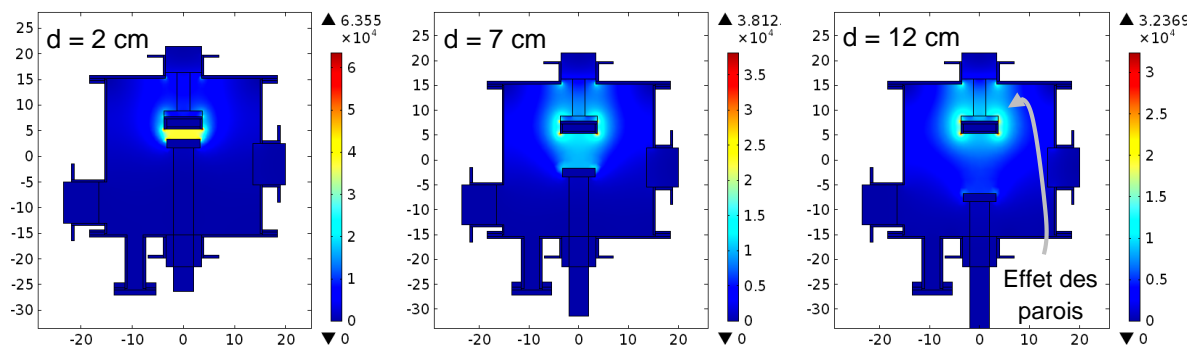


Figure II.38. Intensité du champ électrique dans la chambre du réacteur (face avant)

À partir de la figure II.38, on observe déjà un changement dans la distribution du champ électrique et une interaction cathode / parois pour des grandes distances inter-électrodes.

Afin de bien exploiter la simulation et pour des raisons de clareté, nous avons tracé la figure II.39 qui représente l'évolution de l'intensité du champ électrique en fonction de la distance inter-électrodes. Le champ électrique a été tracé pour deux zones différentes dans le réacteur, la première est située entre les parois supérieures et la cathode et la deuxième est située à la mi-distance inter-électrodes.

On distingue d'après ce graphe deux intervalles de distances inter-électrodes; dans le premier intervalle où $d \in \{0-6\}$ cm, le champ électrique est plus intense dans la zone mi-distance inter-électrodes, donc la décharge s'initiera dans cette zone. Dans le cas où la distance est incluse dans l'intervalle $d \in \{6-12\}$ cm, le champ est plus intense dans la zone cathode / parois. Puisque le champ est constant dans ce cas et ne varie pas en fonction de la distance inter-électrodes (car la distance cathode / parois est fixe), la tension d'amorçage sera aussi constante et la décharge s'initiera entre la cathode et les parois, ceci est en concordance avec les courbes de Paschen expérimentales où on voit une augmentation de la tension d'amorçage pour les petites distances inter-électrodes et une saturation pour les grandes distances.

De façon plus claire, la cathode réagit avec l'anode et provoque un amorçage de la décharge dans la zone mi-distance inter-électrodes quand la distance est inférieure à 6 cm. Dans le cas contraire la décharge s'initiera dans la zone cathode – parois. Cela constitue une limite à respecter dans l'étude des décharges électriques avec ce type de réacteur à plasma.

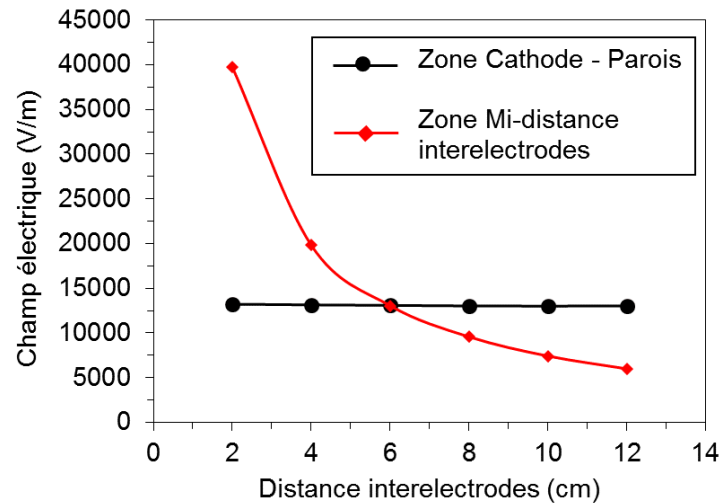


Figure II.39. Évolution de l'intensité du champ électrique en fonction de la distance interélectrodes dans deux zones du réacteur à plasma.

II.5. Traitement par dépôt de couche mince

Afin de conclure cette série d'expériences, nous avons effectué un test de traitement de substrat en verre par un dépôt de couche mince métallique de cuivre. Nous avons utilisé le réacteur à plasma froid en régime de décharge électroluminescente anormale. Les photographies de la figure II.40 montrent le résultat obtenu pour des durées de dépôt espacées de 30 min.

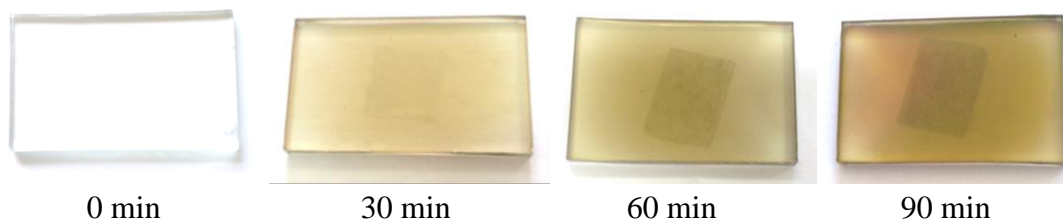
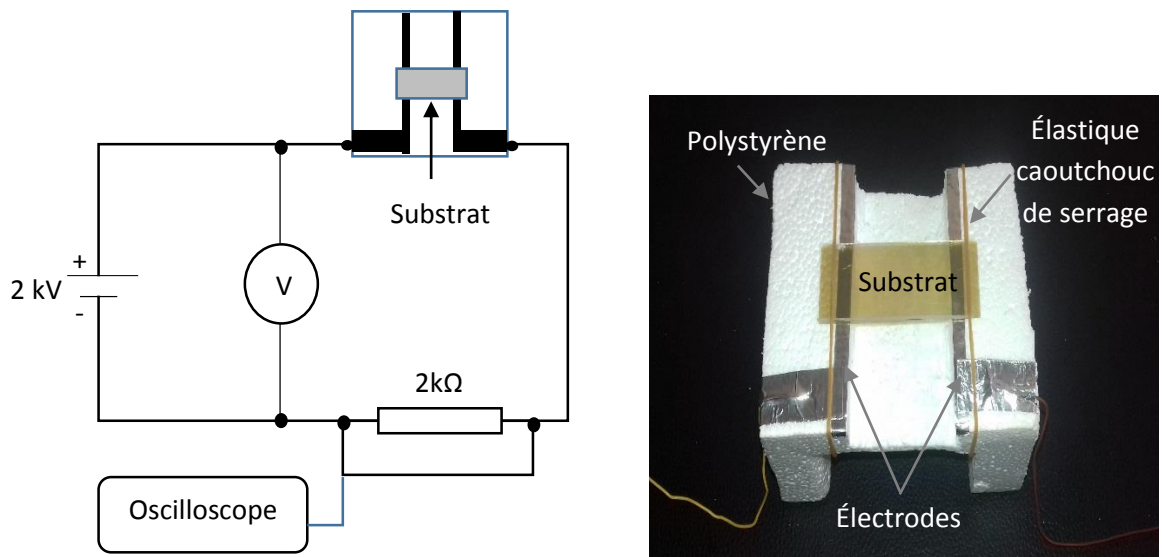


Figure II.40. Variation de l'aspect optique du substrat en verre due au dépôt de couche mince de cuivre.

Afin de caractériser la couche mince réalisée, nous avons mesuré la résistance de cette dernière en utilisant la méthode volt-ampère-métrique, (figure II.41). L'utilisation de l'ohmmètre est impossible dans ce cas car la résistance de la couche mince reste encore très élevée et n'est pas décelable par de tels appareils. Pour la mesure avec la méthode volt-ampère-métrique nous avons utilisé une source de haute tension continue réglée à 2 kV et une résistance de 2 k Ω afin de mesurer l'image du courant avec un oscilloscope. L'échantillon étant fixé à ses

extrémités contre deux électrodes en aluminium, le polystyrène était utilisé comme support isolant.



La courbe de la figure II.42 montre la variation de la résistance en fonction du temps de dépôt de la couche mince de cuivre sur le substrat en verre.

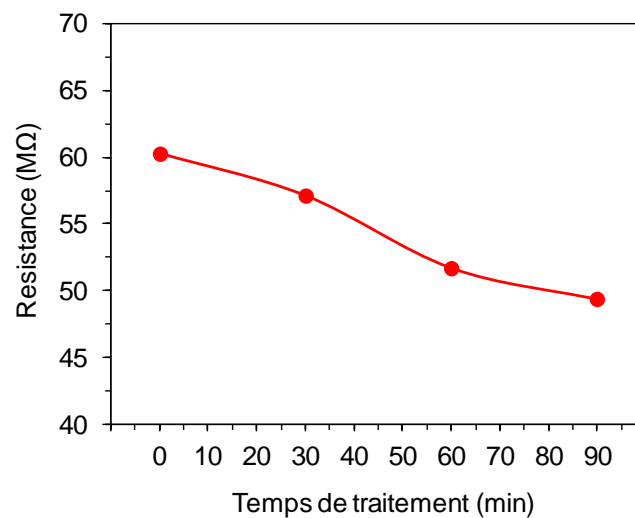


Figure II.42. Variation de la résistance de la couche mince de cuivre en fonction du temps de dépôt.

D'après la figure II.42 on remarque qu'il y a une diminution de la résistance de la couche mince en fonction du temps de dépôt, cela est logique car au fur et à mesure que le temps de dépôt augmente la quantité de cuivre déposée sur la surface du substrat augmente aussi. Cependant la résistance de surface du substrat reste encore élevée, cela est dû au fait que l'épaisseur de la couche mince est encore très petite, probablement de l'ordre du nanomètre.

IV.6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté le travail effectué dans le cadre de l'étude des décharges électriques en basse pression ainsi que les modèles de réacteur à plasma froid développés. La réalisation du premier prototype de réacteur à plasma a permis d'exécuter des essais préliminaires sur les plasmas en basse pression, ainsi nous avons pu établir une corrélation entre l'aspect visuel de la décharge électrique et ses régimes. Cette corrélation a été possible en utilisant le relevé de la caractéristique courant – tension. Cependant lors de l'utilisation répétée de ce prototype de réacteur, plusieurs limites d'ordre technologiques sont apparus tel que le dégazage et la corrosion des parois. La continuité des essais a été rendu impossible à cause de ces limites dont l'ampleur augmentent à chaque utilisation du réacteur et relèvent aussi de la sécurité électrique. Le nouveau prototype de réacteur à plasma a été conçu dans cette optique afin d'assurer la continuité des essais dans de bonne conditions et sans risque électrique. Grâce à ce dernier nous avons pu étudier les décharges électriques en basse pression, pour cela nous avons aussi développé une méthode de mesure permettant de tracer les caractéristiques avec une grande précision et une grande reproductibilité (1 mesure chaque 20 ms). Nous avons pu constater lors du relevé des caractéristiques électriques que l'effet des paramètres tel que la distance inter-électrodes et la pression consiste à faire transiter la décharge électrique d'un régime à un autre. Par exemple si on diminue la distance inter-électrodes la décharge transite directement du régime de décharge électroluminescente normale au régime de décharge anormale, lors de ce régime la cathode est totalement recouverte de plasma et la caractéristique électrique est semblable à celle d'une résistance électrique fixe. Ce régime est le mieux adapté pour le traitement de surface et pour le dépôt de couche mince car l'objet à traité sera traité d'une manière homogène par le plasma de décharge.

A partir des caractéristiques courant – tension, on remarque que l'effet de la polarité diffère selon le type de gaz, la différence entre polarité est plus visible dans le cas de l'air, cela revient à la nature des porteurs de charge présents dans chaque gaz ionisé. En effet l'air une fois ionisé est constitué d'une multitude d'ions positifs et négatifs alors que l'argon possède la même quantité de charges positives et négatives (ions positives et électrons négatives), cela explique la similitude dans les polarités dans le cas de l'argon.

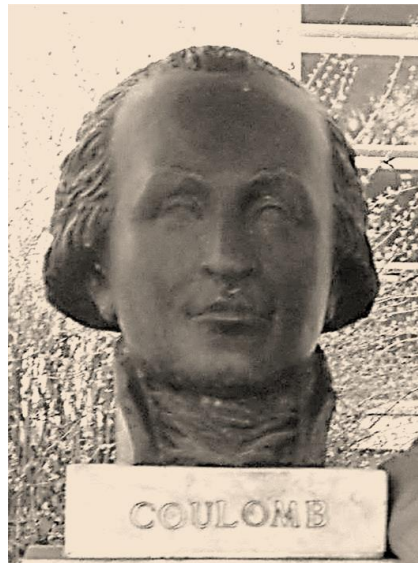
Le relevé des courbes de Paschen expérimentales a révélé que ces dernières ne suivent pas forcément la loi de Paschen ; en effet dans le cas de l'air la loi de Paschen est vérifiée seulement pour les petites distances et ne l'ai pas pour les grandes distance, cela a pu être expliqué en

partie par une interaction entre les électrodes et les parois du réacteur pour des grandes distances inter-électrodes. Cependant pour le cas de l'argon on retrouve déjà l'allure des courbes de Paschen théoriques, mais malgré cela la loi de Paschen (fonction du produit $p \times d$) n'est pas vérifiée ni pour les grandes ni pour les petites distances inter-électrodes. Une étude approfondie de cette loi empirique doit être effectuée en perspectives de notre étude afin de trouver une explication à ce constat.

Le traitement d'un substrat en verre par le dépôt de couche mince de cuivre a été effectuée en utilisant le réacteur en mode de décharge électroluminescente anormale, la mesure de la résistance de la couche mince quoi que difficile reste une bonne méthode électrique pour caractériser cette dernière. Il s'est avéré que la résistance de la couche mince diminue en fonction du temps de dépôt mais à un taux très faible, cela est dû à la faible épaisseur de cette dernière. Pour pallier à cette difficulté l'utilisation de pompe à vide de type turbo-moléculaire permettra d'atteindre un vide poussé et une vitesse de dépôt adéquate ; par conséquent l'obtention des couches minces d'épaisseur convenable et de résistance assez faible sera envisageable dans ce cas.

CHAPITRE III

ETUDE DES DECHARGES A BARRIERE DIELECTRIQUE DBD A PRESSION ATMOSPHERIQUE



Charles-Augustin Coulomb (1736 Angoulême – 1806 Paris)

Officier, ingénieur et physicien Français.

En devenant diplômé, un jeune homme studieux qui résisterait à l'ennui et à la monotonie de ses devoirs n'a d'autre choix que de se perdre dans une branche de science ou de littérature sans importance pour son travail

Chapitre III

ETUDE DES DECHARGES A BARRIERE DIELECTRIQUE DBD A PRESSION ATMOSPHERIQUE

III.1. Introduction

Les décharges à barrière diélectrique sont une excellente source de plasma pour le traitement de surface. Dans ce contexte, ce chapitre est consacré à la présentation des résultats de l'étude et de la caractérisation des décharges à barrière diélectrique. Afin de mieux comprendre leurs comportements, nous avons réalisé un banc de cellule à DBD à l'institut universitaire d'Angoulême – institut Pprime. Grâce à ce dernier, on a pu analyser les grandeurs électriques relatives à la DBD dans le but de ressortir l'effet des paramètres électriques et géométriques sur la puissance et l'énergie électrique dissipée par une DBD. Le calcul de la puissance et de l'énergie électrique a été effectué grâce à un post traitement des données acquis par un oscilloscope. Enfin nous présenterons un modèle de la DBD que nous avons développé en se basant sur la méthode du circuit électrique équivalent. Nous présenterons ensuite une comparaison entre les résultats expérimentaux et ceux du modèle développé.

III.2. Moyens et méthodes expérimentales

L'installation expérimentale présentée dans la figure III.1 est composée d'une cellule à DBD alimentée par un amplificateur de signaux haute tension, un système de mesure et un système d'acquisition.

III.2.1. L'amplificateur haute tension

L'amplificateur de marque (TREK) a été utilisé pour alimenter la cellule DBD avec une haute tension, ce dernier était alimenté directement du secteur, un générateur de signaux de marque (YOKOGAWA) a été utilisé pour piloter l'amplificateur tel qu'il est montré dans la figure III.2. Grâce à ce dernier, on a pu effectuer plusieurs réglages sur la haute tension de sortie tel que le choix du type de signal (carré, sinus, triangle ... etc), la variation de la fréquence dans un intervalle très large de 1 μ Hz à 15 MHz, le réglage du rapport cyclique et de l'offset ... etc. Ce dernier possède aussi une fonction de chargement et de modification de signaux.

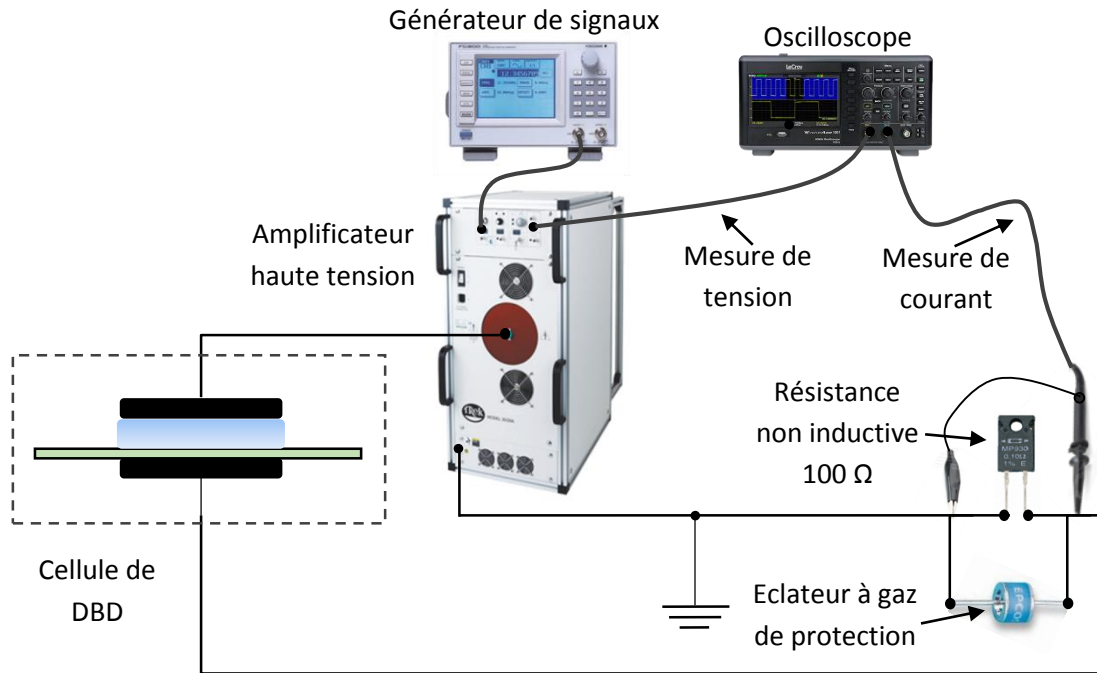


Figure III.1. Schématisation de l'installation expérimentale d'étude de la DBD.

L'amplificateur délivre une haute tension de sortie avec un rapport de multiplication ($\times 3000$) par rapport au signal de pilotage du générateur de signaux, la tension maximale en DC est de ± 30 kV avec un courant de ± 20 mA, la vitesse de montée du signal de sortie est de 550 V/ μ s.

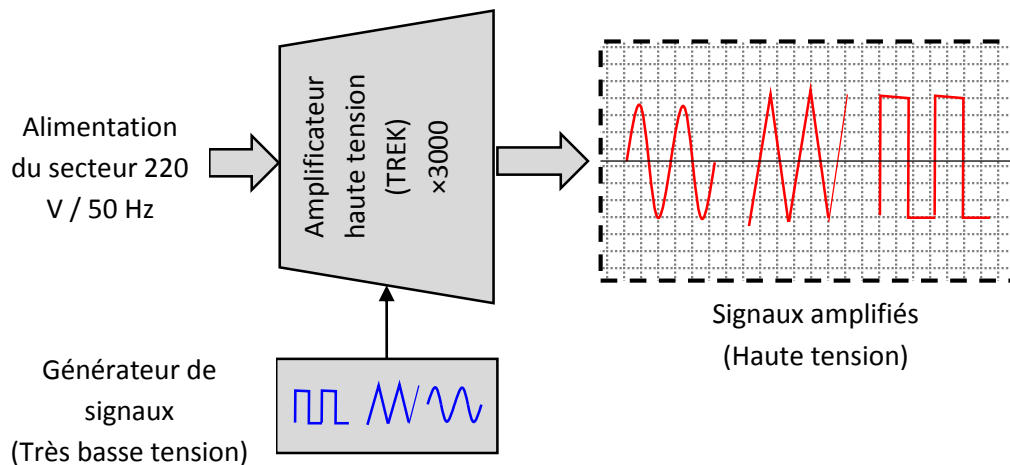


Figure III.2. Pilotage de l'amplificateur haute tension.

III.2.2. Cellule de la DBD

La cellule de la DBD est composée de deux électrodes en forme de disques en aluminium arrondis, l'électrode de masse est fixée sur un socle isolant en PVC tandis que l'électrode active est montée sur un système coulissant permettant de régler la distance inter-électrodes et de faciliter les manœuvres. Le diélectrique est ainsi facile à manipuler (figure III.3).

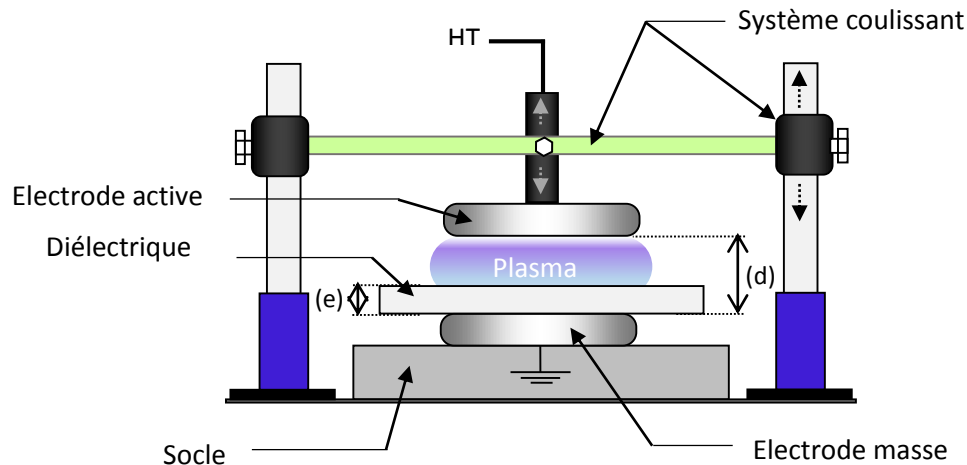


Figure III.3. Configuration géométrique de la cellule de la DBD.

III.2.3. Méthode de mesure

Pour notre étude, il est très important de relever les oscillogrammes tension – courant et pour cela, nous avons utilisé un oscilloscope numérique à deux chaînes pour l'acquisition des signaux, ce dernier est de marque (LECROY Waveace) et possède un taux d'échantillonnage de 2 Giga échantillons / seconde, un temps de montée de 8,8 ns, un couple (sensibilité verticale - base de temps minimum) de 2 mV/div et 2.5 ns/div respectivement et une tension de catégorie de sécurité de 400V.

La tension électrique a été mesurée à l'aide de la sonde intégrée de l'amplificateur haute tension, ce dernier possède une sortie du type (BNC monitoring), idéale pour la connexion avec la sonde de l'oscilloscope, le rapport de mesure est de (1/3000).

Pour la mesure du courant électrique de la décharge, nous avons placé une résistance non inductive de référence (MP820-100R-1%) entre l'électrode de masse et la terre. Cette dernière nous a permis de mesurer et de calculer le courant de la décharge électrique en utilisant une simple sonde d'oscilloscope. La valeur de la résistance est de 100 Ω , cette valeur a été choisie

de façon à respecter un compromis, c'est à dire qu'il fallait que la valeur de la résistance n'altère pas la valeur réelle du courant de la décharge, mais aussi il fallait qu'elle permette la visualisation d'un signal assez élevé pour qu'il soit exploitable à l'aide de l'oscilloscope.

Afin de protéger la chaîne de mesure de l'oscilloscope qui est liée à la résistance contre les surtensions et contre les défauts intempestifs nous avons shunté cette dernière avec un éclateur à gaz de type (EPCOS – 90V).

III.2.4. Cellule DBD réalisée

Le signal de référence utilisé dans notre travail est le signal haute tension carré. Ce choix est justifié par le fait que ce signal possède une montée à vitesse constante et aussi un palier de tension constant, ce qui n'est pas le cas des autres signaux, en d'autres termes ces propriétés nous ont aidé à mieux distinguer l'évolution du courant de la décharge et à mieux comprendre le comportement de cette dernière. Le diélectrique de l'étude est le Polypropylène en forme de plaque de 15×15 cm et d'épaisseur de $e = 5$ mm, la distance inter-électrodes de référence est $d = 10$ mm ; les électrodes ont un diamètre fixe de $D_{\text{electrode}} = 7$ cm et une épaisseur $E_{\text{electrode}} = 1$ cm (figure III.4).

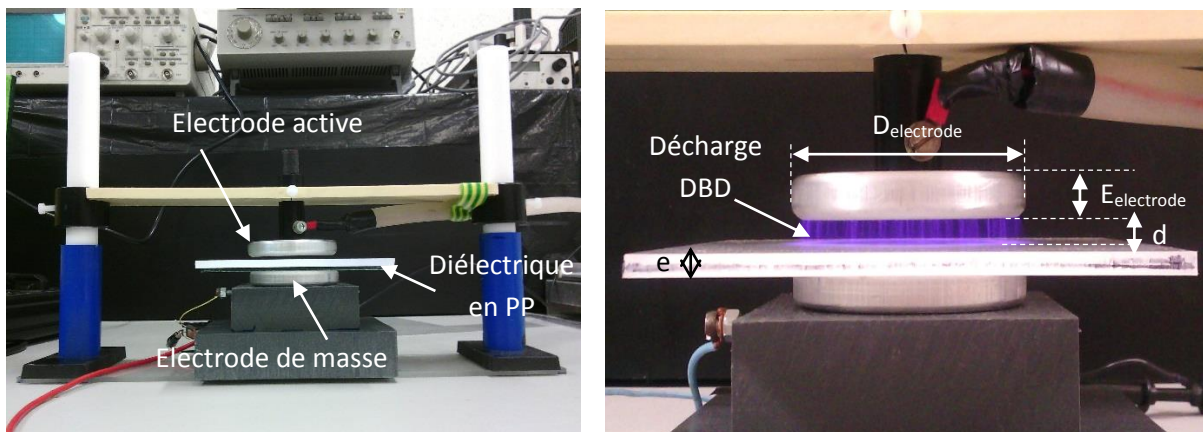


Figure III.4. Photographies de la cellule DBD de l'étude.

III.2.5. Méthode de calcul

Lors de la mesure, l'oscilloscope fournit les données sous forme de deux fichiers textes, l'un pour la tension et l'autre pour le courant. On a tracé l'oscillogramme tension / courant en multipliant les données par les rapports de mesure à l'aide d'un simple tableur. La figure III.5 montre un exemple d'acquisition d'oscillogramme de DBD dans le cas de référence, c'est-à-

dire pour une tension carrée de 30 kV max, une fréquence de 800 Hz et un diélectrique en polypropylène.

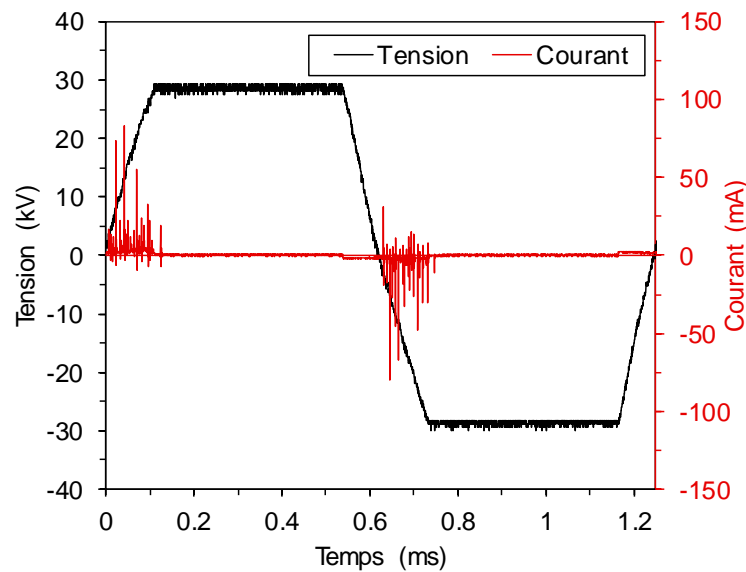


Figure III.5. Oscillogramme tension – courant d’une DBD. Conditions : Signal : Carré, Tension = 30 kV, Fréquence = 800 Hz.

On remarque que le signal de courant est constitué de plusieurs impulsions et qui ont lieu seulement lors de la transition montante de la tension, ces impulsions correspondent au micro décharges de la DBD. On remarque aussi lors de la transition qu’il existe un petit palier de courant, cela est dû au courant capacitif, car la cellule se comporte aussi comme un condensateur de valeur de capacité C [Farad]. Ce courant dépend de la vitesse de montée du signal haute tension.

$$i(t) = C \frac{dV(t)}{dt} \quad (\text{III.1})$$

Lors du palier de la tension, les impulsions de courant sont presque inexistantes, cela laisse à penser que la DBD fournit la totalité de son énergie seulement lors des phases de transition de la haute tension.

Pour le calcul de la puissance instantanée, nous avons multiplié les valeurs de tension et de courant instantanées (figure III.6) ; là aussi on remarque que dans la phase de transition la puissance est de type pulsée et positive, c’est-à-dire qu’elle a été dissipée par la cellule DBD. Par contre, elle est très faible dans le palier de tension ou presque nulle. On distingue aussi une faible composante moyenne montante et positive de la puissance lors de la transition montante

de la tension et aussi une faible composante moyenne descendante et négative de la puissance lors de la transition descendante, cela confirme le caractère capacitif de la cellule DBD qui consiste à stocker l'énergie lors de la montée de tension et à la restituer lors de la descente.

Le calcul de l'énergie électrique a été effectué en intégrant la valeur de la puissance instantanée par rapport au temps, sachant que :

$$E(t) = \int P(t) dt \quad (III.2)$$

Pour calculer l'intégrale on s'est basé sur une méthode numérique dite la méthode des rectangles, dont la formule numérique est la suivante [140] :

$$E(t_i) = \sum_{t_1}^{t_n} P(t_i) \Delta t \quad (III.3)$$

Où :

i : Indice du point de mesure.

n : Nombre totale de point de mesure ; en pratique c'est le nombre de point totales mesurés par l'oscilloscope.

t_i : Temps de mesure numéro i .

t_n : Temps final de mesure.

$\Delta t = (t_{i+1} - t_i)$: Le pas d'intégration qui est pris égal au temps d'échantillonnage de l'oscilloscope.

$P(t_i)$: La valeur de la puissance instantanée au point de temps de mesure t_i .

$E(t_i)$: La valeur de l'énergie instantanée au point de temps de mesure t_i .

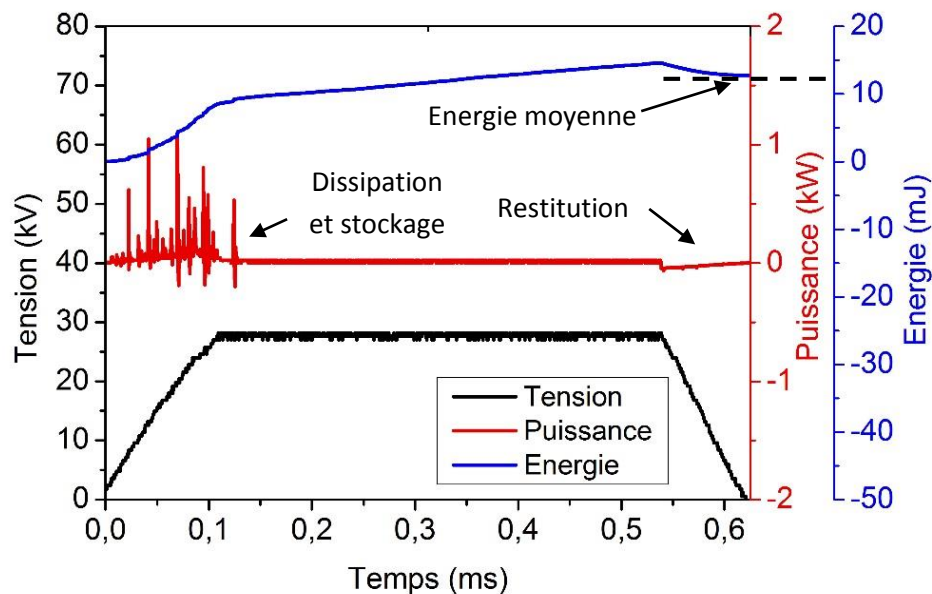


Figure III. 6. Exemple de l'allure de la puissance et de l'énergie instantanées calculées pour une alternance positive de tension carré.

On a tracé l'énergie instantanée présentée dans la figure III.6, cette dernière présente l'évolution de la puissance et de l'énergie instantanée dans le temps pour le cas d'une alternance positive.

On s'est intéressé dans notre étude à l'énergie moyenne dissipée lors de chaque alternance, car elle décrit d'une manière globale le comportement d'une décharge à barrière diélectrique [25-26]. On remarque dans la figure III. 6 que lorsque la puissance instantanée est positive comme dans le cas de la transition montante de la tension (puissance pulsée), l'énergie fournie à la cellule DBD augmente, donc il y a dissipation et consommation de l'énergie dans cette phase. Cette dernière reste presque constante dans le palier de tension puisque il n'y a pas de consommation de l'énergie, car il n'y a qu'une très faible consommation de courant (la puissance est très faible et presque nulle). Cependant lors de la transition descendante de la tension, l'énergie consommée diminue cela revient au fait que l'énergie dans ce cas est restituée de la cellule vers l'alimentation haute tension (effet capacitif). La valeur finale de l'énergie instantanée enregistrée à la fin de l'alternance est la somme de l'énergie dissipée et de l'énergie renvoyée par la cellule DBD, en d'autre terme cette énergie est égale à la valeur de l'énergie moyenne consommée dans une alternance.

III.2.6. Reproductibilité des mesures

La reproductibilité des mesures est très importante, c'est la raison pour laquelle nous avons choisi de faire l'acquisition des oscillogrammes courant / tension pour trois périodes consécutives. Cela nous a permis de calculer l'énergie moyenne pour chaque alternance avec un écart type qui peut nous fournir ainsi une information sur la reproductibilité tout au long des mesures. Cependant on remarque que l'écart type devient très grand si on effectue des essais dans différentes conditions atmosphériques ; afin de remédier à ce problème, il a fallu minimiser le temps entre les manipulations de façon à ce que l'effet du changement des conditions atmosphériques soit négligeable. Toutefois on peut détecter quelques différences entre les séries de mesures vue que les essais n'ont pas été tous effectués dans la même journée.

III.3. Effet de l'usure du diélectrique

La figure III.7 présente l'évolution de l'énergie en fonction du temps d'usure du diélectrique. Le but de cet essai est de savoir si l'utilisation répétée d'un isolant comme diélectrique engendre une modification du comportement de la décharge à barrière diélectrique.

Pour cela, nous avons choisi une plaque diélectrique en polypropylène vierge avec une épaisseur de référence de $e = 5$ mm. Pour voir l'effet de l'usure nous avons effectué une mesure chaque $\Delta t_{mes} = 5$ minutes de fonctionnement de la cellule DBD ; le diélectrique a été laissé au repos pour un délai de $t_d = 2$ minutes (sans décharge) après chaque mesure.

D'après les mesures et leurs écarts type dans la figure III. 7, on remarque que dans les deux cas de polarités, l'énergie moyenne tend à être constante dans le temps ; ce constat n'est pas en accord avec les résultats obtenus dans quelques travaux de recherches antérieurs [26]. L'explication est simple, sachant que la décharge à barrière diélectrique engendre une modification physico-chimique de la surface des matériaux qui lui sont exposé (chapitre I et IV), cette dernière reste limitée seulement à la surface du matériau alors que le volume demeure inchangé ; puisque les auteurs [26] [141] ont travaillé avec une DBD surfacique, l'effet de l'usure leurs est significative, car leurs décharges s'est propagés à la surface du diélectrique usé. Dans notre système ce n'est pas le cas, car notre DBD est en configuration volumique. Etant donné que le diélectrique conserve ses propriétés volumiques après exposition au plasma, l'usure n'as aucun effet sur le comportement de la DBD et de ses paramètres tel que l'énergie électrique.

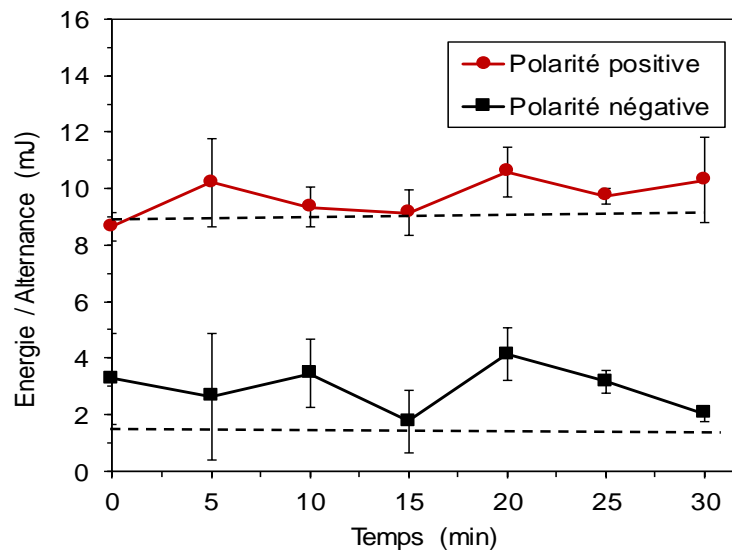


Figure III. 7. Evolution de l'énergie moyenne en fonction du temps d'usure.

Conditions : type de signal : carré, tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, distance inter-électrodes $d = 10$ mm, épaisseur du diélectrique $e = 5$ mm.

III.4. Effet des paramètres électriques

Dans cette phase, nous allons présenter l'influence des paramètres électriques contrôlables tels que la tension, la fréquence et le type de signal haute tension sur l'énergie moyenne de la DBD. Cette dernière a été calculée pour les deux types d'alternances positive et négative du signal haute tension. Les paramètres de références sont : type de signal : carré, tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, distance inter-électrodes = 10 mm, diélectrique = polypropylène (5mm d'épaisseur).

Lors de cette étude, nous avons fixé tous les paramètres aux valeurs de références à l'exception du paramètre étudié.

III.4.1. Type de signal

Lors des essais, nous avons étudié l'effet du type de signal sur l'énergie moyenne dissipée par la DBD par alternance, cinq types de signaux haute tension ont été utilisés, carré, sinus, triangle, dent de scie à pente positive (+) et dent de scie à pente négative (-). Nous avons pu relever pour chaque cas un oscillogramme courant – tension figure III.8.

La figure III.9 montre le résultat du calcul de l'énergie moyenne pour chaque type de signal pour les deux alternances positive et négative.

On remarque que l'alternance positive procure plus d'énergie qu'une l'alternance négative, ce constat est en concordance avec les travaux précédents effectués dans cet axe, (travaux de Abo a Dong et Zouzou) [26].

On distingue aussi que l'énergie fournie par le signal carré est la plus élevée par rapport aux autres signaux. Les signaux sinus et triangle fournissent le plus d'énergie (et en quantité identiques entre eux) après le signal carré. Les deux types de signaux dent de scie ont aussi une énergie fournie analogues entre eux, mais elle est très faible par rapport autres types de signaux. Cet essai montre l'influence du type de signal haute tension sur la nature de la DBD, il s'est avéré que la DBD du signal carré fournie le plus d'énergie.

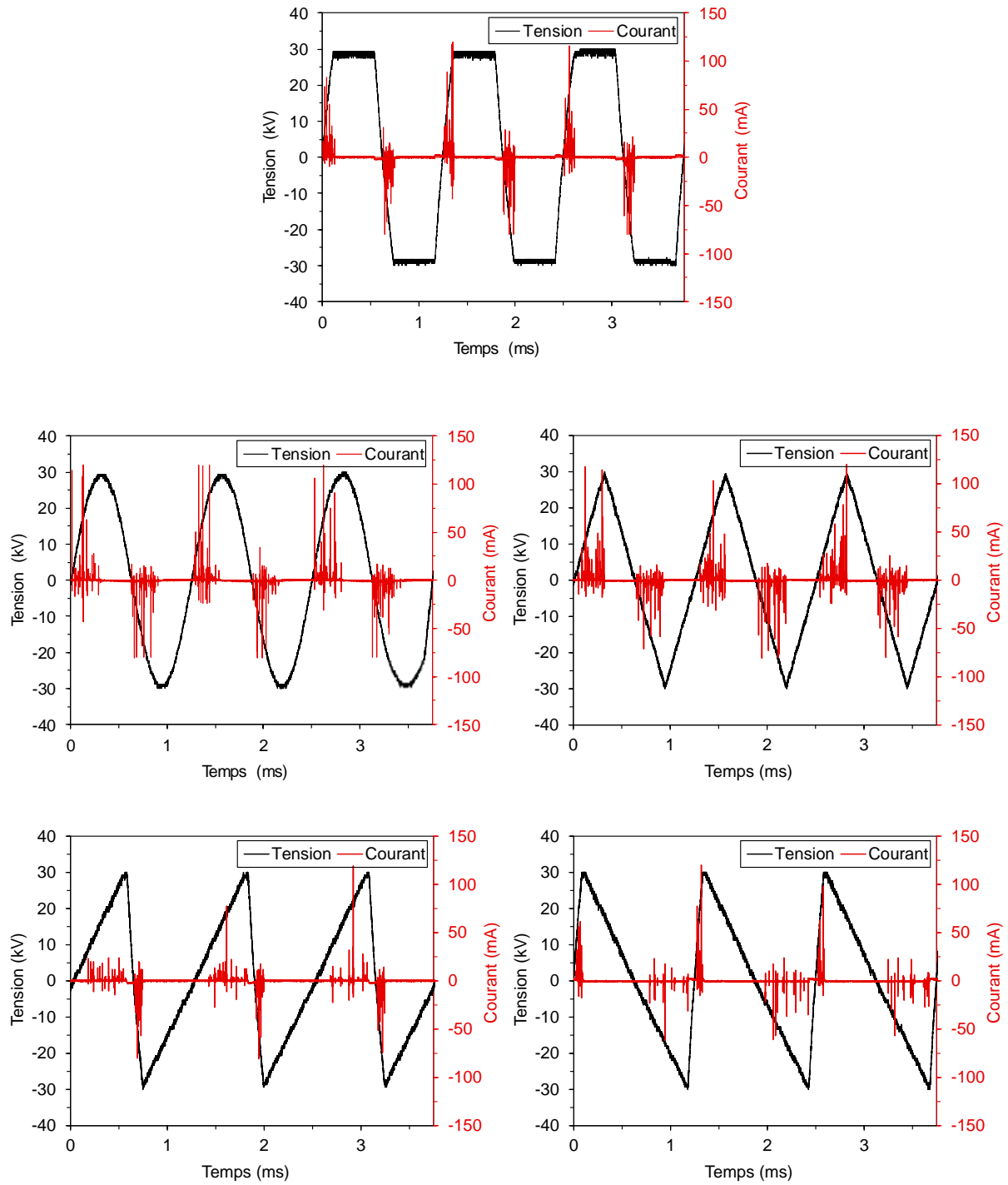


Figure III.8. Oscillogrammes courant - tension pour différents types de signaux haute tension.

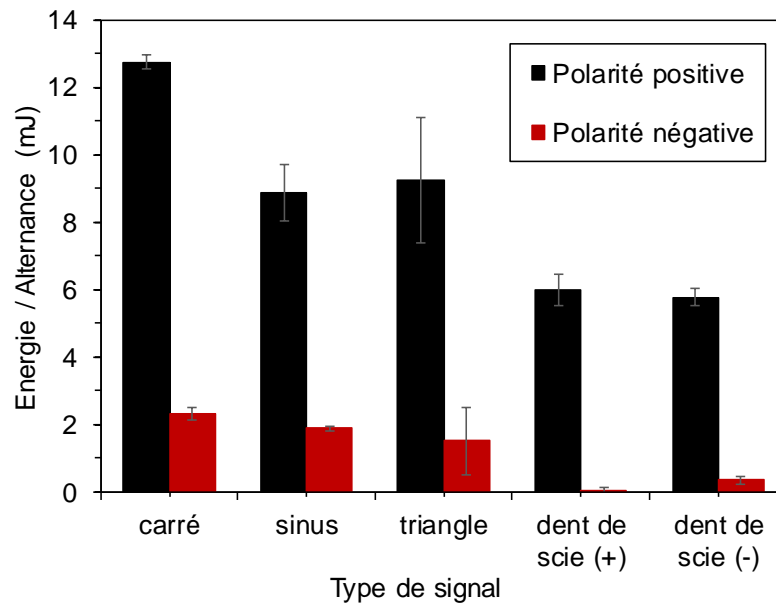


Figure III.9. Effet du type de signal sur l'énergie moyenne dissipée par la cellule DBD.

Conditions : Tension = 30 kV, Fréquence = 800 Hz.

III.4.2. Effet de la tension :

La figure III.10 illustre l'effet de la tension de la décharge sur l'évolution de l'énergie moyenne par alternance. Là aussi, on remarque que la polarité positive apporte plus d'énergie que la polarité négative. D'après les valeurs de l'écart type, on remarque qu'il y a une très bonne reproductibilité des mesures.

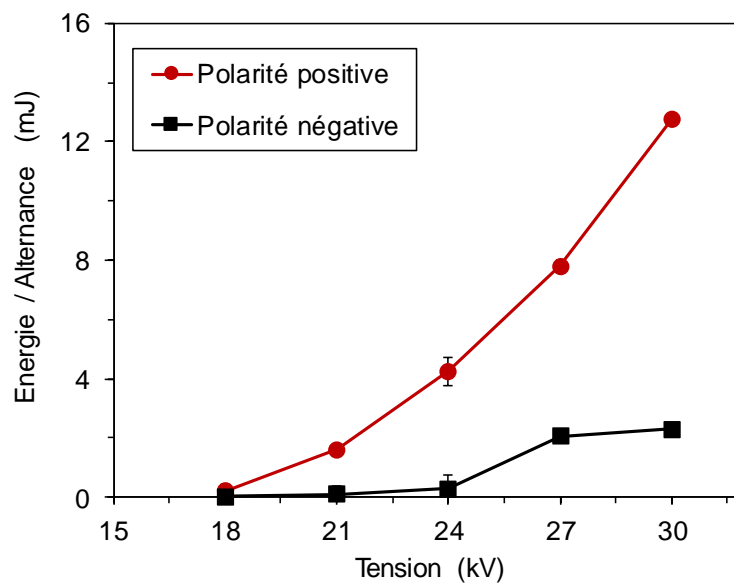


Figure III. 10. Effet de la tension de la décharge sur l'énergie moyenne dissipée par la cellule DBD. Conditions : Type de signal : Carré, Fréquence = 800Hz.

L'énergie augmente graduellement en fonction de la tension de la décharge, cela revient au fait que la décharge devient très énergétique en fonction de la tension d'excitation.

III.4.3. Comportement en basse pression

L'objectif de ce test était de faire ressortir à titre indicatif l'effet de la pression sur la décharge à barrière diélectrique. Pour cela, nous avons tracé les oscillogrammes courant - tension de la DBD en basse pression en utilisant le réacteur à plasma froid que nous avons réalisé dans le cadre de l'étude précédente du chapitre II. Ce dernier possède des électrodes de rayon identiques à celle de la cellule DBD que nous avons réalisée au laboratoire d'Angoulême. La pression de l'étude a été fixée avec des pompes secondaires à $p = 3$ mbar. Puisque que le test a été effectué dans le laboratoire LSTE de l'université de Mascara ; il a été difficile de maintenir les mêmes conditions de l'étude telle que par exemple pour le type de signal ou on a travaillé avec une haute tension sinusoïdale (0–1 kV) 50 Hz, car on ne dispose pas d'un amplificateur permettant de fournir une alimentation en signal carrée.

La distance inter-électrodes a été fixé à $d = 10$ mm, le diélectrique est le même type de plaque en polypropylène.

La figure III.11 montre un oscillogramme courant - tension relevé en utilisant le même schéma électrique pour la DBD atmosphérique. Aussi, la même technique de mesure par oscilloscope de marque (GW Instek) a été adoptée. Les oscillogrammes courant – tension ont été relevés avant et après établissement de la DBD.

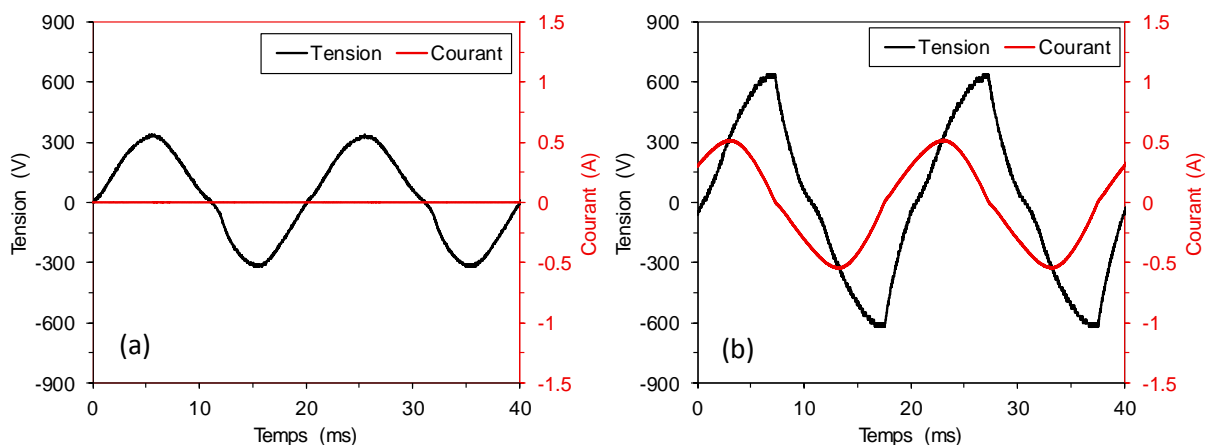


Figure. III.11. Oscillogramme courant – tension (a) avant établissement de la DBD, Tension = 320 V et (b) après établissement de la DBD, Tension = 630 V, fréquence = 50Hz.

On remarque que non seulement la tension de la décharge change de forme mais aussi que le courant de la décharge n'a plus de composante impulsionnelle, cela est un signe du caractère homogène de la DBD en basse pression [38-44] ; les micros décharges ne sont plus prédominantes car la décharge n'est plus filamentaire et tend à évoluer dans un très grand volume.

La figure III.12 montre l'évolution de l'énergie moyenne par alternance en fonction de la tension de la DBD. On remarque que l'énergie n'est pas fonction de la tension au sens mathématique, cela est dû au point d'amorçage qui fait chuter la tension de la décharge tout en augmentant l'énergie consommée par alternance. Cependant après établissement de la DBD, on remarque que l'énergie moyenne augmente avec la tension progressivement due à l'intensification de la DBD ; ainsi, on remarque il n'existe qu'une faible différence entre les deux polarités. On remarque aussi que l'ordre de grandeur de l'énergie consommée par la DBD en basse pression est très élevé et cela pour de faibles valeurs de tension. Sachant qu'il est très difficile d'établir une DBD à pression atmosphérique avec une telle quantité d'énergie et pour de si faibles tension, on peut donc en déduire par extrapolation que la DBD est très énergétique en basse pression par rapport à celle à pression atmosphérique.

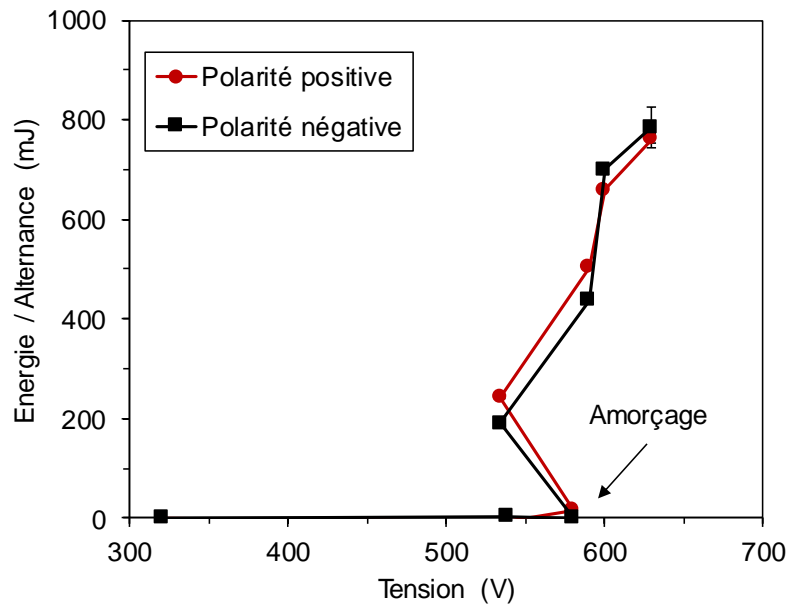


Figure III.12. Effet de la tension de la décharge sur l'énergie moyenne de la DBD en basse pression. Conditions : Type de signal : Sinus, Fréquence = 50 Hz, Pression = 3 mbar.

III.4.4. Effet de la fréquence

La figure III.13 présente l'évolution de l'énergie moyenne par alternance en fonction de la variation de la fréquence du signal d'excitation. Dans ce cas-là aussi, la polarité positive est largement plus énergétique que la polarité négative. En tenant compte de l'écart type des mesures, on remarque que l'énergie ne varie pas beaucoup et tend à diminuer légèrement quand la fréquence augmente, ce constat est très visible durant l'alternance positive. Cela est peut-être dû à la variation de la permittivité du diélectrique en fonction de la fréquence. En effet, pour la plupart des polymères, la permittivité diminue avec l'augmentation de la fréquence (figure III.14). Afin de voir l'effet de la diminution de la permittivité sur le système DBD, nous avons calculé le champ électrique Laplacien pour la configuration de DBD symétrique avec deux diélectriques placés côte à côte (figure III.15 et figure III.16). Le premier diélectrique a une permittivité relative de $\epsilon_{r1} = 2$ alors que le deuxième a une permittivité $\epsilon_{r2} = 5$. On remarque que dans le cas où la permittivité est faible, le champ électrique dans l'espace inter-électrodes devient faible aussi, cela conduit à la diminution de l'intensité de la décharge dans ce cas et aussi à la diminution de l'énergie dissipée. Ce constat est en accord avec nos résultats qui stipulent que l'augmentation de la fréquence d'excitation engendre une diminution de la permittivité du diélectrique utilisé qui par la suite fait diminuer l'énergie dissipée par la DBD.

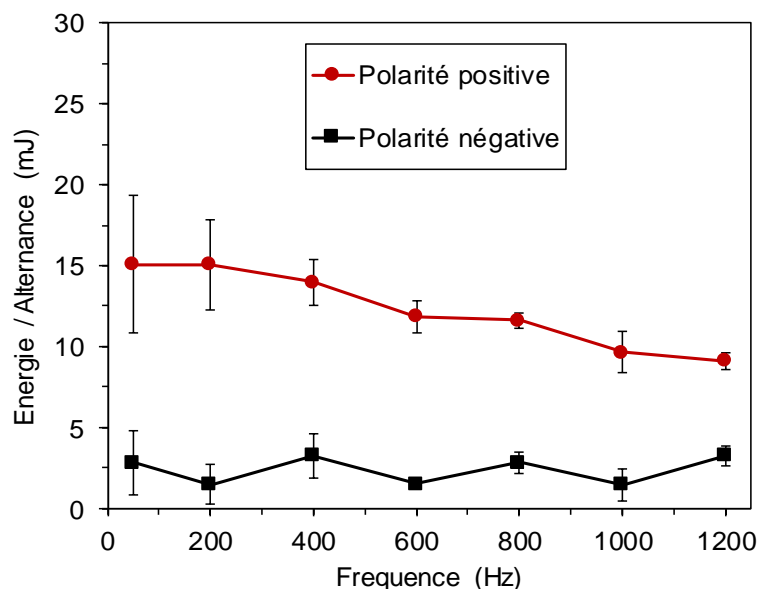


Figure III. 13. Effet de la fréquence du signal haute tension d'excitation sur l'énergie moyenne de la DBD. Conditions : Type de signal : carré, Tension = 30 kV, Fréquence = 800 Hz.

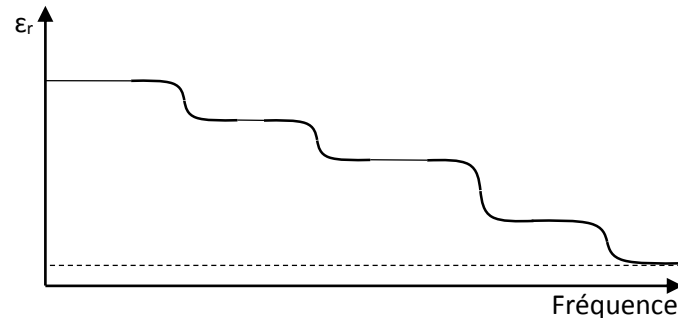


Figure III.14. Variation théorique de la permittivité en fonction de la fréquence [142].

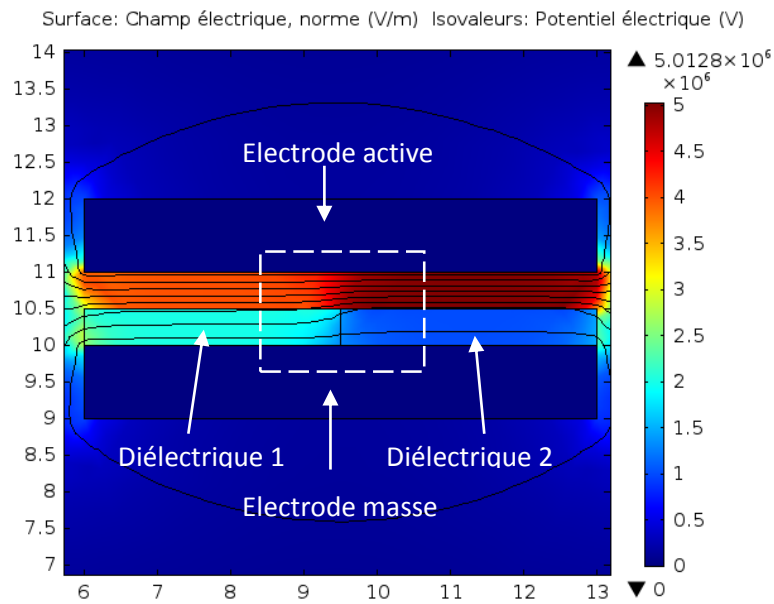


Figure III.15. Simulation du champs électrique Laplacien et des lignes equipotentiels pour deux type de dielectriques. Conditions, tension = 30 kV, permittivité $\epsilon_{r1} = 2$ et $\epsilon_{r2} = 5$.

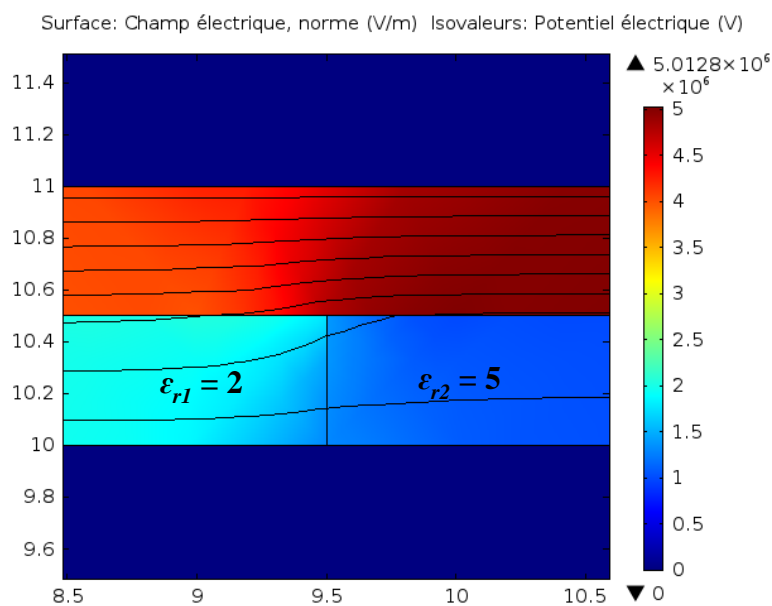


Figure III.16. Zoom sur la partie encadrée en blanc de la figure précédente.

III.4.5. Effet de la pente de transition du signal d'excitation

Nous avons étudié l'effet de la pente de montée du signal (transition) sur l'énergie moyenne car les micros décharges ont lieu principalement dans la phase de transition. Il était nécessaire de vérifier si la pente du signal haute tension a un impact sur l'énergie moyenne. Pour cela nous avons utilisé un signal triangle puisqu'il est formé de montées à pente positive et négative identiques. En variant la fréquence on peut donc varier la pente positive et négative (figure III.17).

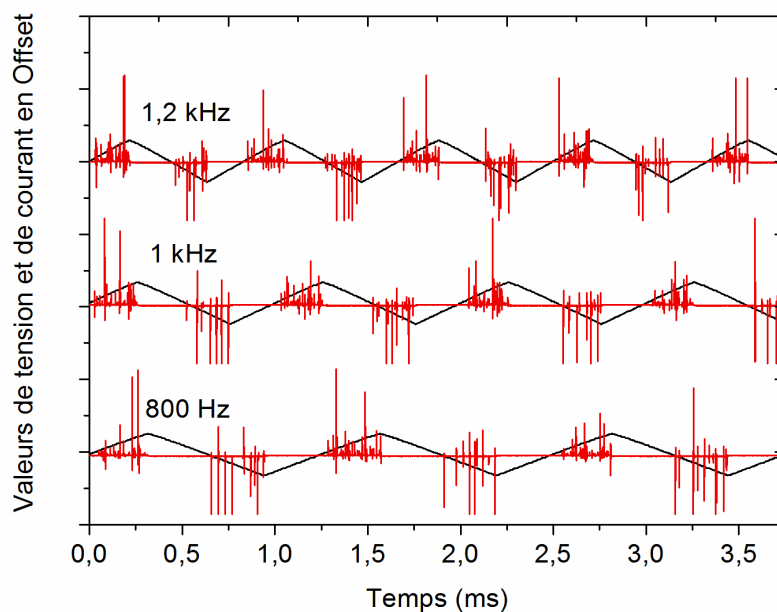


Figure III.17. Variation de la pente de transition de la tension par la variation de la fréquence du signal. Conditions : Tension = 30 kV

La figure III.18 suivante présente le résultat de l'évolution de l'énergie moyenne en fonction de la fréquence du signal triangle d'excitation.

On remarque dans ce cas aussi que l'énergie varie peu en fonction de la fréquence, on constate ainsi une légère diminution de l'énergie due probablement aussi à la variation de la permittivité. On peut conclure donc que la pente du signal d'excitation n'influence pas l'énergie de la décharge. Effectivement, nous avons remarqué que l'augmentation de la pente ne fait qu'étaler les impulsions dans le temps sans affecter leurs amplitudes.

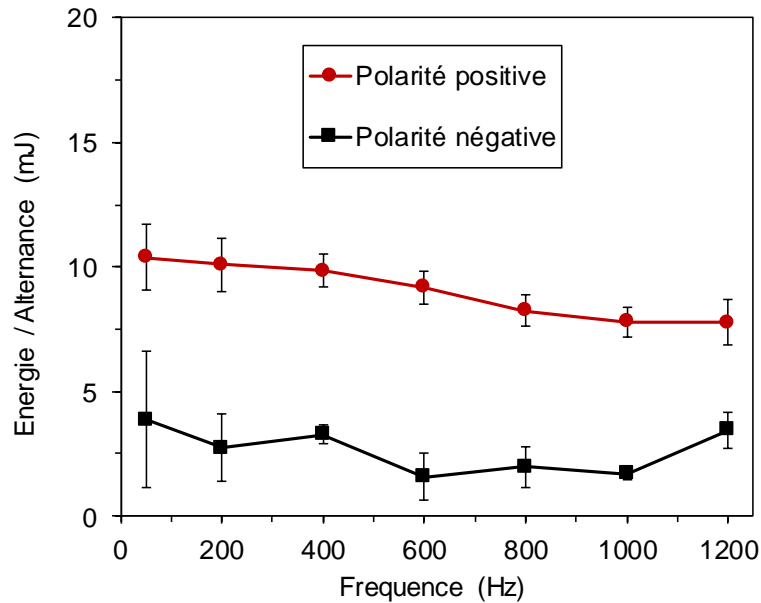


Figure III. 18. Effet de la pente du signal haute tension d'excitation sur l'énergie moyenne de la DBD. Conditions : Type de signal : triangle, Tension = 30 kV.

III.5. Effet des paramètres géométriques

III.5.1. Effet de la distance inter-électrodes

Dans cette partie, on présente l'influence de la distance inter-électrodes sur l'énergie moyenne dissipée par la DBD, donc on a fixé tous les autres paramètres au paramètres de références cités dans les paragraphes précédents, puis nous avons varié la distance inter-électrodes dans un intervalle $d = \{5-19\}$ mm.

On remarque que l'énergie moyenne par alternance passe par un maximum dans les deux cas de polarités (figure III.19). En effet l'énergie moyenne est très faible pour les faibles distances inter-électrodes, cela est dû au fait que la zone d'air entre l'électrode active et le diélectrique est très petite et insuffisante pour initier une décharge volumique consistante, en d'autre terme, la décharge est pratiquement étouffée pour ces distances inter-électrodes. L'énergie commence à croître quand on augmente la distance inter-électrodes puisqu'il y a de plus en plus d'air à ioniser, puis elle passe par maximum ; à ce point, l'énergie commence à diminuer, cela est dû au fait que par l'augmentation de la distance inter-électrodes, le champ électrique devient très faible pour ioniser tout l'espace inter-électrodes ; la décharge est moins énergétique dans ce cas.

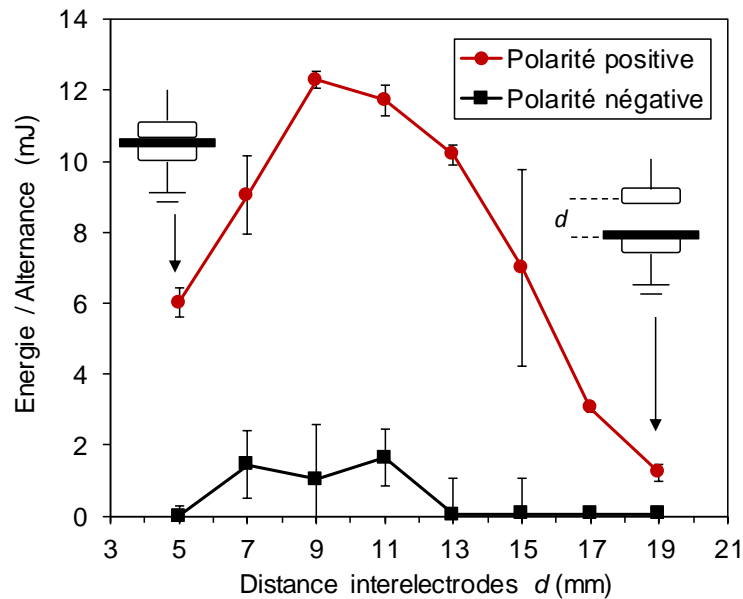


Figure III.19. Effet de la distance inter-électrodes sur l'énergie moyenne. Conditions : Type de signal = carré, tension = 30kV, fréquence = 800 Hz, épaisseur de diélectrique $e = 5\text{mm}$

III.5.2. Effet de l'empilement de diélectrique

Durant cet essai nous avons vérifié si l'utilisation d'un diélectrique en empilement de plusieurs autres influence le comportement de la DBD. Cette étude revient au fait que lors de l'étude de l'influence de l'épaisseur du diélectrique on ne disposait pas de diélectrique de différentes épaisseurs et nous étions contraint à varier l'épaisseur du diélectrique par ajout et assemblage (empilement) de plusieurs diélectrique afin de former l'épaisseur voulu.

Nous avons utilisé deux types de diélectriques, le premier est un diélectriques de référence en polypropylène d'épaisseur $e = 5\text{ mm}$ et le deuxième est un diélectrique formé d'un empilement de 4 plaques en polypropylène d'épaisseur $e = 1,25\text{ mm}$.

La figure III.20 montre l'évolution de l'énergie moyenne par alternance pour les deux cas de diélectrique, là aussi il semble que la polarité positive contribue le plus à dissiper l'énergie électrique.

Il existe seulement une très faible différence entre les deux types de diélectrique, cette dernière est due probablement au fait que les deux types de diélectrique ne sont pas produits par le même fabricant. Cependant on peut conclure que l'empilement de diélectrique n'a pas d'influence significative sur le comportement de la DBD, ainsi l'utilisation d'un diélectrique en une seule pièce ou en empilement est totalement concevable pour la suite des expériences.

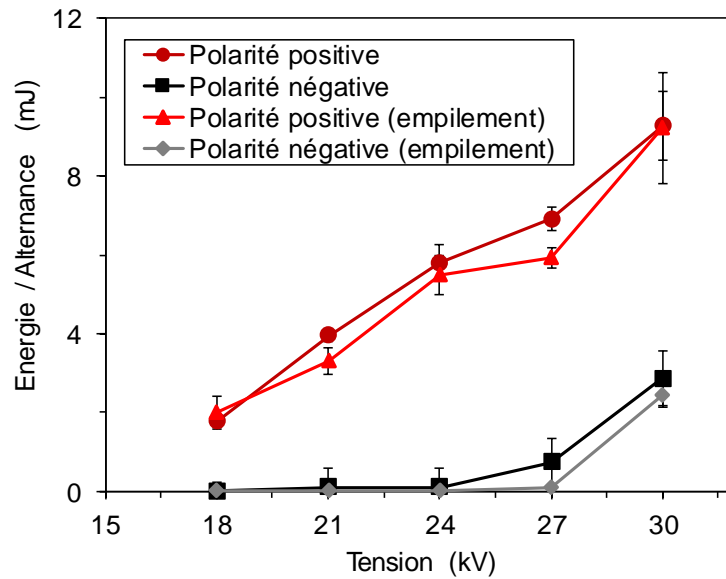


Figure III.20. Comparaison entre l'énergie dissipée par une DBD avec un diélectrique en une seule pièce et en empilement.

Conditions : Tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, épaisseur $e = 5$ mm, distance inter-électrodes $d = 10$ mm.

III.5.3. Effet de l'épaisseur du diélectrique

La figure III.21 présente l'évolution de l'énergie moyenne par alternance en fonction de l'épaisseur du diélectrique. Dans cet essai, nous avons commencé par une configuration où on a utilisé un diélectrique d'épaisseur fixe de 5 mm, puis on a augmenté cette dernière à chaque fois par un ajout de diélectrique en empilement avec une épaisseur $e = 1.25$ mm. L'épaisseur du diélectrique a été donc variée pour un intervalle de $e = \{5 - 10\}$ mm. Les autres paramètres ont été fixés aux valeurs de références.

D'après la figure III.21, on remarque qu'au fur et à mesure que l'épaisseur du diélectrique augmente, l'énergie moyenne diminue, cela revient à deux facteurs ; le premier est que l'augmentation de l'épaisseur du diélectrique fait augmenter l'impédance de la cellule, ce qui va diminuer le courant de la décharge, le deuxième facteur est la diminution de la zone d'air dans l'espace inter-électrodes de la cellule, la DBD sera étouffée dans ce cas par manque d'air à ioniser.

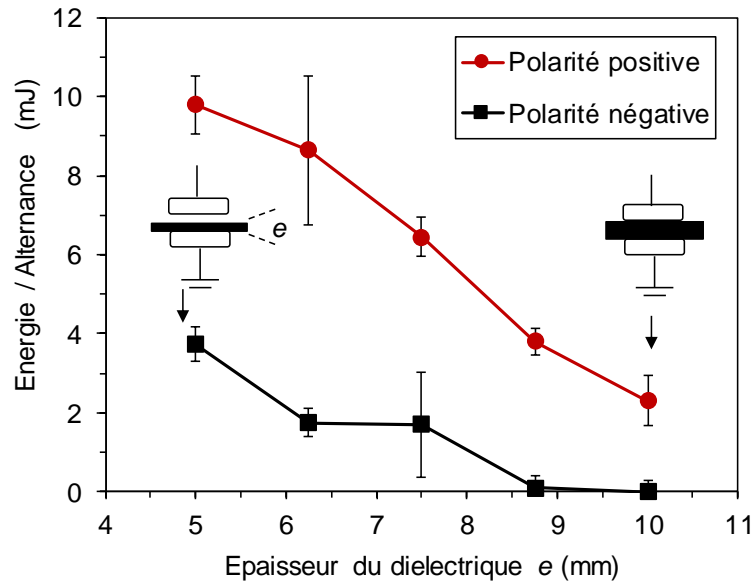


Figure III.21. Effet de l'épaisseur du diélectrique sur l'énergie moyenne dissipée par la DBD. Conditions : Type de signal : carré, tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, distance inter-électrodes $d = 10$ mm.

III.5.4. Effet du matériau du diélectrique

Notre but était de ressortir l'influence de la nature du diélectrique sur l'évolution de l'énergie moyenne dissipée par la DBD. Lors de ce test, on a utilisé cinq types de diélectriques, cette liste de diélectriques n'est pas exhaustive, en effet on a utilisé ces derniers en raison de leurs disponibilité ; l'épaisseur des diélectriques est $e = 5$ mm.

D'après la figure III. 22, on distingue une différence très nette dans l'énergie dissipée entre diélectriques. Effectivement le verre est le diélectrique qui permet l'obtention de la DBD la plus énergétique, en deuxième position vient le PVC (polychlorure de vinyle) et le PMMA (plexyglass) et en troisième position vient le PP (polypropylène) et le PE (polyéthylène). Ce constat est dû au fait que la permittivité des diélectriques n'est pas identique pour tous les matériaux; en effet le verre est le matériau qui possède la plus grande permittivité diélectrique, nous avons vu dans le paragraphe (III.4.4) que lorsque la permittivité du diélectrique est très élevée le champ électrique dans l'espace inter-électrodes de la cellule DBD sera renforcé d'avantage et la décharge est très énergétique.

La figure III. 23 représente quelques données sur la permittivité diélectrique relative des matériaux utilisés dans nos expériences. On remarque qu'il existe une parfaite corrélation entre

la valeur de la permittivité des diélectriques et l'énergie moyenne dissipée pour chaque type de diélectrique.

D'après ce résultat on constate que la polarité négative semble moins affecté par la nature du diélectrique, cela nous incite à conclure que cette dernière est moins influencée par la nature physico-chimique du matériau du diélectrique.

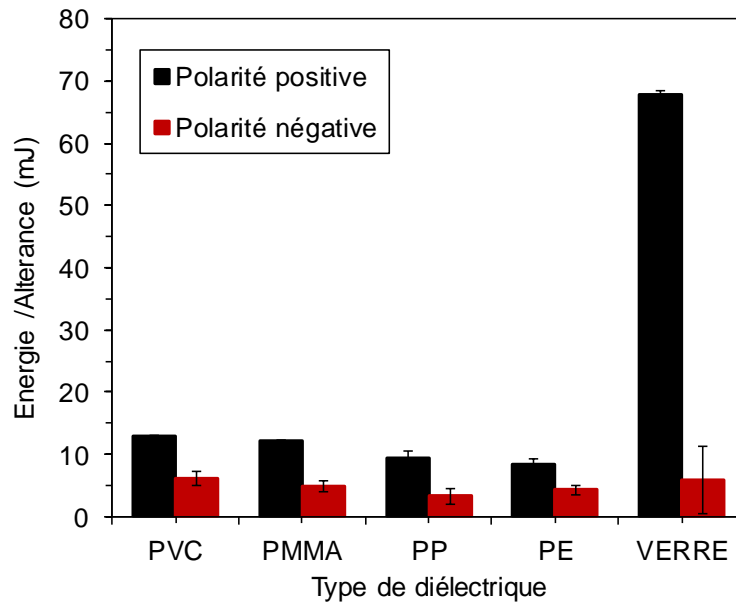


Figure III.22. Influence de la nature du matériaux sur le l'énergie moyenne. Conditions : type de signal : carré, tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, distance inetelectrode $d = 10$ mm, épaisseur du dielectrique $e = 5$ mm.

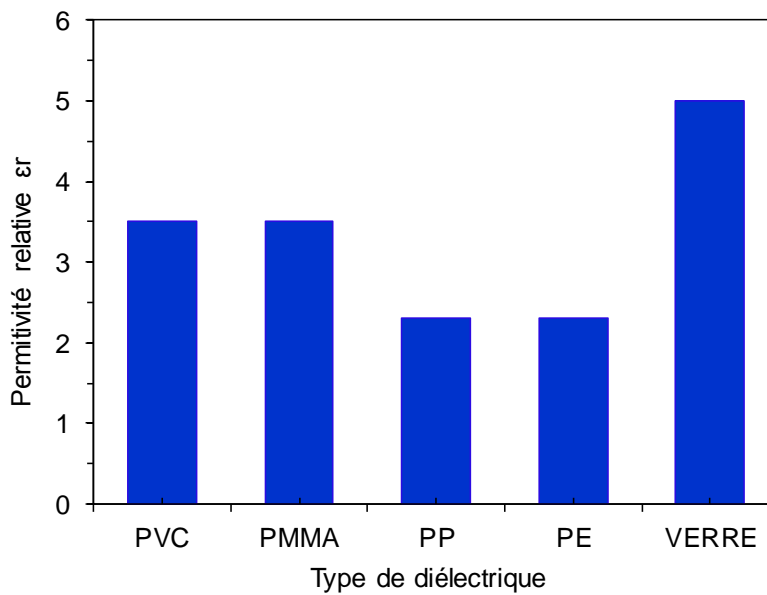


Figure III.23. Permittivité diélectrique relatives des matériaux utilisés dans nos expériences. (Fréquence 1kHz) [143].

III.5.5. Configuration et position du diélectrique

Nous présentons dans cette partie l'effet de la position du diélectrique sur l'énergie moyenne dissipée par la DBD (Figure III. 24). Nous avons calculé l'énergie pour quatre configurations du diélectrique. La première configuration est celle où le diélectrique est positionné du côté de la masse, la deuxième est celle où il est positionné du côté de l'électrode active. Dans la troisième configuration deux diélectriques sont utilisés, l'un du côté de la masse et l'autre du côté de l'électrode active, l'épaisseur des deux diélectriques a été prise égale à la moitié du diélectrique utilisé dans les autres configurations, c'est-à-dire l'épaisseur totale du diélectrique reste égale à 5 mm ($2 \times 2,5$) mm. Enfin, pour la dernière configuration le diélectrique est placé à la mi-distance inter-électrodes, cela a été effectué en utilisant des supports convenables.

On remarque que la plupart des configurations consomment la même énergie moyenne par alternance à l'exception de la configuration où le diélectrique est placé dans la position 2. Dans ce cas, on observe une très légère augmentation de l'énergie dissipée en polarité positive, cela est dû au fait que le courant des micros décharges récolté à la masse est un peu plus élevé, cela revient aussi au fait que la masse n'est pas recouverte d'un diélectrique qui peut limiter ce dernier ; ainsi, la masse reçoit la totalité du courant de charges fournies par le plasma de la DBD. Cependant la différence d'énergie dissipée entre les quatre configurations reste minime.

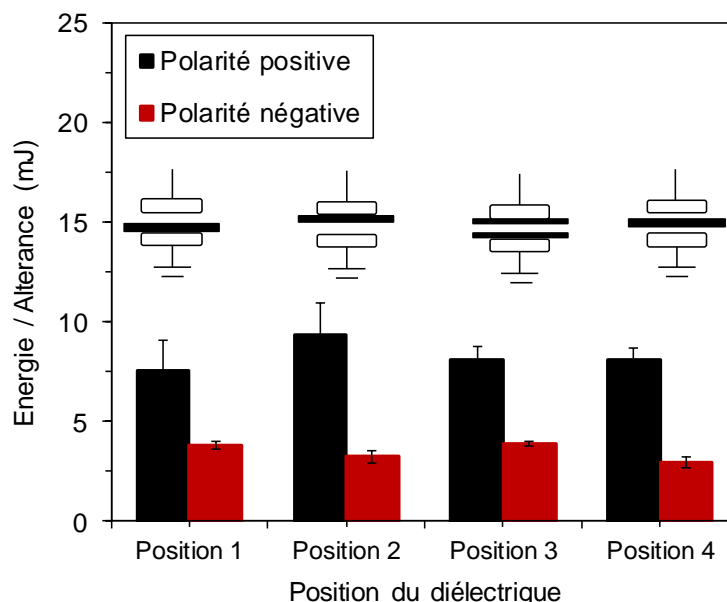


Figure III. 24. Effet de la position du diélectrique sur l'énergie moyenne dissipée par la DBD.

Conditions : type de signal : carré, tension = 30 kV, fréquence = 800 Hz, distance inter-électrodes $d = 10$ mm, épaisseur totale du diélectrique $e = 5$ mm.

III.6. Morphologie de la décharge à barrière diélectrique

III.6.1. Imagerie rapide de la DBD

Dans cette partie nous allons discuter les images représentant l'allure et la morphologie des DBD issus de l'imagerie rapide, les images de la décharge ont été obtenues par une caméra rapide (FASTCAM APX RS modèle 250K). L'objectif de la caméra a été fixé de manière à photographier l'espace inter-électrodes de la cellule avec une fréquence de prise de 1000 images/seconde et un temps d'obturation de l'appareil de 10^{-4} secondes.

Les séquences de la figure III.25 illustrent des prises de vue de la décharge avec un intervalle de temps de capture de $t = 1\text{ms}$ (en négligeant le temps d'obturation), les paramètres de l'étude sont ceux de référence (une tension carrée de 30 kV et une fréquence de 800 Hz).

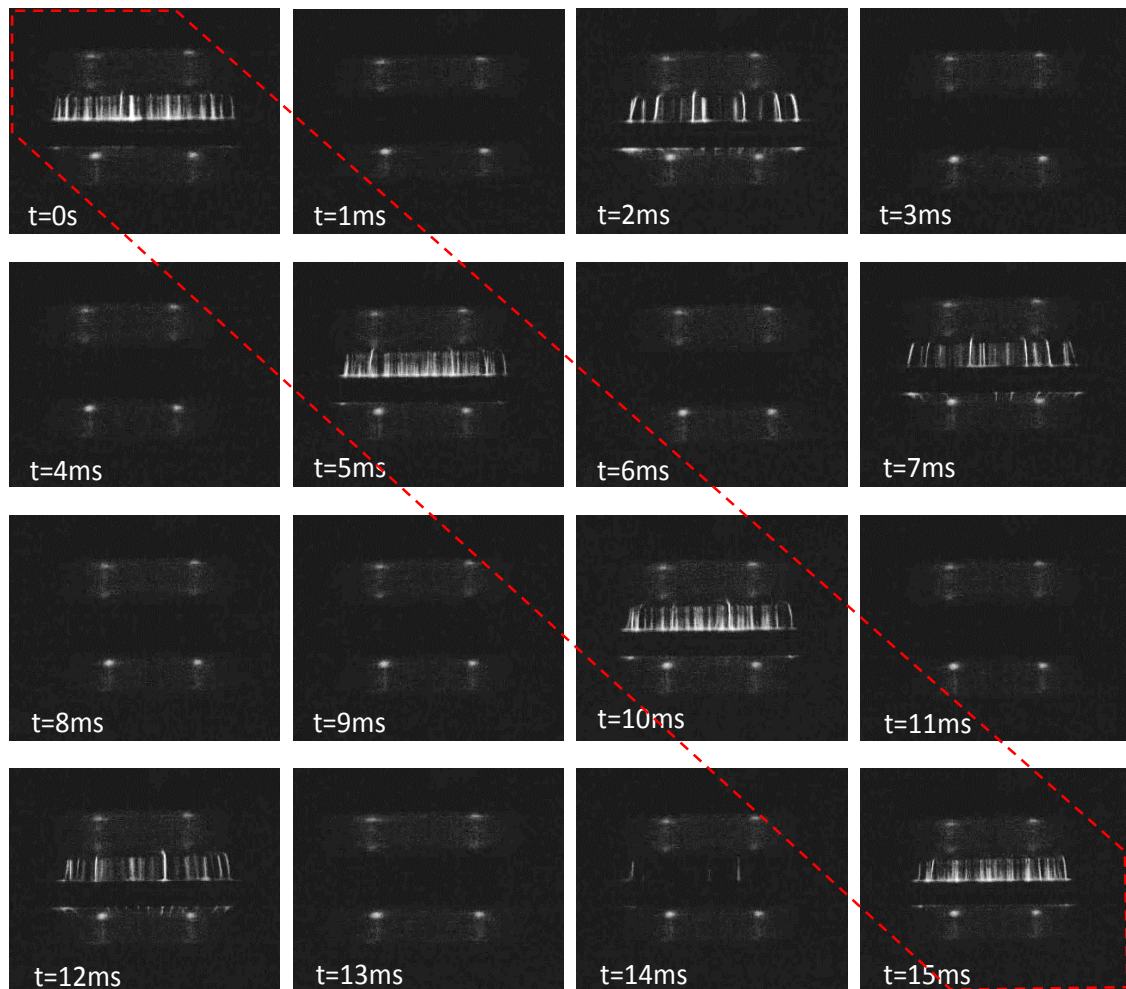


Figure III.25. Séquences de photographie rapide de la DBD, conditions : Tension carrée = 30kV, fréquence = 800Hz, temps d'obturation = 10^{-4} s, fréquence de capture 1000 images / seconde.

Bien que la camera rapide a une fréquence de capture très élevée cette dernière ne peut pas capturer la décharge électrique pour toute une période, pour que cela soit possible notre camera rapide doit avoir une fréquence de capture au moins le double de la fréquence de la décharge, cependant la caméra utilisée peut capturer des images de la décharge sur différentes périodes avec un décalage qui dépend des fréquences utilisées.

D'après la figure III.25, on distingue deux types de décharges, il y a ceux qui ont un aspect diffus formés de plusieurs colonnes ionisées, voir les images en diagonale entourées en rouge sur la figure III.25 ($t = 0, 5, 10$ et 15 ms), ces dernières correspondent à une polarité négative de la tension de la décharge. Le régime dans ce cas est un régime dit « corona électroluminescente ». Le deuxième type de décharge ($t = 2, 7$ et 12 ms) est une sorte de décharge en forme de filaments moins nombreux mais qui sont très lumineux du côté de l'électrode active par rapport au type précédent de décharge diffuses, les décharges dans ce dernier cas correspondent à la polarité positive [25-26] [31-32] [38-44] ; le type de mécanisme associé à cette dernière est dit « streamer ». On remarque aussi qu'il existe plusieurs images intercalaires où la décharge n'est pas visible, cela revient au fait que la décharge a été photographiée dans un palier de tension. La décharge dans ces cas est éteinte à cause de l'affaiblissement du champ électrique global par le champ issu de l'accumulation de charge sur la surface du diélectrique. Les charges s'accumulent après que les deux types de décharges décrites précédemment se sont produites et prend effet lorsque la tension et le champ d'excitation arrêtent de croître, c'est-à-dire lors du palier de tension.

III.6.2. Effet de la fréquence

Nous avons fait deux prises de photo de décharge DBD (figure III. 26), la première photo à gauche est une photo de décharge pour une fréquence de 800 Hz alors que la deuxième à droite est a été prise pour une fréquence de 2 kHz.

On remarque dans ce cas que la fréquence a un effet considérable sur la morphologie de la décharge car au fur et à mesure que cette dernière augmente la décharge devient moins diffuse et le canal ionisé devient de plus en plus droit et épais. Ce dernier est localisé sur un emplacement fixe dans l'espace et ne change plus de position. Ce cas n'est pas recommandé pour le traitement de surface en raison de la non homogénéité qu'il peu causé au matériau et à la grande dispersion lors des mesures. C'est la raison pour laquelle la plupart des expériences ont été effectuées à une fréquence de référence intermédiaire de 800 Hz.

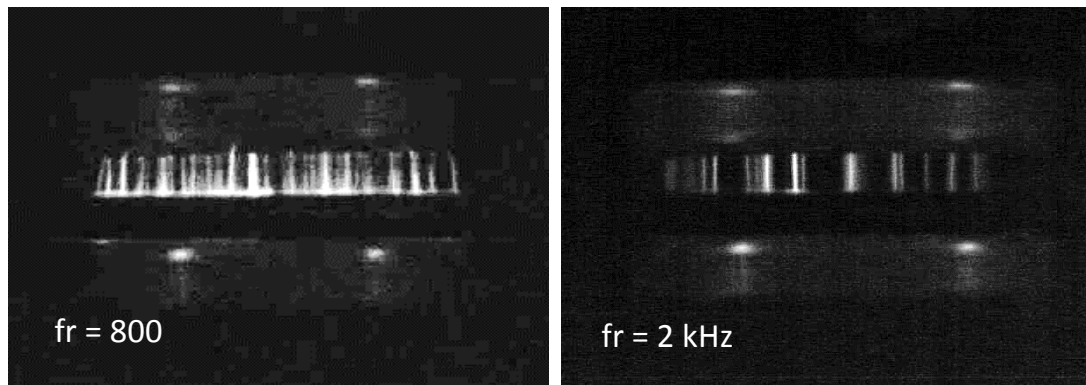


Figure III.26. Effet de la fréquence sur l'allure de la décharge à barrière diélectrique.

Conditions Tension carré = 30 kV, temps d'obturation = 10^{-4} s.

III.7. Modèle de la décharge à barrière diélectrique

Dans cette section, nous présentons le travail de modélisation de la décharge à barrière diélectrique (DBD) en se basant sur la méthode des circuits électriques équivalents.

Donc, on a utilisé un logiciel de simulation de circuits électriques nommé « PSIM », ce dernier nous a permis de simuler notre modèle afin d'obtenir les caractéristiques propres à la DBD tel que la puissance, l'énergie, le courant...etc. L'objectif est d'effectuer une étude comparative entre les résultats de la modélisation et les résultats expérimentaux obtenus dans les sections précédentes de ce chapitre.

Ce model ainsi construit sera un outil intéressant pour étudier et prévoir le comportement des DBD même en absence du banc expérimental.

III.7.1. Configuration étudiée

La cellule DBD étudiée est formée de deux électrodes planes en formes de disques séparées par un espace inter-électrodes dans lequel un diélectrique en polypropylène est inséré et est disposé sur l'électrode masse, (figure III.27).

L'électrode haute tension est soumise à une tension alternative de signal carrée et une fréquence de $f = 800\text{Hz}$. Une résistance de charge $R = 100 \Omega$ est placée en série avec la cellule.

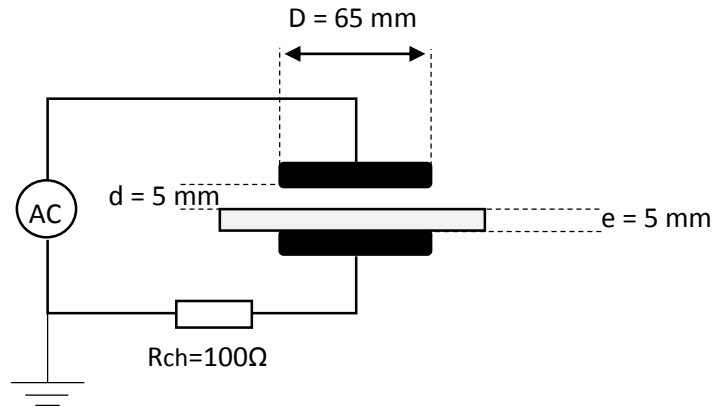


Figure III.27. Configuration étudiée de la cellule à DBD.

III.7.2. Etude du modèle

La décharge à barrière diélectrique se comporte comme un circuit à composants électriques simples tel que montré dans le modèle électrique simplifié dans la figure III.28. La capacité C_d représente la capacité du diélectrique en polypropylène. La capacité C_g représente l'air dans le cas non ionisé c'est-à-dire dans le cas où l'air se comporte comme un diélectrique. La résistance R_g est placée en parallèle avec la capacité C_g et représente l'air dans l'état de conduction. L'interrupteur placé en série avec R_g a pour rôle l'initiation de la décharge.

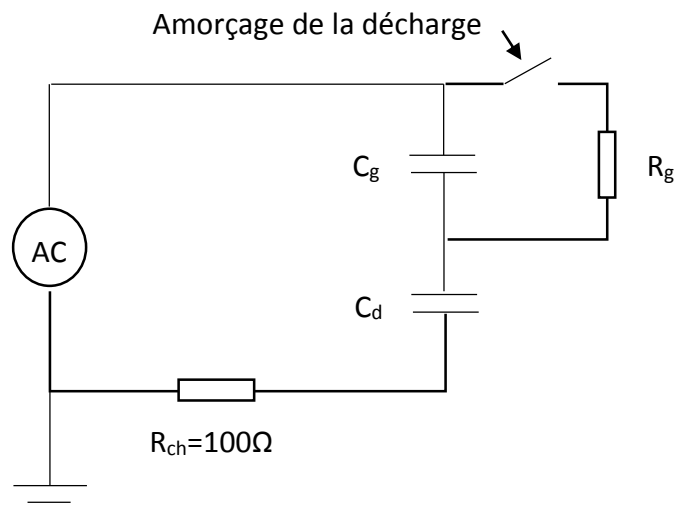


Figure III.28. Modèle électrique simplifié de la DBD.

Il est à noter que le schéma de la figure III.28 n'est qu'un schéma de base, nous l'avons présenté de cette manière pour des raisons de concision et pour faciliter ainsi la compréhension du principe de modèle de la DBD. Le schéma détaillé sera présenté dans les paragraphes suivants.

III.7.2.1. Identification des paramètres

Afin d'obtenir un modèle électrique le plus proche que possible de celui de l'expérimental nous avons dû calculer et identifier les paramètres électriques tel que la capacité du diélectrique, du gaz, la résistance du gaz...etc.

Pour le calcul de la capacité on a utilisé la formule suivante :

$$C = \varepsilon_r \varepsilon_0 \cdot \frac{\pi \cdot \left(\frac{D}{2}\right)^2}{d} \quad (\text{III. 4})$$

Avec :

- C : Capacité formée par le diélectrique (Air ou polypropylène) [Farad].
- ε_0 : Permittivité du vide $\varepsilon_0 = \frac{1}{36\pi 10^9} = 8,85 \cdot [\text{pF/m}]$
- ε_r : Permittivité relative (1 pour l'air et 2,3 pour le polypropylène).
- S : Section des électrodes [m^2].
- D : Diamètre d'une seule électrode $D = 0,065$ [m].
- d : Epaisseur du diélectrique $d = 0,005$ [m].

Après application numérique on trouve :

$$C_g = 7,73035606 \text{ pF} \quad (\text{III.5})$$

$$C_d = 17,7798189 \text{ pF} \quad (\text{III.6})$$

La résistance du gaz a été prise comprise dans un intervalle par tâtonnement lors de la simulation :

$$R_g = (40-100) \Omega \quad (\text{III.7})$$

III.7.2.2. Construction du modèle

Le modèle est construit au tour du schéma simplifié de la figure III.28. La figure III.29 représente le schéma détaillé du modèle de la DBD réalisé sous PSIM. Pour que ce modèle soit plus proche de la réalité, nous avons apporté quelques améliorations telles que l'utilisation de deux résistances de gaz en parallèle. L'une fonctionne en polarité positive (100 Ω) et l'autre fonctionne en polarité négative (40 Ω). Pour l'initiation de la décharge nous avons utilisé des interrupteurs en série avec les résistances R_g , ces derniers permettent de fermer le circuit sur les résistances au moment de la transition de la tension.

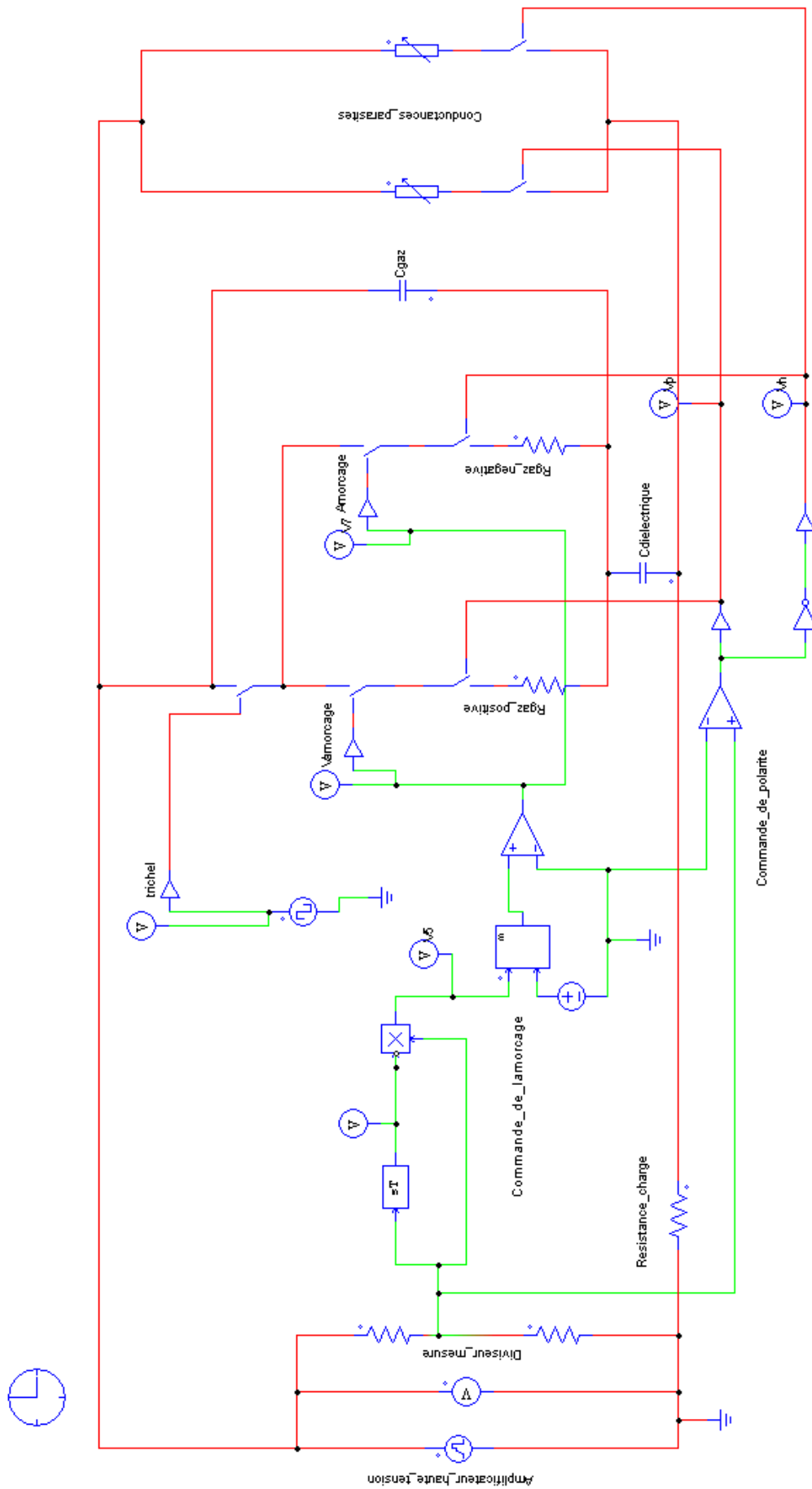


Figure III. 29. Schéma détaillé du modèle de la DBD.

Les interrupteurs permettent aussi le contrôle de la polarité et sont commandés à l'aide de circuit formé de comparateurs. Leur rôle est de comparer les niveaux de haute tension afin de générer les impulsions nécessaires à la commande des interrupteurs. Pour générer les signaux d'entrée du comparateur, un diviseur résistif est placé en parallèle avec la source haute tension afin d'obtenir le signal image de la haute tension.

Puisque que le courant de la décharge est impulsionnel, nous avons utilisé dans le modèle un interrupteur commandé à l'ouverture et à la fermeture par une source d'impulsion de fréquence de 1MHz, cette valeur a été adoptée en se référant aux données bibliographiques sur les impulsions de Trichel [12]. Le rapport cyclique est choisi de faible valeur et est égale à $\alpha = 0,1$.

Afin de prendre en compte les parasites et les pertes des câbles haute tension utilisés dans l'expérimentation, nous avons insérer des résistances en parallèle avec notre circuit. L'une fonctionne pour l'alternance positive et l'autre fonctionne au cours de l'alternance négative.

III.7.3 Résultats de la simulation

III.7.3.1 Oscillogramme tension/courant

A l'aide de logiciel PSIM on a pu obtenir le signal du courant de décharge $I(\text{Résistance_de charge})$ et la tension inter-électrodes $VP1$, (figure III.30).

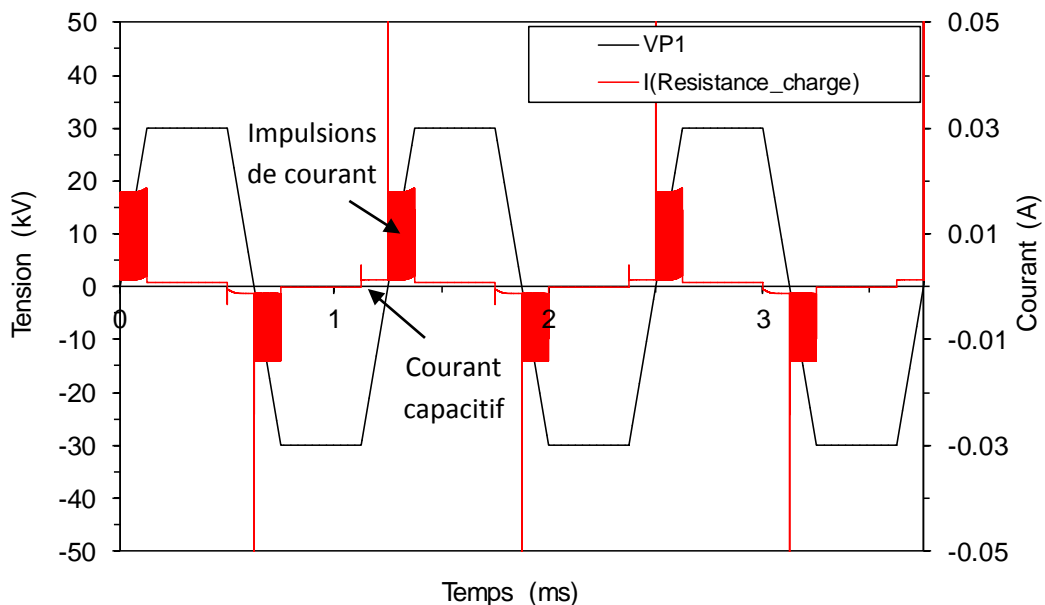


Figure III. 30. Oscillogramme courant- tension obtenu à l'aide du modèle de la DBD.

On remarque que le courant a une forme impulsionnelle parfaite, c'est la somme de deux types de courant (un courant capacitif à composante continue et un courant de décharge à composante impulsionnelle). Dans la réalité les impulsions de courant ne sont pas aussi homogènes ; mais elles possèdent un caractère quantifiable, l'utilisation de plusieurs mesures avec un écart type permet aussi d'affiner la mesure.

III.7.3.1. Energie moyenne

Lors de cette phase, on a utilisé les oscillogrammes courant – tension du modèle pour calculer l'énergie moyenne par la même méthode utilisée dans la section III.2.5. Cela est rendu plus simple en utilisant la fonction d'intégration de la puissance instantanée propre au logiciel PSIM. Le but est de comparer les résultats obtenus par le modèle réalisé avec ceux de l'expérimentale, figure III.31.

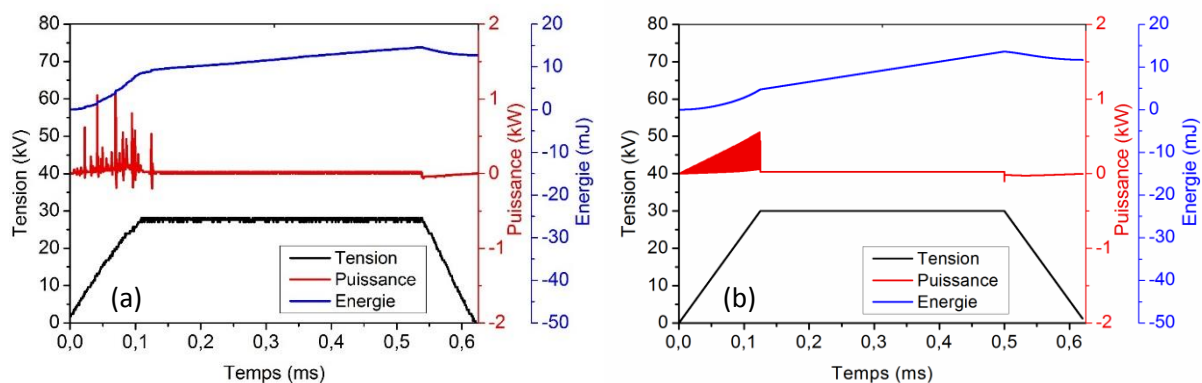


Figure III. 31. Allure de la puissance et de l'énergie instantanée pour une alternance positive de tension carré, (a) expérimentale, (b) modèle de la DBD.

La figure III.32 représente l'évolution de l'énergie dissipée par alternance en fonction de la tension pour le cas réelle (expérimentale) et celui du modèle.

D'après la figure III.32 on remarque que le modèle construit décrit très précisément le comportement de la cellule de DBD. Cela confirme que le comportement de la cellule a bien été identifié dans ses détails. Ce modèle facilitera l'étude pour d'autres approfondissements sans avoir recours à un banc expérimentale. Cela est possible tout en éliminant les effets dus aux paramètres non contrôlables tels que celles liés aux conditions atmosphériques.

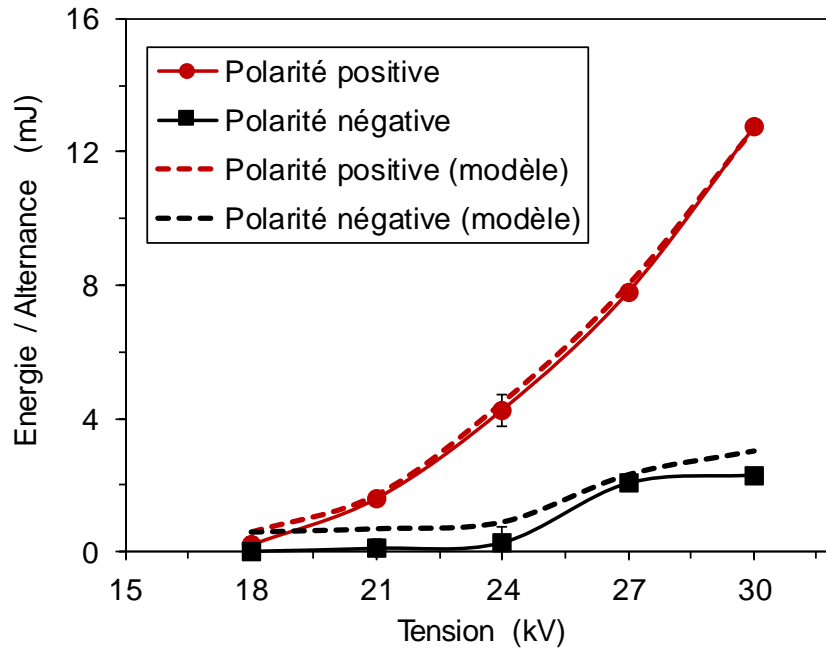


Figure III.32. Comparaison entre l'énergie moyenne dissipée par la DBD du modèle et celle de l'expérimentale.

III.8. Conclusion

Le but principal de ce chapitre était de faire une caractérisation et une analyse expérimentale de la décharge à barrière diélectrique. Donc, nous avons étudié les effets des paramètres électriques et géométriques sur l'énergie moyenne dissipée par le système. Cette stratégie d'étude revient au fait que l'énergie est le paramètre le plus conforme pour décrire le comportement de notre cellule DBD. D'après l'étude des effets des paramètres électriques, nous avons pu constater que le signal le plus énergétique est le signal haute tension carré et que l'énergie augmente en fonction de la tension, cette dernière est aussi plus élevée en basse pression. La fréquence et la pente de transition du signal d'excitation n'ont pas d'effet considérable sur l'énergie, cependant on distingue une très faible diminution de cette dernière due probablement à une altération de la permittivité du diélectrique.

Par ailleurs, concernant les paramètres à caractère géométrique, nous avons remarqué que le fait d'utiliser la superposition de plusieurs diélectriques et le fait de changer la position de ce dernier dans l'espace inter-électrodes n'a aucun effet sur le comportement énergétique de la cellule DBD. Par contre, l'énergie peut diminuer en fonction de l'épaisseur et augmenter considérablement si le diélectrique possède une très grande permittivité. En augmentant la distance inter-électrodes, l'énergie semble passer par un maximum, hormis de ce maximum

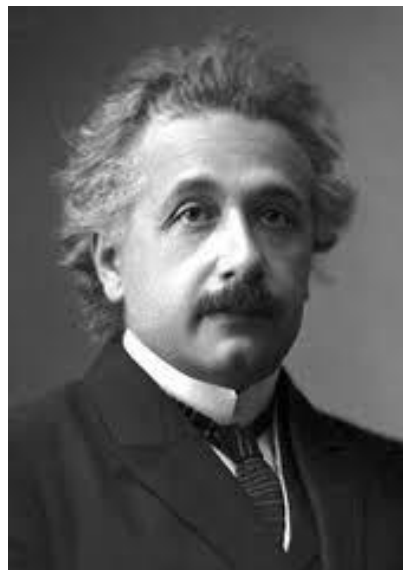
l'intensité de la décharge diminue soit à cause de la faible valeur du champ électrique pour les grandes distances soit à cause de la faible quantité d'air ionisé pour les petites distances.

D'un autre côté, nous avons eu recours aussi aux prises de photographie rapide afin d'avoir des informations sur la décharge. Donc, nous avons pu distinguer deux types de décharges, le premier correspond à une polarité négative de la tension de la décharge, c'est un régime du type corona électroluminescente où la décharge a un caractère diffus ; le deuxième type de décharge est en forme de filaments moins denses dont la décharge correspond à la polarité positive en régime streamer. On constate aussi qu'au fur et à mesure qu'on augmente la fréquence du signal d'excitation, la décharge devient de moins en moins diffuse et elle est formée que de quelques canaux immobiles et très lumineux, ce cas n'est pas recommandé pour le traitement de surface.

Enfin pour conclure ce chapitre, nous avons présenté un modèle de la DBD que nous avons construit en se basant sur la méthode des circuits électriques équivalents. Grâce à la simulation sous l'interface PSIM, nous avons pu obtenir des résultats qui ont été à leur tour validés par une comparaison avec les données expérimentales. Lors de la construction du modèle, il s'est avéré que non seulement le courant de décharge se développe principalement lors de la transition de la haute tension, mais aussi qu'il existe une différence entre polarités. Afin de rendre le modèle plus proche du réel, nous avons apporté des améliorations au modèle théorique de base, tel que par exemple l'utilisation de deux circuits fonctionnant en alternance. Bien que généralement les modèles numériques fournissent des résultats dans le cas parfait, on a pu obtenir grâce à notre modèle des résultats très proches des résultats expérimentaux. Il en résulte que ce modèle constitue un outil très intéressant pour des études approfondies sur le comportement des DBD tout en omettant les effets des paramètres non contrôlables tels que ceux liés aux conditions atmosphériques.

CHAPITRE IV

ETUDE DE LA MODIFICATION DE SURFACE DES POLYMERES PAR TRAITEMENT DBD



Albert Einstein (1879 Ulm Allemagne - 1955 Princeton USA)

Physicien théoricien qui fut successivement Allemand, apatride (1896), Suisse (1901) et de double nationalité Helvético-Américaine (1940)

La connaissance s'acquiert par l'expérience, tout le reste n'est que de l'information.

Chapitre IV

ETUDE DE LA MODIFICATION DE SURFACE DES POLYMERES PAR TRAITEMENT DBD.

IV.1. Introduction

Ces dernières années, diverses techniques physiques et chimiques ont été développées pour la modification de surface des polymères [144-145]. Les principales propriétés conférées par ces technologies comprennent la mouillabilité, l'adhésion, l'affinité chimique et la biocompatibilité [146-149]. La modification de surface est utilisée dans de nombreux domaines tels que l'automobile l'aérospatiale, la fabrication de dispositifs électroniques et biomédicaux [145] [150-151]. Parmi les différentes techniques de modification de surface, le traitement au plasma semble avoir une attention particulière, car ce dernier peut être intégré facilement dans l'industrie. Les interactions principales du plasma avec la surface du polymère peuvent être assimilées à l'activation, à la réticulation, à la gravure ou à la combinaison entre ces mécanismes [3] [152-159]. Beaucoup d'études ont été réalisées au cours des 15 dernières années [160-161]. Par exemple, Ren *et al.* [162] et Zhang *et al.* [163] ont modifié la surface du film de polyéthylène (PE) et l'ont revêtu d'un matériau métallique. Ils ont tous deux constaté que l'adhésion entre la couche mince métallique et l'échantillon traité par DBD a augmentée par rapport à celle non traitée. En outre, Kostov *et al.* [164] et Zheng Niu *et al.* [165] ont rapporté une diminution de l'angle de contact avec l'eau et une mouillabilité améliorée du polyéthylène téréphtalate (PET), du polyuréthane (PU) et du polytétrafluoroéthylène (PTFE) traité par plasma non thermique.

Aussi, un certain nombre d'études ont été effectuées pour voir l'effet du traitement par plasma sur la charge électrostatique des polymères; par exemple Sharma *et al* [166-168] ont travaillé sur le traitement de poudres en polystyrène (PS), d'acryliques et de films en polyéthylène en utilisant du plasma d'argon, d'hélium et de l'air. Ils ont montré que le traitement au plasma fait diminuer la charge triboélectrique spécifique acquise par les polymères ainsi que la résistivité surfacique des échantillons. Takashima *et al* [169] ont signalé dans leur travail que le traitement du polypropylène (PP) et du polyéthylène avec n'importe quel type de plasma permet d'éliminer les charges électrostatiques. Tekeda *et al* [170] et Kodama *et al* [171] ont montré que le traitement au plasma peut améliorer le contrôle de la charge de polymère.

Malgré le fait que les recherches dans ce domaine semblent être nombreuses ; l'effet du traitement au plasma sur la charge électrostatique reste assez peu clair et doit faire l'objet de d'études plus approfondies. Certains résultats sont relativement contradictoires, tels que ceux de Murata *et al* [172] et Chongqi *et al.* [173]. Les deux équipes de recherche ont étudié la charge triboélectrique du polystyrène traité au plasma à l'air. Alors que Murata *et al* ont observé une amélioration de la charge acquise par frottement, Chongqi *et al* ont rapporté une diminution de la densité de charge et la manifestation d'un caractère antistatique des échantillons traités.

Le travail présenté dans ce chapitre a pour objectif de quantifier l'effet du traitement par plasma sur les propriétés tribo-électriques de certains polymères en utilisant une décharge à barrière diélectrique atmosphérique (DBD). Ce type de décharge constitue une technologie très prometteuse pour le traitement de surface, car elle n'a pas besoin de système de vide onéreux [32] [173-174] et n'utilise pas de gaz coûteux. Le plasma DBD est obtenu en utilisant deux électrodes avec un matériau diélectrique interposé entre eux ; ce dernier est utilisé pour éviter la transition vers un régime d'arc et pour distribuer la décharge dans l'espace inter-électrodes entier. Les électrodes sont habituellement alimentées avec une haute tension alternative à des fréquences allant jusqu'à quelques kHz [175-177].

Le présent travail rapporte donc les modifications induites par le plasma DBD à la surface de trois types de polymères couramment utilisés dans l'industrie : le polypropylène, le polyéthylène et le chlorure de polyvinyle (PVC). Le travail se concentre sur l'étude de la rugosité, de la composition chimique de leurs surfaces et de leurs propriétés triboélectriques après leur exposition au plasma DBD dans l'air. Cette étude contribuera à éclaircir des points importants sur le traitement au plasma. Cela est très utile afin de comprendre tous les aspects de cette technologie qui ne semblent jusque-là pas très bien maîtrisés. Enfin, nous allons terminer ce chapitre par la présentation des résultats obtenus lors de l'expérience d'intégration et d'application du traitement de surface par DBD au procédé de la séparation électrostatique du mélange de polymères granulaires.

IV.2 Méthodologie

Durant ce travail toutes les expériences ont été effectuées dans des conditions ambiantes stables. Ainsi, la température variait entre 19,4 et 21 ° C et l'humidité relative entre 56 et 60%.

IV.2.1 Matériaux

Nous avons réalisé les premières séries d'expériences sur des plaques de polymères de forme carrée (15 cm x 15 cm) (figure IV.1). Leur surface plane et relativement homogène a facilité l'utilisation de la profilométrie optique et de la spectroscopie FTIR pour l'examen des effets dus à leur exposition au plasma DBD.

Dans la deuxième série d'expériences, l'utilisation de polymères en forme de granules (figure IV.1) a permis d'étudier l'effet du traitement par plasma DBD sur les propriétés tribo-électriques des polymères. La forme granulaire a pour but de faciliter l'étude de la tribo-charge. Lors de cette dernière, nous avons utilisé un simple système vibrant et une cage de Faraday reliée à un électromètre.

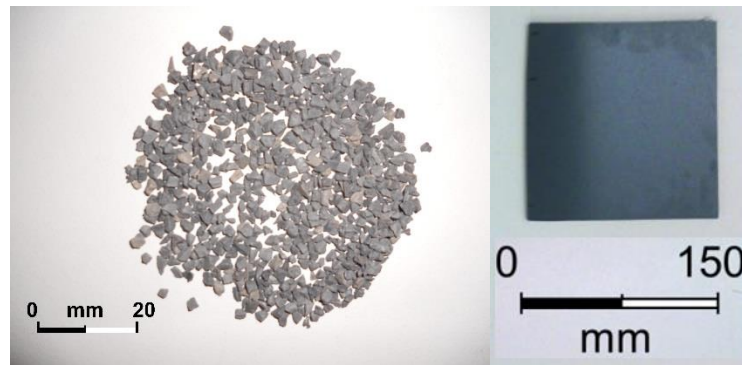


Figure. IV. 1. Exemple de polymères utilisés dans les expériences (granulaire et plaque).

IV.2.2 Installation de traitement par DBD

Le schéma du dispositif expérimental de traitement par DBD est représenté sur la figure IV.2. Un amplificateur haute tension (modèle Trek 30 / 20 A) a été utilisé pour alimenter l'électrode active de la cellule DBD par une tension qui peut aller jusqu'à 30 kV, et une fréquence jusqu'à 2,5 kHz. L'amplitude et la fréquence ont été ajustées à l'aide d'un générateur de fonctions (Yokogawa FG300), ce dernier a pour rôle de piloter l'amplificateur haute tension. Toutes les expériences ont été effectuées avec une tension alternative de forme d'onde carrée ayant une amplitude de 30 kV et une fréquence de 800 Hz. Le choix de ces paramètres est justifié par le fait que des tests préliminaires ont montré que la décharge DBD couvre tout l'espace inter-électrodes pour cette fréquence alors qu'elle présente un aspect filamentaire et plus localisé au-delà de ce seuil (figure IV.3). Cette dernière situation a été évitée car le traitement ne pourra pas être homogène dans ce cas [44] [155] [178].

La tension appliquée a été mesurée par l'intermédiaire du système de suivi (monitoring) de l'amplificateur de haute tension, ce système est en fait composé d'une sonde interne dont le rapport de conversion est de (1/3000) V. Le courant de la décharge DBD a été mesurée à l'aide d'une résistance non-inductive (100 Ω) placée entre l'électrode masse et la terre. Nous avons ainsi visualisé et enregistré les formes d'onde au moyen d'un oscilloscope numérique (Lecroy Waveace 1001). Pour protéger les chaines de mesure de l'oscilloscope, nous avons utilisé un éclateur de protection.

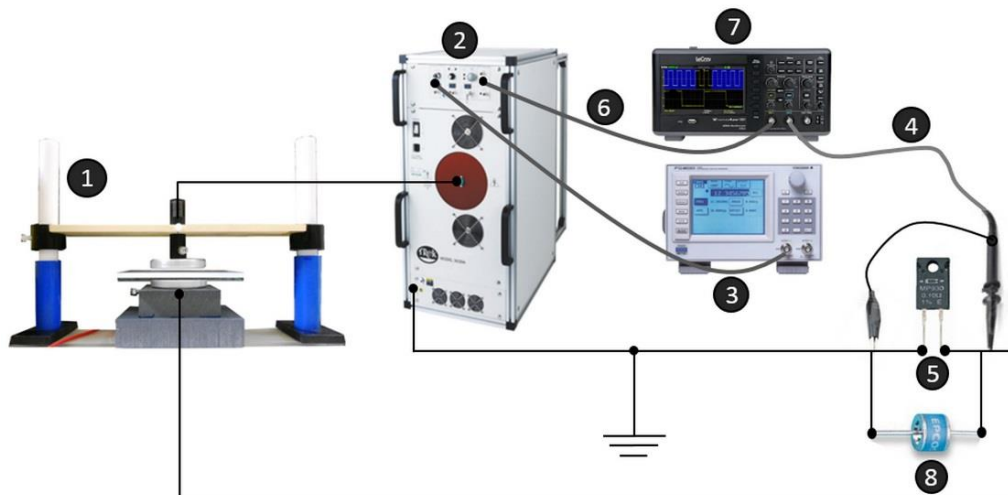


Figure. IV.2. Représentation schématique de l'installation expérimentale de la DBD. (1) Cellule DBD, (2) Amplificateur haute tension, (3) Générateur de fonction (4), Chaîne de mesure du courant, (5) Résistance non inductive de 100 Ω , (6) Chaîne de mesure de la tension, (7) Oscilloscope, (8) Protection contre les surtensions.

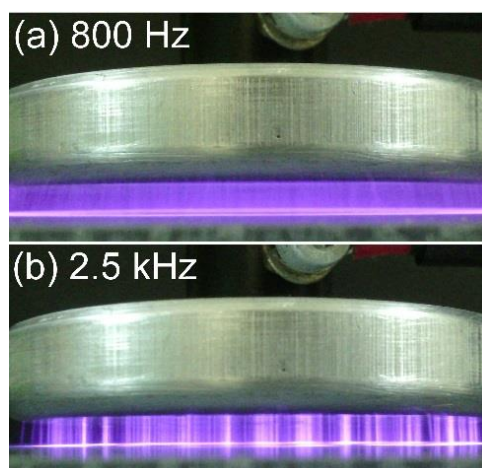


Figure IV.3. Architecture de la décharge DBD pour une fréquence de (a) 800 Hz et (b) de 2,5 kHz ; Amplitude de la tension appliquée : $V_{DBD} = 30$ kV.

IV.2.3 Traitement DBD des plaques de polymères

La cellule DBD représentée dans la figure IV.4 est composée de deux disques parallèles en aluminium (7 cm de diamètre). L'électrode supérieure active est conçue mobile afin de changer l'espace de la décharge. La barrière diélectrique est une plaque de verre carrée de 15 cm x 15 cm, dont l'épaisseur est $e_d = 3$ mm. Les plaques de polymère sont issues d'une grande feuille d'épaisseur $e_p = 5$ mm et ont été découpées en forme de plaques de dimensions 15 cm x 15 cm. Ces dernières sont insérées directement dans l'espace de la décharge pour le traitement. La distance inter-électrodes a été fixée à $d = 11$ mm pour toutes les expériences. Tous les échantillons de plaques de polymères ont été nettoyés, rincés avec de l'eau distillée et séchés à l'air ambiant avant d'être exposés au plasma DBD.

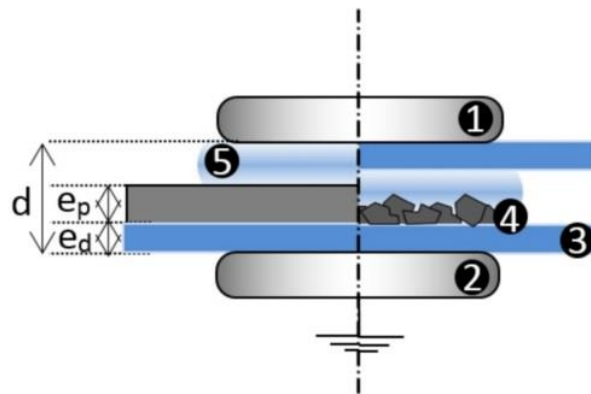


Figure. IV 4. Configuration et disposition de traitement DBD. (1) Electrode active, (2) Electrode mise à la terre, (3) Barrière diélectrique (verre), (4) Echantillon de polymère (granules ou plaque), (5) Plasma.

IV.2.4 Traitement DBD des granules de polymères

Nous avons traité les granules à l'aide de la même cellule DBD ; voir le côté droit de l'axe de symétrie de la figure IV.4 ; la barrière diélectrique se compose dans ce cas de deux plaques de verre carrées de 15 cm x 15 cm avec une épaisseur $e_d = 3$ mm. Pour le traitement DBD, les échantillons de granules de polymère (masse $m = 10$ g) ont été insérés dans l'espace de la décharge et la distance inter-électrodes est également fixée à $d = 11$ mm. Le dépôt des granules a été effectué avec beaucoup d'attention, afin d'obtenir une quasi mono-couche d'épaisseur presque constante.

IV.3. Résultats et Analyse

IV.3.1 Traitement DBD

Pour étudier l'effet de l'exposition au plasma sur les trois échantillons de polymères, l'énergie par période de la DBD a été évaluée en utilisant les oscillogrammes de tension et de courant. La figure IV.5 montre un exemple typique de formes d'ondes de tension et de courant enregistrées pendant le traitement d'une plaque de polymère. A partir de ces oscillogrammes, on constate que le courant de décharge est constitué de nombreuses impulsions de courant (amplitude jusqu'à 90 mA) se produisant lors des transitions positives et négatives de la tension appliquée. Des formes d'ondes similaires ont été obtenues dans les cas de PE et de PVC.

L'énergie par période fournie par la DBD a été calculée en post-traitement en intégrant la puissance instantanée sur une période complète. La figure IV.6 montre la variation de l'énergie en fonction du type de polymère traité. L'énergie est plus élevée dans le cas de l'échantillon de PVC, cela est dû au fait que sa permittivité diélectrique relative (3,1 - 4,4) est plus élevée par rapport à celle du PE (2,2 - 2,4) et du PP (2,1 - 2,3). Cela signifie aussi que le traitement de polymère par DBD dépend non seulement des paramètres de l'alimentation haute tension, mais aussi de la nature de l'échantillon interposé entre les électrodes et agissant comme une barrière diélectrique secondaire. En conséquence pour ce type de traitement, l'énergie fournie doit être régulée par rapport au type de polymère traité [179].

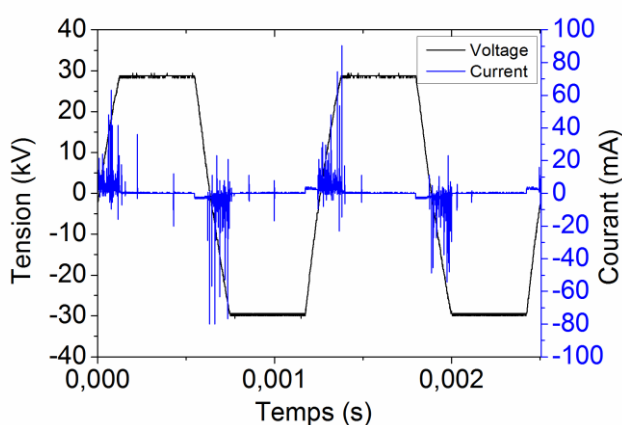


Figure IV.5. Formes d'onde de courant et de tension typiques de la DBD, cas de traitement de polypropylène, $V_{DBD} = 30 \text{ kV}$, $f = 800 \text{ Hz}$.

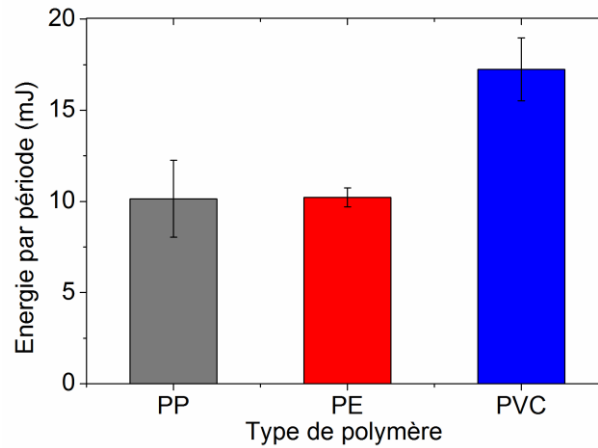


Figure IV.6. Energie de DBD fournie par période en fonction de la nature du polymère traité, $V_{DBD} = 30$ kV, $f = 800$ Hz.

IV.3.2. Analyse par profilométrie optique

IV.3.2.1. Présentation du système de profilométrie

Le système de profilométrie 3D sans contact de surface (Talysurf CCI 6000) (figure. IV.7) a été utilisé pour cartographier la surface des polymères à l'échelle micrométrique et ainsi pour mesurer la valeur de l'écart moyen arithmétique de la rugosité surfacique (S_a) des plaques en polymères. Le logiciel du fabricant (Mountain map 7) a été utilisé pour analyser les données. La numérisation des surfaces a été répétée trois fois dans différentes zones pour chaque échantillon traité. L'analyse de surface des polymères a été réalisée pour différentes durées d'exposition au plasma de DBD.

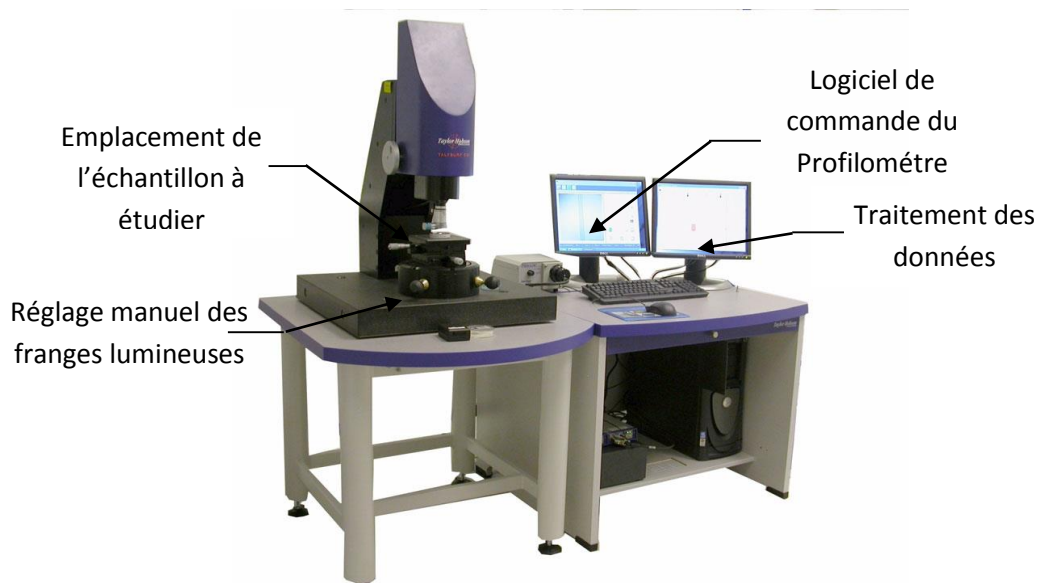


Figure IV.7. Profilomètre sans contact utilisé pour la cartographie des échantillons de polymères. (Faculté des sciences - SP2MI - Université de Poitiers).

IV.3.2.2. Résultats d'analyse du profil de surface

La figure IV.8 montre la variation de la valeur moyenne de la rugosité de la surface S_a pour les trois types de plaques de polymères (PP, PE et PVC) en fonction du temps d'exposition à la DBD. Après 25 minutes d'exposition, le PVC commence à se dégrader. Nous avons donc limité l'exposition à 30 minutes pour les PP et les PE. Les barres d'écart type sont si petites qu'elles sont recouvertes par les points du graphique. L'augmentation significative de la rugosité de la surface peut être attribuée à la gravure de la surface du polymère par le plasma de DBD d'air.

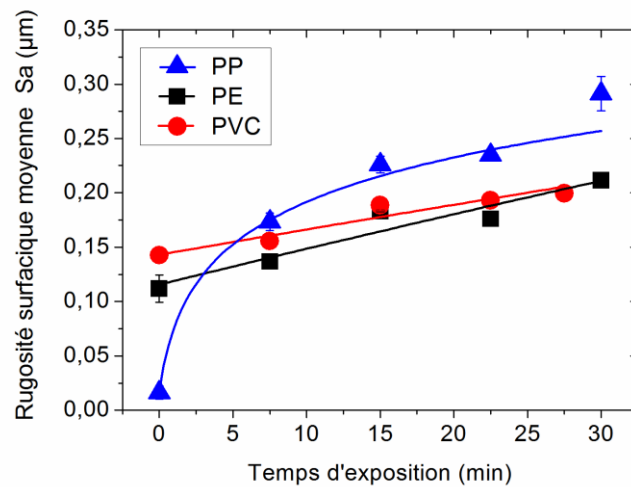


Figure IV.8. Évolution de la rugosité de surface moyenne en fonction du temps d'exposition. $V_{DBD} = 30$ kV, $f = 800$ Hz, forme d'onde de tension : carrée.

Le changement de rugosité diffère d'un polymère à un autre en raison de leurs différentes propriétés chimiques. Par exemple, dans le cas du PP, la rugosité moyenne de la surface est multipliée par 18 lorsqu'elle est traitée pendant 30 min, et par 2 pour le PE.

La figure IV.9 montre le profil 3D des plaques de polymères avant et après traitement durant 15 min. Avant le traitement, les matériaux présentent des surfaces relativement plates avec quelques reliefs dus à la méthode de fabrication par laminage. Après l'exposition au plasma, on peut observer un effet de gravure sur la surface traitée et la formation de petits nodules, cela est conforme aux remarques dans quelques travaux de recherches précédents [3] [147] [175].

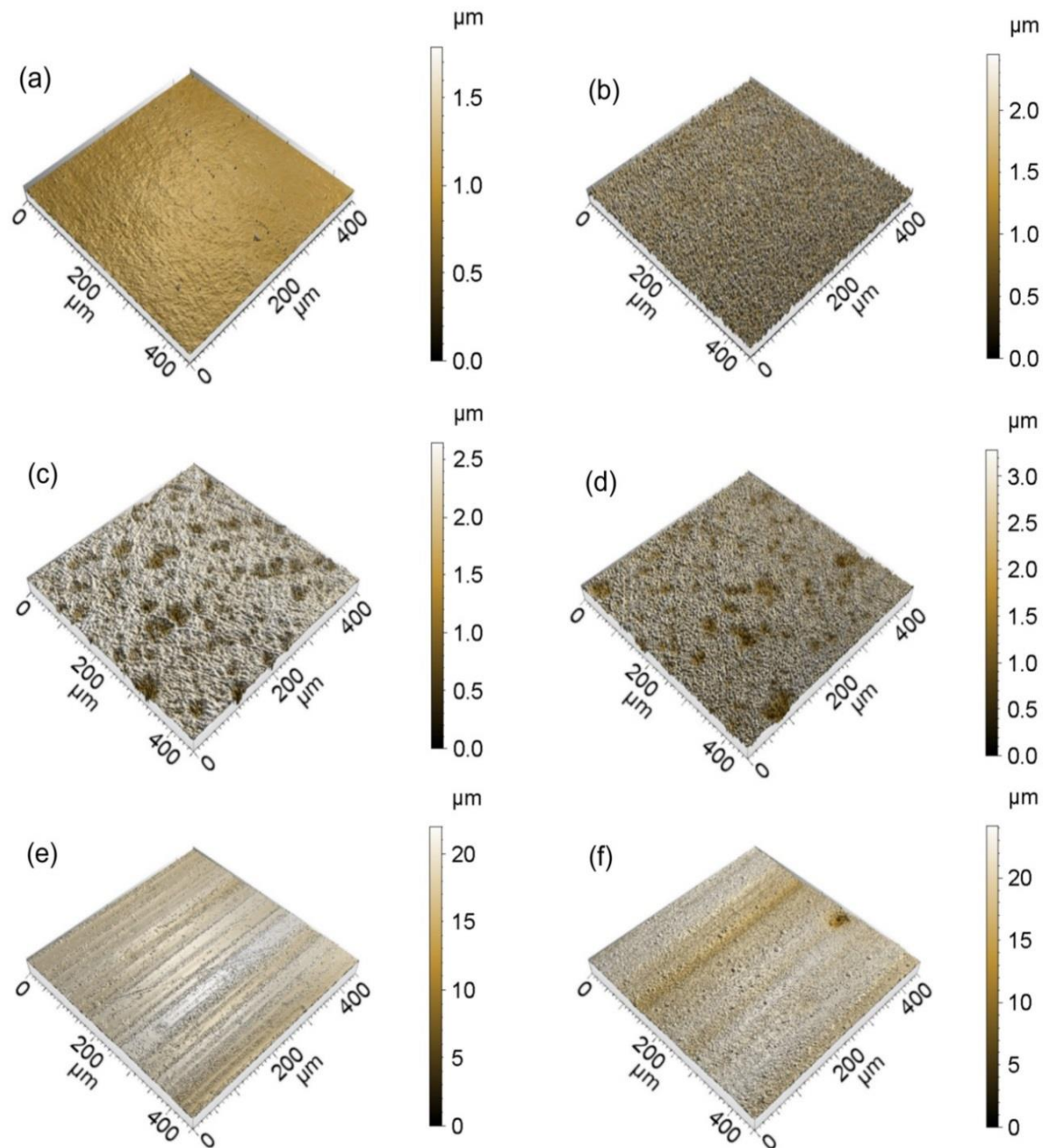


Figure IV.9. Images 3D reconstituées par profilométrie dans le cas de (a) PP non traité,

(b) PP traité, (c) PE non traité, (d) PE traité, (e) PVC non traité, et (f) PVC traité,

$V_{DBD} = 30 \text{ kV}$, $f = 800 \text{ Hz}$, forme d'onde de tension : carrée, temps d'exposition = 15 min.

Au cours de nos expériences, nous avons constaté que la surface des échantillons de PVC a partiellement fondue dans le cas d'une exposition prolongée. Ceci est dû au fait que la DBD fournit plus d'énergie lorsque le polymère traité est en PVC (figure IV.6). L'augmentation de la rugosité peut être saturée ou stoppée par l'augmentation de la température et une fusion partielle à la surface du polymère. Ce résultat confirme que la modification de la surface du matériau et la quantité d'énergie fournie dépendent également du type de polymère à traiter.

IV.3.3. Analyse par Spectroscopie FTIR

IV.3.3.1. Présentation du système de spectroscopie FTIR

La Spectroscopie FTIR « spectroscopie Infra-Rouge à Transformée de Fourier » est une méthode d'analyse des matériaux. Cette dernière peut fournir les informations suivantes :

- Identification des matériaux inconnus.
- Détermination de la quantité de composants dans un mélange.
- Détermination des liaisons chimiques d'un échantillon.

Dans la spectroscopie infrarouge, le rayonnement IR passe par un échantillon. Une partie du rayonnement infrarouge est absorbée par l'échantillon et une partie est transmise au travers ; le spectre résultant représente l'absorbance et la transmission d'onde par les molécules de l'échantillon, créant de ce fait une empreinte moléculaire de l'échantillon étudié, (figure IV.10). Donc, comme une empreinte digitale moléculaire unique, il ne peut y avoir deux structures moléculaires ayant le même spectre infrarouge. Cela fait que la spectroscopie infrarouge est très utile comme moyen d'indentification et d'analyse [180-181].

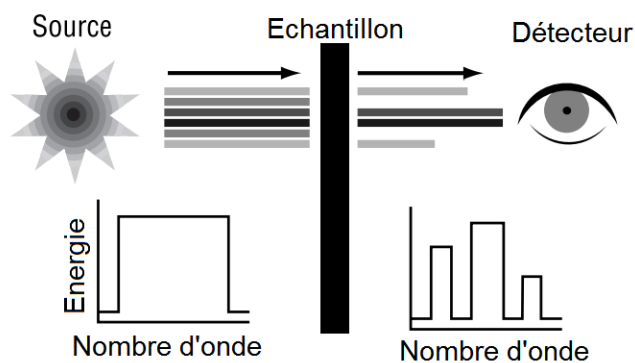


Figure IV.10. Principe de la spectroscopie infrarouge.

Afin d'analyser la composition chimique de la surface des polymères avant et après exposition au plasma DBD, nous avons utilisé un spectromètre infrarouge du modèle (Shimadzu FTIR IRAFINITY-1S miracle-10). Nous avons aussi effectué un test de reproductibilité et il s'est avéré que la mesure du spectre d'absorbance est reproductible sur l'ensemble de la zone traitée de chaque échantillon. Cependant, de petites variations peuvent être observées si les échantillons ont des historiques différents (zones exposé trop longtemps à l'air libre pendant le stockage ou bien au soleil...etc.).

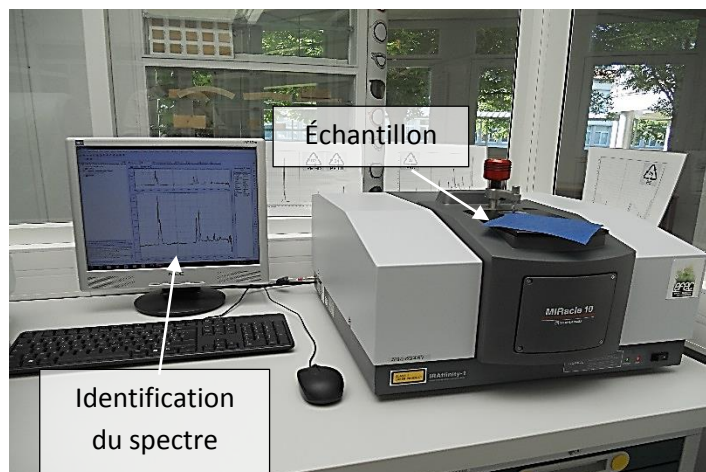


Figure IV.11. Photo du spectromètre infrarouge utilisé pour l'identification et l'étude des modifications chimiques des polymères traité par DBD. Espace de Formation à l'Eco-Conception (EFEC) IUT d'Angoulême.

IV.3.3.2. Résultats de l'analyse FTIR

La figure IV.12 montre qu'il y a eu un changement dans les spectres d'absorbance FTIR en fonction du temps d'exposition. En effet, en augmentant le temps d'exposition, de nouveaux pics ont émergé pour les trois types de polymères. Dans le cas de l'échantillon en PP, les pics à 1717 cm^{-1} et 1647 cm^{-1} correspondent aux vibrations d'élongation de la liaison de carbonyle $\text{C}=\text{O}$ et le large pic à 3178 cm^{-1} est attribué à la vibration de la liaison du groupe OH. Puisque l'oxygène est présent dans toutes les nouvelles liaisons, on peut conclure que le traitement par DBD a pour conséquence un greffage d'oxygène (de l'air) à la surface du polymère [21] [41]. Nous avons également observé les mêmes modifications pour l'échantillon de PE mais avec une plus petite amplitude d'absorbance.

Dans le cas du PVC, les mêmes modifications que le PP se sont produites, sauf que les échantillons non traités affichés déjà une absorption de carbonyle, la présence de la liaison de carbonyle $\text{C}=\text{O}$ dans les échantillons non traités peut être attribué à une oxydation partielle pendant la fabrication ou l'existence d'un plastifiant dans le polymère.

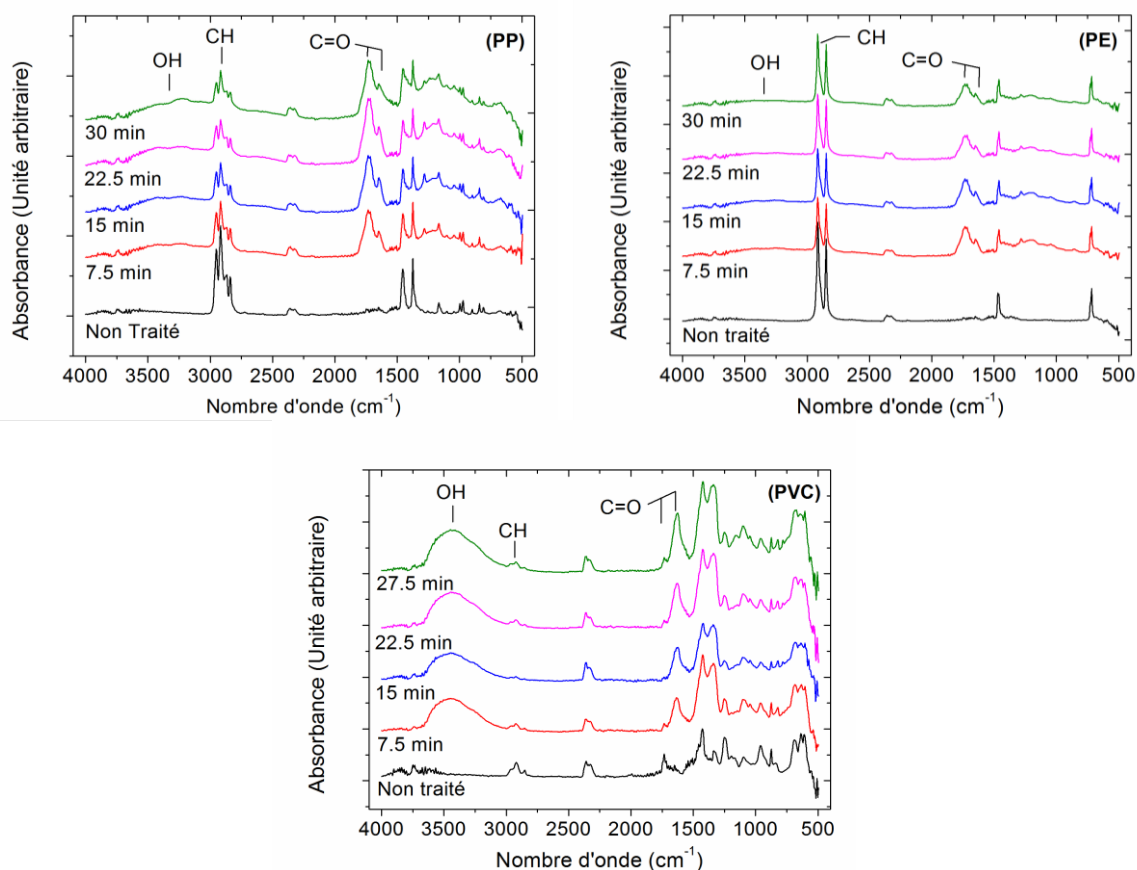


Figure IV.12. Evolution du spectre FTIR des polymères en fonction du temps d'exposition. Conditions : $V_{DBD} = 30$ kV, $f = 800$ Hz, forme d'onde de tension : carrée.

Les liaisons moléculaires typiques correspondantes aux bandes d'absorbance sont résumées avec leurs nombres d'ondes correspondant dans le tableau IV.1. Les résultats indiquent que l'augmentation du temps d'exposition pour les échantillons PP et PE est suivie d'une augmentation des pics d'absorbance des groupements C = O et OH, alors que ceux des liaisons CH (CH₃ asymétrique, CH₂ asymétrique, CH₃ symétrique et CH₂ symétrique) diminuent. Cela confirme aussi qu'il existe une gravure moléculaire conduisant à une substitution de l'hydrogène, naturellement présent dans la structure du polymère, avec de l'oxygène. L'émergence du groupe OH est aussi attribuée à de l'eau absorbée à la surface de l'échantillon. En fait, il est connu dans la plupart des cas que l'exposition au plasma rend la surface hydrophile, ce qui lui permet d'absorber la vapeur d'eau directement de l'air ou bien de la réaction chimique entre le plasma de la DBD et la surface de l'échantillon [182]. On remarque aussi que l'augmentation du pic d'absorbance du groupe (C = O) a une phase de saturation. La saturation est due à la gravure chimique de la surface qui tend ainsi à épuiser les groupes polaires greffés à la surface, en d'autres termes la saturation est due à un équilibre dynamique entre les deux processus de greffage et de gravure [162] [175] [182]. Le PVC est un cas

particulier en raison de sa sensibilité relative à la chaleur produite par la DBD (figure IV.6) et à la présence du groupe carbonyle dans les échantillons non traités, cela peut expliquer le léger écart des données de PVC par rapport aux résultats des autres polymères.

Tableau. IV. 1. Affectation des pics d'absorbance infrarouge [181].

Échantillons	Nombres d'ondes (cm ⁻¹)	Affectations
Polypropylène	1647 -1717	C = O Vibration d'élongation
	2953	CH3 Elongation asymétrique
	2916	CH2 Elongation asymétrique
	2876	CH3 Elongation symétrique
	2839	CH2 Elongation symétrique
	3190	OH Vibration d'élongation
Polyéthylène	1647 -1717	C = O Vibration d'élongation
	2911	CH2 Elongation asymétrique
	2846	CH2 Elongation symétrique
	3230	OH Vibration d'élongation
Chlorure de polyvinyle	1632 -1732	C = O Vibration d'élongation
	2961	CH3 Elongation asymétrique
	2919	CH2 Elongation asymétrique
	2854	CH2 Elongation symétrique
	3394	OH Vibration d'élongation

IV.3.4. Angle de contact

IV.3.4.1. Définition et présentation de la méthode

L'angle de contact ou angle de raccordement d'un liquide sur un solide est l'angle formé par la surface du solide avec la tangente à une goutte de ce liquide déposée sur ce solide et passant par le bord de la goutte. Si le liquide utilisé est de l'eau pure, l'angle de contact θ_c à l'équilibre quantifie la mouillabilité d'une surface solide par rapport à l'eau, en d'autre terme si l'angle de contact est faible, on dit que la surface est hydrophile, alors que si l'angle est élevé, la surface est hydrophobe [183].

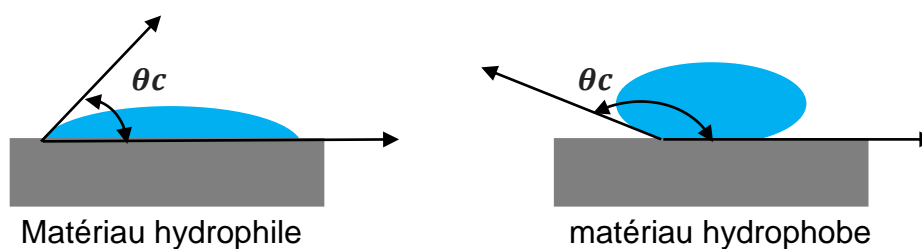


Figure IV.13. Évaluation de la mouillabilité par la mesure de l'angle de contact.

Afin d'étudier l'angle de contact, on utilise généralement le système présenté dans la figure IV.14. L'échantillon à tester est disposé sur une platine micrométrique qui permet de régler la position de l'échantillon en (x,y). Une seringue est utilisée avec un système de pression à vis afin de déposer la gouttelette d'eau distillée en quantités égales pour tous les tests, (figure IV.15).

Une caméra est disposée directement en face du système afin de générer les photos de la gouttelette déposée à la surface de l'échantillon étudié. Les photos sont examinées grâce à un logiciel d'analyse d'image disponible à l'EFEC d'Angoulême.

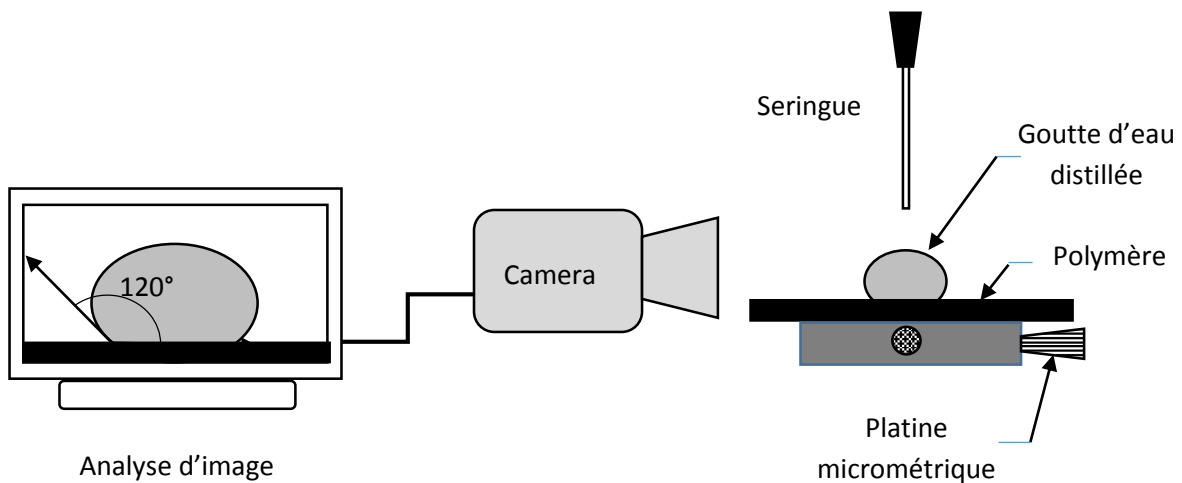


Figure IV.14. Méthode de mesure de l'angle de contact.

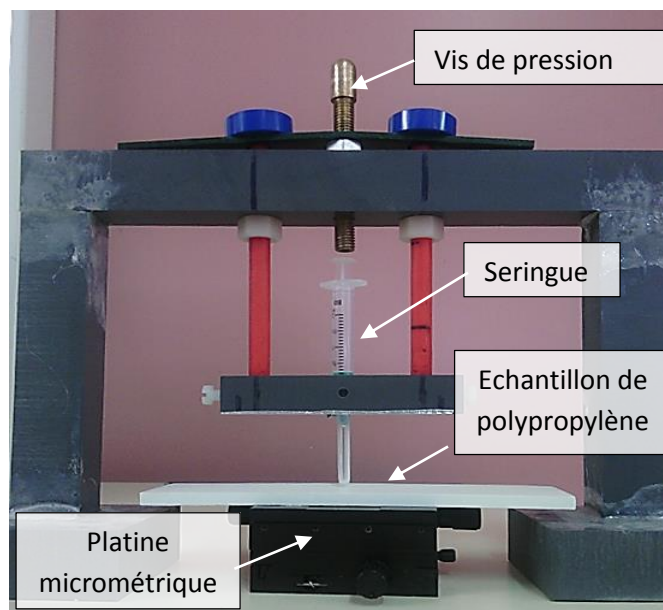


Figure IV.15. Système utilisé pour le de dépôt des gouttelettes d'eau.

La figure IV.16 ci-dessous montre un exemple de photo de goutte d'eau après examen avec le logiciel d'analyse d'image. Pour les tests nous avons répété les dépôts des gouttes trois fois sur différentes zones de l'échantillon. On remarque dans la photo à gauche que l'angle de contact est un peu élevé, c'est un cas d'échantillon moins hydrophile ; à droite nous avons le même échantillon après traitement par plasma de DBD, on voit bien que les gouttelettes adhèrent mieux et l'échantillon est devenu hydrophile, on dit que la mouillabilité de la surface a augmenté.

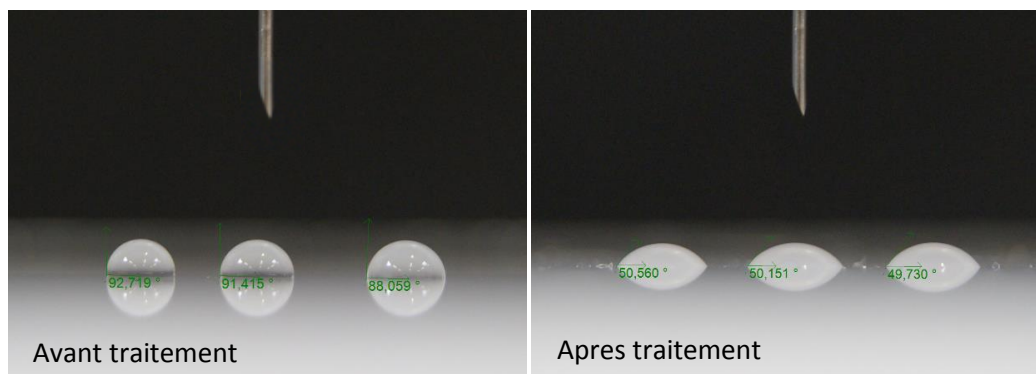


Figure IV.16. Photographies et analyse des images obtenues pour deux états de surfaces.

IV.3.4.2. Analyse des résultats de mesure

La figure IV.17 montre les changements dans l'angle de contact de l'eau en fonction du temps d'exposition à la DBD. On remarque que ce dernier diminue avec le temps d'exposition pour tous les trois types de polymères, cela signifie que de nouvelles fonctions hydrophiles (tel que celles liées à l'oxygène) ont bien été incorporés à la surface du polymère. Cette observation est en accord avec l'analyse FTIR, qui indique un greffage d'oxygène sur la surface des échantillons. Il semble aussi qu'il y a une saturation de la variation de l'angle de contact pour le PP et le PE vers environ 45 °, cela n'est pas le cas pour le PVC. La saturation est due à la gravure chimique qui tend à épuiser les espèces oxydées greffées en surface et qui sont responsables du comportement hydrophile du polymère. Ainsi, un équilibre dynamique entre les deux processus (gravure – greffage) est établi [31] [151] [157-160]. Notons également qu'il existe une petite différence dans le comportement de mouillabilité entre les trois polymères en raison de leurs différentes natures chimiques. Cela a été aussi observé et confirmé lors de l'étude de la rugosité et des spectres FTIR ; cependant on peut voir que l'angle de contact du PVC diminue de façon spectaculaire, cela revient au fait que dans le cas du traitement du PVC l'énergie fournie par la DBD est très élevée par rapport aux autres polymères (figure IV.6),

ainsi le phénomène d'augmentation de la mouillabilité semble accentué dans ce cas et n'a pas encore atteint la saturation.

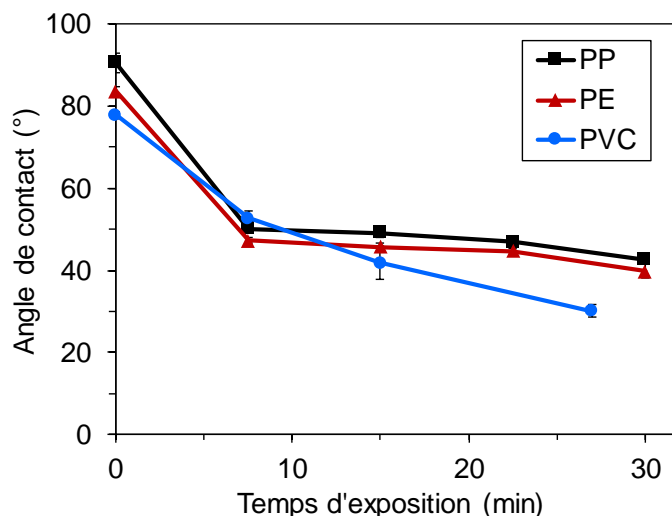


Figure IV.17. Évolution de l'angle de contact en fonction du temps d'exposition au plasma de DBD.

IV.3.5. Etude de la charge triboélectrique

IV.3.5.1. Dispositif d'étude de la charge triboélectrique

Les granules de polymère sont traités avec le plasma de DBD en quantité de 10 g, pour l'étude du chargement électrostatique, ils ont été placés dans un système de chargement triboélectrique. Ce système est composé d'un récipient de polypropylène en forme cylindrique de diamètre de 14 cm et d'une hauteur de 20 cm qui est placé sur une plaque vibrante d'un tamiseur électrique (modèle Retsch) ; Les granules obtiennent alors une charge électrostatique par friction avec les parois du récipient. Les dimensions du récipient sont suffisantes pour permettre la prédominance des impacts granules / parois. Nous avons réglé la durée de tribo-charge au moyen de la minuterie du système vibrant à 2 min.

Après chargement triboélectrique, les granules sont directement placés dans une cage de Faraday connecté à un électromètre (Keithley, modèle 6514) afin de mesurer la charge électrique acquise. Les mesures ont été répétées trois fois. L'air comprimé a été utilisé pour nettoyer le récipient en polypropylène et un neutralisateur électrostatique (modèle ELCOWA ECA 88 BS) a été utilisé entre chaque essai pour neutraliser les charges électrostatiques résiduelles.

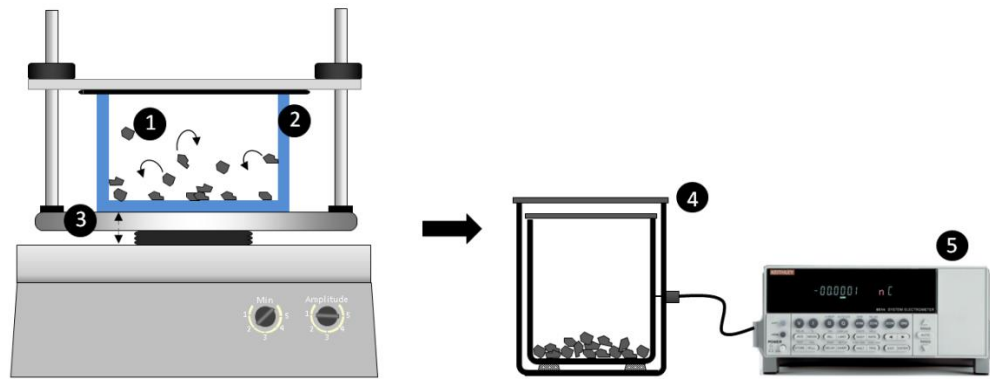


Figure IV.18. Installation d'étude de la charge triboélectrique. (1) granules traité par DBD, (2) Récipient en Polypropylène, (3) Plaque vibrante, (4) Cage de Faraday, (5) Electromètre.

IV.3.5.2 Résultats de mesure de la charge Triboélectrique

La figure IV.19 montre l'évolution de la charge triboélectrique des granules en fonction de leurs temps d'exposition à la DBD.

On remarque que l'exposition au plasma de DBD pour des courtes durées a considérablement amélioré la charge triboélectrique des granules, tandis que l'exposition pour de longues durées a eu un effet inverse, c'est-à-dire que le polymère ne pouvait plus être chargé par un effet triboélectrique et devenait antistatique. Cette observation est très intéressante car le traitement par DBD pour des temps courts peut être utilisé dans les applications où il est nécessaire d'améliorer la charge triboélectrique, comme dans le cas de la séparation électrostatique des déchets plastiques granulaires dans l'industrie du recyclage, alors que le traitement à longue durée peut être utilisé pour la protection contre le risque électrostatique puisque le polymère traité devient antistatique [184-186].

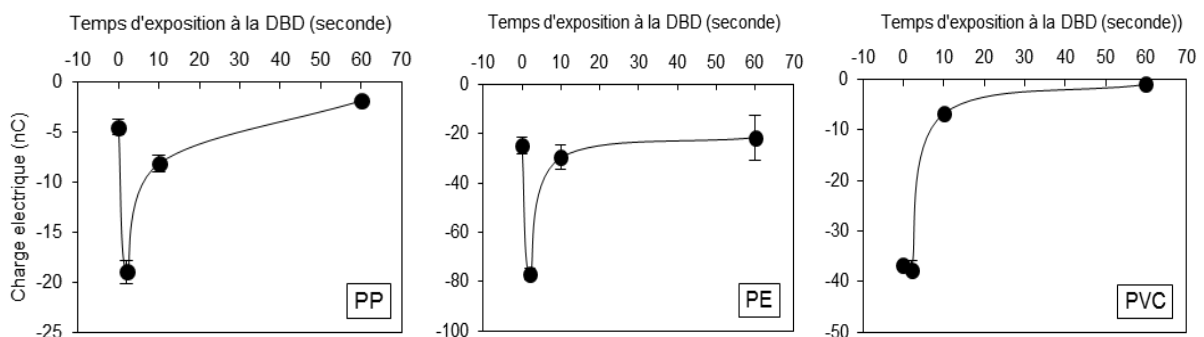


Figure IV.19. Evolution de la Tribo-charge des granules en fonction du temps d'exposition à la DBD.

L'explication de ce comportement est liée à deux phénomènes engendrés par l'exposition au plasma. Le premier est l'augmentation de la rugosité de surface de l'échantillon et le deuxième est l'augmentation du caractère hydrophile (mouillabilité) dû au greffage d'oxygène dans la structure surfacique du polymère, figures IV.8, IV.12 et IV.17. En effet, pour une courte durée d'exposition à la DBD, l'augmentation de la rugosité aide à créer des points de charge à la surface du polymère ; cette observation s'explique par le fait que l'augmentation de la rugosité fait augmenter le nombre de pics (points de contact) à la surface des granules. Selon Neagoe *et al.* [187], le contact entre les surfaces de deux objets s'effectue généralement au niveau d'un certain nombre de points de contact qui dépendent de la rugosité des surfaces en question. Après un déplacement des deux objets, les points de contact cèdent la place à d'autres points ; plus les points de contact sont nombreux (surface plus rugueuse), plus la charge triboélectrique acquise est élevée et uniforme. D'autre part, l'augmentation de la mouillabilité devient très prépondérante pour le traitement à longue durée. Cela entraîne une augmentation de la conductivité de la surface des granules par absorption d'humidité (ceci a été confirmé par la présence de la liaison du groupe OH (tableau IV.1). Par conséquent, au fur et à mesure que le temps d'exposition à la DBD augmente, la surface des granules devient de plus en plus conductrice et ne pourra plus garder la charge par frottement. Ainsi, il sera très difficile ou impossible de charger par frottement les granules traités pendant de longues périodes, même si leur rugosité a également augmentée.

Ce double aspect du traitement DBD dans l'air peut expliquer la contradiction dans les travaux de Murata *et al* [172] et Changqi *et al* [173]. En effet Murata *et al* ont traité le polystyrène pendant une très courte durée dans leur système d'injection de poudre (avec un débit de $4 \times 10^{-4} \text{ m}^3 / \text{min}$) avant de l'envoyer au chargeur triboélectrique. En faisant cela, ils ont amélioré considérablement la charge par frottement. Au contraire, Chongqi *et al* ont diminué la capacité de chargement triboélectrique en traitant le polystyrène pour une durée de 20 s, cela fait la différence par rapport aux travaux de Murata *et al*.

Les données de la figure IV.19 montrent aussi que la charge acquise par les granules de PP non traitées (à $t = 0$) est très faible. Ceci est normal puisque le récipient est également en PP. D'autre part, après avoir exposé les granules de PP à la DBD pour des temps très courts, la charge acquise a été multipliée par un facteur de 4. Cette observation confirme la capacité remarquable de la DBD à modifier l'état de surface des polymères et son comportement électrostatique.

Le cas du PVC est un peu différent ; il n'y a qu'une légère variation de la charge triboélectrique pour les courtes durées d'exposition à la DBD. Ceci est dû au fait que les échantillons d'étude de PVC contiennent déjà au départ des traces de groupe polaire de carbonyle (présence de trace d'oxygène) et que la surface a déjà un caractère partiellement hydrophile et plus conducteur que les autres polymères, cela explique pourquoi il n'y a pas beaucoup de différence entre la charge triboélectrique acquise pour les échantillons exposés à courtes durées et les non-traités. Pour de longues durées de traitement DBD, il y a une diminution significative de la charge triboélectrique. Ceci est dû au fait que l'énergie fournie par le système DBD dans le cas du traitement du PVC est trop élevée (figure IV.6), cette dernière fait que la mouillabilité de la surface de l'échantillon de PVC et l'accroissement de la conductivité de surface sont très prononcés dans ce cas par rapport au polypropylène et au polyéthylène (figure IV.17), cela a rendu l'échantillon quasiment impossible à charger par la méthode triboélectrique.

IV.6. Application du traitement par plasma de DBD à la séparation électrostatique

Le but était de ressortir le potentiel d'application du traitement de surface dans le domaine de la séparation électrostatique. Pour cela nous avons utilisé un séparateur électrostatique à chute libre (figure IV.20 et figure IV.21). Ce dernier est disponible à l'IUT d'Angoulême et sert dans les travaux de recherches pour la séparation des matériaux plastiques en mélange binaire (isolant – isolant) [188-192].

L'un des défis rencontrés par l'équipe de recherche à l'IUT est la séparation du mélange binaire (PP-PE). D'après leurs travaux la difficulté réside dans le fait que ces deux types de polymères sont très proches dans la série triboélectrique et possèdent aussi des caractéristiques très similaires d'où une séparation difficile.

C'est dans cette optique que nos tests ont été réalisés, en d'autres termes nous voulions savoir si une modification de surface des granules de polymères aura un impact ou bien pourra améliorer le processus de séparation de ces deux matériaux. Ces derniers sont des matériaux plastiques qu'on retrouve beaucoup dans les déchets ménagers et constituent aussi un enjeu très important dans le domaine de l'industrie de recyclage.

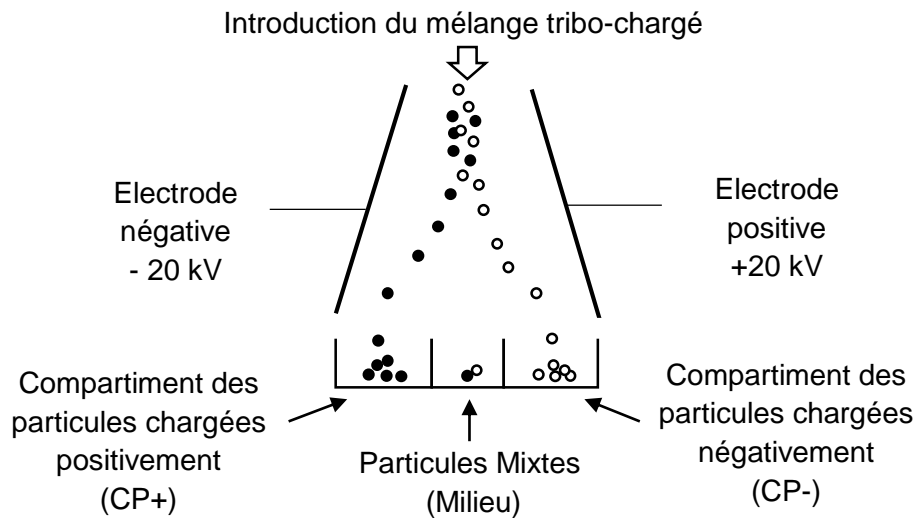


Figure IV.20. Schéma de principe du fonctionnement du séparateur à chute libre.



Figure IV.21. Séparateur à chute libre utilisé dans les expériences – IUT d'Angoulême.

L'organigramme de la figure IV.22 présente la méthode et la procédure que nous avons suivie pour l'étude de l'effet du traitement par plasma de DBD sur la séparation électrostatique du mélange binaire.

Les tests ont été répétés plusieurs fois avec les paramètres de références suivants :

- Temps de traitement DBD : Variable (3 sec, 10 sec, 60 sec).
- Différence de potentiel aux bornes du séparateur : 40kV

- Temps de chargement triboélectrique : 2 min
- Récipient de chargement triboélectrique : Inox
- Masse du mélange binaire introduite dans le séparateur : 20g (10g de PP + 10g de PE)
- Conditions atmosphérique : 20°C – 67% HR

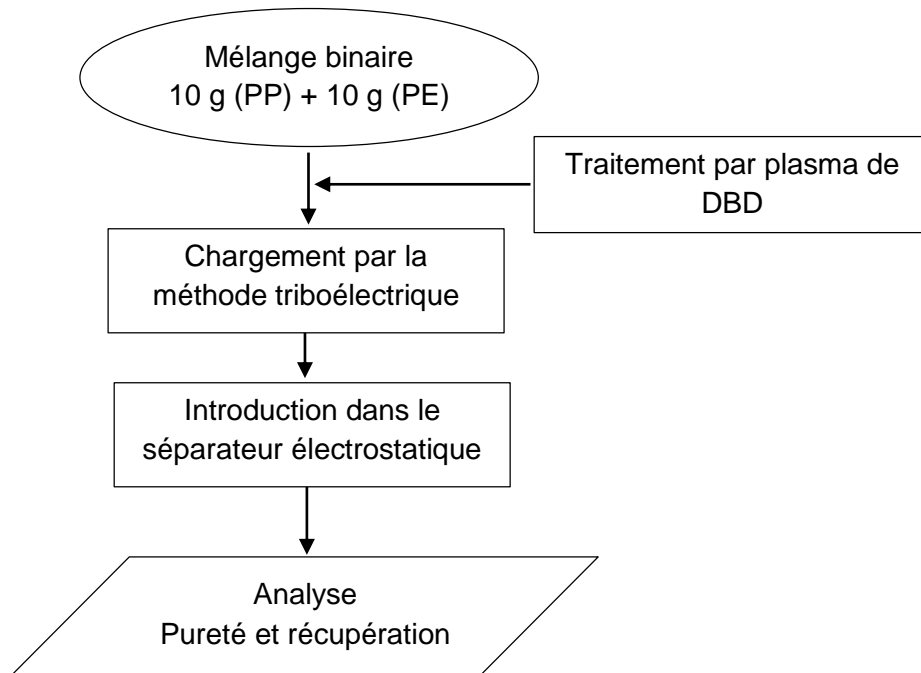


Figure IV.22. Procédure d'étude de l'intégration du traitement de surface dans la séparation électrostatique.

Après chaque essais de traitement / séparation, nous avons calculé la pureté et la récupération pour chaque compartiment, les résultats obtenus sont présentés dans la figure IV.23.

La pureté est calculée comme suit [193-197] :

$$\text{Pureté (\%)} = \frac{m_{ic}}{m_{tc}} \mathbf{100} \quad (\text{IV.1})$$

$$\text{Récupération (\%)} = \frac{m_{ic}}{m_{it}} \mathbf{100} \quad (\text{IV.2})$$

Où :

m_{ic} : Masse du produit i collecté dans le compartiment qui lui est réservé.

m_{tc} : Masse totale collecté dans ce compartiment.

m_{it} : Masse totale du produit i introduite dans le séparateur.

D'après la figure IV.23 (a) « cas non traité », on perçoit très bien pourquoi la séparation de ce mélange n'est pas satisfaisante, d'après la récupération seulement 50 % du PP a été séparé alors que l'autre 50 % est encore mélangé au PE dans le compartiment du milieu.

Par contre pour les mélanges traités pour 3 secondes et 10 secondes, (figure IV.23 (b) et (c)) on remarque que non seulement la récupération a été améliorée (80 % pour PP et 98 % pour le PE) mais aussi que la pureté chevauche les 100% dans les deux compartiments. On note aussi un autre fait très intéressant à propos du produit mixte, en effet, on remarque que dans les deux cas, le mixte est composé essentiellement de PP, autrement dit le mixte est devenu très pure. cela peut être expliqué par l'amélioration de la charge triboélectrique dû au traitement ; effectivement, le PE est bien attiré vers le compartiment qui lui est réservé et ne tombe plus dans celui du milieu ; alors que le PP est tellement bien chargé qu'on soupçonne que non seulement, il tombe dans le compartiment qui lui est réservé mais il percute aussi l'électrode haute tension dans son parcours. C'est la raison pour laquelle on trouve du PP dans le compartiment du milieu avec une pureté très élevé aux alentours de 98%.

Lorsque l'on augmente de temps de traitement à 60 secondes (figure IV.23 (d)), on voit que la quantité de mixte augmente considérablement et la séparation devient dans ce cas mauvaise. Cela s'explique par le fait que le traitement par plasma de DBD pour de longues durées fait augmenter la mouillabilité à la surface des granules, cette mouillabilité rend les granules hydrophiles, ces derniers vont se comporté alors comme des conducteurs, ainsi le chargement par la méthode triboélectrique sera très difficile ou voir même impossible. C'est la raison pour laquelle la récupération est médiocre dans ce cas et la totalité des granules tombent directement à chute libre dans le compartiment du milieu.

Grace à ce travail nous avons pu évaluer le potentiel et les perspectives très prometteuses d'intégration du traitement de surface dans la séparation électrostatique. Le traitement par DBD à courte durée pourra être intégré avant la chaîne de chargement triboélectrique dans l'industrie afin d'améliorer la charge électrique des produits à recycler. Il pourra aussi être intégrer à la sortie du séparateur afin de traiter les produits séparés et de leurs conféré un pouvoir antistatique neutralisateur et éviter ainsi le risque électrostatique dans le milieu industriel.

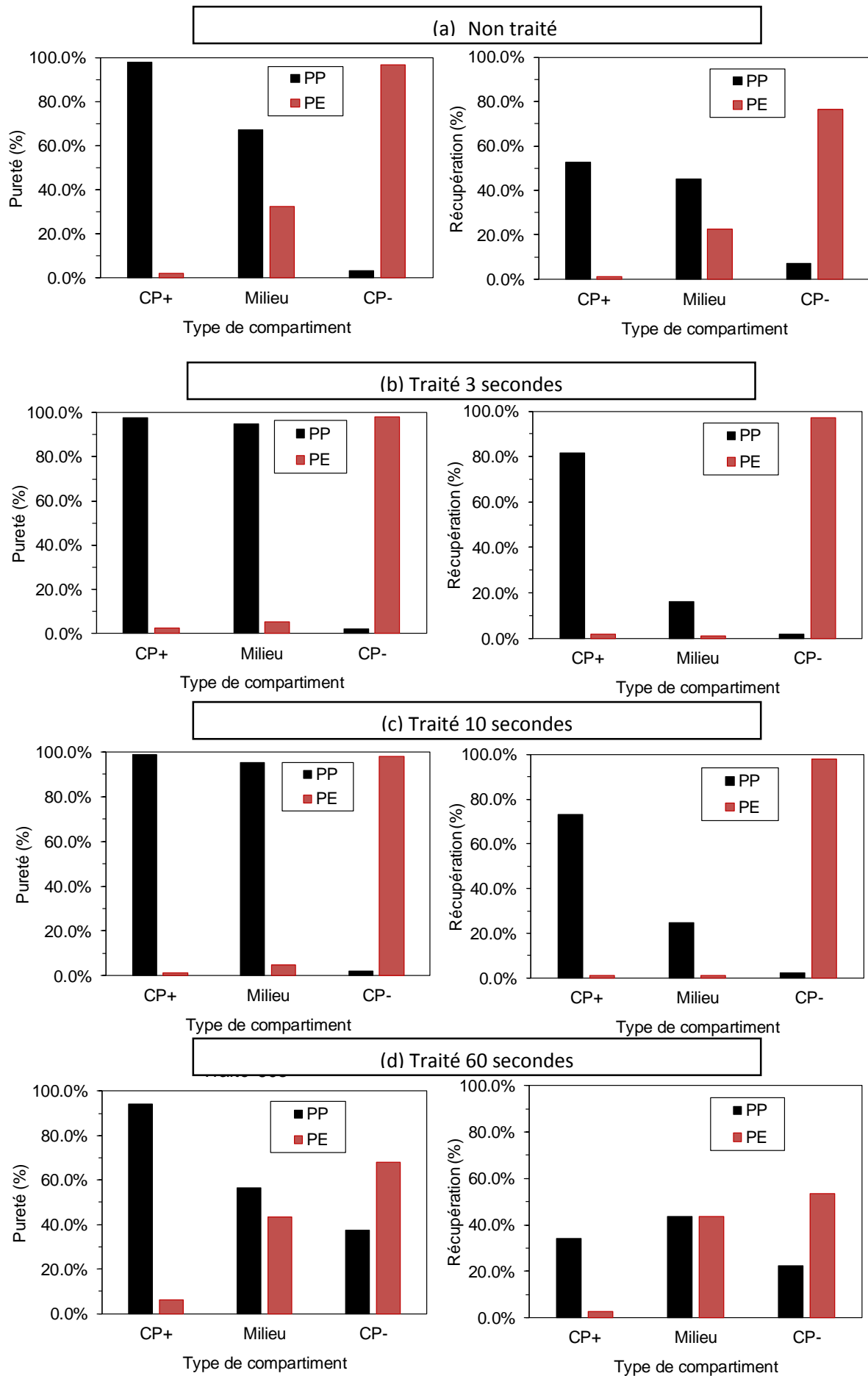


Figure IV.23. Effet du temps de traitement par la DBD sur la séparation électrostatique du mélange PP-PE.

IV.7. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons présenté les résultats des études expérimentales effectuées sur le traitement des polymères par plasma de DBD. L'objectif principal était d'évaluer les changements de surface qui se sont produits aux niveaux morphologique et chimique et cela dans le but d'expliquer les changements dans les propriétés tribo-électriques pour les trois types de polymères (PP, PE et PVC). Nous avons choisi le temps d'exposition au plasma comme paramètre de l'étude. Les principaux résultats de ce travail peuvent être résumés comme suit :

1. L'énergie fournie par le plasma de DBD varie en fonction du type de l'échantillon. En effet, comme l'échantillon à traiter est inséré dans l'espace inter-électrodes, il se comporte aussi comme une barrière diélectrique et influence son propre traitement au plasma.
2. Après exposition au plasma de DBD, la rugosité de la surface augmente par un effet de gravure pour tous les types de polymères et avec des taux différents. Cependant, le changement de rugosité peut être stoppé par l'augmentation de la température et la fusion partielle de la surface, comme dans le cas du PVC.
3. L'analyse FTIR a montré que l'exposition au plasma de DBD dans l'air entraîne une dissociation des liaisons (C-H) et un greffage d'oxygène en formant des fonctions polaires (C=O) à la surface des polymères. Cette modification est responsable de l'augmentation de la mouillabilité des échantillons, cela a été également vérifié avec la mesure de l'angle de contact. L'absorption de l'humidité a été confirmée par la présence du large pic de la liaison OH dans tous les polymères traités.
4. L'effet du traitement du polymère par DBD dans l'air peut se résumer par un changement de rugosité (augmentation des points de contact) et un changement de mouillabilité (augmentation de la conductivité de surface). Cette combinaison de changements influence le comportement du polymère traité lors de la charge triboélectrique. Autrement dit, la rugosité permet d'augmenter le nombre de points de contact à la surface des polymères et ainsi la capacité de le charger par voie triboélectrique, tandis que la mouillabilité opère dans le sens contraire en augmentant la conductivité de surface des polymères et par conséquent aide à accélérer la dispersion et la perte de la charge triboélectrique.

5. L'exposition au plasma de la DBD agit de deux façons sur la charge triboélectrique des polymères. Pour un traitement de courte durée, la charge est améliorée tandis que pour un traitement de longue durée, la charge triboélectrique diminue ou devient même impossible.

6. L'intégration du procédé de traitement par plasma dans le secteur de l'industrie de recyclage semble très prometteuse. L'ajout d'un système à DBD ou les déchets vont être traités par un transit rapide avant la tribo-électrisation peut être aisément réalisé sans altération du procédé de séparation. Le système de prétraitement pourra aussi être utilisé avec des réglages de paramètres appropriés afin de neutraliser les produits de la séparation pour la protection contre le risque électrostatique.

Les études de la modification de surface et des propriétés électrostatiques doivent se poursuivre afin de mieux appréhender la nature des changements induits et leurs interactions avec les phénomènes de chargement triboélectrique.

D'autres recherches sont prévues pour évaluer l'effet du traitement DBD afin d'améliorer le système à DBD. Ainsi, plusieurs autres facteurs doivent être pris en considération, tels que la régulation de l'énergie électrique du plasma selon le type de polymère à traiter.

CHAPITRE V

APPLICATION DU TRAITEMENT PAR DBD AU CHARGEMENT ELECTROSTATIQUE DES MÉDIAS FILTRANTS



L'émir Abdelkader (1808 Algérie – 1883 Syrie)

Fondateur de l'état Algérien moderne, homme politique et chef militaire Algérien, également écrivain et poète, philosophe et théologien, soufi, humaniste et exégète

Ne demandez jamais quelle est l'origine d'un homme interrogez plutôt sa vie, son courage, ses qualités et vous saurez ce qu'il est. Si l'eau puisée dans une rivière est saine, agréable et douce, c'est qu'elle vient d'une source pure.

Chapitre V

APPLICATION DU TRAITEMENT PAR DBD AU CHARGEMENT ELECTROSTATIQUE DES MÉDIAS FILTRANTS

V.1. Introduction

Les médias filtrants non tissés se présentent sous la forme d'une nappe ou voile de fibres enchevêtrées et possèdent un énorme potentiel d'application dans l'industrie automobile et aéronautique. Ils sont aussi utilisés pour diverses applications d'isolation et de protection dans l'industrie électrique ainsi que dans le domaine médical.

Afin d'améliorer les performances et la durée de vie des médias filtrants ils sont chargés électro-statiquement par le dépôt de charge par effet couronne [80] [92].

Les charges électrostatiques piégées dans les fibres du média filtrant renforcent d'avantage l'efficacité du filtre et permettent l'attraction et la collecte des particules plus fines que celle collectées par les filtres mécaniques [82-84].

Le traitement par plasma est une méthode récente utilisée pour modifier la structure et les propriétés de surface des polymères [59] [91]. Dans ce chapitre nous nous intéressons à l'étude du chargement électrostatique de voiles en polypropylène après que ces derniers aient été exposés à un plasma de décharge à barrière diélectrique.

Cette étude a été faite en se basant sur :

L'acquisition des courbes de déclin de potentiel à la surface d'échantillon de voile traité et non traité par plasma de DBD.

Le relevé des caractéristiques électriques (Courant / Tension) de la décharge couronne en présence de voile traité et non traité par plasma.

V.2. Banc de charge des médias filtrants

L'installation expérimentale, disponible à l'Institut Universitaire de Technologie d'Angoulême permet le chargement des médias non tissés par décharge couronne ainsi que leur caractérisation, cette dernière est effectuée en utilisant principalement la mesure sans contact du potentiel de surface. Il s'agit d'une configuration très répandue dans les études de déclin de potentiel où l'une des surfaces de l'isolant est chargée puis laissée libre. Le média non tissé, en contact avec une plaque métallique liée à la terre est porté par un chariot solide à un tapis roulant et qui se déplace pour transférer l'échantillon, une fois qu'il est soumis à une décharge couronne, vers le poste de mesure. Un moteur électrique à courant continu entraîne le tapis à une vitesse réglable. Le positionnement de l'échantillon sous l'électrode couronne et sous la sonde est réalisé à l'aide d'une commande électromécanique (figure V.1 et V.2) [80].

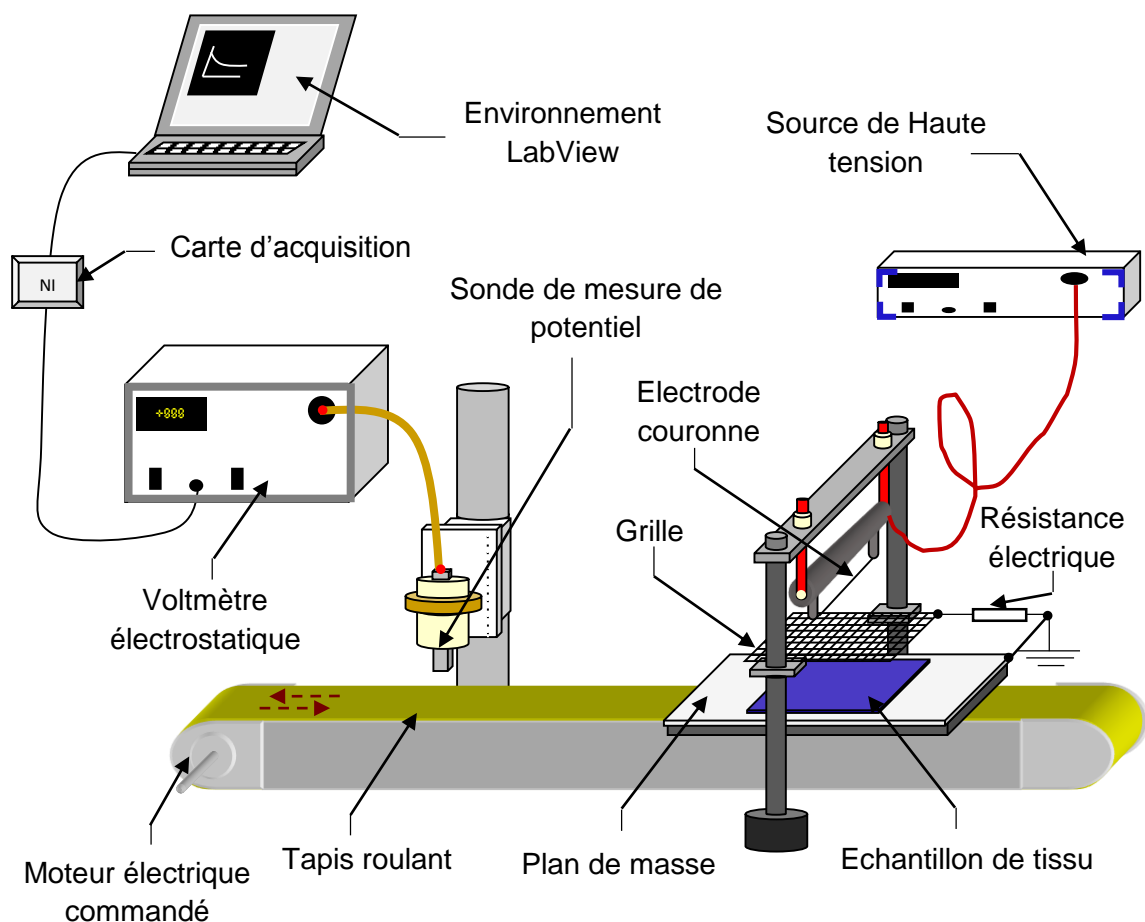


Figure V.01. Banc de charge et de caractérisation par la mesure de potentiel de surface.

$$R = 100 \text{ M}\Omega$$

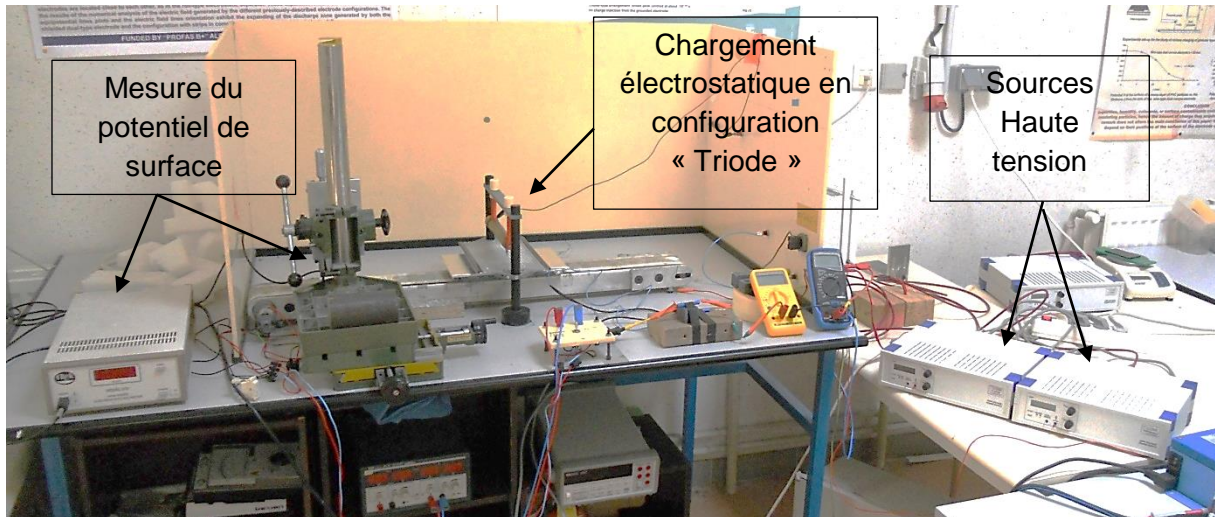


Figure V.02. Photographie du dispositif expérimental.

V.3. Problématique du choix de l'échantillon

Dans ce travail le but est d'étudier le comportement de la charge électrostatique déposée par effet couronne sur la surface des médias en utilisant la mesure du déclin de potentiel. Le premier objectif est d'apporter une contribution aux travaux réalisés précédemment dans ce domaine à l'IUT d'Angoulême, le deuxième objectif fait appel au traitement et à la modification de surface par plasma, dès lors la question fondamentale que nous nous sommes posés est : est-ce que la modification de la surface des médias non tissés par exposition au plasma aura un impact sur le comportement de la charge déposée par effet couronne ? Et si la réponse est affirmative : est-ce que ce changement contribue à améliorer et à maintenir la charge ou bien provoque-t-il un effet contraire et indésirable ?

Lors des essais préliminaires, un facteur très important a été constaté, en effet la nature et le type de tissus se sont avérés comme des paramètres très délicats, car on s'est rendu compte que les tissus disponibles dans le laboratoire n'ont pas les mêmes caractéristiques malgré leurs apparences visuelles similaires. De plus, les échantillons originaires de la même portion de tissus présentent aussi des différences ; ces dernières sont dues au fait que ces médias sont constitués de fibres entassés de manière aléatoire, ce qui explique le caractère anisotrope des échantillons et la non homogénéité du tissu en matière de densité de fibre. Le gros défis auquel notre travail de recherche a dû faire face est d'assurer une crédibilité aux essais, ce besoin se fait sentir de plus en plus lors des essais de traitement des échantillons de tissus par plasma, car il fallait disposer d'un ensemble d'échantillons possédant des caractéristiques similaires ou comparables ; de ce raisonnement découlent une question spécifique : Comment éliminer les

effets dues à l'anisotropie des échantillons ? Comment choisir les échantillons de tissus sachant qu'il y a des échantillons dont la charge reste stable pendant que pour d'autre elle se dissipe rapidement ? Enfin, comment peut-on améliorer la charge des tissus par la modification par plasma ?

V.3.1. Choix de l'échantillon

Les échantillons de tissus utilisés dans les travaux décrits ci-dessous sont des non tissés en polypropylène de forme carrée (15 cm × 15 cm), ces derniers ont été positionnés sur l'électrode de masse de sorte que la mesure de potentiel soit toujours faite au même point central de l'échantillon. La configuration adoptée est la configuration triode. Ce choix est dû au fait que le chargement électrostatique du média filtrant se fait d'une manière homogène dans la configuration triode, ce qui n'est pas le cas dans la configuration duale (voir chapitre I).

La figure V.03 montre une comparaison entre les différentes courbes de déclin de potentiel des échantillons de tissus non tissés disponibles à l'institut PPRIME - IUT d'Angoulême, ces échantillons sont tous issus de blouses médicales du groupe « Segetex Medical Product ». Ces derniers ont tous été chargés par une tension de grille de 1kV. On remarque que le déclin de potentiel est fonction du type de l'échantillon et ces derniers peuvent être classés en deux groupes, les bons échantillons : ce sont ceux avec un déclin moins rapide (e4 – e5 – e6) et les mauvais échantillons sont ceux avec un déclin rapide de la charge (e3 – e1 – e2 – e7).

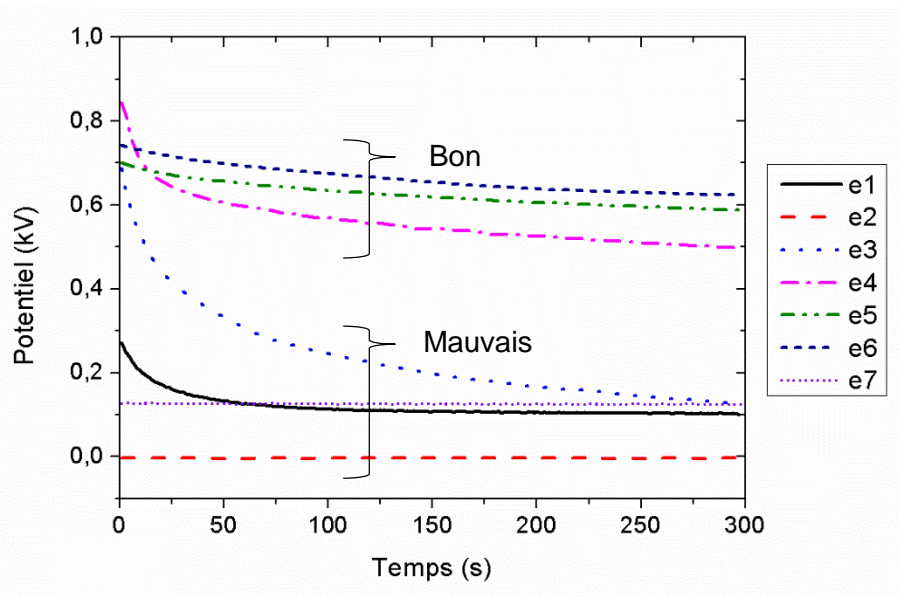









Figure V.03. Courbe de déclin de potentiel pour différents types d'échantillons de voile de tissu. $RH = 56,3\%$ - $T = 25,4\text{ }^{\circ}\text{C}$.

Le tableau V.1 représente les principales caractéristiques des voiles de tissus étudiés. On remarque que les échantillons qui possèdent une épaisseur et un diamètre de fibre plus grand sont parmi les bons échantillons, c'est-à-dire qu'ils gardent mieux la charge électrostatique. Cela peut être expliqué par le fait que la capacité de l'échantillon à garder la charge est d'autant plus élevée si l'échantillon est de plus en plus dense (produit $e \times d$ plus élevée).

Tableau V.1. Caractéristiques des échantillons des voiles.

Echantillons	Epaisseur e (mm)	Diamètre de fibre d (mm)	Produit $e \times d$
e1 	0.2	0.022	0.0044
e2 	0.18	0.026	0.00468
e3 	0.17	0.018	0.00306
e4 	0.27	0.027	0.00729
e5 	0.24	0.026	0.00624
e6 	0.25	0.029	0.00725
e7 	0.18	0.033	0.00594

Le choix du type de tissus pour les expériences qui suivent est tombé sur l'échantillon $e4$. Cela revient au fait qu'il est classé parmi les bons échantillons en raison de son déclin typiques, son potentiel initiales qui est proche du potentiel de la grille de la triode et sa disponibilité en bonne quantité pour les tests.

V.4. Influence de la densité de fibre

Vu que les échantillons de tissus présentent une anisotropie au niveau de la densité de fibres, l'étude de l'influence de cette dernière sur la distribution du potentiel à la surface du média s'est avérée indispensable [198]. L'étude permet d'avoir une vue globale sur la manière avec laquelle se distribue et se comporte la charge à la surface du tissu en corrélation avec la densité de ses fibres.

Pour cela un échantillon de voile du type *e4* a été chargé avec une tension de grille de 1kV en mode dynamique, c'est-à-dire que l'échantillon passe sous la grille portée à 1kV avec la vitesse du tapis roulant (2 m / min), puis une cartographie du potentiel de surface de l'échantillon a été effectuée.

Pour avoir la cartographie du potentiel à la surface de l'échantillon de tissu, ce dernier a été divisé en 13 lignes fictives espacées de 1 cm ; chaque ligne a été balayée par la sonde électrostatique grâce à son mouvement perpendiculaire (axe y) et grâce au mouvement de l'échantillon de tissus sur le tapis roulant (axe x) (figure V.04). Le balayage a été effectué en plusieurs fois pour la même ligne avec un temps d'espacement de 60 s. Cette méthode a permis d'extraire des données de profil et de déclin de potentiel pour chaque ligne. Le balayage a été toujours effectué dans la même direction. L'opération de chargement de tissus et de balayage a été répété pour chaque ligne et un prétraitement des données a permis de reconstitué la cartographie du potentiel en 2D à la surface de l'échantillon.

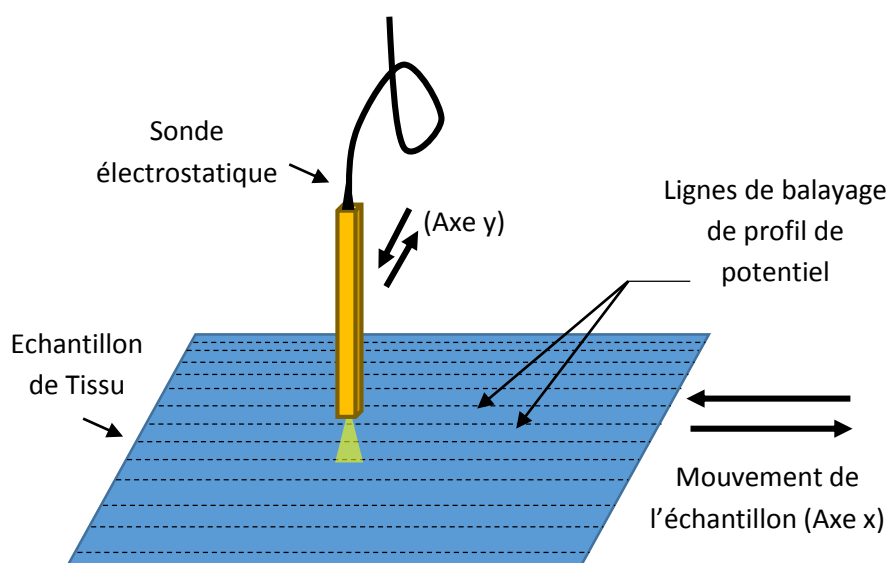


Figure V.04. Méthode de cartographie de potentiel électrique à la surface du tissu.

Afin d'étudier la distribution et la densité des fibres de l'échantillon de tissu on a procédé de deux manières. La première méthode consiste à photographier l'échantillon en le fixant au-dessus d'une plaque de verre diffuseur de lumière ; la source de lumière est disposée en dessous, (figure V.05). La photographie en négatif permet d'obtenir une image de l'échantillon avec une bonne visibilité des fibres et leurs densités (figure V.6 (a)).

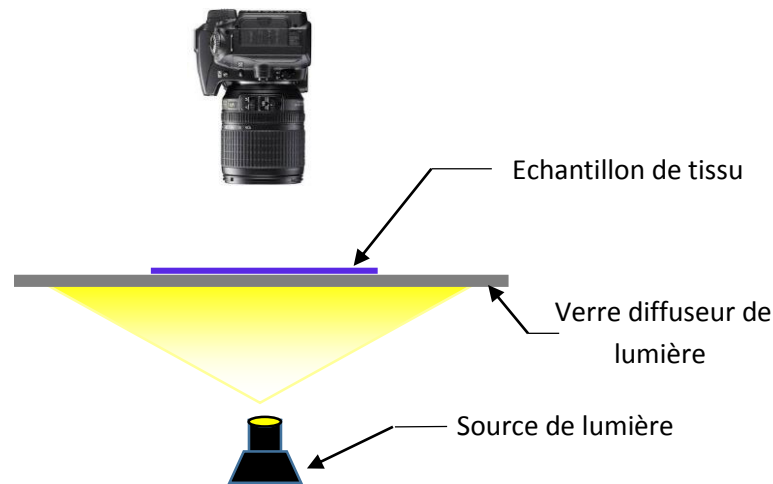


Figure V.05. Méthode de photographie de l'échantillon de tissu.

La deuxième méthode a été effectuée à la fin des tests et consiste à chauffer l'échantillon de l'étude dans un four à 40 °C, puis de le photographier sur une plaque métallique froide à l'aide d'une caméra infrarouge. L'idée repose sur le fait qu'après chauffage de l'échantillon, les zones où les fibres sont présentes en grandes quantités vont émettre une lumière infrarouge alors que les zones où les fibres sont absentes ne vont émettre aucune lumière. Grâce à ce principe on a pu reconstituer une deuxième image de l'échantillon où les zones les plus chaudes (zone blanches) sont les plus denses en fibre alors que les zones froides (zone en bleu foncé) sont les moins denses, (figure V.6 (b)).

La figure ci-dessous montre une comparaison entre les deux distributions de densité de fibre du tissu étudié figure V.6 (a) et (b) ainsi que la cartographie du potentiel de surface après reconstitution figure V.6 (c). On peut distinguer déjà que les zones à grande densité de fibre possèdent un potentiel élevé (de l'ordre de 0,7 kV) par rapport aux zones moins denses (de l'ordre de 0,3 kV).

Ce constat confirme le caractère anisotrope des échantillons et la difficulté à choisir un bon échantillon pour les expériences, car on voit clairement que même si les échantillons de l'étude sont issus de la même source ils peuvent présenter des différences considérables lors de la

mesure du potentiel de surface. L'opération du choix et de l'étude du potentiel de surface s'avère très délicate et doit prendre en considération ce caractère anisotrope ou le minimiser en choisissant des échantillons le moins anisotrope que possible.

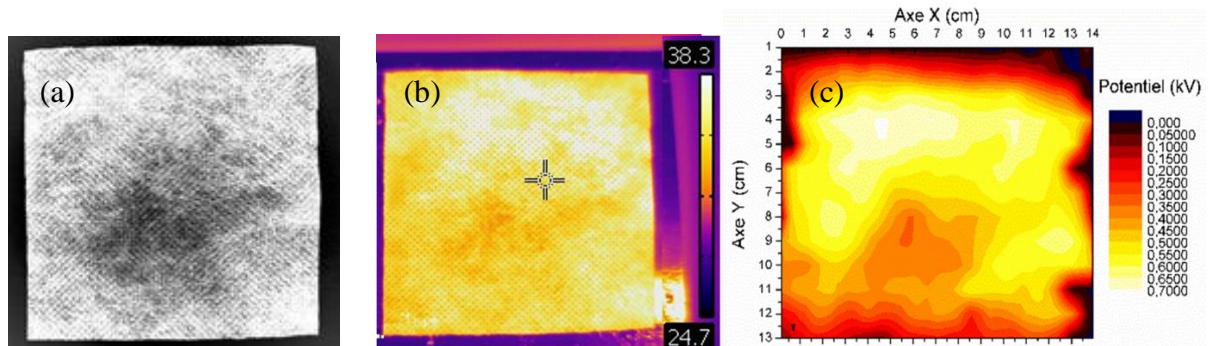


Figure V.06. Corrélation entre la densité de fibre et le potentiel de surface. (a) Photo en négatif du tissu éclairé en dessous. (b) Image thermique infrarouge du tissu après chauffage au four à 40°C. (c) Distribution du potentiel électrique après chargement avec un potentiel de grille de 1kV.

La figure V.07 présente le résultat de l'évolution de la cartographie du potentiel électrique de l'échantillon dans le temps. L'intervalle de temps d'espacement entre chaque carte est de 60 s. D'après ces figures, on peut voir que le potentiel électrique est très faible dans les bords de l'échantillon, cela revient au fait que les bords sont très proches de la masse et la relaxation des charges électriques par conduction surfacique est très rapide dans ce cas.

On remarque aussi que les zones à haute densité de fibre sont mieux chargées mais tendent à se décharger rapidement alors que les zones moins denses qui sont moins chargées semblent garder leurs charges plus longtemps. Ce constat peut être expliqué par le processus de relaxation rapide de charge par injection dans le volume du média filtrant (voir les mécanismes de déclin de potentiel au chapitre I), ce phénomène a lieu quand le potentiel de surface est élevé. Cela explique aussi pourquoi les zones mieux chargées se déchargent rapidement alors que les zones moins chargées tendent à se décharger très lentement. Ce phénomène est appelé aussi « Cross over » qui signifie « Croisement », cette appellation revient au fait que si on relève les courbes de déclin de potentiel, on va obtenir un croisement entre les courbes de déclin pour les différents niveaux de potentiel initial [199-200].

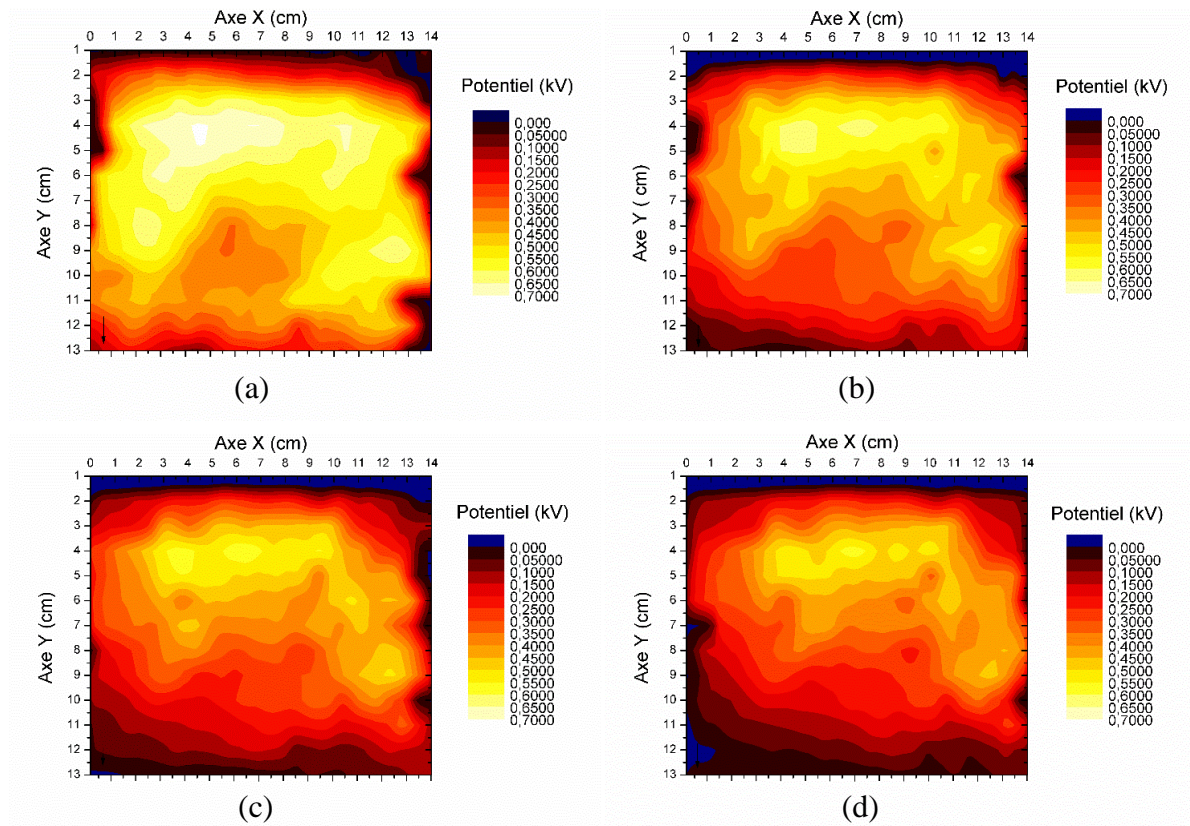


Figure V.07. Cartographie du déclin de potentiel de surface du tissu. Potentiel de grille 1kV.
 (a) Potentiel initiale. (b) Potentiel après 60s. (c) Potentiel après 120s. (d) Potentiel après 180s.

$$RH = 40,7 \% - T = 27,6 \text{ } ^\circ\text{C}$$

V.5. Effet de l'empilement de tissus

Les courbes de déclin de potentiel ont été réalisées par la mesure du potentiel au point centrale de l'échantillon. Afin de voir l'effet de l'épaisseur de l'échantillon sur le déclin de potentiel, nous avons utilisé un empilement d'échantillon de voile de tissu du même type *e4*.

L'échantillon a été chargé en mode statique par la configuration triode avec une tension de grille de 1 kV et un temps de chargement de 10 s.

La figure V.08 présente la variation du déclin de potentiel pour trois épaisseurs (1 voile, un empilement de 2 voiles et un autre de 3 voiles).

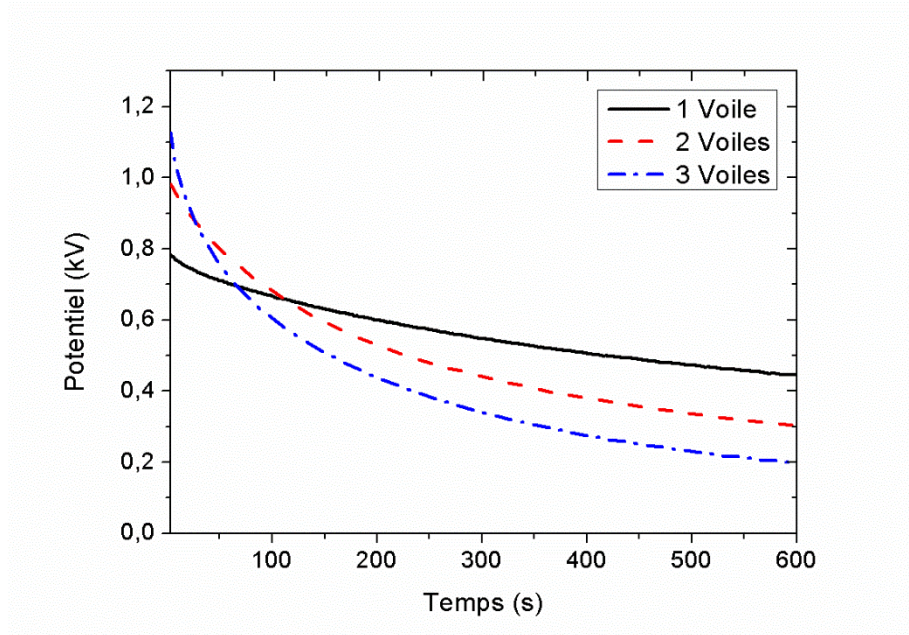


Figure V.08. Evolution du déclin de potentiel en fonction de l'épaisseur de l'échantillon.

Paramètres : Tension de grille $V_g = 1\text{kV}$, $I_g = 10\ \mu\text{A}$, $R_g = 100\ \text{M}\Omega$. Temps de charge $T_c = 10\ \text{s}$. $RH = 40,2\ \%$ - $T = 22,3\ \text{°C}$.

D'après cette figure on remarque que le potentiel initial croît en fonction du nombre de voiles empilés, c'est-à-dire que ce dernier augmente avec l'épaisseur et peut même dépasser le potentiel de la grille $V_g = 1\text{kV}$ (le cas de 03 voiles). Ce phénomène revient au fait que le matériau fibreux non tissé se comporte aussi comme une capacité lors de l'accumulation des charges. En effet, on sait que la capacité formée entre la surface de charge de l'échantillon de tissu et la plaque mise à la terre est donnée par la formule suivante :

$$C = \frac{\varepsilon \cdot S}{e} \quad (\text{V.1})$$

Le potentiel de surface de l'échantillon est donnée par :

$$V = \frac{Q}{C} \quad (\text{V.2})$$

Avec :

C : Capacité de l'ensemble (surface de tissu / volume du tissu / plaque mise à la terre).

ε : Permittivité de l'échantillon de tissu.

S : surface de l'échantillon.

e : épaisseur de l'échantillon.

Q : charge électrique déposée sur la surface de l'échantillon.

V : potentiel électrique à la surface de l'échantillon.

Quand l'épaisseur de l'échantillon de tissu augmente, elle provoque une diminution de la capacité C , voir l'équation V.1. Par conséquent, à quantité constante de charge déposée Q , on aura une augmentation du potentiel à la surface de l'échantillon. Ce potentiel peut ainsi dépasser la tension de l'électrode de grille.

Pour plus de détail, une simulation du potentiel électrique a été réalisée à l'aide de l'outil « Comsol multiphysics ». Pour cela nous avons comparé le potentiel à la surface de deux échantillons en polypropylène sur lesquels on a déposé la même quantité de charge électrique surfacique. La densité surfacique de charge électrique a été prise constante et égale à ce qui est généralement accepté comme la densité de charge surfacique maximale admissible dans l'air, selon les travaux de *Tabti* [80] cette valeur est aux alentours de $27 \mu\text{C}/\text{m}^2$.

La simulation a été faite pour un échantillon posé sur le plan de masse et un autre constitué de trois échantillons empilés tel que montré dans la figure ci-dessous :

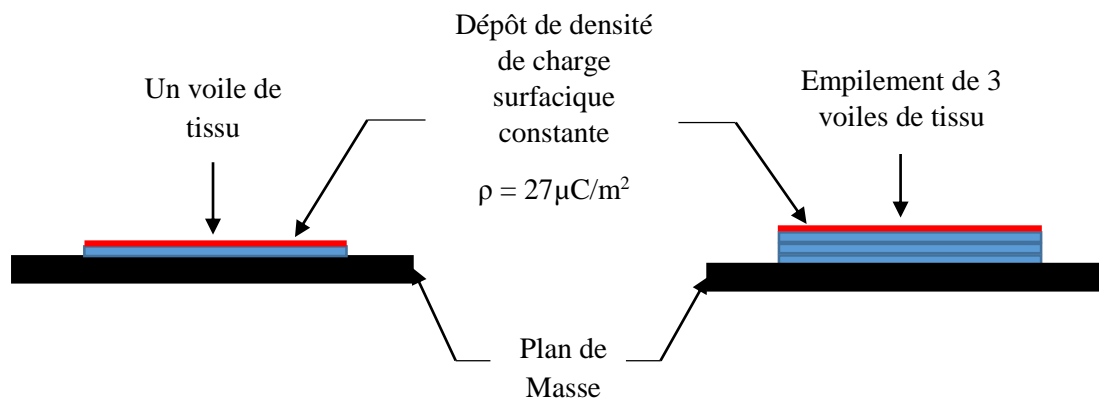


Figure V.09. Disposition du tissu utilisé pour la simulation du potentiel de surface.

La figure V.10 montre le résultat de simulation du profil de potentiel à la surface des deux types d'échantillons. On remarque que dans le cas d'un seul voile, le potentiel au milieu de l'échantillon atteint une valeur de 800V , ce qui est très proche du potentiel initial réel voir figure V.8. Par contre le potentiel au milieu de l'échantillon constitué de trois voiles empilés atteint presque les 2kV . Ce qui confirme l'effet de l'épaisseur sur le potentiel de surface. On remarque aussi que le potentiel de simulation est très élevé par rapport au potentiel initial réel dans la figure V.8. Ceci peut être expliqué par le phénomène de « croisement » ou « cross over », c'est-

à-dire que si un échantillon est chargé avec une tension élevée, le déclin de potentiel sera très rapide par rapport à un échantillon chargé avec un potentiel moins élevé. C'est la raison pour laquelle on ne voit pas ce potentiel initial dans la figure V.8, en effet, l'échantillon n'est pas transféré instantanément par le tapis roulant du banc de charge vers le banc de mesure et le vrai potentiel initial n'est pas enregistré.

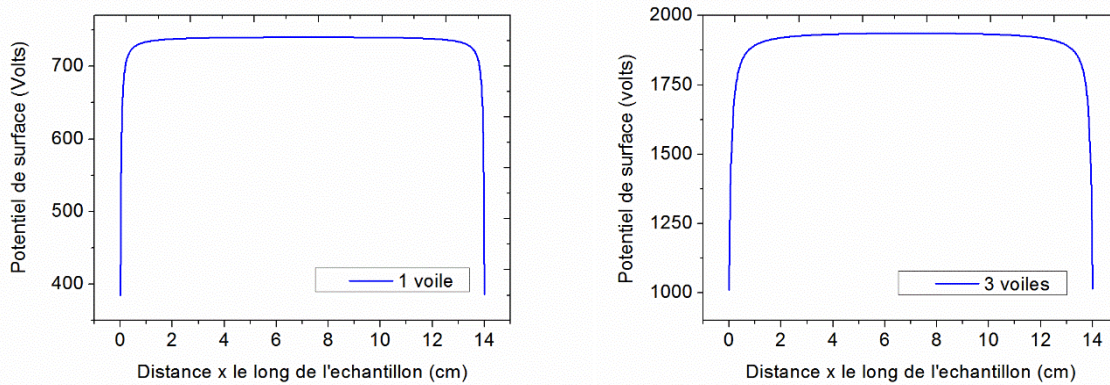


Figure V.10. Résultat de simulation du profil de potentiel à densité de charge constante.

V.6. Effet des dimensions de voile

L'étude des dimensions de voile de tissu s'est avéré aussi très importante dans le choix et l'étude du chargement de l'échantillon de tissu. En effet, des questions primordiales se posent pour la suite des expériences : Quel sont les dimensions des échantillons les mieux conformes aux expériences ? Est-ce que l'utilisation d'échantillons de dimensions relativement différentes affecte les mesures de déclin de potentiel ? Étant donné que le chargement électrostatique industriel est effectué sur des tissus de grandes dimensions, qu'elle est la corrélation entre dimension et potentiel de surface.

Un échantillon du type *e4* a été utilisé aussi pendant toute l'expérience de cette étude. Les dimensions de l'échantillon ont été réduites par découpage des bords. La mesure de potentiel a été faite au même point central durant toutes les expériences.

La figure V.11 présente la variation du déclin de potentiel pour trois dimensions de l'échantillon *e4*.

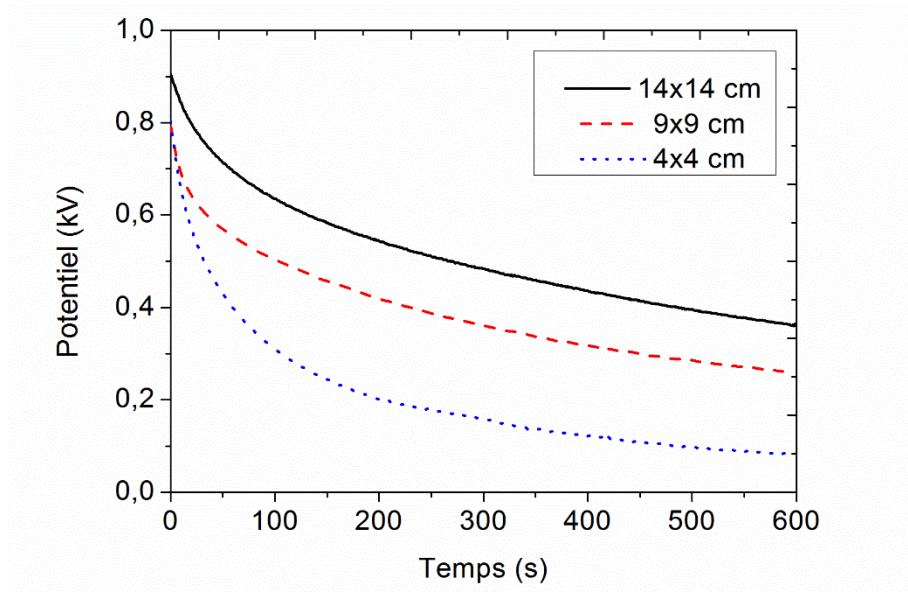


Figure V.11. Déclin de potentiel en fonction des dimensions de l'échantillon. Conditions : temps de charge : 10 s, $RH = 38,2\%$ - $T = 24,3\text{ °C}$.

D'après cette figure, on constate que la diminution des dimensions de l'échantillon résulte en une augmentation de la vitesse du déclin. Le potentiel initial enregistré par la sonde dans le cas d'un échantillon de faible dimension est inférieur à celui d'un échantillon de grande dimension car le potentiel n'est pas mesuré instantanément après la charge (temps de transfert par le tapis roulant)

Afin de ressortir la dynamique du déclin, nous avons calculé et tracé la première dérivée du potentiel dV/dt par rapport au temps. La figure V.12 représente la vitesse du déclin pour les trois dimensions, elle est de signe négatif en raison du décroissement du potentiel de surface des échantillons en fonction du temps.

Nous remarquons que la vitesse du déclin est très élevée quand les dimensions de l'échantillon sont petites. Ce comportement revient au fait qu'au fur et à mesure qu'on réduit les dimensions de l'échantillon par découpage, la surface de ce dernier diminue, le plan de masse devient de plus en plus proche du point centrale de mesure et la relaxation ainsi que l'écoulement des charges vers le plan de masse par conduction de surface deviennent très prépondérants.

Donc, on peut conclure que les échantillons à petites dimensions ne gardent pas la charge aussi bien que ceux à grandes dimensions.

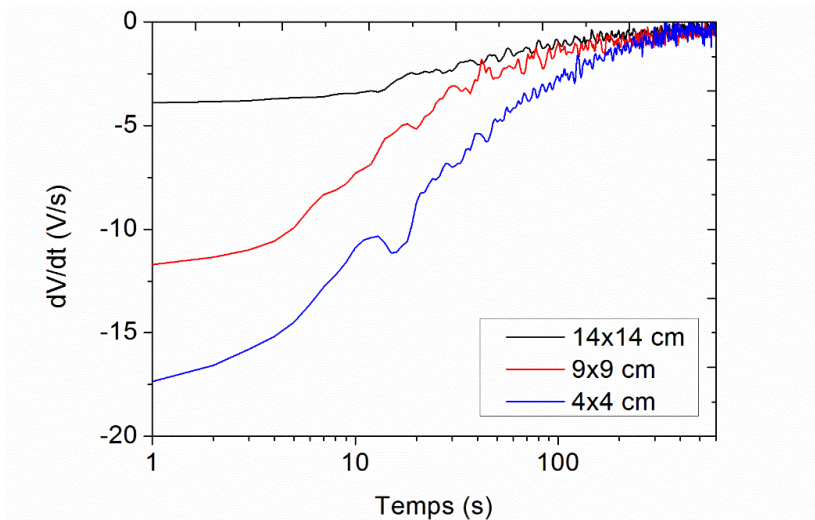


Figure V.12. Vitesse du déclin de potentiel en fonction des dimensions de l'échantillon.

V.7. Effet de la tension de la grille

Nous avons voulu ressortir l'effet de la tension de la grille et celui de la polarité pour un échantillon du type *e4* et de dimension 14 cm × 14 cm. Ainsi nous avons relevé les courbes de déclin pour différents niveaux de potentiel de grille, (figure V.13).

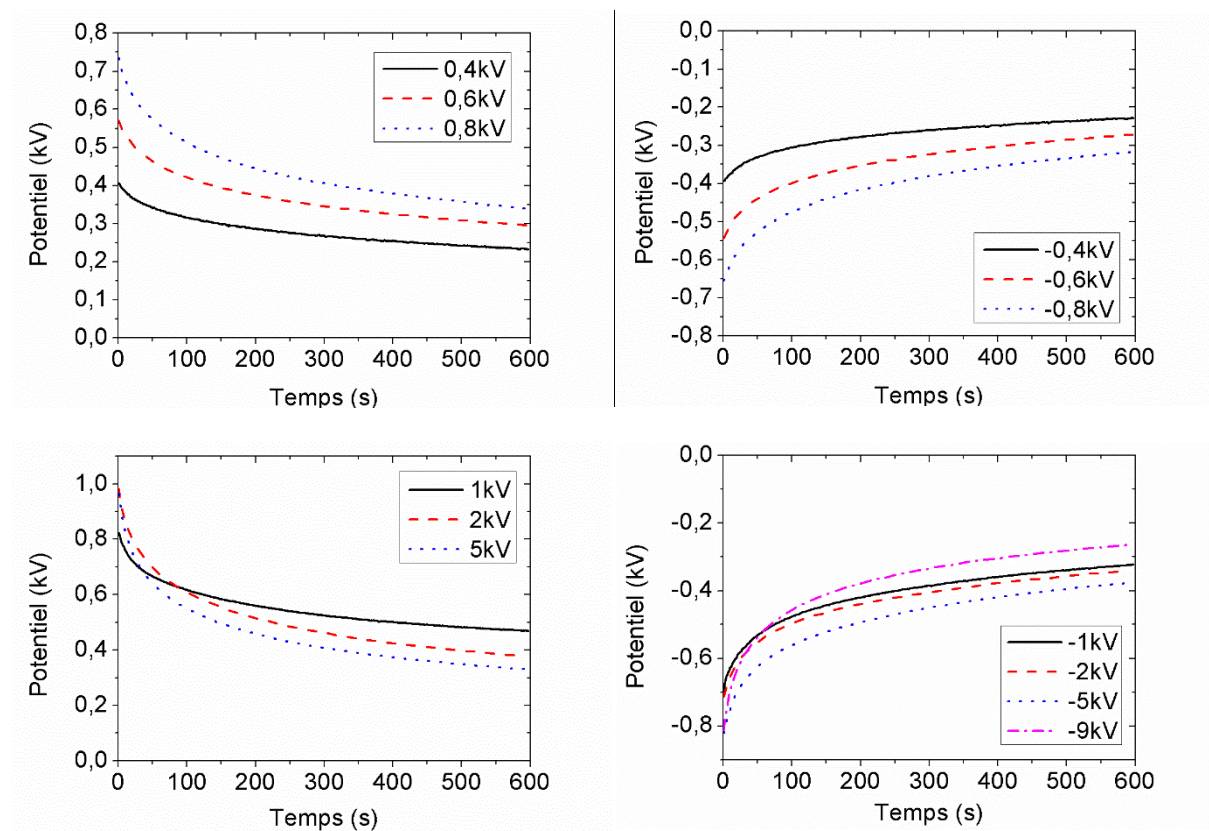


Figure V.13. Déclin de potentiel en fonction de la tension de la grille et de la polarité.

Conditions : Temps de chargement = 10 s. $RH = 51,8 \%$ - $T = 26,1 \text{ }^\circ\text{C}$.

D'après ces figures, on remarque que le déclin reste très stable pour des tensions de grille inférieure à 1kV en polarité positive et inférieure à 5kV en la polarité négative. Par contre, au-delà de ces valeurs, le phénomène de « cross over / croisement » surgit et la vitesse du déclin devient très rapide d'où le croisement des courbes de déclin, cela est due principalement à une injection massive de charge dans le volume de l'échantillon ce qui conduit à une diminution rapide du potentiel de surface.

La figure V.14 montre la variation du potentiel initial et celui à $t = 600$ s (dernier point de mesure dans la figure V.13) en fonction de la tension de la grille. On remarque que le potentiel initial en polarité positive et celui en polarité négative possèdent presque les mêmes allures ; les potentiels initiaux dans les deux cas de polarité ne croissent pas indéfiniment en fonction de la tension de la grille et ils possèdent une valeur de saturation. On remarque aussi que le potentiel initial en polarité positive est nettement supérieur à celui en polarité négative, cependant le potentiel où $t = 600$ s est presque le même pour les deux cas de polarités. Cela revient au fait que le déclin en polarité positive est si rapide que le potentiel a pu atteindre à $t = 600$ s presque les mêmes valeurs du potentiel en polarité négative.

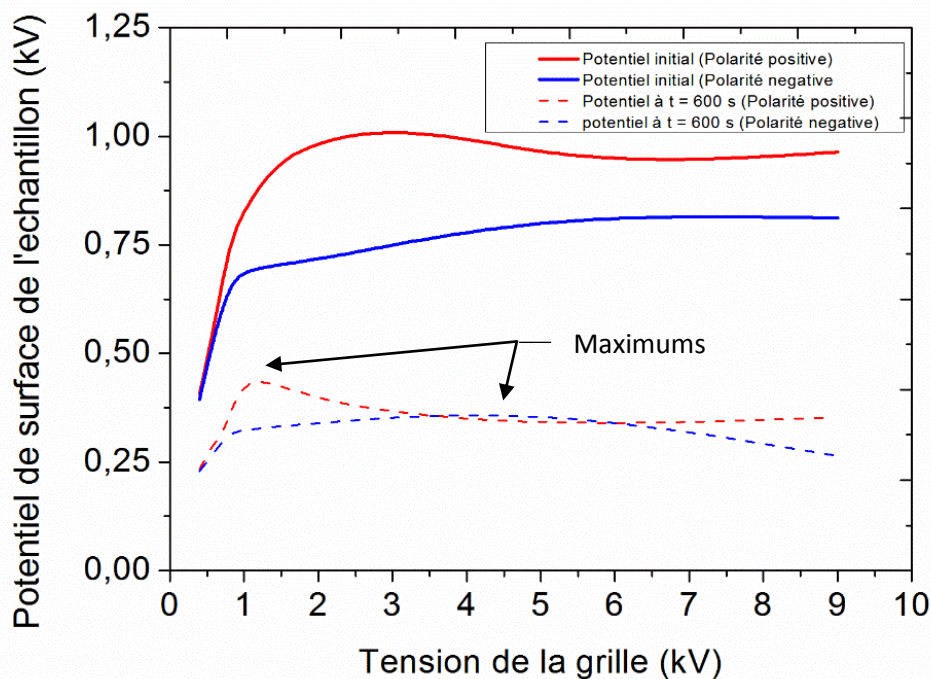


Figure V.14. Potentiels initiaux et ceux à $t = 600$ s en fonction de la tension de la grille.

Une autre particularité de la polarité se reflète sur le phénomène de « croisement ». Ce dernier peut être localisé par la présence d'un maximum dans les courbes de l'évolution des

potentiels de surface à $t = 600$ s, (figure V.14). Effectivement, à $t = 600$ s on distingue clairement le maximum de potentiel pour les deux polarités, celui de la polarité positive est localisé aux alentours d'une tension de grille de 1 kV, tandis que celui de la polarité négative (qui est un pic large) est localisé aux alentours de 5 kV. On peut déduire que le phénomène de « croisement » surgit pour une faible tension de grille en polarité positive, alors que pour la polarité négative il apparait pour des tensions de grille très élevées et dans quelques situations, il est totalement absent. Cela constitue un avantage lors du chargement en polarité négative.

V.8. Effet du temps de chargement

Le but de ce test est d'évaluer l'effet du temps de chargement sur le déclin de potentiel. La figure V.15 montre la variation du déclin de potentiel pour un intervalle d'étude de temps de chargement allant de 10 s à 120 s. On remarque que l'augmentation du temps de chargement fait augmenter légèrement la valeur du potentiel initiale et diminue la vitesse du déclin, cela revient au fait que nous avons consolidé d'avantage le dépôt de charge à la surface de l'échantillon pour les temps de chargement longs ; toutefois la charge est limitée par le potentiel de la grille et ne peut être améliorée d'avantage. On note ainsi qu'il n'y a aucune manifestation de l'effet « croisement ». Au temps de mesure $t = 300$ s, la différence entre le potentiel de surface de l'échantillon chargé pendant 10 s et celui de 120 s est aux alentours de 100 V seulement, une augmentation du temps de chargement pour avoir un gain de potentiel de quelques centaines de volts n'est pas intéressante pour le secteur industrielle.

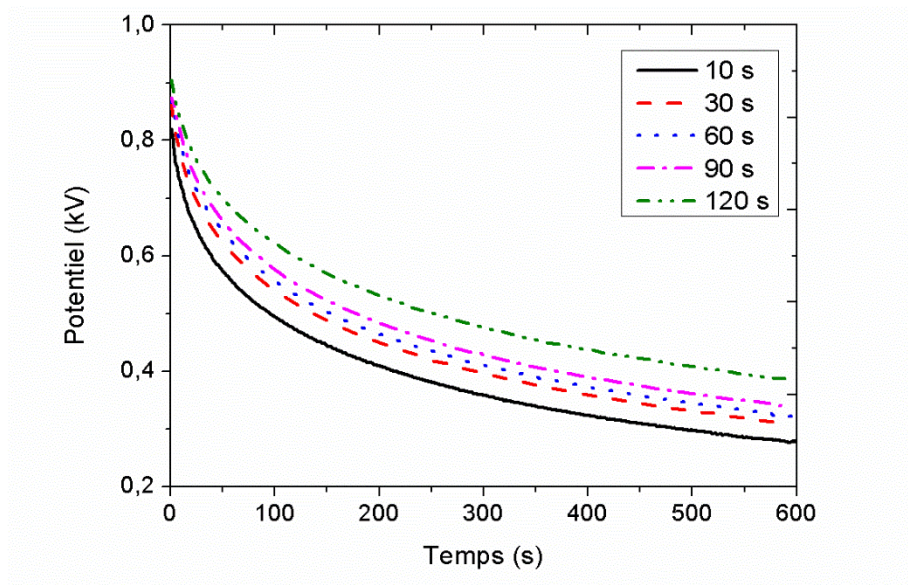


Figure V.15. Effet du temps de chargement des échantillons sur le déclin de potentiel.

$$RH = 52 \% - T = 27 \text{ }^{\circ}\text{C}.$$

V.9. Traitement du média filtrant par DBD

Nous nous sommes intéressés dans cette partie à l'étude de l'influence du traitement et la modification de surface par DBD des échantillons du type *e3* sur leur chargement électrostatique. Ces derniers sont classés parmi les mauvais échantillons du point de vue chargement électrostatique. L'objectif de notre travail était d'améliorer l'état de charge des médias filtrants, tout en introduisant un minimum de processus sur la chaîne de fabrication industrielle existante. En effet, le chargement du filtre peut se faire après une étape de traitement par plasma de DBD d'air afin que la décharge couronne puisse procurer les meilleurs effets. Durant cette étude, nous avons suivi les étapes décrites dans l'organigramme de la figure V.16 :

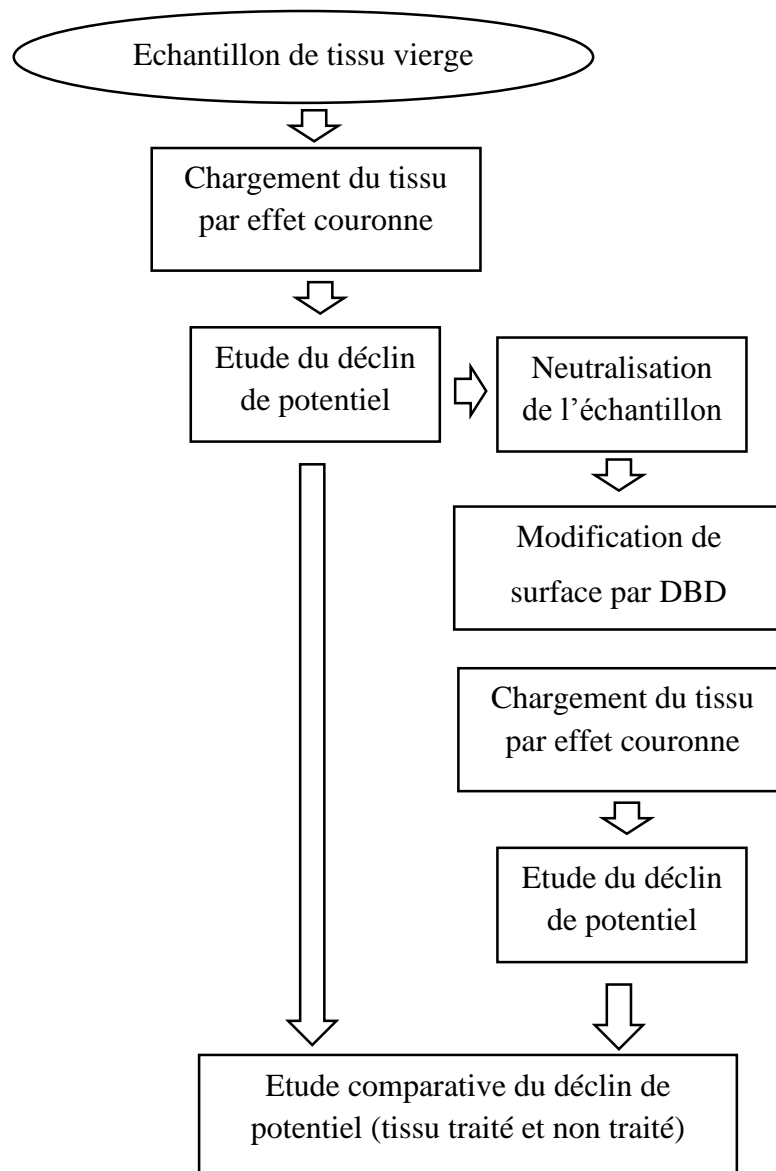


Figure V.16. Etude de l'effet du traitement par DBD sur le chargement du média filtrant.

V.9.1. Dispositif de traitement par plasma de DBD

Nous avons traité les échantillons de tissus par DBD en utilisant le banc de traitement schématisé sur les figures V.17 et V.18. L'installation est composée de :

- 1- Une cellule DBD : c'est la source du plasma et la cellule de traitement de l'échantillon de tissu.
- 2- Un amplificateur haute tension : c'est une source de haute tension qui permet d'alimenter la cellule de la DBD avec un signal de haute tension à une fréquence ajustable.
- 3- Un générateur de signaux : il permet de générer des signaux basse tension de différents types (carré, triangle, sinus...etc.) avec les ajustements nécessaires (fréquence, rapport cyclique...etc.). Ce dernier est utilisé pour piloter l'amplificateur de tension.
- 4- Oscilloscope : il permet l'acquisition des oscillogrammes Tension / Courant de la décharge à barrière diélectrique, il est connecté à travers la sonde intégré de l'amplificateur (rapport 1/3000) pour la mesure de la haute tension et une résistance non inductive de 100 Ω pour la mesure du courant électrique.
- 5- Un éclateur 90 V : Ce dernier a pour objectif la protection de la chaîne de mesure de l'oscilloscope en cas d'un défaut de surtension.

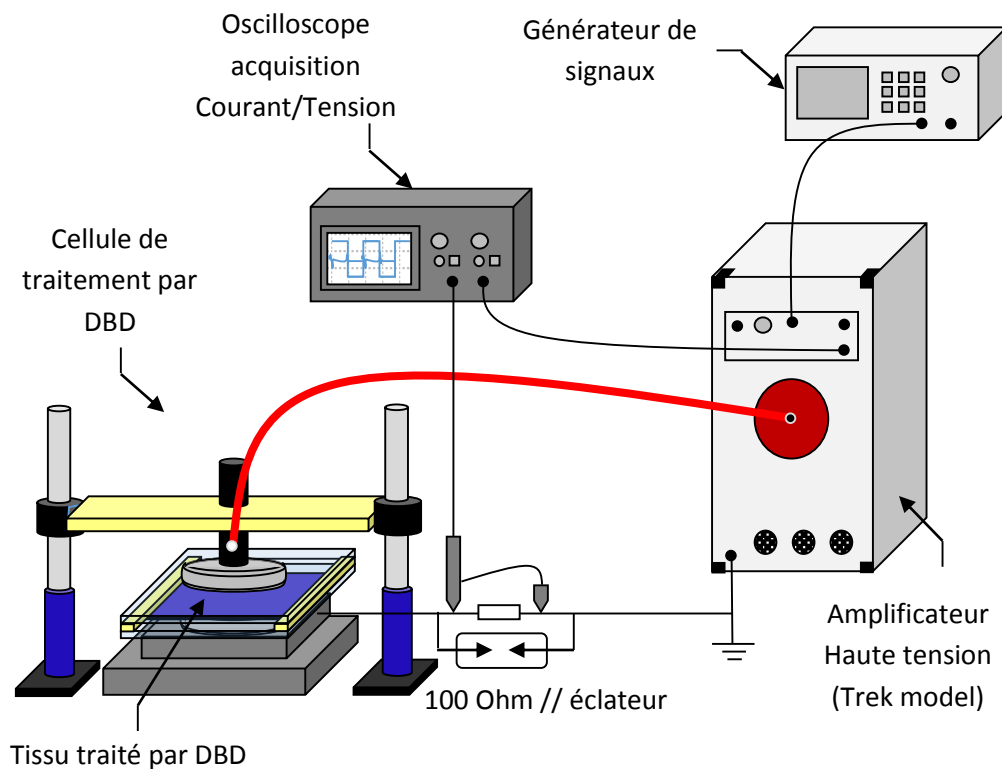


Figure V.17. Installation de traitement de surface par DBD.

L'échantillon de tissu à traiter est fermement inséré dans l'espace inter-électrodes de la cellule DBD. Une différence de potentiel de signal carrée variant de quelques kilovolts à 30 kV est appliquée aux électrodes métalliques en aluminium. Le tissu de polypropylène est traité sur une surface équivalente à la section des électrodes de la cellule (figure V.19). Le temps de traitement et les paramètres électriques de la DBD ont été variés afin d'étudier leurs effets sur la modification de surface du tissu.

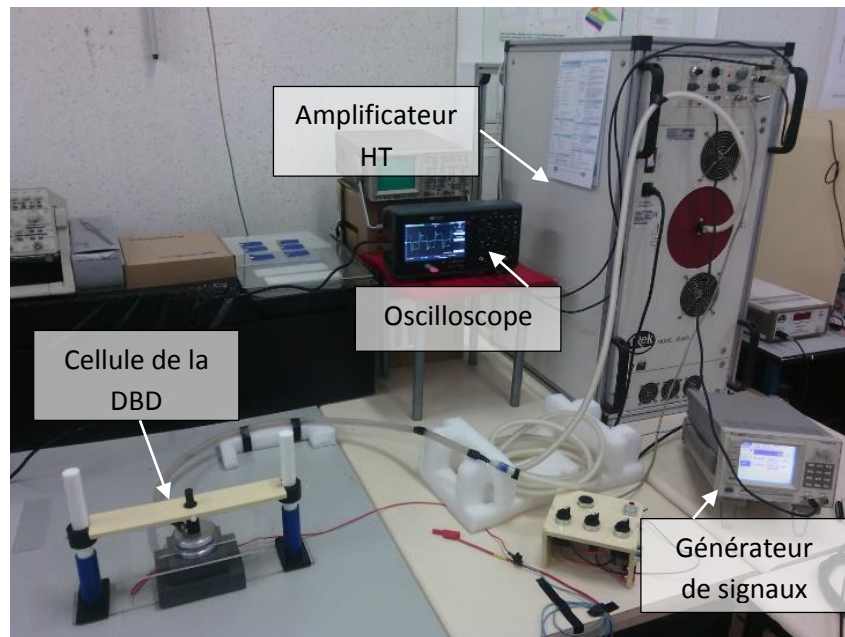


Figure V.18. Photographie de l'installation de traitement de surface par DBD.

La figure V.19 montre un schéma détaillé de la cellule de traitement par DBD qui est conçue d'une manière à simplifier le réglage de la distance inter-électrodes ainsi que l'insertion des échantillons dans l'espace plasma. Les électrodes sont des disques en aluminium de diamètre de 70 mm. Deux plaques en verre de 3 mm d'épaisseur font office de diélectrique.

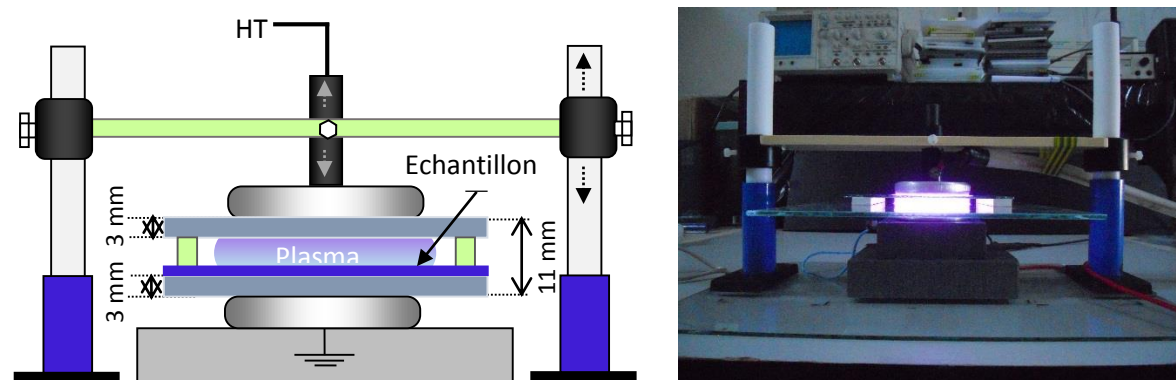


Figure V.19. Cellule de traitement de l'échantillon de tissu par DBD.

La figure V.20 montre l'aspect visuel du tissu avant et après traitement par plasma de DBD, on distingue clairement que les fibres avant traitement sont bien lisses et transparentes alors que les fibres après traitement possèdent une surface rugueuse et des cassures, ces dernières sont aussi moins transparentes ; ces constats sont similaires aux résultats obtenu précédemment sur les plaques de polymères.

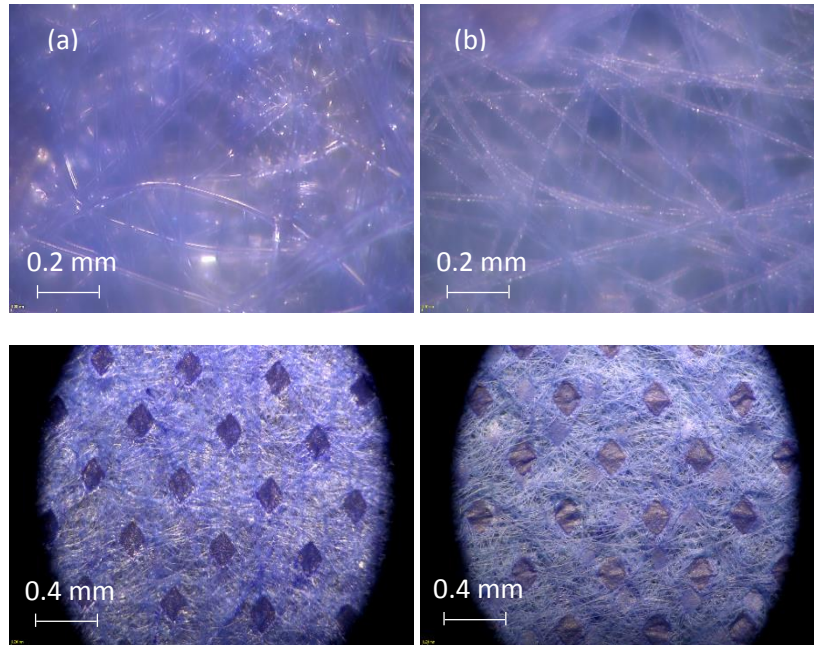


Figure V.20. Aspect visuel du tissu (a) avant et (b) après traitement DBD.

V.9.2. Problématique et méthodologie d'étude du déclin de potentiel

Afin d'étudier l'effet du traitement par plasma sur le déclin de potentiel d'une manière efficace, il est préférable de suivre les procédures cités ci-dessous pour assurer un maximum de crédibilité aux tests :

- 1- Choix du point de mesure du déclin : puisque dans cette étude, l'échantillon de tissu doit être utilisé pour l'étude du déclin avant et après traitement par DBD, il est obligatoire que la mesure du déclin de potentiel soit faite exactement au même point de l'échantillon pour les deux mesures ; cette méthode a été adoptée afin d'éliminer les erreurs dues à la non homogénéité du tissus.
- 2- Puisque l'échantillon ne pourra être utilisé qu'une seule fois (à cause du caractère non réversible du traitement par DBD), il est nécessaire d'utiliser à chaque test de nouveaux échantillons.

3- Pour évaluer l'effet du traitement lors des tests, il est nécessaire de comparer le déclin de potentiel pour chaque échantillon de tissu traité avec son état initial non traité, (figure V.21) , de ce raisonnement en découle la notion de la différence ou gain de potentiel ΔV acquis par l'échantillon de tissu après le traitement tel que :

$$\Delta V = V_{DBD} - V_0 \quad (IV.3)$$

Où :

ΔV : Différence ou gain de potentiel à la surface de l'échantillon après traitement par DBD.

V_{DBD} : Potentiel à la surface de l'échantillon de tissu après traitement par DBD.

V_0 : Potentiel à la surface de l'échantillon de tissu avant traitement par DBD.

Durant tous les travaux qui vont suivre, la notion de gain de potentiel acquis par l'échantillon de tissu après traitement DBD sera adoptée ; ainsi des courbes de gain de potentiel seront présentées pour mieux analyser l'effet du traitement sur le déclin de potentiel et sa dynamique.

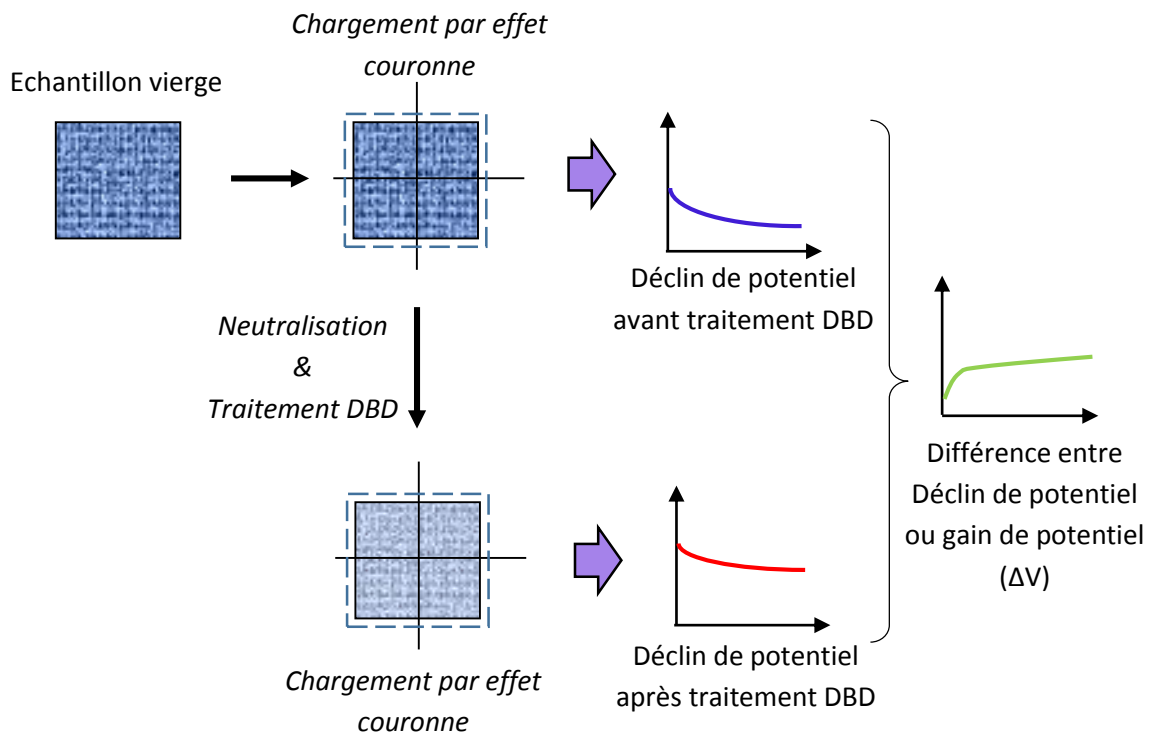


Figure V.21. Méthode d'étude de l'effet du traitement par plasma de DBD sur le déclin de potentiel.

V.9.3. Reproductibilité des mesures

Vu le caractère irréversible du traitement par plasma, un test de reproductibilité de mesures a été effectué. Le test de chargement et la mesure de déclin de potentiel a été répété trois fois pour le même tissu avant traitement et ainsi trois fois après 15 s de traitement par plasma de DBD. La tension de la grille de référence est toujours réglée à 1kV pour les tests. Les résultats de mesure du déclin ainsi que ceux de la différence entre déclin « gain » de potentiel ΔV sont présentés dans la figure V.22. On remarque qu'il y a une très bonne reproductibilité des mesures dans le cas non traité et le cas traité par DBD, ce résultat a permis de contourner la problématique citée précédemment et de commencer les tests en se basant sur la notion de gain de potentiel.

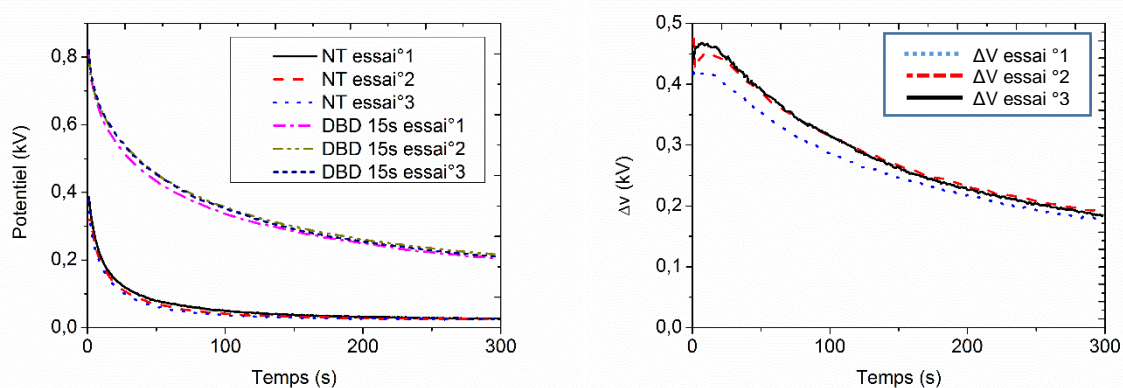


Figure V.22. Test de reproductibilité de mesure du gain de potentiel.

$$RH = 57,8 \% - T = 24,5 \text{ }^{\circ}\text{C}$$

V.9.4. Effet de la tension de la DBD

Afin de ressortir l'effet de la tension de la décharge à barrière diélectrique sur le gain de potentiel ΔV , nous avons tracé ce dernier en fonction de quatre niveaux de tension de la DBD, (figure V.23). Le temps d'exposition au plasma DBD a été fixé à 15 s pour tous les niveaux de tensions.

On remarque que le gain de potentiel est positif pour tous les cas, c'est-à-dire qu'il y a une amélioration de la charge acquise par effet couronne après traitement par plasma de DBD. On constate aussi que les courbes de gain de potentiel passent par un maximum ; en effet le gain augmente avec la tension de la DBD puis il diminue après pour des tensions allant de 27 kV à 30kV. Un comportement similaire a déjà été observé lors du traitement des granules (voir chapitre IV) ; ce constat revient à plusieurs facteurs résultant du traitement par DBD, tel que

l'augmentation de la rugosité de la surface (augmentation de la surface effective chargée) ainsi que de sa mouillabilité (augmentation de la conductivité). Aussi, l'effet du traitement par plasma sur le gain de potentiel est lié à l'apparition du phénomène de la décharge dite « couronne de retour » ou « décharge inverse » lors du chargement du tissu. En effet, la décharge couronne inverse (qui est détecté par un courant mesuré à la masse très élevé) apparait lorsqu'une couche ou un film très résistif est intercalée entre la masse et l'électrode couronne. En réalité lorsque le tissu possède une très grande résistivité, le phénomène de décharge couronne inverse apparait dans les pores du tissu chargés. Cette décharge inverse qui surgis dans les pores va générer des ions de polarité inverse à celle de l'électrode couronne et par conséquent va neutraliser les charges issus de cette dernière et stopper le chargement du média filtrant, la décharge couronne inverse peut même neutraliser la quantité de charge déposée sur le tissu [201-203]. L'avantage du traitement par plasma de DBD est que ce dernier aide à augmenter la mouillabilité du polymère (voir chapitre IV), cela résulte en la diminution de la résistivité du tissu et l'élimination de l'effet couronne inverse responsable du mauvais chargement du tissu. Par contre si la tension de la DBD augmente encore on aura une augmentation de l'énergie fournie par la DBD (voir chapitre III) et une très forte diminution de la résistivité du tissu à cause de l'augmentation de la mouillabilité, ce dernier va se comporter dans ce cas comme un conducteur laissant la charge se disperser rapidement à sa surface, cela explique le faible gain en potentiel lors du traitement par plasma avec des niveaux de tensions très élevés. En conséquence, il existe une marge ou le traitement par DBD est bénéfique pour le chargement du tissu, au-delà de cette marge l'effet inverse va se produire.

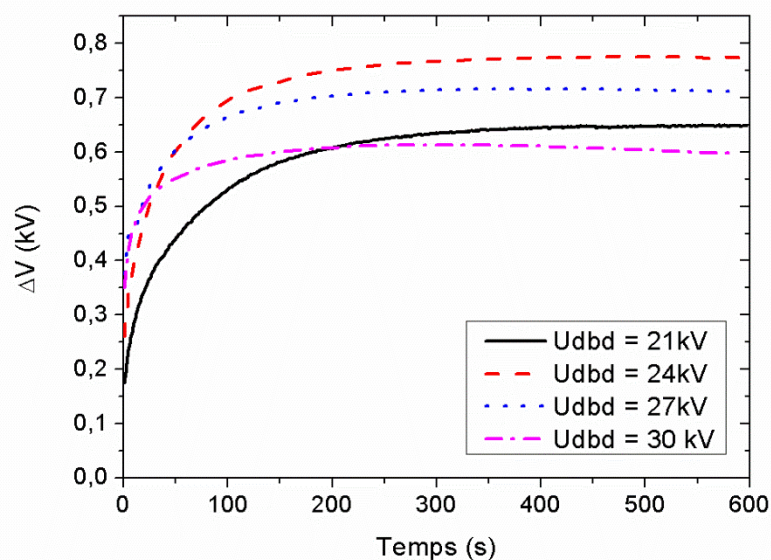


Figure V.23. Effet de la tension de la DBD sur le gain de potentiel. $RH = 50\%$ - $T = 24,7\text{ }^{\circ}\text{C}$.

V.9.4.1. Effet de la résistivité sur la décharge couronne inverse

Afin de ressortir la relation de la résistivité de l'échantillon de tissu avec l'apparition de la décharge couronne inverse, une simulation du champ électrique à la surface du tissu a été élaborée dans le cas de la configuration triode. La simulation a été effectuée pour deux cas ; le premier cas est celui où le tissu n'a pas été traité par DBD et possède une grande résistivité électrique, le deuxième cas est celui où le tissu a été traité par DBD et possède une faible résistivité. Le système est considéré sans accumulation de charge à la surface de tissu. Le module « Electric Current » a été adopté pour la simulation.

La figure V.24 montre la configuration de la géométrie étudiée ; le tissu est modélisé par une couche mince en polypropylène d'épaisseur égale à celle de l'échantillon e_3 (0,17 mm) et contenant des pores de 0,5 mm de diamètre (dû à la texturation du tissu).

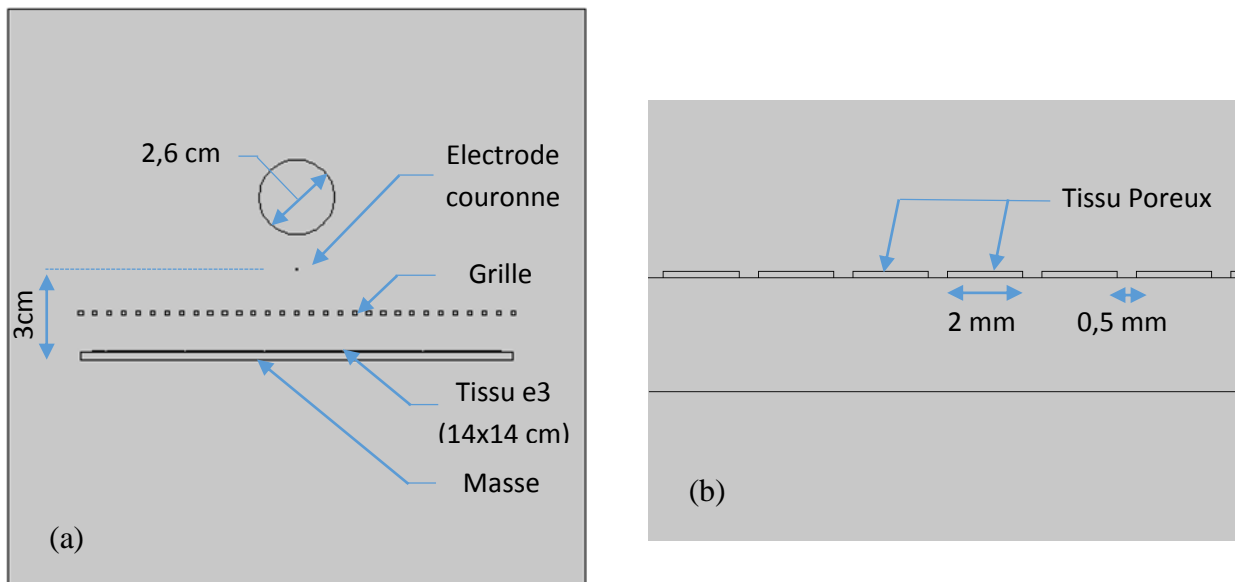


Figure V. 24. Géométrie du modèle étudié en configuration triode (a) Configuration générale, (b) Zoom sur la géométrie du tissu.

Les paramètres de la simulation sont les suivants :

- 1- L'air est considéré comme un milieu partiellement ionisé dont la résistivité électrique est égale à $\rho_{air} = 10^{11} \Omega.m$. (Cette valeur a été calculée approximativement)
- 2- La résistivité du tissu a été prise égale à :
 - $\rho_{tissu} = 10^{15} \Omega.m$ pour le cas non traité [204].
 - $\rho_{tissu DBD} = 10^{10} \Omega.m$ pour le cas traité par DBD.

3- Les conditions aux limites sont ceux de Dirichlet :

- $V_{\text{Electrode couronne}} = 10 \text{ kV}$.
- $V_{\text{Grille}} = 1 \text{ kV}$.
- $V_{\text{Plaque}} = 0 \text{ V}$.

Le modèle est régi principalement par les équations suivantes :

$$J = \sigma E = E / \rho \quad (\text{V.4})$$

$$E = -\text{grad } V \quad (\text{V.5})$$

$$\text{Div } J = Q_j \quad (\text{V.6})$$

Tel que :

E : champs électrique (V/m).

V : potentiel électrique (V).

J : densité de courant électrique (A/m²).

σ : conductivité électrique du milieu (S/m).

$\rho = 1/\sigma$: résistivité électrique du milieu ($\Omega \cdot \text{m}$).

Q_j : Source de courant (Coulomb).

La figure V.25 montre le résultat de la simulation du champ électrique pour les deux cas de valeurs de résistivité de tissu.

D'après les deux figures V. 25 (a) et (b) on remarque clairement que si la résistivité du tissu est élevée, l'intensité du champ électrique dans les pores du tissu est aussi élevé et non homogène, cela est la principale cause d'apparition de la décharge couronne inverse dans les pores.

Dans la figure V.26, nous avons tracé les courbes de l'intensité du champ électrique le long de la surface du tissu pour les deux cas de résistivité. D'après ces dernières, on remarque que dans le cas où la résistivité est élevée les pores agissent comme des pointes (champ élevé dans les pores) laissant apparaitre le même phénomène que la décharge couronne, mais en polarité inverse (d'où son nom). On remarque aussi que dans le cas où la résistivité du tissu est faible (assimilé au cas traité par DBD), le champ électrique n'est pas aussi élevé et il est presque constant, cela va permettre d'éviter l'apparition de la décharge couronne inverse responsable de la neutralisation des charges lors du chargement du tissu.

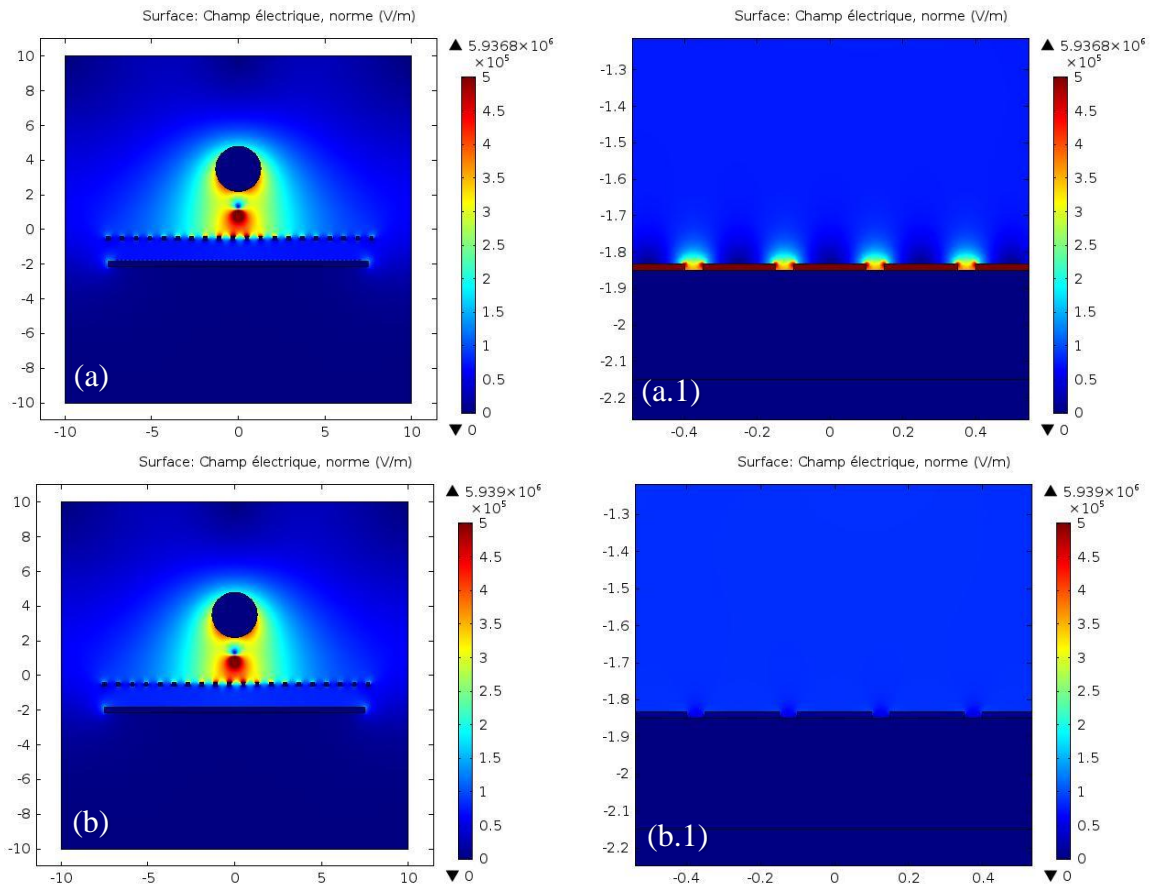


Figure V.25. Topographie et intensité du champ électrique, (a) Champ électrique globale pour $\rho_{tissu} = 10^{15} \Omega.m$, (a.1) zoom sur le champ électrique près du tissu (cas sans traitement DBD), (b) Champ électrique globale pour $\rho_{tissu} = 10^{10} \Omega.m$. (b.1) zoom sur le champ électrique près du tissu (cas avec traitement DBD).

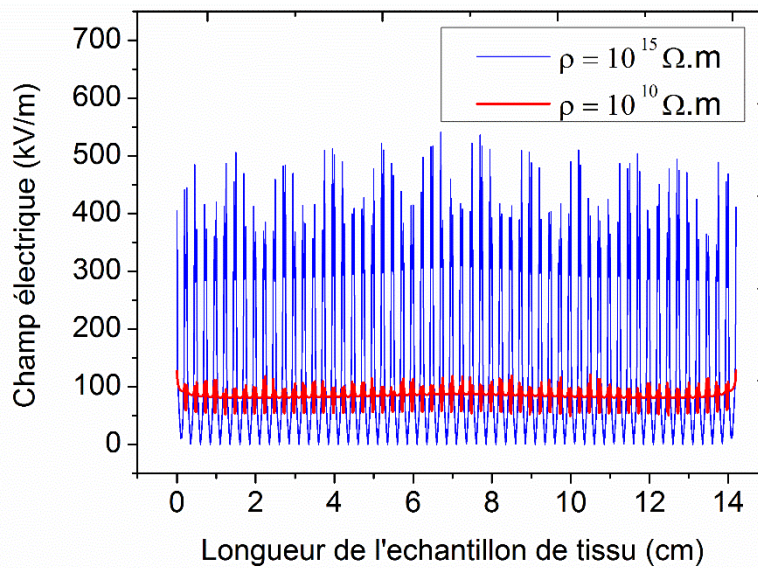


Figure V.26. Effet de la résistivité du tissu sur l'intensité du champ électrique le long de la surface de l'échantillon.

V.9.5. Effet du temps d'exposition à la DBD

La figure V.27 illustre l'effet du temps d'exposition ou temps de traitement par DBD sur le gain de potentiel. Nous observons aussi qu'il y a une amélioration dans la charge acquise et une augmentation du gain de potentiel, cependant pour des temps très élevés on remarque que la dynamique de déclin de potentiel devient légèrement rapide. Cela peut s'expliquer par la quantité d'énergie reçue par le tissu, vu que cette dernière augmente aussi en fonction du temps, (voir chapitre III). D'après ces courbes, il existe un seuil pour que le l'énergie de la DBD reçue par le tissu produise un effet positif sur le déclin de potentiel. Le traitement par DBD pour des temps courts fournit la quantité d'énergie nécessaire pour modifier la surface du tissu d'une telle manière à éliminer la décharge couronne inverse et à améliorer la qualité du chargement. Pour le traitement des temps élevés, la quantité d'énergie reçue est si élevée que la résistivité du tissu diminue dramatiquement et ce dernier commence à se comporter comme un conducteur dissipant tous les charges déposées par le système triode, c'est la raison pour laquelle le déclin est si rapide dans ce cas.

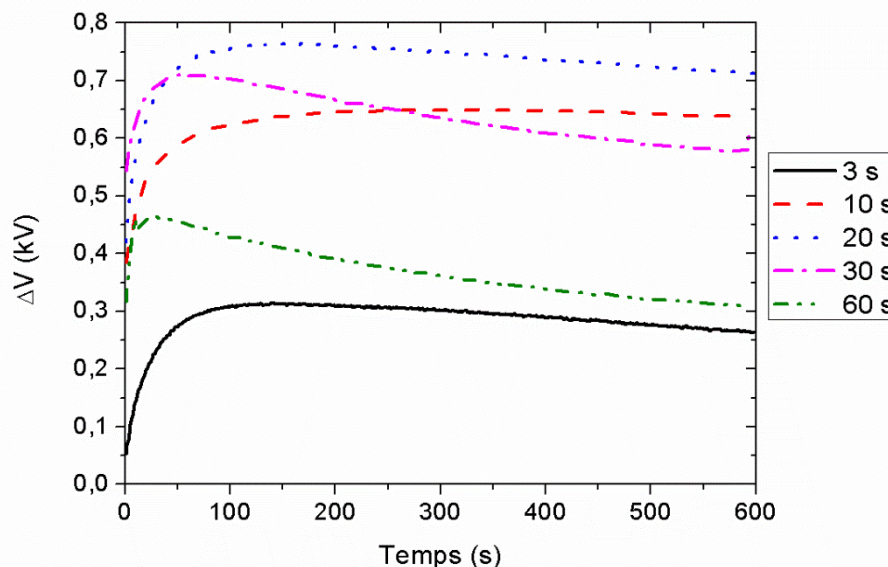


Figure V.27. Effet du temps d'exposition sur le gain de potentiel. $RH = 63\%$ - $T = 24,8\text{ }^{\circ}\text{C}$,
 $U_{DBD} = 30\text{ kV}$.

V.9.6. Effet des signaux d'excitation

La figure V.28 présente l'effet du type de signal de la tension d'excitation de la DBD sur le gain de potentiel. Cette figure montre que tous les types des signaux aident à améliorer le gain de potentiel, cependant il existe une différence nette dans le gain de potentiel entre chaque type

de signal ; il semble aussi que le signal carré apporte le plus d'amélioration au gain, par contre le déclin devient légèrement rapide malgré l'effet positif dans ce cas. Cela revient au fait que le signal carré apporte plus d'énergie que le signal sinus et dent de scie, voir chapitre III, ce qui va éliminer la décharge couronne inverse (par diminution de la résistivité du tissu). Là aussi, l'effet de la quantité d'énergie devient très apparent sur la vitesse du déclin de potentiel.

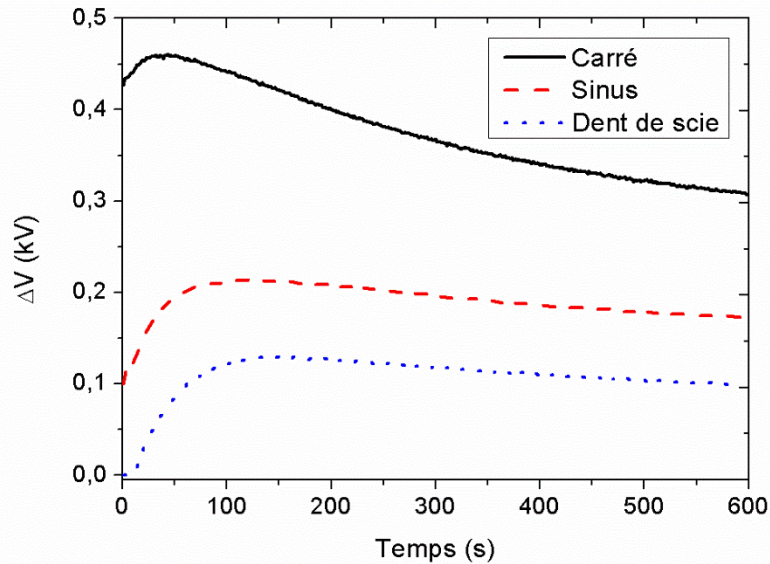


Figure V.28. Effet du type de signal d'excitation de la DBD sur le gain de potentiel. Temps d'exposition = 15 s, $U_{DBD} = 30$ kV. $RH = 60,3$ % - $T = 26,6^{\circ}$ C

V.9.7. Effet de la fréquence

La figure V.29 présente l'évolution des courbes de gain de potentiel en fonction de la fréquence du signal d'excitation de la DBD. Dans ce cas aussi, on remarque qu'il y a un seuil ou l'augmentation de la fréquence est bénéfique pour le gain de potentiel. En effet à partir de 1500Hz, on observe un déclin de potentiel très rapide, cela revient aux mêmes causes mentionnées dans les paragraphes précédents ; lorsque la fréquence augmente, le nombre de cycles (périodes) augmente aussi et l'énergie de la DBD reçue par l'échantillon devient aussi très élevée, (voir chapitre III). La fréquence aura donc les mêmes effets que le temps d'exposition, il faut veiller à ne pas dépasser une certaine quantité d'énergie (nécessaire pour éliminer la décharge couronne inverse) pour ne pas rendre le tissu plus conducteur.

Remarque : Les courbes de la figure V.29 représentent la moyenne de plusieurs essais de mesure car lors de l'expérience, on s'est rendu compte du caractère dispersif de la mesure pour des fréquences supérieures à 1500 Hz, cela est dû à la non homogénéité de la décharge au-delà de cette fréquence (décharge filamentaire localisée).

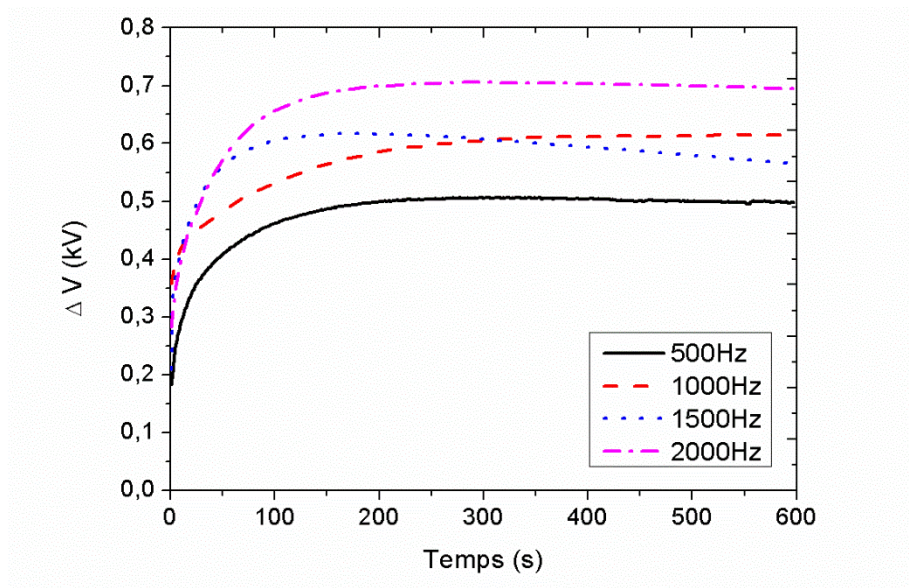


Figure V.29. Effet de la fréquence du signal d'excitation de la DBD sur le gain de potentiel.

Temps d'exposition = 15 s, $U_{DBD} = 30$ kV, $RH = 55$ % - $T = 23,7$ °C.

V.9.8. Effet du temps de latence

Dans cette partie on s'est intéressé à la persistance de l'effet du traitement de tissu par DBD dans le temps, pour cela on a répété l'opération (chargement / mesure de déclin de potentiel) pour le même tissu après traitement par DBD pour plusieurs intervalles de temps de latence.

Dans la figure V.30, on remarque que le temps a un effet avantageux sur le déclin et le gain de potentiel, en effet lorsque le tissu est laissé au repos pour une période de 48h après un traitement DBD, on remarque qu'une fois chargé dans les mêmes conditions le potentiel acquis est plus élevé, (figure V.30 (a)) et on a un meilleur gain de potentiel et l'échantillon s'améliore !.

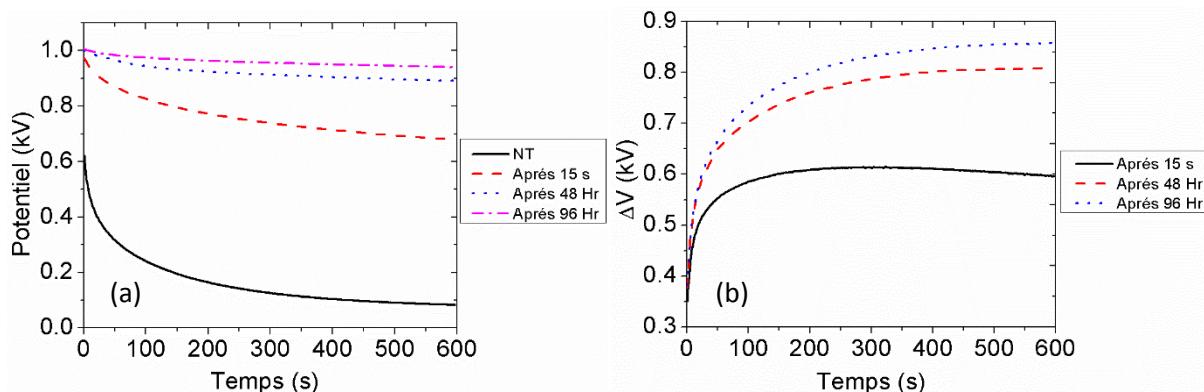


Figure V.30. Effet du temps de latence après traitement DBD sur le déclin et le gain de

potentiel. $RH = [54- 57,6]$ % et $T = [22,8 - 24,7]$ °C.

La figure V.31 présente l'effet du temps de latence sur le déclin et le gain de potentiel après que des échantillons de tissu vierges ont été chauffés dans un four à une température de 45°C. Le but de cette expérience est de ressortir l'effet de la température et de le distinguer de l'effet du traitement par DBD. Dans cette figure on remarque qu'il y a aussi une amélioration de la charge du tissu après chauffage (dû à la diminution de la conductivité de l'échantillon par l'évaporation de l'humidité absorbée) [108], cependant ce caractère a tendance à disparaître dès les premières minutes et les courbes de déclin ont tendance à revenir vers leur état initiale. Cette remarque montre que l'effet du traitement par DBD est totalement indépendant de l'échauffement du tissu.

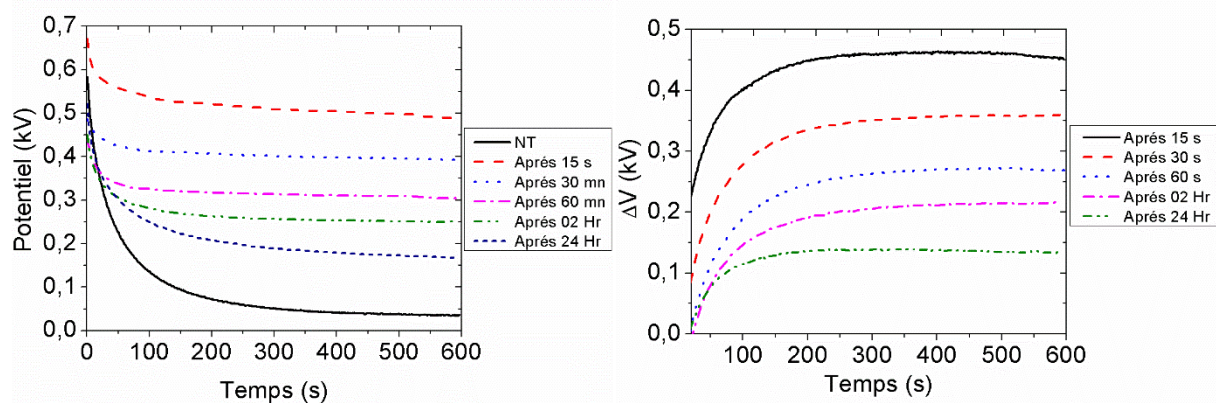


Figure V.31. Effet du temps de latence après chauffage à une température de 45°C.

$$RH\% = [54- 57,6] \% \text{ et } T = [22,8 - 24,7] \text{ } ^\circ\text{C}$$

V.9.10. Traitement en basse pression

Les essais de traitement de surface ont été effectués en utilisant le réacteur à plasma froid réalisé au laboratoire LSTE de l'université de Mascara, le but est de voir l'effet du traitement par plasma à basse pression sur le chargement du tissu par effet couronne. Lors de ce test la tension de la décharge a été fixée à 500V AC, 50 Hz et a une pression d'air de 2,5 mbar. Le diélectrique consiste en une seule plaque de verre de 3 mm. Le tissu a été fixé sur la face supérieure de la barrière diélectrique (figure V.32).

La figure V.33 présente la variation du gain de potentiel en fonction du temps d'exposition, on remarque que le tissu se comporte de la même façon que s'il a été traité par la DBD à pression atmosphérique, pour les temps court il y a une amélioration, alors que pour des temps long le tissu ne se charge absolument pas vu que le gain est devenu négatif (détérioration de la qualité de tissu).

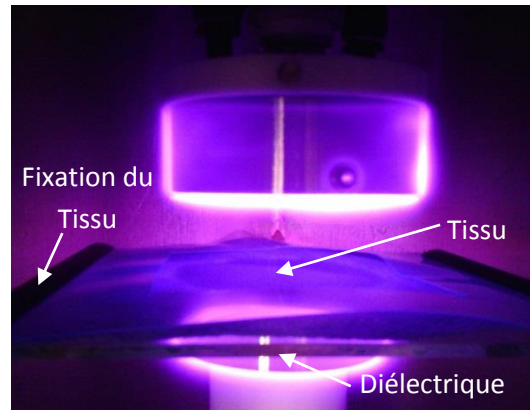


Figure V.32. Traitement du tissu dans le réacteur à plasma en basse pression.

$RH = 21 \%$, $T = 23,7 \text{ }^\circ\text{C}$, $P = 2,5 \text{ mbar}$.

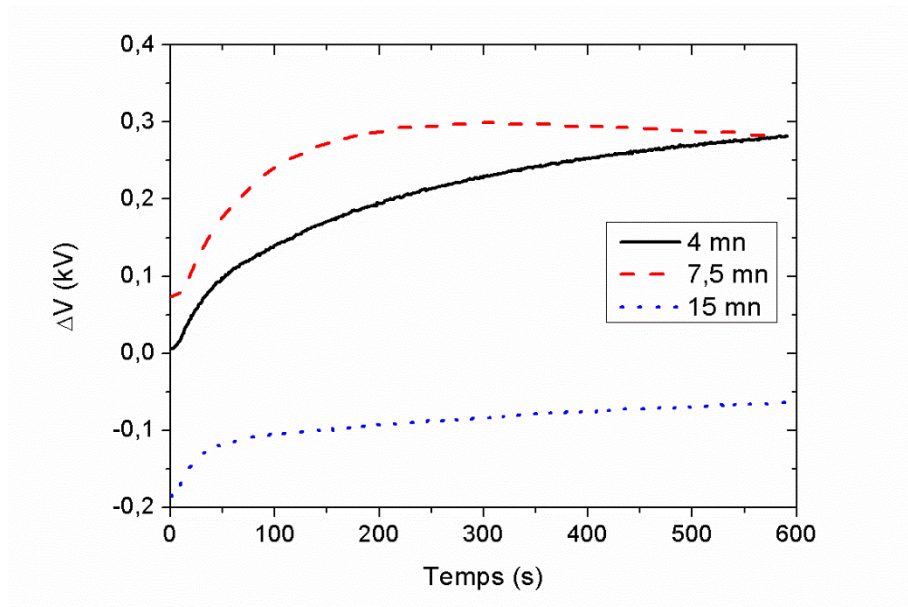


Figure V.33. Variation du gain de potentiel en fonction du temps de traitement en basse pression. $RH = 57,6 \%$ - $T = 22,8 \text{ }^\circ\text{C}$.

V.10. Caractéristiques courant / tension

La figure V.34 montre le montage utilisé pour le relevé des caractéristiques électriques avec et sans média filtrant. La haute tension de la source a été variée par paliers de 1kV et le courant I_m récolté par la plan de masse (sur lequel est posé le tissu) a été mesuré à l'aide d'un micro-ampèremètre numérique, Les courbes des figures V.35 et V.36 représentent les caractéristiques courant / tension pour la configuration duale (sans grille) et la configuration triode (avec grille) respectivement.

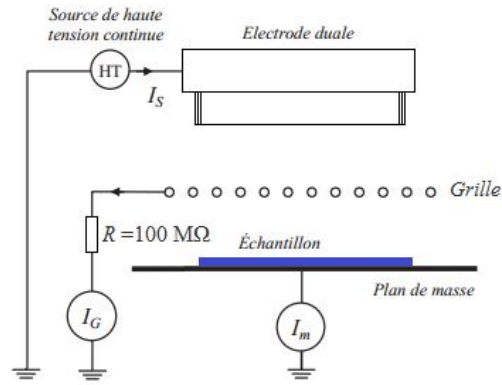


Figure V.34. Montage utilisé pour le relevé des caractéristiques électriques.

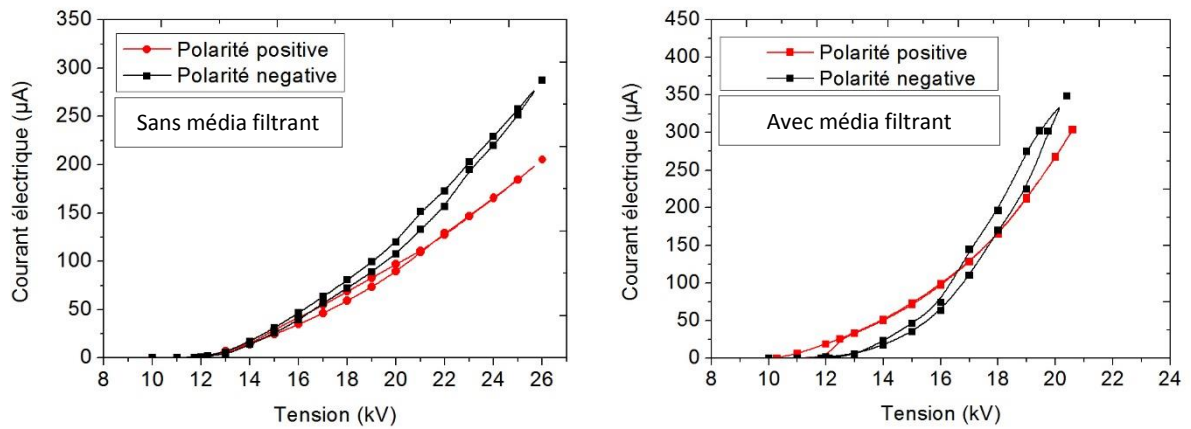


Figure V.35. Caractéristique courant / tension pour la configuration duale (sans grille).

$RH = [37- 38] \%$ et $T = [24-25] \text{ }^\circ\text{C}$

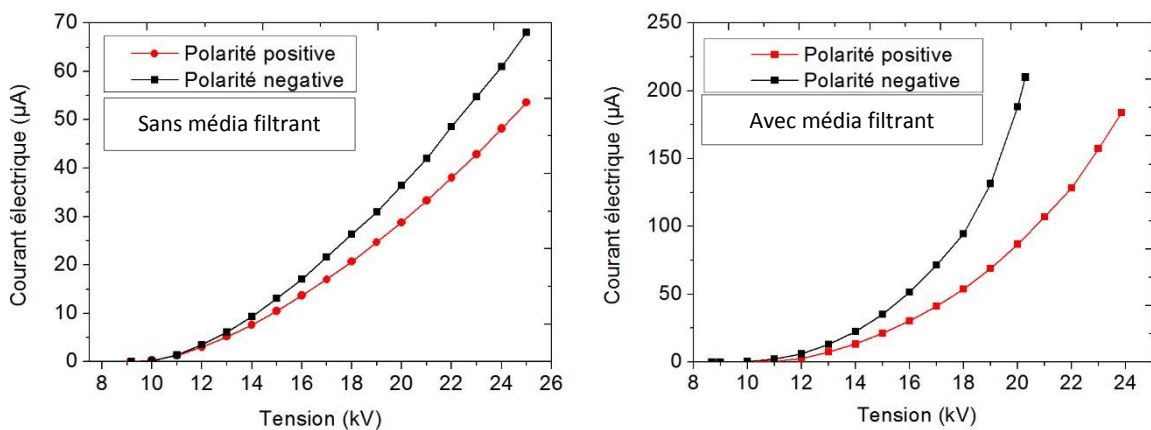


Figure V.36. Caractéristique courant / tension pour une configuration triode.

$RH = [37-38] \%$ et $T = [24-25] \text{ }^\circ\text{C}$.

D'après ces figures, on constate que dans les deux cas de configurations - avec et sans grille - le courant de masse est plus important en polarité négative qu'en polarité positive. Ce constat n'est pas sans exception car en effet dans le cas de la configuration duale avec média filtrant, on remarque que le courant en polarité positive est plus grand que celui en polarité négative.

La présence du phénomène d'hystérésis dans les courbes de la configuration duale est aussi un autre constat très intéressant, ce cycle d'hystérésis est dû au fait que le courant relevé lors de la montée en tension est plus faible que le courant relevé en descente. Tout ce passe comme si la décharge a un effet mémoire, probablement dû aux vestiges de la décharge (différence de degrés d'ionisation du milieu lors de la montée et de la descente en tension). Par contre, cet effet hystérésis est totalement absent dans la configuration triode. Cela revient au fait que le flux et la quantité d'ions dérivant vers la masse est totalement contrôlé et répartie uniformément par la grille.

Les figures V.37 et V.38 montrent l'influence de la présence du média vierge et du média traité par DBD sur les caractéristiques courant / tension.

On remarque que la présence du média filtrant sur la plaque de masse a pour effet l'augmentation du courant de la décharge, cela est un indicateur de présence de décharges couronnes locales à l'intérieur du média filtrant, c'est le phénomène de la décharge couronne inverse.

Sur le relevé de la caractéristique électrique avec présence du média traité par DBD, on distingue bien que le courant de la décharge a bel et bien diminué par rapport à celui de tissu vierge, cela est dû au fait que le traitement par plasma a fait diminué la résistivité de la surface du média filtrant, ce qui a par conséquent fait diminuer aussi l'intensité de la décharge couronne inverse et par la suite l'intensité du courant de masse *Im*.

Ces constats sont en bon accord avec nos hypothèses dans le paragraphe V.9.4.1 qui stipulent qu'un traitement par DBD peut être bénéfique pour le chargement du tissu à grande résistivité électrique.

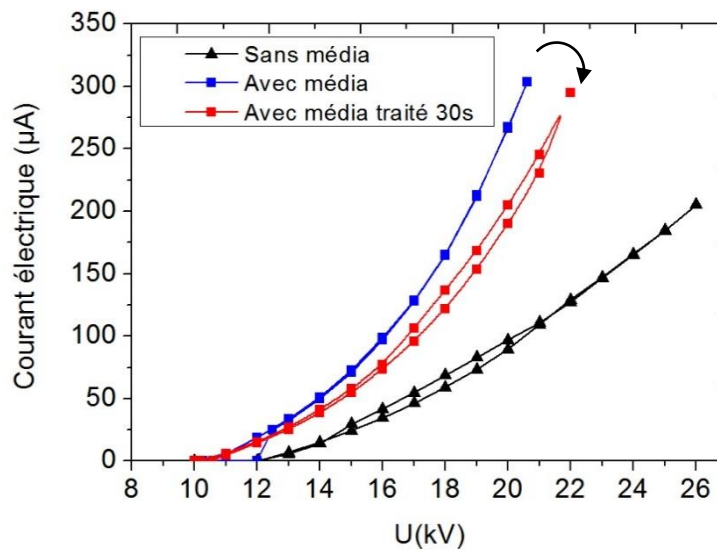


Figure V.37. Évolution de la caractéristique courant / tension en fonction du type de tissu déposé sur la plaque de masse (configuration duale). $RH = [37- 39] \%$ et $T = [24-26] \text{ }^\circ\text{C}$

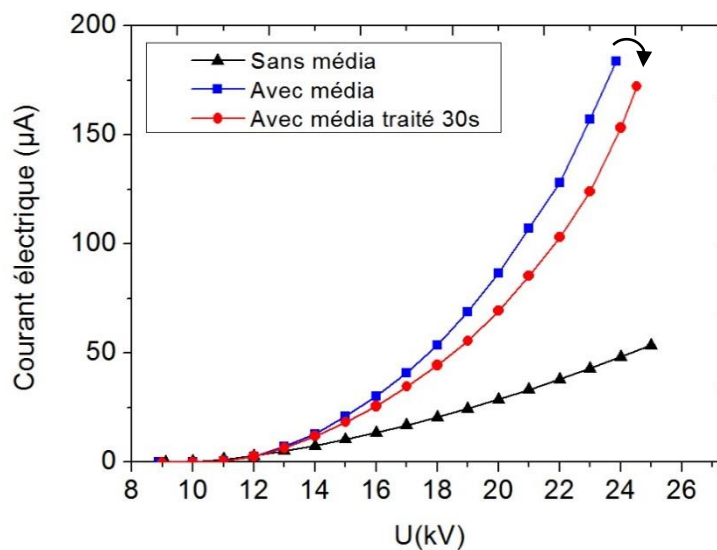


Figure V.38. Évolution de la caractéristique courant / tension en fonction du type de tissu déposé sur la plaque de masse (configuration triode). $RH = [37- 39] \%$ et $T = [24-26] \text{ }^\circ\text{C}$.

V.11. Densité de courant

La densité de courant récolté par l'électrode de masse a été mesurée à l'aide d'un système de plan de masse composé de sept sondes de courant (S_{-3} , S_{-2} , S_{-1} , S_0 , S_1 , S_2 et S_3). Ce plan de masse consiste en une plaque de circuit imprimé spécialement conçue. Les sondes sont en

formes de bandes disposées comme indiqué sur la figure V.39. Les bandes sont électriquement isolées l'une de l'autre et du reste du plan de masse.

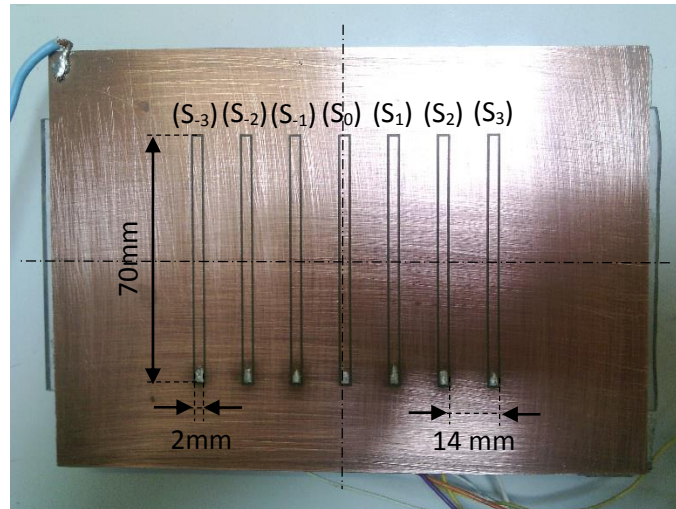


Figure V.39. Plan de masse et sonde de mesure de densité de courant.

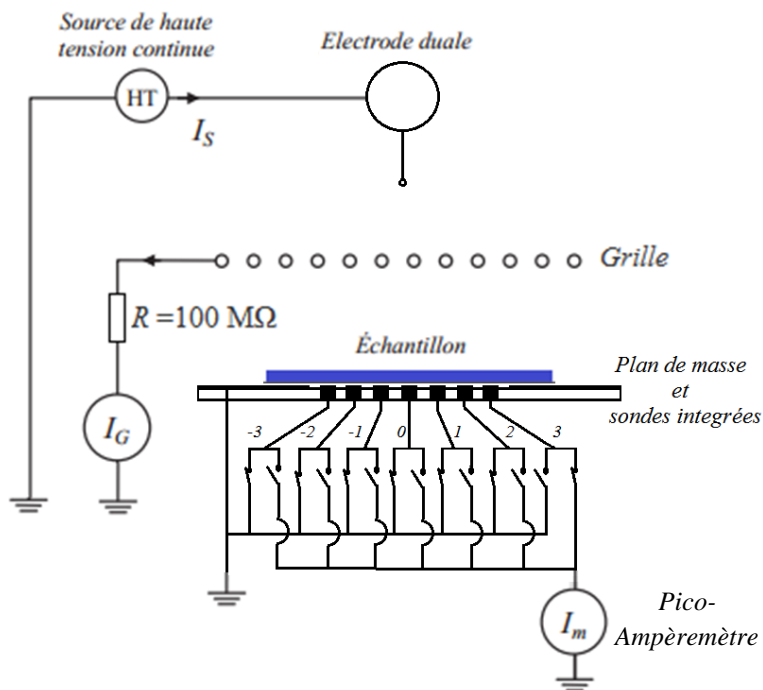


Figure V.40. Montage utilisé pour le relevé de la densité de courant électrique

Le montage expérimental de l'étude de la densité de courant en configuration duale et triode est similaire au montage de relevé des caractéristiques électriques, à l'exception du fait que le plan de masse en Aluminium est remplacé par le plan de masse en circuit imprimé, le pico-ampèremètre étant relié séquentiellement à l'aide d'interrupteur à chacune des sept sondes. Par

exemple, si la mesure est effectuée sur une sonde dans le côté à droite (S3), le reste des six bandes (S₋₃, S₋₂, S₋₁, S₀, S₁, et S₂) et du circuit imprimé sont mises à la terre, (figure V.40).

Les mesures ont été effectuées pour un potentiel de charge V_{source} de 16kV. La valeur de la résistance connectée à l'électrode de grille métallique était de $R = 100 \text{ M}\Omega$.

D'après les deux figures V.41 et V.42 on remarque que la densité de courant le long de la surface de l'échantillon possède une forme gaussienne, la densité est très élevée au-dessous de l'électrode couronne. On remarque aussi que la densité est très élevée dans le cas de la configuration duale, cela est dû à l'absence de la grille, c'est-à-dire que la totalité des ions générés près de l'électrode couronne dérivent directement vers le plan de masse, ce qui n'est pas le cas dans la configuration triode.

On constate aussi que la densité de courant est très élevée dans le cas de présence de média filtrant sur le plan de masse et ceci pour les deux types de configurations. Cela est dû à la décharge couronne inverse. Par contre dans le cas où le média filtrant est traité par DBD pendant 20s on distingue clairement une diminution de la densité de courant et par conséquent une diminution de l'effet couronne inverse, tout se passe comme si le média filtrant traité tend à se comporter comme un matériau plus conducteur, ce qui justifie pourquoi la courbe de densité tend à être semblable à celle de sans média filtrant. Ce fait est correspond à notre hypothèse sur le traitement par plasma de DBD et qui consiste à éliminer la décharge couronne inverse pour un meilleur chargement électrostatique.

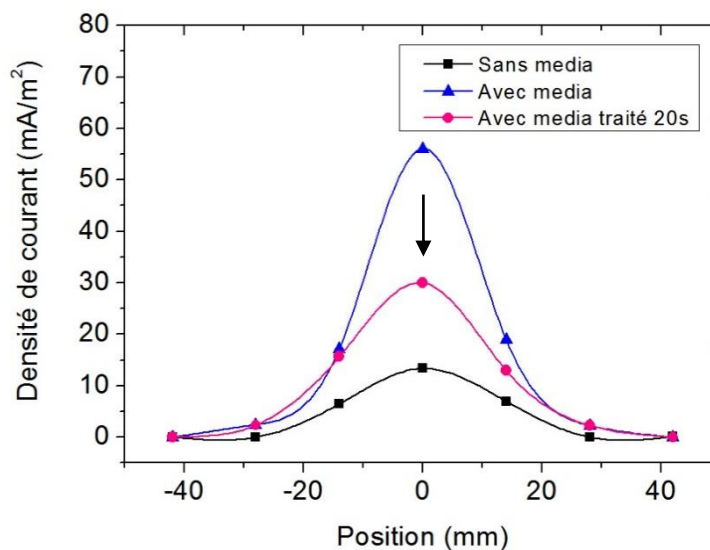


Figure V.41. Densité de courant pour une configuration duale. $RH = 47,6 \%$ - $T = 25 \text{ }^\circ\text{C}$.

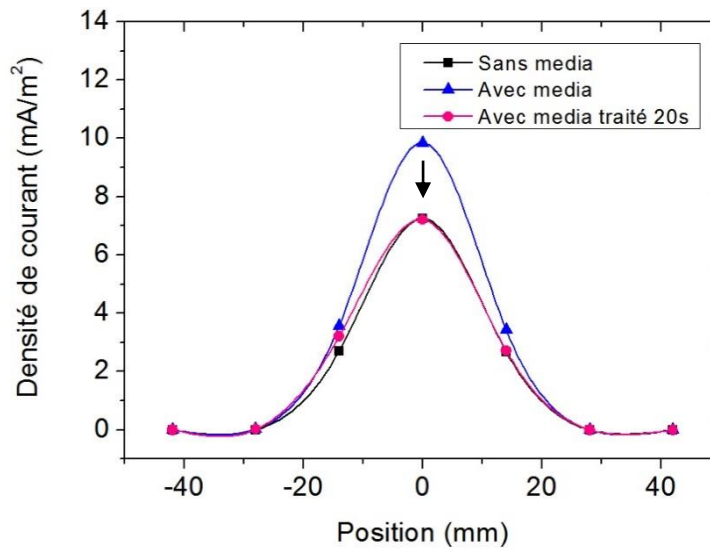


Figure V.42. Densité de courant pour une configuration triode.

$$I_{grille} = 55 \mu A, RH = 47,6 \% - T = 25 \text{ }^{\circ}C.$$

V.12. Impulsions de Trichel

L'allure du courant de la décharge couronne a été relevé grâce à l'utilisation de l'oscilloscope numérique et une résistance non inductive de 1 k Ω . Le but est de voir l'effet de la présence du média filtrant vierge et du média filtrant traité par DBD sur le courant instantané de la décharge couronne.

D'après les figures V.43 et V.44, on remarque que le courant de la décharge couronne possède une composante continue et une composante impulsionnelle, cette dernière est plus accentuée dans la polarité négative.

On remarque que la présence du média filtrant sur le plan de masse se traduit par une augmentation de la composante continue pour les deux polarités et une augmentation de la fréquence des impulsions de Trichel dans la polarité négative. La présence du média filtrant traité par DBD a un effet inverse sur le courant de la décharge, c'est-à-dire que la composante continue diminue ainsi que la fréquence ; en d'autres termes le traitement par plasma DBD diminue l'intensité des effets de la décharge couronne inverse.

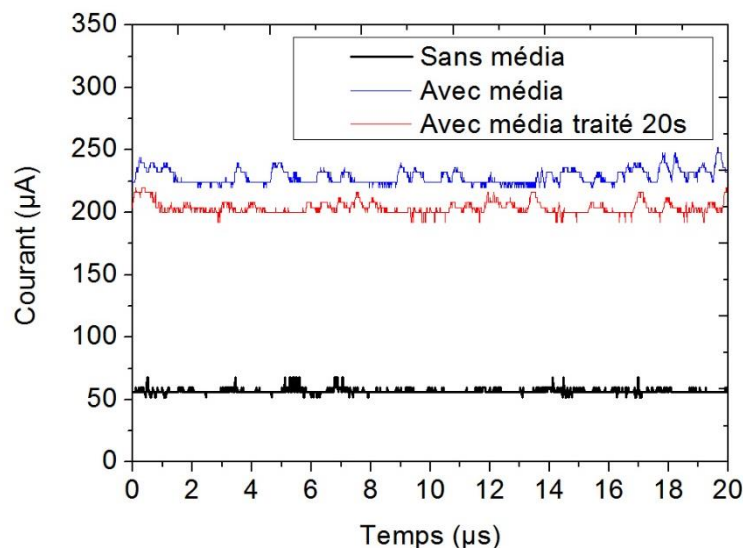


Figure V.43. Courant instantané de la décharge couronne en configuration duale, Polarité positive, $V_s = 20\text{kV}$, $RH = 46,6\%$ - $T = 24,8\text{ }^\circ\text{C}$.

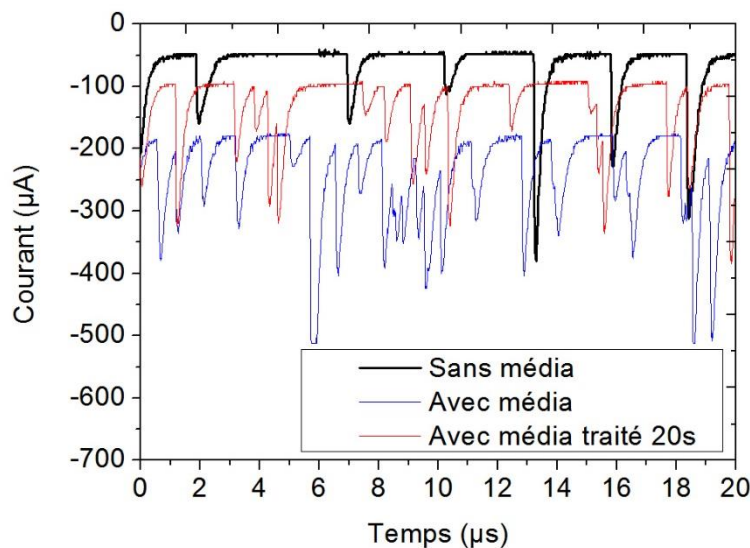


Figure V.44. Courant instantané de la décharge couronne en configuration duale, Polarité négative, $V_s = 20\text{kV}$, $RH = 46,6\%$ - $T = 24,8\text{ }^\circ\text{C}$.

V.13. Effet du chargement par effet couronne

Lors de nos travaux sur le chargement électrostatique des médias filtrants, nous avons remarqué que la décharge couronne a le même effet sur les médias filtrants que celui du traitement par DBD. En effet en utilisant le même tissu pour de nombreux essais, il s'est avéré que ce dernier a été traité superficiellement. Ce traitement est de même nature que le traitement par DBD. Cela a été confirmé par une étude spectroscopique infrarouge d'un échantillon de tissu qui a été exposé pour un temps total de 50 min à la décharge couronne. Dans la

figure V.45 on voit clairement la présence de groupement hydrophile C=O et OH à la surface de l'échantillon. Ce fait montre la nécessité d'utiliser des échantillons vierges pour chaque étude, l'utilisation de la notion du gain de potentiel pour une étude comparative entre les tissus est indispensable dans ce cas.

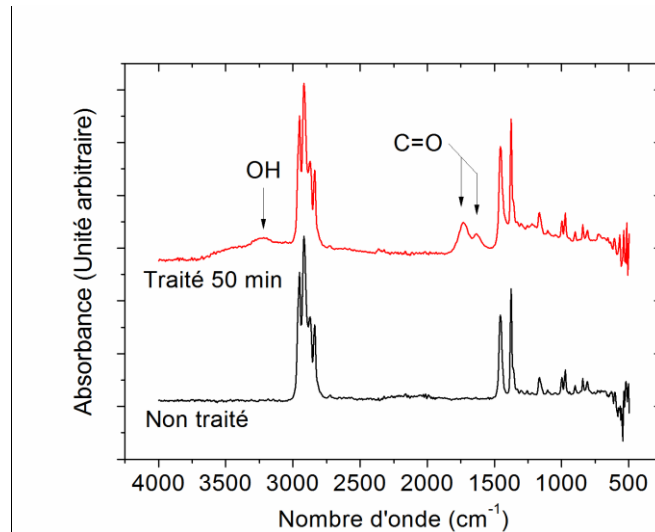


Figure V.45. Comparaison entre le spectre d'un échantillon de tissu avant et après exposition à l'effet couronne.

V.14. Conclusion

Dans cette partie nous avons étudié la possibilité d'utiliser le traitement par plasma DBD pour l'amélioration du chargement électrostatique des médias filtrants difficiles à charger. Une étude expérimentale sur le chargement électrostatique de différents types de média filtrant a été effectuée. Ensuite nous avons déterminé une méthode d'étude de l'effet du traitement par DBD sur le chargement électrostatique, cette dernière est basée sur la notion du gain de potentiel ; vu la nature non réversible du traitement des tissus, l'utilisation d'un seul échantillon pour toutes les expériences n'était pas possible. Le gain nous a permis de comparer l'état de charge acquis avant traitement (état initial) et celui d'après le traitement DBD (état final).

On a constaté qu'il existe un seuil pour que le traitement par DBD soit bénéfique pour l'amélioration de la charge du tissu, une fois dépassé le traitement par DBD agit d'une manière inverse et empêche le chargement électrostatique du média filtrant.

L'amélioration de la charge électrostatique après traitement par DBD revient au fait que ce dernier aide à augmenter la rugosité de la surface des fibres de tissu, cela a pour conséquence

d'augmenter la surface effective de contact de ces derniers et les pièges à charge. L'amélioration est dû aussi au fait que le traitement DBD aide à éliminer la décharge couronne inverse qui apparaît quand l'échantillon possède une très grande résistivité. En fait, le traitement DBD à faible quantité d'énergie aide à diminuer légèrement la résistivité du tissu par augmentation de la mouillabilité de surface et le greffage de groupes polaires qui absorbent l'humidité de l'air. Cette légère diminution de la résistivité va permettre d'éviter la création de décharges locales dans le tissu (de polarité inverse à celle de l'électrode couronne) qui sont à l'origine de la neutralisation des charges déposés lors du chargement électrostatique du tissu. Ainsi, cette diminution de résistivité va permettre d'assurer un bon chargement du tissu. Cependant le traitement à grande quantité d'énergie fait diminuer la qualité de chargement, cela est dû au fait que le caractère hydrophile (mouillabilité) du tissu devient prépondérant, ce tissu se comporte donc presque comme un conducteur dissipant ainsi toutes les charges déposées à sa surface d'une manière si rapide qu'aucune charge persistera à sa surface.

Les relevés des caractéristiques courant-tension ainsi que des profils de densité de courant ont confirmé ce constat, on a pu percevoir l'effet du traitement par DBD sur la décharge couronne inverse qui est détectée par un courant de décharge très élevé lors de la disposition d'un tissu de grande résistivité sur le plan de masse. Les courants électriques ont tous diminué une fois que le tissu a été traité par DBD ce qui confirme que l'effet de la décharge couronne inverse a bel et bien été diminué.

Enfin, on peut dire que la DBD peut être utilisée dans deux sens et à des fins totalement opposées. Le traitement pour de faibles quantités d'énergie est bénéfique pour l'amélioration de la charge électrostatique acquise par chargement par effet couronne, tandis que le traitement à grande quantité rend le tissu très difficile à charger électrostatiquement, cela révèle le caractère et le potentiel énorme d'intégration du traitement DBD dans l'industrie relevant des applications de l'électrostatique et aussi de la protection contre les risques électrostatiques.

CONCLUSION GENERALE

Conclusion générale

La modification de surface des matériaux par plasma froid de décharge électrique suscite toujours un intérêt majeur dans l'industrie. Avec l'évolution technologique du 21^e siècle, le besoin de nouveaux matériaux possédant des propriétés originales se fait de plus en plus ressentir, ainsi le développement des technologies propres et efficaces tels que les technologies à plasma constituent une très bonne voie à exploiter. C'est dans cette optique que ce travail de thèse a été élaboré.

Les études expérimentales que nous avons menées sur les plasmas froids et leurs utilisations pour le traitement de surface ont révélé que la modification de surface des polymères par plasma permet aussi de modifier les propriétés électrostatiques de ces derniers. Ainsi, ces travaux aboutissent à des applications dans le domaine industriel, notamment l'amélioration des procédés de chargement électrostatique des médias filtrants et le procédé de la séparation électrostatiques.

Les réacteurs à plasma réalisés au sein du laboratoire de recherche LSTE de l'université de Mascara en Algérie ont permis d'obtenir des plasmas froids de décharge à basse pression stables et homogènes, ces travaux ont révélé que :

- La variation de la distance inter-électrodes et de la pression du gaz font transiter la décharge électrique d'un régime à un autre.
- La décharge électroluminescente anormale est la mieux adaptée au dépôt de couches minces, car cette dernière allie une très grande énergie aux ions pulvérisant la cible.
- L'effet de la polarité est lié à la nature du gaz plasmagène puisqu'il n'existe aucune différence entre les deux polarités dans le cas de l'argon, ce qui n'est pas le cas pour l'air.
- L'initiation de la décharge plasma dans le réacteur ne suit pas la loi de Paschen et il semble que cette dernière est relativement vérifiée que pour l'argon.

L'étude de la DBD générée par le réacteur réalisé à l'IUT d'Angoulême/Université de Poitiers en France a montré que l'énergie électrique fournie par le système est le paramètre le mieux conforme pour décrire le comportement de la DBD, d'après cette étude nous avons pu constater que :

- Le courant de la DBD est dû à une multitude de micro décharges (courant impulsionnel) et qui ont lieu seulement lors de la transition du signal haute tension.

- Il existe un intervalle de fréquence où le régime de la décharge DBD est diffus, au-delà de cet intervalle (fréquences élevées), le régime devient de plus en plus filamentaire.
- L'énergie par alternance est très élevée en polarité positive, cette dernière augmente en fonction de la tension et de la permittivité du diélectrique et décroît en fonction de son épaisseur. Cependant la fréquence et la pente de transition du signal d'excitation ainsi que la configuration du diélectrique n'ont pas d'effet considérable sur l'énergie.
- Lorsqu'on augmente la distance inter-électrodes, l'énergie augmente aussi car de plus en plus d'espace d'air est ionisé, puis au-delà d'une certaine distance inter-électrodes elle commence à diminuer, faute d'affaiblissement du champ électrique nécessaire pour l'ionisation.
- Le modèle électrique de la DBD qui a été développé a pu décrire cette dernière avec une très bonne précision, cela est dû grâce à l'amélioration apportée au schéma équivalent pour la description des deux polarités.
- La modification et le vieillissement de la surface du diélectrique n'affecte pas le comportement de la DBD.

L'étude des effets du traitement de surface des polymères par plasma de DBD a été menée en utilisant une décharge en régime diffus. Bien que la décharge dans ce cas soit aussi du type filamentaire le nombre très important de filaments et leurs mouvements rapides font que l'aspect de la décharge apparaît très diffus dans ce cas ; ce régime est parfait pour un traitement homogène des surfaces des polymères, ce qui n'est pas le cas pour les hautes fréquences où les filaments de la décharge deviennent très localisés. Durant cette étude on a pu aussi constater que :

- L'énergie de la DBD doit être régulée en fonction du polymère à traiter, car ce dernier se comporte aussi comme un diélectrique.
- L'exposition au plasma de DBD engendre une augmentation de la rugosité surfacique du polymère par effet de gravure et d'ablation. La mouillabilité augmente aussi à cause du greffage de groupements chimiques polaire (C=O) et (OH) à la surface.
- L'exposition au plasma de DBD agit de deux façons sur la charge triboélectrique des polymères. Pour un traitement de courte durée, la charge est améliorée alors que pour un traitement de longue durée, la charge triboélectrique est diminuée ou même impossible.

- L'amélioration de la charge triboélectrique est due à l'augmentation de la rugosité de la surface, tandis que l'augmentation de la mouillabilité rend le matériau hydrophile (plus conducteur) et agit de façon inverse.

- Le traitement par DBD des granules de polymères à courte durée semble procurer de très bons résultats dans le domaine de la séparation électrostatique.

Quant aux principaux résultats issus de l'application du traitement par DBD au chargement électrostatique des médias filtrants, ils révèlent que :

- La charge des médias filtrants par effet couronne dépend de plusieurs paramètres intrinsèques au média (l'épaisseur de voile, la densité des fibres, dimensions...etc.), malgré leurs apparences visuels similaires, il est très difficile de trouver les bons échantillons pour l'étude à cause de leurs caractères anisotropes.

- Les zones les plus denses d'un média se chargent mieux que les zones moins denses, par contre les zones denses ont un déclin de potentiel plus rapide.

- La notion du gain de potentiel ΔV a permis de contourner le problème du caractère irréversible du traitement par DBD du tissu. Ce dernier a ainsi permis de faciliter l'étude de l'effet du traitement sur le chargement électrostatique en comparant l'état final de chaque échantillon avec son état initial.

- Le traitement de tissu par DBD aide à améliorer la charge par effet couronne, cependant il existe un seuil d'énergie à ne pas dépasser. Au-delà de ce seuil, le traitement par DBD agit d'une manière inverse et empêche le chargement électrostatique du média filtrant, cela est en très bonne corrélation avec les travaux de traitement de polymères granulaires au chapitre IV.

- Le fait d'augmenter le temps de traitement par DBD ainsi que la tension et la fréquence du signal DBD conduit à l'augmentation de l'énergie fournie par cette dernière, c'est pour cela qu'on remarque aussi l'existence d'un seuil à ne pas dépasser pour tous ces paramètres.

- L'effet « corona inverse » qui se manifeste lors du chargement des tissus poreux de résistivité élevée est la principale cause du mauvais chargement du média filtrant. L'action d'exposer ce tissu à un plasma de DBD pour de faible quantité d'énergie rend la surface moins résistive et permet d'éliminer l'effet corona inverse, cependant si le traitement est effectué pour de grande quantités d'énergie de DBD, le tissu va devenir très conducteur et va perdre totalement sa capacité à se charger par effet couronne.

Cette étude sur les plasmas froids et le traitement de surface, en générale, a été effectuée en utilisant des réacteurs en configuration volumique simple (plan/plan). Le traitement se faisait de manière statique, il serait très intéressant de concevoir des systèmes à plasma dynamiques qui permettent de traiter rapidement les surfaces des polymères. Cela permettra de limiter et de contrôler l'énergie reçue par l'échantillon et constituera un procédé facile à intégrer et efficace pour l'industrie.

Vu que le traitement par plasma de DBD engendre des modifications à l'échelle physico-chimique à la surface des polymères, il sera aussi très intéressant d'établir des séries triboélectriques modifiées qui pourront nous renseigner d'avantage sur la possibilité d'améliorer le procédé de la séparation électrostatique.

L'étude de l'efficacité des médias filtrants après traitement par plasma DBD constitue aussi des perspectives très prometteuses.

Références bibliographiques

- [1] P. Fauchais, « Gaz ionisés et plasmas », Techniques de l'Ingénieur, traité Sciences fondamentales AF 3 560, pp.1-27.
- [2] J. Rax, « Physique des plasmas, cours et applications », Edition Dunod, Paris, pp.1-426,2005.
- [3] L. Dascalescu, « An introduction to ionized gases, theory and applications », Toyohashi University of Technology, Japan, pp. 1–200, 1993.
- [4] E. Lecoq, « Traitement préventif antifongique du pin maritime par postdécharge DBD à la pression atmosphérique et étude de l'action directe des post décharges sur les champignons de bleuissement du bois », thèse de doctorat, université de Pau et des pays de l'Adour, pp.1-269, 2009.
- [5] M. Calafat, « Formation de poudres dans des décharges d'acétylène en Plasma Micro-onde Multipolaire excité à la résonance cyclotronique électronique répartie. Etude des nanocomposites carbone-carbone et leurs applications », thèse de doctorat, université Toulouse III - Paul Sabatier, pp. 1-179, 2008.
- [6] A. Piel, « Plasma generation », plasma physics, Springer-Verlag Berlin Heidelberg, DOI 10.1007/978-3-642-10491-6_11, pp 323-350, 2010.
- [7] A. Pointu, J. Perrin, J. Jolly, « Plasmas froids de décharge Propriétés électriques », Techniques de l'Ingénieur, traité Génie électrique, D 2 830.
- [8] A. Bogaerts, E. Neyts, R. Gijbels, J. Mullen, « Gas discharge plasmas and their applications », Spectrochimica Acta Part B, 57, pp.609–658, 2002.
- [9] B. M. Smirnov, « Physics of ionized gases », Russian Academy of Sciences, John Wiley & Sons, Inc, United Kingdom, pp.1-381, 2001.
- [10] Y.P. Raizer , « Gas Discharge Physics », springer Verlag, editor J.E. Allen, United kingdom, pp.1-449, 1991.
- [11] A. Pointu, J. Perrin, J. Jolly, « Plasmas froids de décharge, Applications et diagnostic », Technique de l'Ingénieur, traité Génie électrique, D2835.
- [12] A. Tilmatine, « Techniques de la haute tension chapitre IV Décharge couronne », cours en ligne, université Djilali Liabés de Sidi Bel Abbes, disponible sur : https://www.univ-sba.dz/fsi/downloads/ETL437-Chapitre_1.pdf
- [13] W. Grassi, D. Testi, « Induction of waves on a horizontal water film by an impinging corona wind », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, 16, N° 2, pp.377 – 385, 2009.
- [14] K. Adamiak, « Adaptive approach to finite element modelling of corona fields », IEEE Industry Applications Society Annual Meeting, Houston USA, pp.1632-1639,1992.
- [15] M. Abdel-Salam, Z. Al-Hamouz, « Analysis of monopolar ionized field as influenced by ion diffusion », Industry Applications IEEE Transactions on, 31, pp. 484-493, 1995.

- [16] A. Fridman, « Plasma Chemistry », Cambridge University press UK, pp.1-978, 2008.
- [17] L. B. Loeb, J. M. Meek, « The Mechanism of the Electric Spark », Stanford University press, pp.1-188, 1940.
- [18] M. Coulibaly, « Caractérisation des décharges électriques se propageant aux interfaces gaz/solide – Relation entre propriétés des matériaux et dimension fractale », thèse de doctorat, Ecole Centrale de Lyon, pp.1-217, 2009.
- [19] C. Gary, « Effet couronne sur les réseaux électriques aériens », Techniques de l'Ingénieur, traité Génie électrique, D 4 440.
- [20] B. Chua, A.S. Wexler, A.N.C. Tien, A.D.A. Niemeier, et B.A. Holmen, « Design, Fabrication, and Testing of a Microfabricated Corona Ionizer », Journal of microelectromechanical systems, 17, N° 1, pp.115-123, 2008.
- [21] F. Massines, A. Rabehi, P. Decomps, R.B. Gadri, P. Ségur et C. Mayoux, « Experimental and theoretical study of a glow discharge at atmospheric pressure controlled by dielectric barrier », Journal of Applied Physics, 83, N° 6, pp. 2950-2957, 1998.
- [22] N. Zouzou et E. Moreau, « Effect of a filamentary discharge on the particle trajectory in a plane-to-plane DBD precipitator », J. Phys. D: Appl. Phys., 44, No 285204, pp. 1-6, 2011.
- [23] B. Dramane, N. Zouzou, E. Moreau and G. Touchard, « Electrostatic Precipitation of Submicron Particles using a DBD in axisymmetric and planar configurations », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, 16, N° 2, pp. 343–351, 2009.
- [24] N. Zouzou, B. Dramane, E. Moreau and G. Touchard, « EHD Flow and Collection Efficiency of a DBD-ESP in Wire-to-Plane and Plane-to-Plane Configurations », IEEE Transactions on Industry Applications, 47, N° 1, pp. 336-343, 2011.
- [25] R. Gouri, « Optimisation électrique et géométrique d'un électrofiltre à barrière diélectrique en configuration fil-tube carré - application aux particules submicroniques », Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, pp.1-142, 2012.
- [26] A.C. Aba'a Ndong, « Décharges à barrière diélectrique pulsées de volume et de surface appliquées à la précipitation électrostatique et à la régénération de surface », Thèse de Doctorat, Université de Poitiers, pp.1-187, 2014.
- [27] T. Shao, K. Long, C. Zhang, J. Wang, D. Zhang, P. Yan et S. Zhang, « Electrical characterization of dielectric barrier discharge driven by repetitive nanosecond pulses in atmospheric air », Journal of Electrostatics, 67, N° 2-3, pp. 215-221, 2009.
- [28] M. Kettlitz, H. Höft, T. Hoder, S. Reuter, K.-D. Weltmann et R. Brandenburg, « On the spatio-temporal development of pulsed barrier discharges: influence of duty cycle variation », Journal of Physics D: Applied Physics, 45, N° 245201, pp. 1-10, 2012.
- [29] W. C. Wang, P. C. Jiang, S. Zhang, L. Jia, D. Z. Yang, K. Tang and Z. J. Liu, « An uniform DBD plasma excited by bipolar nanosecond pulse using wire-cylinder electrode configuration in atmospheric air », Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 122, pp. 107-112, 2014.

- [30] U. Kogelschatz, « Dielectric barrier discharges: Their history, discharge physics and industrial applications », *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, 23, N° 1, pp. 1-46, 2003.
- [31] F. Massines, G. Gouda, N. Gherardi, M. Duran, et E. Croquesel, « The role of dielectric barrier discharge atmosphere and physics on polypropylene surface treatment », *Plasmas and Polymers* 6, pp. 35-49, 2001.
- [32] F. Massines, P. Ségur, N. Gherardi, C. Khamphan, et A. Ricard, « Physics and chemistry in a glow dielectric barrier discharge at atmospheric pressure: Diagnostics and modelling », *Surface and Coatings Technology*, 174-175, pp. 8-14, 2003.
- [33] D. Trunec, A. Brablec, et F. Stastny, « Experimental study of atmospheric pressure glow discharge », *Contributions to Plasma Physics*, 38, pp. 435-445, 1998.
- [34] F. Leroux, C. Campagne, A. Perwuelz, et L. Gengembre, « Polypropylene film chemical and physical modifications by dielectric barrier discharge plasma treatment at atmospheric pressure », *Journal of Colloid and Interface Science*, 2008.
- [35] E. Lecoq. « Traitement préventif antifongique du pin maritime par post-décharge DBD à la pression atmosphérique et étude de l'action directe des post-décharges sur les champignons de bleuissement du bois ». *Material chemistry. Université de Pau et des Pays de l'Adour*, pp.1-269, 2009.
- [36] T. Shao, K. Long, C. Zhang, J. Wang, D. Zhang, P. Yan and S. Zhang, « Electrical characterization of dielectric barrier discharge driven by repetitive nanosecond pulses in atmospheric air », *Journal of Electrostatics*, 67, N° 2-3, pp. 215-221, 2009.
- [37] S. Pasquiers and J. M. Tatibouët, « Association des plasmas non-thermiques à la catalyse : applications et verrous technologiques » in *Plasmas froids : Astrophysique, aérospatial, environnement, biologie et nanomatériaux*, Saint-Etienne, Publication de l'Université de Saint-Etienne, pp. 183-192, 2006.
- [38] N. Gherardi, « Physico-chimie et régimes des décharges contrôlées par barrière diélectrique en mélange azote - gaz oxydant - silane. Application à l'activation de surfaces polymères et aux dépôts », *Thèse de Doctorat, Université Paul Sabatier, Toulouse*, 1998.
- [39] R. Bartnikas, « Note on ac discharge between metallic-dielectric electrodes in helium », *Journal of Applied Physics*, 40, pp. 1974-1976, 1969.
- [40] S. Kanazawa, M. Kogoma, T. Moriwaki and S. Okazaki, « Stable glow plasma at atmospheric pressure », *Journal of Physics D: Applied Physics*, 21, pp. 838-840, 1988.
- [41] N. Naudé, J. P. Cambronne, N. Gherardi and F. Massines, « Electrical model and analysis of the transition from an atmospheric pressure townsend discharge to a filamentary discharge », *Journal of Physics D : Applied Physics*, 38, N° 4, pp. 530-538, 2005.
- [42] C. Liu and J. R. Roth, « Plasma-related characteristics of a steady-state glow discharge at atmospheric pressure », In *Proc. 20th IEEE International Conference on Plasma Science, Vancouver*, p. 129, 1992.
- [43] J. R. Roth, L. Laroussi and C. Liu, « Experimental generation of steady-state glow discharge at atmospheric pressure » In *Proc. 19th IEEE International Conference on Plasma Science, Tampa*, p. 170, 1992.

- [44] F. Massines, N. Gherardi, N. Naudé and P. Ségur, « Recent advances in the understanding of Homogeneous dielectric barrier discharges » HAKONE XI, Oleron Island, 7-12 September, 2008.
- [45] C. Manasterski, « La pulvérisation cathodique industrielle », presse polytechnique et universitaire Romande, CH 1015 Lausanne, pp.1-222, 2005.
- [46] R. d'Agostino, P. Favia, Y. Kawai, H. Ikegami, N. Sato, et F. Arefi-Khonsari, « Advanced Plasma Technology », WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, pp.1-457, 2008.
- [47] D. Ghiglione, C. Leroux et C. Tournier, « Nitruration, nitrocarburation et dérivés », Technique de l'Ingénieur, traité de matériaux métalliques, pp.1-44, m1227.
- [48] J. Machet, « Dépôts ioniques », Techniques de l'Ingénieur, traité matériaux métalliques, pp.1-6, m 1 663.
- [49] J. Besso, « Dépôts par pulvérisation cathodique », Technique de l'Ingénieur, traitement des métaux, pp.1-24, m1657.
- [50] A. Mennad, « Les techniques de dépôt de couches minces et leurs applications », Revue des Energies Renouvelables, 18, N°4, pp.713 – 719, 2015.
- [51] A. Billard, F. Perry, « Pulvérisation cathodique magnétron », Techniques de l'Ingénieur, pp.1-17, m1654.
- [52] G. Renou, « Dépôt de films nanométriques pulvérisation cathodique radiofréquence », Technique de l'Ingénieur, Nanomatériaux : élaboration, propriétés et applications, pp.1-8, nm 610.
- [53] R. Reuschling, « depot de couches minces », Vacuum guide, disponible en ligne sur : http://www.vacuum-guide.com/francais/technique/af_couches_minces.htm
- [54] W. Eckstein, « Sputtering yields », Vacuum, 82, pp.930–934, 2008.
- [55] D. Depla, « On the effective sputter yield during magnetron sputter deposition », Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B, 328, pp.65–69, 2014.
- [56] J. Šícha, D. Heřman, J. Musil, Z. Strýhal, J. Pavlík, « High-rate low-temperature dc pulsed magnetron sputtering of photocatalytic TiO₂ films: the effect of repetition frequency », Nanoscale Research Letters, 2, pp.123–129, 2007.
- [57] J. Tranchant, « Etude de couches minces déposées par pulvérisation magnétron postionisée pour l'ingénierie de contraintes - cas du MoCr et de nano-canaux de carbone », thèse de doctorat, Université de Nantes, pp.1-239, 2007.
- [58] P. Sigmund, « Theory of sputtering. I. Sputtering yield of amorphous and polycrystalline targets », Phys. Rev. 184, N° 2, pp.383-416, 1969
- [59] R. d'Agostino, P. Favia, C. Oehr, M. R. Wertheimer, « Low-Temperature Plasma Processing of Materials: Past, Present, and Future », Plasma Process and Polymers, 2, pp.7–15, 2005.

- [60] C. Sarra-Bournet, S. Turgeon, D. Mantovani et G. Laroche, « A study of atmospheric pressure plasma discharges for surface functionalization of PTFE used in biomedical applications », *J. Physics. D: Applied Physics*, 39, N°16, pp. 3461–3469, 2006.
- [61] C. Sarra-Bournet, « Fonctionnalisation de surface de polymères par plasma à la pression atmosphérique. Amination de surface et dépôt de couches minces par un procédé de décharge par barrière diélectrique », Thèse de doctorat université de Toulouse III - Paul Sabatier pp.1-241, 2009.
- [62] M. Fontanille, Y. Gnanou, « Structure moléculaire et morphologie des polymères », *Techniques de l'Ingénieur, traité Plastiques et composites*, pp.1-28, A 3 042.
- [63] R. d'Agostino, P. Favia, C. Oehr, M. R. Wertheimer, « Plasma Processes and Polymers », Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, pp.1-518, 2005.
- [64] R. Geoffrion, « Plan de cours, Matériaux et techniques », cours N° 10, 2007, disponible en ligne sur : <http://www.cvm.qc.ca/geoffrio/index/materiau/cours10/cours10.pdf>
- [65] C. Hall, « Polymer Materials », Published by Macmillan education LTD, London, pp.1-240, 1989.
- [66] H. Rauscher, M. Perucca, et G. Buyle, « Plasma Technology for Hyperfunctional Surfaces », Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Weinheim, pp.1-400, 2010.
- [67] M.B. Olde Riekerink, « Structural and chemical modification of polymer surfaces by gas plasma etching », Press: Printpartners Ipskamp, Enschede, The Netherlands, pp.1-151; 2001.
- [68] J. Lai, B. Sunderland, J. Xue, S. Yan, W. Zhao, M. Folkard, B.D. Michael, Y. Wang, « Study on hydrophilicity of polymer surfaces improved by plasma treatment », *Applied Surface Science*, 252, pp.3375–3379, 2006.
- [69] Liston, E.M., Martinu, L., and Wertheimer, M.R., « Plasma Surface Modification of polymers for Improved Adhesion - a Critical-Review ». *Journal of adhesion science and technology*, 7, N°10, pp.1091-149, 1993.
- [70] S. Lerouge, M.R. Wertheimer et L.H. Yahia, « Plasma sterilization: A review of parameters, mechanisms, and limitations », *Plasmas and Polymers*, 6, N°3 pp.175-188, 2001.
- [71] N. Zouzou, C. Agbangla, E. Moreau, et G. Touchard, « Diesel particle treatment using a surface dielectric barrier discharge », *IEEE Transactions on plasma science*, 36, N° 4, pp.1354-1355, 2008.
- [72] N. Zouzou, K. Takashima, A. Mizuno et G. Touchard, « Generation and application of wide area plasma », Chapter 8 of *Industrial plasma Technology: Application from Environmental to Energy Technologies*, Weinheim: Wiley-VCH, 2010.
- [73] H. Schonhorn, F.W. Ryan, et R.H. Hansen, « Surface Treatment of Polypropylene for Adhesive Bonding », *Journal of adhesion*, 2: pp. 93-99, 1970.
- [74] J. Izdebska, « Corona Treatment », *Printing on polymers*, pp.123.142, 2016, doi: <http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-323-37468-2.00008-7>

- [75] Document technique « Traitement de surface par plasma froid », Société : Coating Plasma Industrie – Actipôle St Charles, pp.1-9, site internet : www.cpi-plasma.com
- [76] NF EN ISO 9092, « Textiles ; Nontissés ; Définition », AFNOR, 1988.
- [77] DIN EN 29092, « Textiles ; Nonwovens ; Définition », AFNOR, 1992.
- [78] J. Payen, « Etude et développement de structures fibreuses nontissées dédiées à la filtration de particules fines dans l'air », Université de valenciennes et du hainaut-cambrésis, pp.1-257, 2009.
- [79] I.M. Hutten, « Handbook of Non-Woven Filter Média », Elsevier Science & Technology Books, Oxford UK, pp.1-481, 2007.
- [80] B. Tabti, « Contributions à la caractérisation des filtres à électret par la mesure du déclin de potentiel de surface », Thèse de doctorat, université de Poitiers, pp.1-138, 2011.
- [81] D. Bémer, R. Régnier, S. Callé, D. Thomas, X. Simon, J.C. Appert-Collin, « Filtration des aérosols – Performances des médias filtrants », INRS – Hygiène et sécurité du travail, Cahier documentaire ND 2241-202-06, pp.7- 21, 2006.
- [82] F. D. Eitzman, A. D. Rousseau, « Process of making a fibrous electret web », Brevet d'invention. US 6824718 B2, pp.1-14, 30 Nov 2004.
- [83] K. C. Hofacre, R. T. Hecker, A. Wang, M. C. Shell, S. J. Lawhon, « Critical Assessment of Building Air Cleaner Technologies », Environmental Protection Agency US, Rapport Dec 2008.
- [84] L. W. Barrett, A. D. Rousseau, « Aerosol Loading Performance of Electret Filter Média », American Industrial Hygiene Association Journal, 59, pp.532– 539, 1998
- [85] T. Oda, J. Ochiai, « Charging characteristics of a nonwoven sheet air filter », IEEE 6th International Symposium on Electrets, ISE 6 Proceedings, pp.515- 519, 1988.
- [86] P.K. Herman, M.J. Lehmann, Y.K. Velu, « Predicting initial pressure drop of fibrous filter média, Typical models and recent improvements », Journal of Textile and Apparel, Technology and Management, 5, N° 2, pp1.15, 2006.
- [87] R. Bharadwaj, A. Patel, S. Chokdepanich, G.G. Chase, « Oriented fiber filter média », Journal of Engineered Fibers and Fabrics, Special Issue 2008 – Filtration, pp.29-34, 2008.
- [88] P. Molinié, P. Liovera, « Surface potential measurements: Implementation and interpretation », Dielectric Materials, Measurements and Applications, Conference Publication N° 473, IEE, pp. 253-258, 2000.
- [89] J.A. Giacometti, O.N. Oliveira, « Corona charging of polymers », IEEE Transaction and Electrical Insulation, 27, N° 5, pp. 924-943, 1992.
- [90] J.A. Giacometti, S. Fedosov, M.M. Costa, « Corona charging of polymers: Recent advances on constant current charging », Brazilian Journal of Physics, 29, N° 2, pp. 269-279, 1999.
- [91] Z. Zehira, « Etude de l'effet d'un traitement par plasma froid sur les propriétés de surface d'un film de polymère », thèse de doctorat, Université Mentouri de Constantine, pp.1-119, 2008.

- [92] R. Shishoo, « Plasma technologies for textiles », CRC Press Boca Raton Boston New York Washington, DC, pp.1-320, 2007.
- [93] C. Kan, « A Novel Green Treatment for Textiles », Editor: Michael C. Cann, CRC press, Taylor and Francis group, Boca Raton London New York, pp.1-262, 2015.
- [94] G. M. Sessler, « Electrets », Second Enlarged Edition, Springer-Veflag Berlin Heidelberg, Printed in Germany, pp.1-453, 1987.
- [95] K. C. Kao, « Dielectric phenomena in solids », Elsevier Academic Press, ISBN: 0-12-396561-6, 2004.
- [96] K. L. Kaiser, « Electrostatic discharge », Taylor & Francis Group, ISBN 0-8493- 7188-0, pp.1-213, 2006.
- [97] J. A. Giacometti, G.F. Leal Ferreira, B. Gross, « Summary of corona charging methods », IEEE 6th International Symposium on Electrets (ISE 6), pp.87-91, 1988.
- [98] Z. Xu, L. Zhang, G. Chen, « Decay of electric charge on corona charged polyethylene », Journal of Physics D: Applied Physics, 40, pp.7085–7089, 2007.
- [99] M.C. Plopeanu, L. Dascalescu, B. Neagoe, A. Bendaoud, P.V. Notingher, « Characterization of two electrode systems for corona-charging of non-woven filter média », Journal of Electrostatics, 71, N° 3, pp.517-523, 2013.
- [100] A. Bendaoud, A. Tilmatine, K. Medles, M. Younes, O. Blejan, et L. Dascalescu, « Experimental study of corona discharge generated in a modified wire–plate electrode configuration for electrostatic process applications », IEEE Transactions on industry applications, 46, N° 2, pp.666-671, 2010.
- [101] A. Bendaoud, A. Tilmatine, K. Medles, M. Younes, M. Blejan, M. Rahli et L. Dascalescu, « Caractérisation expérimentale des électrodes couronne de type dual », Journal of Electrostatics 64, pp.431–436, 2006.
- [102] A. Bouteffaha, A. Bendaoud, A. Fatihou, A. F. Chirițescu, R. R. Rodrigues et L. Dascalescu, « Study of the Transient Regime of the Corona Discharge Generated by a Triode Electrode Arrangement », IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation, 23, N° 2, pp.692-698, 2016.
- [103] A. Fatihou, N. Zouzou, G. Iuga et L. Dascalescu, « Measurement of the electric potential at the surface of nonuniformly charged polypropylene nonwoven média », Journal of Physics: Conference Series, 646, 012035, pp.1-4, 2015.
- [104] A. Fatihou, L. Dascalescu, N. Zouzou M.B. Neagoe, A. Reguig, « Measurement of surface potential of non-uniformly charged insulating materials using a non-contact electrostatic voltmeter », IEEE Transactions on dielectrics and electrical insulation, 23, N° 4, pp.2377-2384, 2016.
- [105] A. Antoniu, L. Dascalescu, I. Vacar, M.C. Plopeanu, B. Tabti, et H.L. Teodorescu, « Surface Potential Versus Electric Field Measurements Used to Characterize the Charging State of Nonwoven Fabrics », IEEE transactions on industry applications, 47, N° 3, pp.1118-1125, 2011.

- [106] R. A. Moreno et B. Gross, « Measurement of potential buildup and decay, surface charge density, and charging currents of corona-charged polymer foil electrets », *Journal of Applied Physics*, 47, N° 8, pp.3397-3402, 1976.
- [107] L. Dascalescu, K. Senouci, M. Plopeanu, A. Rotaru, S. Cananau et K. Medles, « Improving the surface electric potential measurement capability for textile materials », *Quality and reliability engineering international*, Wiley Online Library, pp.601-611, 2013.
- [108] L. Dascalescu, M. Plopeanu, B. Tabti, A. Antoniu, L.M. Dumitran, P.V. Notingher, « Corona charging of composite nonwoven média for air filtration », *Proc. ESA Annual Meeting on Electrostatics*, Paper D3, pp.1-7, 2010.
- [109] B. Tabti, M. R. Mekideche, M. Plopeanu, L.M. Dumitran, L. Herous, et L. Dascalescu, « Corona charging and charge decay characteristics of nonwoven filter média », *IEEE transactions on industry applications*, 46, N° 2, pp.634-640, 2010.
- [110] B. Tabti, L. Dascalescu, M. Plopeanu, A. Antoniu, M. Mekideche, « Factors that influence the corona charging of fibrous dielectric materials », *Journal of Electrostatics*, 67, pp.193–197, 2009.
- [111] J. Feng, X. Huang, W. Chen, J. Wu, H. Lin, Q. Cheng, D. Yun, F. Zhang, « Fabrication and characterization of Cu₂ZnSnS₄ thin films for photovoltaic application by low-cost single target sputtering process », *Vacuum*, 126, pp.84–90, 2016.
- [112] B. T. Chiad, T. L. Al-Zubaydi, M. K. Khalaf, A. I. Khudiar, « Construction and characterization of a low pressure plasma reactor using DC glow discharge », *Journal of Optoelectronics and Biomedical Materials*, 1, N° 3, pp.255 – 262, 2009.
- [113] A. Ohl, W. Schleinitz, A. Meyer-Sievers, A. Becker, D. Keller, K. Schröder, J. Conrads, « Design of an UHV reactor system for plasma surface treatment of polymer materials », *Surface and Coatings Technology*, 116-119, pp.1006 – 1010, 1999.
- [114] D. M. Mattox, « Handbook of physical vapor deposition (PVD) processing », Noyes Publications Westwood, New Jersey, U.S.A, pp.1–945, 1998.
- [115] C. A. Bishop, « Vacuum deposition onto films, and foils webs», William Andrew publishing, Norwich, NY USA, pp.01-474, 2007.
- [116] L. Dascalescu, P. Ribardiére, C. Duvanaud, J. Paillot, « Electrostatic discharges from charged spheres approaching a grounded surface », *J. Electrostatics*, 47, pp.249-259, 1999.
- [117] E. Kuffel, W.S. Zaengl, J. Kuffel, « High Voltage Engineering Fundamentals », Second edition, Newnes, pp.1-539, 2000.
- [118] J. Chen, J. G. Zhao, D. B. Wu, W. Liu, T. Zhang, « Breakdown voltage of glow discharge of pin electrodes », *China Vacuum*, 86, pp.189-192, 2011.
- [119] M. Abdel-Salam, H. Anis, A. El-Morshedy, R. Radwan, « High-Voltage Engineering – Theory and Practice », Second edition, Marcel Dekker Ink, New York. Basel, pp.1-726, 2000.

- [120] M. A. Lieberman, A. J. Lichtenberg, « Principals of plasma discharges and material processing », Wiley-interscience publication, John Wiley & Sons Inc, pp.1 – 572, 1994.
- [121] S. Rahmane, M.A. Djouadi, M.S. Aida, N. Barreau, B. Abdallah, N.Hadj Zoubir, « Power and pressure effects upon magnetron sputtered aluminum doped ZnO films properties », *Thin Solid Films*, 519, pp.5-10, 2010.
- [122] Y. Gu , J. Lu, T. Grotjohn, T. Schuelke, J. Asmussen, « Microwave plasma reactor design for high pressure and high power density diamond synthesis », *Diamond & Related Materials*, 24, pp.210 – 214, 2012.
- [123] H.Y. Chu, M. H. Weng, C. C. Nien, C. Lin, K.I. Hu, « The Influence of Sputtering Power of Aluminum Film in Aluminum Induced Crystallization of Low Temperature Poly-Silicon Film », *IEEE.Proc.1st NEMS Conference, Zhuhai, China*, pp.1190-1193, 2006.
- [124] B.T. Chiad, T. L. Al-Zubaydi, M. K. Khalaf, A. I. Khudiar, « Characterization of low pressure plasma-dc discharges (Ar, SF6 and SF6/He) for Si etching », *Indian Journal of Pure & Applied Physics* 48, pp.723 -730, 2010.
- [125] N.St.J. Braithwaite, « Introduction to gas discharges », *Plasma sources sciences and technology*, 9, pp.517–527, 2000.
- [126] G. Xiao, X. Wang, J. Zhang, M. Ni, X. Gao, K. Cen, « Characteristics of DC discharge in a wire-cylinder configuration at high ambient temperatures », *Journal of Electrostatics*, 72, pp.13-21, 2014.
- [127] G. Xiao, X. Wang, J. Zhang, M. Ni, X. Gao, K. Cen, « Current analysis of DC negative corona discharge in a wire-cylinder configuration at high ambient temperatures », *Journal of Electrostatics*, 72, pp.107-119, 2014.
- [128] A. Schutze, J. Y. Jeong, S.E. Babayan, J. Park, G.S. Selwyn, R. F. Hicks, « The Atmospheric-Pressure Plasma Jet », *IEEE Trans.Plasma Sci.*, pp.1686-1694, 1998.
- [129] G. Francis, The glow discharge at low pressure, « *Encyclopedia of Physics, Gas Discharges II* », vol. XXII, S. Flügge Ed Berlin, Germany: Springer-Verlag, pp.53 – 208, 1956.
- [130] M. J. Druyvesteyn, F. M. Penning, « The mechanism of electrical discharges in gases of low pressure », *Reviw of Moden Physics*, 12, pp.87-176, 1940.
- [131] A. Anders, « Plasma and ion sources in large area coating: A review », *Surface & Coatings Technology*, 200, pp.1893 – 1906, 2005.
- [132] A. Maaouni, « Diodes et applications », *Travaux pratiques d'électronique SMP5, Université Mohammed V, Faculté des Sciences, Rabat*, pp.1-35, disponible en ligne sur : <file:///C:/Users/bemofe/Downloads/tp1234-160727144030.pdf>
- [133] J.S.E. Townsend, « *Electricity in Gases* », Oxford at Clarendon Press, pp.1-496, 1915.
- [134] F. Paschen, « Ueber die zum Funkenübergang in Luft, Wasserstoff und Kohlensäure bei verschiedenen Drucken erforderliche Potentialdifferenz », (On the potential difference required for spark initiation in air, hydrogen, and carbon dioxide at different pressures), *Annalen der Physik*, 273, N°5, pp.69–97, 1889.

- [135] M.D. Hogue, R.E. Cox, J. Mulligan, J. Kapat, K. Ahmed, J.G. Wilson, L.M. Calle, « Revision of Paschen's Law Relating to the ESD of Aerospace Vehicle Surfaces », Proc. Electrostatics Joint Conference, pp.1-12, 2017
- [136] D.B. Go et D.A. Pohlman, « A mathematical model of the modified Paschen's curve for breakdown in microscale gaps », Journal of applied physics, 107, 103303, pp.1-9, 2010.
- [137] R. Tirumala et D.B. Go, « An analytical formulation for the modified Paschen's curve », Applied physics letters, 97, 151502, pp.1-3, 2010.
- [138] Y. Fu, H. Luo, X. Zou, X. Wang, « Modification of Paschen's law for the nonuniform electric field between two plane-parallel electrodes », Plasma Sciences (ICOPS), 2015 IEEE International conference on plasma sciences, Antalya, Turkey, ISSN: 0730-9244, 2015.
- [139] R.F. Graf, « Modern dictionary of electronics », Newnes, imprint of Butterworth-Heinemann, pp.1-869, 1999.
- [140] J.L. Merrien, « Analyse numérique avec matlab, Exercices et Problèmes », Dunod Paris, pp.1-206, 2007.
- [141] A. C. Aba'a Ndong, N. Zouzou, N. Benard et E. Moreau, « Effect of dielectric aging on the behavior of a surface nanosecond pulsed dielectric barrier discharge », IEEE Dielectrics and Electrical Insulation Society, 20, N° 5, pp.1554-1560, 2013.
- [142] S.O. Kasap, « Principles of electronic materials and devices », Third Edition, McGraw-Hill, New York, pp.1-874, 2006.
- [143] Le Manuel internet des radioamateurs, « Permittivité - Constante diélectrique », site internet : <http://f5zv.pagesperso-orange.fr/RADIO/RM/RM23/RM23B/RM23B07a.html>
- [144] A.W. Rory, « Plastic Surface Modification Surface Treatment, Decoration, and Adhesion»; Hanser Publishers, Munich, Hanser Publications, Cincinnati, pp 1-183, 2010.
- [145] P. Fabbri and M. Messori, « Modification of Polymer Properties Chapter 5 Surface Modification of Polymers: Chemical, Physical, and Biological Routes ». Edited by: Carlos F. Jasso-Gastinel and José M. Kenny, William Andrew, Applied science publishers ISBN: 978-0-323-44353-1, pp 109–130, 2017.
- [146] C. Borcia, G. Borcia and N. Dumitrascu, « Relating plasma surface modification to polymer characteristics », Appl. Phys. A Materials Science & Processing 90, 507, 2008.
- [147] A. Mercado-Cabrera, B. Jaramillo-Sierra, R. López-Callejas, R. Valencia-Alvarado, A. de la Piedad-Beneitez, R. Pena-Eguiluz, S. Barocio-Delgado, A. Munoz-Castro and B. Rodríguez-Méndez, « Surface modification of polypropylene fiber for hydrophilicity enhancement aided by DBD plasma », Prog. Org. Coat. 76, N°1858, 2013.
- [148] P. Cools, S. Van Vrekhem, N. De Geyter and R. Morent, « The use of DBD plasma treatment and polymerization for the enhancement of biomedical UHMWPE », Thin Solid Films, 572, N°251, 2014.
- [149] M. Šimor, Y. Creighton, A. Wypkema and J. Zemek, « The Influence of Surface DBD Plasma Treatment on the Adhesion of Coatings to High-Tech Textiles », Journal of Adhesion Science and Technology, 24, N° 77, 2010.

- [150] T. Govindarajan and R. Shandas, « A Survey of Surface Modification Techniques for Next-Generation Shape Memory Polymer Stent Devices Polymers »; 6; N° 2309, 2014, doi:10.3390/polym6092309.
- [151] Z. Zhang, « Surface Modification by Plasma Polymerization and Application of Plasma Polymers as Biomaterials », PhD Dissertation, Department of Chemistry and Pharmacy Of the Johannes Gutenberg University, Mainz, pp 1-136, 2003.
- [152] Z. Fang, X. Wang, R. Shao, Y. Qiu and K. Edmund, « The effect of discharge power density on polyethylene terephthalate film surface modification by dielectric barrier discharge in atmospheric air », Journal of Electrostatics, 69, 60, 2011.
- [153] N. Takahashi, A. Goldman, M. Goldman and J. Rault, « Surface modification of LDPE by a DC corona discharge generated in a point-to-grid system: the influence of geometric parameters of the system on modification power », Journal of Electrostatics, 50, 49, 2000.
- [154] F. Massines and G. Gouda, « A comparison of polypropylene-surface treatment by filamentary, homogeneous and glow discharges in helium at atmospheric pressure », J. Phys. D: Appl. Phys. 31, 3411, 1998.
- [155] P. Bruggeman and R. Brandenburg, « Atmospheric pressure discharge filaments and microplasmas: physics, chemistry and diagnostics », J. Phys. D: Appl. Phys. 46, 1, 2013.
- [156] A. N. Bhoj and M. J. Kushner, « Continuous processing of polymers in repetitively pulsed atmospheric pressure discharges with moving surfaces and gas flow », J. Phys. D: Appl. Phys. 40, 6953, 2007.
- [157] M. Šíra, D. Trunec, P. Sťahel, V. Buršíková, Z. Navrátil and J. Buršík, « Surface modification of polyethylene and polypropylene in atmospheric pressure glow discharge », J. Phys. D: Appl. Phys. 38, 621, 2005.
- [158] J. Niu, D. Liu, J. Chen, H. Ding, and Y. Wu, « Large-area surface modification of polymers using a cold pulsed glow discharge », Eur. Phys. J. Appl. Phys. 57, 10801, 2012.
- [159] M. Cernak, L. Cernakov, I. Hudec, D. Kovacik, and A. Zahoranova, « Diffuse Coplanar Surface Barrier Discharge and its applications for in-line processing of low-added-value materials », Eur. Phys. J. Appl. Phys. 47, 22806, 2009.
- [160] M. Thomas and K.L. Mittal, « Atmospheric Pressure Plasma Treatment of Polymers », Relevance to Adhesion, Scrivener Publishing LLC Wiley, Beverly Ma, pp 1-395, 2013.
- [161] H. Rauscher, M. Perucca, and G. Buyle, « Plasma Technology for Hyperfunctional Surfaces », Wiley-VCH Verlag GmbH & Co.KGaA, Weinheim, 2010.
- [162] C.S. Ren, K. Wang, Q.Y. Nie, D.Z. Wang and S.H. Guo, « Surface modification of PE film by DBD plasma in air », Appl. Surf. Sci, 255, 3421, 2008.
- [163] H. Zhang, H. Li, M. Fang, Z. Wang, L. Sang, L. Yang and Q. Chen, « Roll-to-roll DBD plasma pretreated polyethylene web for enhancement of Al coating adhesion and barrier property », Appl. Surf. Sci 1, 2015, <http://dx.doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.10.146>
- [164] K.G. Kostov, A.L.R. dos Santos, R.Y. Honda, P.A.P. Nascente, M.E. Kayama, M.A. Algatti and R.P. Mota, « Treatment of PET and PU polymers by atmospheric pressure

- plasma generated in dielectric barrier discharge in air », *Surf. Coat. Technol.* 204, 3064, 2010.
- [165] Z. Niu, C. Zhang, T. Shao, Z. Fang, Y. Yu and P. Yan, « Repetitive nanosecond-pulse dielectric barrier discharge and its application on surface modification of polymers », *Surf. Coat. Technol.* 228, 578, 2013.
- [166] R. Sharma, S. Trigwell, M.K. Mazumder and R.A. Sims, « Modification of electrostatic properties of polymer powders by atmospheric pressure plasma treatment », *Polymer Surface Modification: Relevance to Adhesion*, Ed. K.L. Mittal 3, pp. 25-37, 2004.
- [167] R. Sharma, S. Trigwell, and M. K. Mazumder, « Interfacial Processes and Tribocharging: Effect of Plasma Surface Modification and Physisorption », *Particulate Science and Technology*, 26, 587, 2008.
- [168] R. Sharma, R. A. Sims and M. K. Mazumder, « Modification of Surface Properties of Polymeric Materials », *Journal of the Arkansas Academy of Science*, 56, 157, 2002.
- [169] K. Takashima and T. Oda, « Antistatic Process of Dielectric Thin Films using Low Pressure Discharge », *Journal of Electrostatics*, 46, 193, 1999.
- [170] H. Takeda and Y. Murata, « Change in Charging Characteristics of High Polymers due to Plasma Treatment », *Jpn J. Appl. Phys.* 35, 4791, 1996.
- [171] J. Kodama, R. Forerch, N.S. McIntyre, and G.S.P. Castle, « Effect of plasma treatment on the triboelectric properties of polymer powders », *J. Appl. Phys.* 74, N°6, 4026, 1993.
- [172] Y. Murata and Y. Hara, « Enhancement of frictional charging characteristics of polymer powder by plasma treatment », in *Proc. 36th IEEE-IAS Ann. Meeting*, 2, Rome, Italy, pp 847-850, 2000.
- [173] M. Chongqi, Z. Shulin, H. Gu, « Anti-static charge character of the plasma treated polyester filter fabric », *Journal of Electrostatics*, 68, 111, 2010.
- [174] M.F. Bekkara, Y. Benmimoun, A. Tilmatine, K. Miloudi and S. Flazi, « An effective approach for designing a low pressure DC glow discharge plasma reactor », *Journal of Electrostatics*, 88, 225, 2017.
- [175] Z. Fang, X. Xie, J. Li, H. Yang, Y. Qiu and E. Kuffel, « Comparison of surface modification of polypropylene film by filamentary DBD at atmospheric pressure and homogeneous DBD at medium pressure in air », *J. Phys. D: Appl. Phys.* 42, 1, 2009.
- [176] A.C. Aba'a Ndong, N. Zouzou, N. Benard and E. Moreau, « Geometrical optimization of a surface DBD powered by a nanosecond pulsed high voltage », *Journal Electrostatics*, 71, 246, 2013.
- [177] J. Jolibois, N. Zouzou, E. Moreau and J.M. Tatibouët, « Generation of surface DBD on rough dielectric: Electrical properties, discharge-induced electric wind and generated chemical species », *Journal of Electrostatics*, 69, 522, 2011.
- [178] R.B. Tyata and D.P. Subedi, « An investigation of the effect of electrode geometry and frequency of power supply in the homogeneity of dielectric barrier discharge in air », *Kathmandu University Journal of Science, Engineering and Technology*, 6, 96, 2010.

- [179] D.E. Ashpis, M.C. Laun and E.L. Griebeler, « Progress toward accurate measurements of power consumptions of DBD plasma actuators », (USA, Ohio, NASA Glenn Research Center) NASA Center for Aerospace Information 7115 Standard Drive Hanover, MD 21076–1320, pp 1-25, 2012.
- [180] Thermo Nicolet corporation, « Introduction to Fourier Transform Infrared Spectrometry », document technique, pp.1-7, site internet: www.thermonicolet.com
- [181] D.W. Mayo, F.A. Miller and R.W. Hannah, « Course notes on the interpretation of infrared and Raman spectra », John Wiley & Sons, Inc, New Jersey, pp 261-300, 2003
- [182] K.G. Kostov, T.M.C. Nishime, L.R.O. Hein and A. Toth, « Study of polypropylene surface modification by air dielectric barrier discharge operated at two different frequencies », *Surf. Coat. Technol.* 234, 60, 2013.
- [183] Y. Yuan, T.R. Lee, « Contact Angle and Wetting Properties ». In: Bracco G., Holst B. (eds) *Surface Science Techniques*, Springer Series in Surface Sciences, 51. Springer, Berlin, Heidelberg, pp3-34, 2013.
- [184] T. Zeghloul, A.M. Benhafssa, G. Richard, K. Medles, L. Dascalescu, « Effect of particle size on the tribo-aero-electrostatic separation of plastics », *Journal of Electrostatics*, 1-5, 2016, <http://dx.doi.org/10.1016/j.elstat.2016.12.003>
- [185] A. Nadjem, M. Kachi, F. Bekkara, K. Medles, T. Zeghloul, L. Dascalescu, « Triboelectrification of granular insulating materials as affected by dielectric barrier discharge (DBD) treatment », *Journal of Electrostatics*, 86, 18, 2017.
- [186] A. Iuga, L. Calin, V. Neamtu, A. Mihalcioiu, L. Dascalescu, « Tribocharging of plastics granulates in a fluidized bed device », *Journal of Electrostatics*, 63, 937, 2005.
- [187] M.B. Neagoe, Y.E. Prawatya, T. Zeghloul and L. Dascalescu, « Influence of surface roughness on the tribo-electric process for a sliding contact between polymeric plate materials », 13th International Conference on Tribology, ROTRIB'16, (IOP Publishing, IOP Conf. Series: Materials Science and Engineering, 174, 2017, doi:10.1088/1757-899X/174/1/012003
- [188] L. Dascalescu, R. Morar, A. Iuga, A. Samuila et V. Neamtu, « Electrostatic separation of insulating and conductive particles from granular mixes », *Particulate Science and Technology*, 16, N°1, pp.25-42, 1998.
- [189] L. Dascalescu, « Mouvements des particules conductrices dans un séparateur à haute tension pour matériaux granulaires », *Journal of Electrostatics*, 32, pp.305-316, 1994.
- [190] L. Dascalescu, A. Samuila, A. Mihalcioiu, S. Bente et Amar Tilmatine, « Robust design of electrostatic separation processes », *IEEE Transactions on industry applications*, 41, N° 3, pp.715-720, 2005.
- [191] K. Medles, A. Tilmatine, F. Miloua, A. Bendaoud, M. Younes, M. Rahli et L. Dascalescu, « Set point identification and robustness testing of electrostatic separation processes », *Industry Applications, IEEE Transactions*, 43, N°3, pp.618–626, 2007.
- [192] L.F. Călin, « Séparation électrostatique des matériaux plastiques provenant d'équipements informatiques, en utilisant la triboélectrification en lit fluidisé », thèse de doctorat, Universitatea Tehnică Din Cluj-Napoca, Université de Poitiers, 2008.

- [193] A. Tilmatine, S. Bendimerad, M. Younes et L. Dascalescu, « Experimental analysis and optimisation of a free-fall triboelectric separator of granular plastic particles », *International Journal of Sustainable Engineering*, 2, N° 3, pp.184–191, 2009.
- [194] A. Tilmatine, K. Medles, S. Bendimerad, F. Boukholda, L. Dascalescu, « Review: Electrostatic separators of particles: Application to plastic/metal, metal/metal and plastic/plastic mixtures », *Waste Management*, 29, pp.228–232, 2009.
- [195] A. Tilmatine, Z. Azzouz, M. Younes, M. Brahami, L. Dascalescu, « Séparation électrostatique des particules : une technologie efficace dans l'industrie de recyclage », *Sciences & Technologie B*, N°22, pp. 42-46, 2004.
- [196] C. Dragan, « Modélisation du processus de charge et séparation tribo-aero-électrostatique de matériaux plastiques granulaires », thèse de doctorat université de Poitiers, pp.1-125, 2006.
- [197] A. Tilmatine, Y. Benmimoun, S. Bendimerad, K. Medles, L. Dascalescu, « Séparateurs électrostatiques des particules. Application à la récupération des déchets industriels », *European journal of electrical engineering*, 13/3, pp.283-296, 2010.
- [198] H. Teodorescu, L. Dascalescu, M. Hulea, M.C. Plopeanu, « Correlations between the electric charging properties and the optically determined structure of non-woven fabrics », *Journal of Electrostatics*, 71, pp.635-647, 2013.
- [199] P. Molinié, D. Alvarez, « Etude de l'injection de charge sur des plaques d'élastomère silicone par mesures du potentiel de surface », *Revue Internationale de Génie Electrique*, 9, pp.389-404, 2006.
- [200] 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 Paris Sud Paris XI, 2001.
- [201] M.N. Horenstein, « Surface Charging Limit for a Woven Fabric on a Ground Plane », *Journal of Electrostatics*, 35, pp.31-40, 1995.
- [202] L.C. Thanh, « Back corona part II: Its effects on spark over voltage », *Journal of Electrostatics*, 6, pp.161-179, 1979.
- [203] R. Kacprzyk, W. Mišta, « Back Corona in Fabrics », *Fibres & Textiles in Eastern Europe*, 14, N° 5(59), pp.35-38, 2006.
- [204] A.S. Stepashkina, E.S. Tsobkallo, A.N. Alyoshin, « Electrical conductivity modeling and research of polypropylene composites filled with carbon black », IOP publishing, *Journal of Physics: Conference Series* 572, pp.1-4, 2014.

Publications et communications

Publications

- **M.F. Bekkara**, Y. Benmimoun, A. Tilmatine, K. Miloudi and S. Flazi, « An effective approach for designing a low pressure DC glow discharge plasma reactor », Journal of Electrostatics, 88, 225, 2017.
- Nadjem, M. Kachi, **M.F. Bekkara**, K. Medles, T. Zeghloul, L. Dascalescu, «Triboelectrification of granular insulating materials as affected by dielectric barrier discharge (DBD) treatment », Journal of Electrostatics, 86, 18, 2017.

Publication en cours

- **M.F. Bekkara**, L. Dascalescu, Y. Benmimoun, T. Zeghloul, A. Tilmatine, N. Zouzou, «Modification of surface characteristic and tribo-electric properties of polymers by DBD plasma in atmospheric air », Soumis pour publication dans : The European Physical Journal AP, section 8-Plasma, discharges and processes. Numéro ID : 144118. Référence : ap170149.

Communications avec actes

- **M.F. Bekkara**, Y. Benmimoun, A. Tilmatine, K. Miloudi, S. Flazi, « An effective approach for designing a low pressure DC glow discharge plasma reactor», Conférence Electrostatics 2017 DECHEMA Frankfurt Am Main, Allemagne, 10 - 13 April 2017.
- **M. F. Bekkara**, B. Neagoe, Y. Prawatya, Y. Benmimoun, T. Zeghloul, N. Zouzou, « Modifying the surface characteristics of polymers by exposure to dielectric barrier discharges », Conférence SFE 2016, Société Française de l'électrostatique, Université de Poitiers – France, 29-31 Aout 2016.
- **M.F. Bekkara**, Y. Benmimoun, A. Tilmatine, S. Flazi, L. Dascalescu, « Experimental electrical characteristics of Argon gas DC discharge for thin film deposition by plasma processing», The 4th Asia-Africa Sustainable Energy Forum AASF jointly with the 6th International Sahara Solar Breeder ISSB Workshop, Université USTO – Oran – Algérie, 13-14 Mai 2014.
- Y. Benmimoun, **M.F. Bekkara**, A. Tilmatine, S. Flazi, L. Dascalescu, « Design and Realization of Plasma Reactor for the Synthesis of Copper Thin Film », The second International Conference on Research to Applications & Markets – RAM 2013, Sousse, Tunisia, 29-3 Juin 2013.
- **M.F. Bekkara**, Y. Benmimoun, A. Tilmatine, S. Flazi, L. Dascalescu, « Réalisation d'un Réacteur à Plasma Froid pour le Dépôt de Couche Mince », La 9^{ème} Conférence National sur la Haute Tension, CNHT 2013, Université Ammar Thlidji – Laghouat – Algérie, 9-11 Avril 2013.
- Y. Benmimoun, **M.F. Bekkara**, A. Tilmatine, S. Flazi, L. Dascalescu, « Développement d'un Réacteur à Plasma Froid et Dépôt de Couche Mince pour Applications Photovoltaïques », The first International Conference on Innovative Materials and Techniques – CIMT 2012, Hammamet, Tunisia, 1-15 Novembre 2012.
- **M.F. Bekkara**, Y. Benmimoun, A. Tilmatine, S. Flazi, L. Dascalescu, « Development of a Cold Plasma Reactor and Thin Film Processing for Photovoltaic Applications », The 2nd Asia-Arab Sustainable Energy Forum jointly with the 4th International Sahara Solar Breeder Workshop , Université USTO – Oran – Algérie, 15-16 Mai 2012.

Résumé

Durant les travaux de cette thèse, les plasmas froids générés par les décharges à basse pression et à pression atmosphérique tel que la décharge à barrière diélectrique DBD ont été utilisés pour le traitement et la modification de surface des matériaux.

L'étude du traitement par revêtement en couche mince en basse pression a été effectuée en relevant les caractéristiques électriques des décharges en corrélation avec leurs régimes, cette étude a révélé que la décharge électroluminescente « anormale » est la mieux adaptée pour le dépôt.

Les travaux expérimentaux sur la DBD ont été effectués en relevant les oscillogrammes (courant – tension) et en calculant l'énergie fournie par un post traitement des données. Les effets des paramètres géométriques et électriques ont pu être ainsi établis de façon plus crédible.

Les analyses profilométriques et spectroscopiques FTIR des surfaces de polymères traités par DBD montrent que ce traitement rend la surface des polymères plus rugueuse et engendre un greffage de groupement polaire tel que (C=O) qui leur confère ainsi un caractère hydrophile.

Les propriétés triboélectriques des polymères traités par de faible quantité d'énergie de DBD ont été améliorées, cela a permis ainsi de perfectionner le procédé de la séparation électrostatique.

Le traitement des médias filtrants en polymère, a aussi amélioré leurs chargement électrostatique par effet couronne, ceci est possible en respectant ainsi le seuil d'énergie reçu par la DBD.

Mots clé : Plasma froid, couche mince, DBD, traitement de surface, polymère, média filtrant, tribologie.

Abstract

As part of this thesis, cold plasmas generated by low pressure and atmospheric discharges such as dielectric barrier discharges DBD were used for surface treatment and modification of materials.

The study of low-pressure thin-film coating treatment was carried out by identifying the discharges electrical characteristics in correlation with their regimes and their visual appearance. This study revealed that the "abnormal" glow discharge is the best suited for coating.

The DBD studies were performed by recording the (current - voltage) oscillograms and by calculating the supplied energy by data post - processing. The effects of the geometrical and electrical parameters was also established more credibly.

The profilometric and spectroscopic analyzes of the DBD treated polymers surfaces shows that this treatment makes the surface of the polymers rougher and generate a polar group grafting, such as (C = O) which gives them a hydrophilic character.

The triboelectric properties of the polymers, which were treated with small amount of DBD energy, were greatly improved; this allowed exploiting the DBD treatment in the electrostatic separation.

The treatment of the polymer filter medias has also improved their electrostatic charging by corona effect; this is possible only while respecting the energy threshold received by the DBD.

Keywords: Cold plasma, thin film, DBD, surface treatment, polymer, filter media, tribology.

ملخص

في إطار هذه الأطروحة، قد استخدمت البلازما الباردة الناتجة عن الشرارة الكهربائية في الضغط المنخفض وأيضا تلك الناتجة في الضغط الجوي كالشرارة ذات الحاجز العازل ش.ح.ع لمعالجة وتعديل سطوح المواد.

ان دراسة معالجة السطوح بالتغطية بطبقات رقيقة من مواد اخرى في الضغط المنخفض تم اجراءها من خلال ايجاد الخصائص الكهربائية للشرارة وعلاقتها بنظام عملها، وقد كشفت الدراسة أن الشرارة الكهرومتهوجة بنظام "غير عادي" هي الأنسب لعملية التغطية. ان الدراسات حول شرارة ش.ح.ع اجريت باستعمال الرسوم التنبؤية (التيار - الجهد) وبحساب الطاقة الناتجة عن طريق معالجة البيانات. وهذا ما قد سمح بتحديد تأثير العوامل الهندسية والكهربائية بمزيد من المصداقية.

ان التحاليل البيانية البصرية والطيفية لسطوح البوليمرات المعدلة بينت أن العلاج ببلازما شرارة ش.ح.ع يجعل سطح البوليمرات أكثر خشونة ويؤدي ايضا الى زرع وظائف قطبية مثل (C = O) مما يمنح سطح البوليمر طابع محب للماء.

ان خاصية التكهرب بالاحتكاك للبوليمرات المعالجة ببلازما ش.ح.ع وبكمية قليلة من الطاقة قد تحسنت كثيرا، مما سمح باستعمال هذه المعالجة لتحسين الفصل الكهربائي.

ان معالجة الوسائط المرشحة المصنوعة من البوليمرات ببلازما ش.ح.ع ادت ايضا الى تحسين قدرتها على الشحن بواسطة شرارة الكورونا ولا يتم ذلك ايضا الا باحترام عتبة الطاقة المولدة من قبل شرارة ش.ح.ع.

الكلمات المفتاحية: البلازما الباردة، طبقة رقيقة، شرارة ش.ح.ع، معالجة السطوح، البوليمر، الوسائط المرشحة، علم الاحتكاك.