

## THÈSE

Pour l'obtention du grade de  
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE POITIERS  
UFR des sciences fondamentales et appliquées  
Pôle poitevin de recherche pour l'ingénieur en mécanique, matériaux et énergétique - PPRIMME  
(Poitiers)  
(Diplôme National - Arrêté du 25 mai 2016)

École doctorale : Sciences et Ingénierie des Matériaux, Mécanique, Énergétique (Poitiers)  
Secteur de recherche : Génie électrique

Présentée par :  
Ugo Lesprit

### **Étude expérimentale du chargement triboélectrique d'une bille de verre en interaction avec des matériaux polymères**

Directeur(s) de Thèse :  
Thierry Paillat, Nouredine Zouzou

Soutenue le 02 juin 2020 devant le jury

#### Jury :

Président	<b>Noël Brunetière</b>	Directeur de recherche CNRS, Pprime, Université de Poitiers
Rapporteur	<b>Philippe Molinié</b>	Maître de conférences, LGEP, CentraleSupélec, Gif-sur-Yvette
Rapporteur	<b>Petru V. Notingher</b>	Professeur, IES, Université de Montpellier
Membre	<b>Thierry Paillat</b>	Professeur, Pprime, Université de Poitiers
Membre	<b>Nouredine Zouzou</b>	Maître de conférences, Pprime, Université de Poitiers
Membre	<b>Didier Marty-Dessus</b>	Professeur, Laboratoire Laplace, Université de Toulouse
Membre	<b>Jean-Charles Laurentie</b>	Maître de conférences, IES, Université de Montpellier
Membre	<b>Anna Paquier</b>	Ingénieure de recherche, Saint-Gobain Research, Paris

#### **Pour citer cette thèse :**

Ugo Lesprit. *Étude expérimentale du chargement triboélectrique d'une bille de verre en interaction avec des matériaux polymères* [En ligne]. Thèse Génie électrique. Poitiers : Université de Poitiers, 2020. Disponible sur Internet <<http://theses.univ-poitiers.fr>>



---

## THÈSE

Pour l'obtention du grade de

### DOCTEUR DE L'UNIVERSITE DE POITIERS

Faculté des Sciences Fondamentales et Appliquées

Diplôme National - Arrêté du 25 mai 2016

École Doctorale SIMME : Sciences et Ingénierie en Matériaux,  
Mécanique et Énergétique

Domaine de recherche : Génie Électrique

Présentée par

**Ugo Lesprit**

---

### Étude expérimentale du chargement triboélectrique d'une bille de verre en interaction avec des matériaux polymères

---

Directeurs de thèse :

**Thierry Paillat**

**Noureddine Zouzou**

Thèse soutenue le 23 mars 2020 reportée au 2 juin 2020 pour cause de crise sanitaire  
COVID-19

devant la Commission d'Examen

### JURY

N. Brunettière	<i>Directeur de recherche, Université de Poitiers, Institut Pprime</i>	Président
P. Notingher	<i>Professeur, Université de Montpellier, Laboratoire IES</i>	Rapporteur
P. Molinié	<i>Maître de Conférences, Centrale Supélec, Laboratoire LGEP</i>	Rapporteur
D. Marty-Dessus	<i>Professeur, Université de Toulouse, Laboratoire Laplace</i>	Examinateur
J-C. Laurentie	<i>Maître de Conférences, Université de Montpellier, Laboratoire IES</i>	Examinateur
A. Paquier	<i>Ingénieure de recherche, Saint-Gobain Research Paris</i>	Examinatrice
T. Paillat	<i>Professeur, Université de Poitiers, Institut Pprime</i>	Examinateur
N. Zouzou	<i>Maître de Conférences, Université de Poitiers, Institut Pprime</i>	Examinateur



# Remerciements

Je voudrais remercier en premier lieu mes directeurs de thèse, Noureddine et Thierry, pour m'avoir donné l'opportunité de réaliser ce projet de thèse dans un cadre idéal, en montrant beaucoup de soutien et de confiance dans leur encadrement. Les aboutissements de ce travail de thèse ont pu être atteints en partie grâce à la bonne dynamique de cette équipe de travail, dont les très nombreuses concertations ont permis de développer une approche critique pour toujours approfondir l'interprétation physique des résultats expérimentaux obtenus. Je voudrais également remercier SGR Paris d'avoir financé et encadré le projet, avec un respect total pour le caractère académique du travail de doctorant et en montrant en permanence un intérêt soutenu pour le travail effectué. Un grand merci en particulier à mes différents responsables, Joël, Yifan, Anna et Marc pour avoir été toujours disponibles et m'avoir accompagné dans ce projet avec de la sympathie et du soutien ainsi que de nombreux conseils précieux. J'étends ces remerciements à l'ensemble des collaborateurs du groupe Saint-Gobain avec lesquels les échanges ont toujours été agréables et fructueux.

J'adresse ensuite mes plus chaleureux remerciements à mon jury de thèse, qui aura apporté une contribution critique riche et essentielle dans la fin de ce projet de thèse, et ce malgré les conditions imprévisibles qui ont marqué l'organisation de la soutenance en contexte de crise sanitaire.

Ce travail n'aurait pas pu être effectué sans le soutien crucial de tous les personnels de support à la recherche au sein de l'institut Pprime dont la contribution a permis de relever les défis présentés par ce projet ambitieux en termes de complexité expérimentale, dans la conception comme dans la réalisation des essais. Merci à Christian, Laurent, Jean-Marc, Richard, Ludo, Nikolai et Brice pour leur aide précieuse dans la conception, dans les travaux d'usinage sur le dispositif expérimental ainsi que dans le déploiement des outils électroniques qui permettent son utilisation. Un très grand merci à Patrick et Romain pour leur aide avec les mesures optiques au cours de mes très fréquentes sollicitations, et à Francis et Pierre-François pour leurs interventions toujours très rapides sur mes différents postes de travail. Merci également à Catherine et Marie-Line pour leur soutien administratif, et merci pour finir à l'entreprise CITF pour la fabrication du dispositif.

Comme un projet de thèse ne se limite pas au temps de travail investi, et qu'il nécessite un bon cadre social pour maintenir les efforts nécessaires sur trois années, je voudrais remercier tous les collègues avec qui j'ai été amené à interagir au cours de cette thèse, ainsi que toutes les personnes qui ont rendu la vie à Poitiers agréable. Sans exhaustivité, je tiens à mentionner :

- La bonne ambiance au sein du H2 en général et les nombreux repas et verres partagés avec les autres thésards et post-doc. Merci à Etienne, Srikar, Thomas, Manu, Gwenaël, Paul, Melissa, Fatma, Gad, Johann, Yann, Michelle, Ayyoub, Hamza, Larbi, Hervé, Pierre, Agathe, Rodrigo, Stanley, Greg, Adrien, Augustin, Jérémie, Arthur, Umesh, Sachin, Aurélien, Clément, Clément (bis), Guillaume, Thibaut, Nishant, Gabo, Federico et tous ceux que j'ai malheureusement omis de mentionner.
- Les matchs de squash endiablés dans un bon esprit de compétition, merci à Gwenaël, Paul, Thomas, Arthur, Clément et Guillaume pour tous ces moments de dépense

---

physique !

- Les innombrables matchs de foot salle, en compétition ou en entraînement, avec le très bon souvenir d'une victoire sur le fil en ligue, merci à Damien, Jérémie, Igor, Said, Tarik, Jérémy, Alex, JB, Jean-Carl, Nico, Bruno, Soufiane, Sami et tous les autres avec qui j'ai partagé le terrain.
- Les bons moments passés avec l'ADDICT, association du D2. Merci à Paul, Lahna, Hugo, Bruno, Yves, Amal et tous les autres doctorants rencontrés entre afterworks, matchs de sport et autres évènements organisés.
- Et puis je ne voudrais surtout pas oublier les bons copains de Poitiers, merci à Damoon, Assia, Antho, Pierre, Guillaume, Benjo, Anaïs, Camille, Kerry, Nico, Fred, Laura, Ronan, Cécile, Théo, Matthieu... Un clin d'œil tout particulier aux comparses de mon groupe de musique Manala, Stico, Mich et Simon, avec qui une belle aventure a commencé au cours de cette thèse, en espérant qu'elle continue à s'exprimer au maximum sur scène !

Pour finir, je voudrais remercier ma chère Caroline de m'avoir soutenu en toutes circonstances pendant cette thèse au jour le jour, et avoir partagé ma vie quotidienne, et puis ma famille dans son ensemble, dont mes parents et mes deux frères en particulier, qui m'ont aidé à persévérer dans mon développement personnel et mes études pour que je puisse achever avec succès ce projet conséquent !

# Sommaire

<b>Introduction</b>	<b>12</b>
<b>I Revue bibliographique</b>	<b>15</b>
I.1 Le chargement triboélectrique . . . . .	16
I.1.1 Matériaux conducteurs ou isolants . . . . .	17
I.1.2 Chargement triboélectrique entre deux métaux . . . . .	18
I.1.3 Mécanismes limitant le chargement triboélectrique . . . . .	20
I.1.4 Séries triboélectriques . . . . .	21
I.1.5 Théories électroniques . . . . .	23
I.1.6 Théories ioniques . . . . .	24
I.1.7 Transfert de matière . . . . .	25
I.1.8 Bipolarité du chargement triboélectrique . . . . .	26
I.2 Études expérimentales concernant le chargement triboélectrique . . . . .	26
I.2.1 Techniques expérimentales . . . . .	27
I.2.2 Paramètres importants pour le chargement triboélectrique . . . . .	32
I.3 Modélisation du chargement triboélectrique d'une particule . . . . .	40
I.3.1 Modèle de condensateur . . . . .	40
I.3.2 Modèle de relaxation de charges . . . . .	42
I.4 Conclusion . . . . .	45
<b>II Dispositif expérimental</b>	<b>46</b>
II.1 Conception du dispositif expérimental . . . . .	46
II.2 Description du montage expérimental . . . . .	48
II.2.1 Protocole de préparation des échantillons . . . . .	52
II.3 Les mesures de charge électrique . . . . .	53
II.3.1 La mesure de charge initiale . . . . .	53
II.3.2 La mesure de charge finale . . . . .	57
II.3.3 La mesure de la charge d'impact de la bille . . . . .	58
II.4 Système d'acquisition des données et traitement des données . . . . .	60
II.4.1 Enregistrement optique du mouvement de la bille . . . . .	61
II.5 Lancement de la bille et trajectoire . . . . .	62
II.5.1 Instabilités de trajectoire . . . . .	64
II.6 Conclusion . . . . .	67
<b>III Caractérisation de l'influence des paramètres mécaniques de l'impact sur le chargement triboélectrique</b>	<b>68</b>
III.1 Propriétés mécaniques du dispositif expérimental . . . . .	69
III.1.1 Vitesse et angle d'impact . . . . .	69
III.1.2 Vitesse de rebond et coefficient de restitution d'énergie . . . . .	71
III.1.3 Rotation de la bille . . . . .	72
III.1.4 Incertitudes sur la vitesse et l'angle d'impact . . . . .	73
III.2 Étude des effets de la vitesse d'impact de la bille . . . . .	76

III.2.1	Influence de la vitesse d'impact sur le chargement triboélectrique . . . . .	76
III.2.2	Influence de l'angle d'impact et de la vitesse tangentielle de la bille sur le chargement triboélectrique . . . . .	88
III.3	Étude du chargement triboélectrique du verre contre des cibles de plusieurs matériaux . . . . .	96
III.4	Conclusion . . . . .	99
<b>IV</b>	<b>Caractérisation de l'influence des paramètres chimiques et environnementaux sur le chargement triboélectrique</b>	<b>101</b>
IV.1	Influence de l'état de surface des billes . . . . .	102
IV.1.1	Pré-conditionnement des billes . . . . .	102
IV.1.2	Dispersion de la charge d'impact et stabilisation des billes . . . . .	102
IV.1.3	Influence de la composition chimique de la bille . . . . .	107
IV.2	Influence des conditions environnementales sur le comportement triboélectrique . . . . .	108
IV.2.1	Effets de l'humidité . . . . .	108
IV.2.2	Effets de la température . . . . .	112
IV.3	Étude sur des additifs chimiques antistatiques . . . . .	116
IV.3.1	Configuration I . . . . .	117
IV.3.2	Configuration II . . . . .	119
IV.3.3	Configuration III . . . . .	124
IV.4	Conclusion . . . . .	128
	<b>Conclusion</b>	<b>130</b>
<b>A</b>	<b>Complément matériel et méthodes</b>	<b>134</b>
A.1	Billes de verre . . . . .	134
A.2	Matériaux cibles . . . . .	135
A.3	Solutions de sels saturés . . . . .	138
<b>B</b>	<b>Interface LabView, post-traitement des résultats et boîtier électrique</b>	<b>139</b>
B.1	Interface LabView . . . . .	139
B.2	Post-traitement des données . . . . .	141
B.3	Boîtier électrique . . . . .	145
<b>C</b>	<b>Mesure de la durée de contact</b>	<b>147</b>
<b>D</b>	<b>Mesure de l'affinité avec l'eau des cibles</b>	<b>149</b>
<b>E</b>	<b>Cible de PU de comportement différent</b>	<b>151</b>

# Index des figures

I.1	Principe du chargement triboélectrique . . . . .	17
I.2	Densités d'états d'énergie électroniques . . . . .	18
I.3	Travail de sortie . . . . .	19
I.4	Séries triboélectriques . . . . .	22
I.5	Image du champ électrostatique à la surface d'un matériau chargé par effet triboélectrique . . . . .	27
I.6	Concepts de mesures de charge . . . . .	29
I.7	Dispositif de mesure par impact [51] . . . . .	30
I.8	Dispositif de mesure par impact [55] . . . . .	31
I.9	Dispositifs de mesure par impact multiples [39, 58, 59] . . . . .	32
I.10	Évolution de la charge d'impact en fonction de la charge initiale [12] . . . . .	33
I.11	Évolution de la charge d'impact au cours d'impacts successifs [51] . . . . .	34
I.12	Évolution de la charge d'impact en fonction de sa vitesse d'impact [73] . . . . .	35
I.13	Evolution de la charge de contact avec la rugosité [48] . . . . .	36
I.14	Évolution de la charge d'impact pour plusieurs inclinaisons de cible [53, 55] . . . . .	37
I.15	Évolution de la charge en fonction de l'humidité relative [59] . . . . .	38
I.16	Évolution de la charge en fonction de l'humidité 2 [31, 50] . . . . .	39
I.17	Evolution de la charge en fonction de la température [49, 82] . . . . .	41
I.18	Modèle de condensateur [3] . . . . .	42
I.19	Modèle de relaxation de charges [12] . . . . .	43
I.20	Modèle de relaxation de charges 2 [12] . . . . .	44
II.1	Schéma de principe et vue isométrique du dispositif expérimental . . . . .	49
II.2	Représentations de différentes pièces du dispositif expérimental . . . . .	51
II.3	Photographie du dispositif expérimental . . . . .	52
II.4	Exemple typique de mesures de courant d'un essai . . . . .	54
II.5	Montage expérimental préliminaire . . . . .	55
II.6	Courant de charge finale . . . . .	58
II.7	Limitation sur l'angle de réglage de la cible . . . . .	59
II.8	Post-traitement numérique des données . . . . .	61
II.9	Montage d'ombroscopie pour mesure optique . . . . .	62
II.10	Exemple de trajectoire de la bille . . . . .	63
II.11	Lanceur pneumatique . . . . .	64
II.12	Modification de l'électrode de charge initiale . . . . .	66
III.1	Vitesse d'impact de la bille en fonction de la pression d'entrée . . . . .	69
III.2	Angle d'impact de la bille en fonction de la pression d'entrée . . . . .	70
III.3	Représentation et notation de l'angle d'impact $\theta_i$ et de l'angle de rebond de la bille $\theta_r$ par rapport à l'angle de réglage de la cible $\theta_S$ . . . . .	70
III.4	Vitesse de rebond $V_r$ en fonction de la vitesse d'impact $V_i$ . . . . .	71
III.5	Photographies par caméra rapide d'une bille peinte . . . . .	72
III.6	Angle de rebond de la bille en fonction de l'angle incident . . . . .	74
III.7	Charge d'impact en fonction de la composante normale de la vitesse . . . . .	77

III.8	Photographie des indentations sur une cible de PTFE et topographie d'une indentation réalisée par interférométrie . . . . .	80
III.9	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour le PTFE et le PU .	81
III.10	Histogramme de l'écart relatif de la charge d'impact par rapport à la régression linéaire . . . . .	82
III.11	Densité surfacique de charge en fonction de la vitesse normale . . . . .	84
III.12	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour différents diamètres de bille . . . . .	85
III.13	Charge d'impact en fonction de la surface de contact pour différents diamètres de bille . . . . .	87
III.14	Corrélation entre la composante normale et la composante tangentielle de la vitesse . . . . .	88
III.15	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour différentes valeurs d'angles de réglage de la cible . . . . .	89
III.16	Charge d'impact en fonction de la vitesse tangentielle . . . . .	90
III.17	Topographie d'une cible en PTFE et d'une cible en PU . . . . .	94
III.18	Coefficients de restitution pour plusieurs angles de réglage de cible . . . . .	95
III.19	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour plusieurs matériaux cibles . . . . .	97
III.20	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour trois PU de dureté différente . . . . .	98
IV.1	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale après un premier lavage à l'éthanol . . . . .	103
IV.2	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale contre le PU après plusieurs traitements chimiques successifs . . . . .	104
IV.3	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale de la bille contre une cible en PU pour le même lot de billes que sur la figure IV.2, pour un nombre plus important de traitements chimiques. Les séries supplémentaires sont réalisées entre 2 et 4 bars de pression. . . . .	104
IV.4	Phénomène de stabilisation sur une cible en PTFE . . . . .	105
IV.5	Évaluation de la durée des effets du traitement chimique dans le temps . . .	106
IV.6	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour des billes de verre sodocalciques et borosilicates . . . . .	108
IV.7	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour plusieurs valeurs d'humidité relative . . . . .	111
IV.8	Charge d'impact en fonction de la température pour le PU . . . . .	113
IV.9	Charge d'impact en fonction de la température pour le PTFE . . . . .	114
IV.10	Valeurs moyennes de la charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour plusieurs quantités de l'additif de type A . . . . .	120
IV.11	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour plusieurs quantités de l'additif de type A . . . . .	121
IV.12	Valeurs moyennes de la charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour plusieurs quantités de l'additif de type B . . . . .	122
IV.13	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour plusieurs quantités de l'additif de type B . . . . .	123
IV.14	Valeurs moyennes de la charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour plusieurs quantités du mélange d'additifs . . . . .	125
IV.15	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour plusieurs quantités du mélange d'additifs . . . . .	126
IV.16	Observation des effets du mélange d'additif après plusieurs tirs dans le dispositif . . . . .	127
A.1	Photographie des billes sodocalciques Preciball de 4 mm de diamètre. . . .	134
A.2	Photographie de cibles fabriquées à partir de chaque matériau étudié. . . .	135
A.3	Essais mécaniques utilisés pour mesurer les propriétés des matériaux cibles	137

---

B.1	Photographie d'écran de l'interface LabVIEW permettant de faire fonctionner le dispositif expérimental. . . . .	140
B.2	Schéma récapitulatif du post-traitement numérique des données. . . . .	141
B.3	Photographie du boîtier électrique fabriqué pour le dispositif expérimental .	145
B.4	Schéma électrique du boîtier électrique servant à l'alimentation et au pilotage du dispositif expérimental. . . . .	146
D.1	Exemple de mesure de l'angle de contact d'une goutte avec le dispositif expérimental utilisé. . . . .	149
E.1	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale contre une cible en PU de comportement particulier pour deux angles de réglages . . . . .	153
E.2	Charge d'impact en fonction de la vitesse normale contre une cible en PU de comportement particulier pour deux valeurs d'humidité relative . . . . .	154

# Index des tableaux

II.1	Résultats d'essais préliminaires pour une vitesse de chute de 3 m/s . . . . .	56
III.1	Propriétés mécaniques des principaux matériaux de l'étude . . . . .	79
III.2	Propriétés mécaniques des différents matériaux cibles et coefficient directeur de la régression linéaire des valeurs moyennes de charge d'impact. . . . .	96
IV.1	Dispersion de la charge d'impact pour la configuration I pour chaque série d'essais réalisée. . . . .	118
IV.2	Dispersion de la charge d'impact pour la configuration II pour chaque série d'essais réalisée. . . . .	118
A.1	Composition chimique des billes de verre sodocalcique Preciball . . . . .	135
A.2	Propriétés mécaniques des matériaux . . . . .	136
A.3	Liste des sels inorganiques utilisés pour la régulation . . . . .	138
B.1	Récapitulatif des données collectées au cours d'un essai . . . . .	143
C.1	Données collectées au cours d'un essai . . . . .	147
D.1	Angle de contact moyen mesuré pour les différents matériaux de cible. . . . .	149



# Introduction

Le chargement triboélectrique, ou électrisation par frottement, est un phénomène physique traitant de l'échange et de l'accumulation de charges électriques à la surface de solides mis en contact puis séparés. Ce phénomène mis en évidence dès la Grèce Antique, par le frottement entre un morceau d'ambre et des poils d'animaux, est la plus ancienne trace d'étude de phénomènes électriques. De nombreuses applications industrielles requièrent des procédés de conditionnement de matériaux qui impliquent des surfaces diélectriques en frottement contre d'autres surfaces. Ces situations peuvent entraîner sous certaines conditions une accumulation de charges à la surface des matériaux mis en contact suffisamment importante pour provoquer des conséquences indésirables. En particulier, lorsque des particules de petites tailles sont utilisées dans des procédés industriels, les phénomènes de surface deviennent plus importants et peuvent causer des problèmes tels que l'adhésion des particules aux parois ou l'occurrence de décharges électriques potentiellement dangereuses. Ces situations sont fréquentes dans le domaine industriel comme l'industrie pharmaceutique ou l'agro-alimentaire. Par ailleurs, plusieurs applications technologiques telles que l'électrophotographie, la séparation électrostatique ou plus récemment les nanogénérateurs triboélectriques se sont développées en exploitant directement le chargement triboélectrique. Ces intérêts industriels divers ont alimentés considérablement les travaux de recherches menés sur le sujet.

Malgré le temps important écoulé depuis sa découverte et les nombreuses études, le chargement triboélectrique est toujours à l'heure actuelle un phénomène globalement mal compris. Selon les configurations étudiées, les prédictions concernant les quantités de charges générées par effet triboélectrique peuvent être incertaines et plusieurs controverses persistent dans la compréhension théorique des mécanismes principaux responsables de ce phénomène. Plusieurs raisons expliquent ces difficultés :

- De manière analogue aux autres phénomènes reposant sur le contact entre deux surfaces solides, le chargement triboélectrique est le résultat de nombreux paramètres locaux interdépendants qui compliquent la modélisation des situations couramment rencontrées dans l'industrie.
- Le chargement triboélectrique est en réalité le résultat de deux phénomènes différents agissant simultanément : le phénomène de transfert de charge durant le contact entre les deux matériaux d'une part, et le phénomène de relaxation de ces charges dès la séparation des deux solides d'autre part.
- Du fait de la difficulté à décrire théoriquement ces phénomènes, la recherche sur le chargement triboélectrique est majoritairement supportée par des travaux expérimentaux. Les études expérimentales traitant de ce phénomène montrent cependant une faible reproductivité et les résultats publiés sont parfois directement contradictoires, ce qui entrave la progression des connaissances dans ce domaine.

Il existe ainsi un intérêt important pour des études fondamentales additionnelles concernant les aspects principaux du chargement triboélectrique, comme la nature des charges

---

échangées, les mécanismes de transfert de charge impliqués ou les mécanismes de relaxation. Ce travail de thèse s'inscrit dans cette démarche en mettant en œuvre le développement d'un dispositif expérimental minutieusement conçu pour permettre une analyse approfondie des caractéristiques du chargement triboélectrique entre deux matériaux isolants. Les études expérimentales traitant de l'électrification par impact dans la littérature sont toutes basées sur une configuration d'interaction entre un isolant et un métal, et l'étude directe d'une configuration entre deux isolants est l'une des originalités de ce dispositif expérimental. La configuration d'un impact unique aux propriétés contrôlées est choisie car elle propose des conditions optimales pour étudier les paramètres jouant un rôle important dans le chargement triboélectrique. Elle est également adaptée pour permettre l'identification des mécanismes physiques mobilisés au cours du contact et de la séparation des deux matériaux étudiés.

Ce projet de thèse est une collaboration industrielle sous la forme d'un contrat CIFRE initié par le centre de R&D Saint-Gobain Research Paris (SGR Paris), associé au groupe industriel Saint-Gobain. Le travail réalisé dans ce cadre reflète les besoins toujours croissants pour une étude approfondie du phénomène de chargement triboélectrique de particules dans des situations variées. La collaboration entre l'institut Pprime et SGR Paris a permis d'associer de manière efficace les connaissances fondamentales et expérimentales des phénomènes électrostatiques de l'institut au savoir-faire du centre de R&D en termes de caractérisation chimique et de fabrication des matériaux. L'étude principale de cette thèse concerne le chargement triboélectrique entre le verre et des matériaux polymères. Le verre est un matériau réputé comme étant difficile à caractériser d'un point de vue triboélectrique en raison de son état de surface particulièrement dynamique, qui peut affecter les résultats de manière considérable. Sur cette base et grâce à ce partenariat entre recherche académique et industrielle, une attention particulière a été portée à la maîtrise des conditions expérimentales au cours de l'expérience, en particulier des conditions environnementales comme l'humidité et la température et les conditions chimiques de surfaces des matériaux étudiés.

Pour permettre ce travail de thèse, une recherche bibliographique approfondie a été menée dans un premier temps et sera présentée dans le premier chapitre. L'état de l'art concernant la compréhension théorique du chargement triboélectrique sera exposé en se concentrant principalement sur les théories principales proposées pour décrire ce phénomène. La littérature expérimentale abondante sera ensuite examinée d'identifier les différents types de dispositifs expérimentaux développés et les difficultés principales pour la mise en place d'expériences sur le sujet. Ce travail a servi de base à la conception du banc expérimental. Il a permis de réaliser un premier dimensionnement du banc expérimental sous la forme d'un cahier des charges détaillé qui a ensuite été complété par le bureau d'études CITF qui a réalisé la fabrication des différentes pièces du montage.

Dans le deuxième chapitre, le dispositif expérimental sera présenté en détail. Les différentes mesures électriques permettant la détermination de la charge d'impact de la bille seront décrites successivement. Les autres éléments de fonctionnement du montage permettant la réalisation d'un essai seront également introduits à travers la chaîne d'acquisition du montage expérimental, la mesure optique permettant de déterminer les propriétés mécaniques de l'impact et l'étude de la trajectoire de la bille au cours d'un essai. Sur la base de ce travail de caractérisation, le protocole expérimental mis en place pour obtenir des conditions adéquates pour réaliser les campagnes d'essais de cette thèse sera explicité.

La première étude principale portant sur l'influence des propriétés mécaniques de l'impact sur le chargement triboélectrique de la bille sera analysée dans le troisième chapitre. Les propriétés de la vitesse et de l'angle d'impact de la bille dans le dispositif seront présentées dans un premier temps. Les effets de la vitesse d'impact sur la charge acquise par la bille seront ensuite étudiés à travers les composantes normale et tangentielle de la vitesse par rapport au repère de la cible. Ces résultats seront complétés par une étude sur des billes de plusieurs diamètres différents et sur d'autres matériaux polymères pour apporter des

éléments additionnels.

La seconde étude portant sur l'interaction entre le chargement triboélectrique et les conditions chimiques et environnementales de l'expérience sera analysée dans le dernier chapitre. Les caractéristiques de l'état de surface physico-chimique de la bille sera d'abord étudié, avec une attention particulière sur le traitement chimique utilisé pour obtenir un état de référence sur les billes de verre. Le comportement triboélectrique de deux compositions chimiques de billes sera également comparé. Des essais permettant d'observer les effets de l'humidité relative et de la température de l'environnement dans lequel l'expérience est réalisée sur la charge d'impact de la bille seront ensuite discutés. L'influence de deux additifs chimiques antistatiques placés en surface des billes sera finalement analysée dans plusieurs configurations d'humidité.

# Chapitre I

## Revue bibliographique

L'électrisation par frottement ou chargement triboélectrique concerne tous les phénomènes qui conduisent à la génération et l'accumulation de charges électrostatiques à la surface de solides lors d'un contact mécanique. C'est un phénomène omniprésent dans la nature comme dans l'industrie, en raison des nombreux frottements entre solides souvent inévitables dès lors que des solides sont mis en mouvement [1]. Les problématiques liées au chargement triboélectrique dans la recherche et/ou l'industrie peuvent être divisées entre celles où les propriétés du phénomène sont utilisées expressément pour obtenir un avantage technologique, et celles où des conséquences indésirables résultent de l'accumulation de charges électrostatiques. En effet, le chargement triboélectrique joue un rôle central dans un certain nombre d'applications comme l'électrophotographie, la séparation électrostatique, la précipitation électrostatique, ou la peinture par spray électrostatique par exemple [2–4]. En revanche, certaines situations peuvent poser des problèmes de sécurité ou d'efficacité du fait du chargement triboélectrique, en particulier lorsqu'elles impliquent des matériaux pulvérulents, composés de petites particules solides. Le nombre très élevé de contacts que subissent les particules dans ce type de configuration peut aisément conduire à des niveaux de charge électrostatique suffisamment élevés pour causer de l'attraction et de l'adhérence aux parois, des décharges électriques ou altérer les propriétés chimiques des matériaux utilisés.

De nombreuses études scientifiques ont été menées sur le sujet pour répondre à ces problématiques diverses [1, 3, 5, 6]. En dépit de ces études, le phénomène de chargement triboélectrique reste un phénomène mal compris et difficile à prédire, en particulier lorsqu'il implique au moins un matériau isolant. Par exemple, il n'existe pas à l'heure actuelle de consensus concernant un aspect aussi fondamental que la nature de la charge transférée au cours du contact entre deux isolants [7]. Ces zones d'ombres limitent les capacités des scientifiques à développer une description complète de ce phénomène physique.

Ces difficultés sont dues à la complexité du chargement triboélectrique qui dépend de nombreux paramètres multiphysiques interdépendants. Des échelles de longueur et de temps très diverses peuvent être mises en jeu [1]. Cet aspect du chargement triboélectrique est largement illustré dans la littérature scientifique sur le sujet, où les études expérimentales rapportées sont très souvent marquées par une reproductibilité relativement faible. Pour obtenir des résultats pertinents dans le cadre de cette étude expérimentale du chargement triboélectrique, une revue bibliographique approfondie de la littérature sur le sujet a été réalisée.

Le phénomène de chargement triboélectrique est d'abord présenté en détail d'un point de vue théorique, avec une présentation de ses propriétés et des différentes théories de mécanismes de transfert de charge considérées dans l'état actuel de la recherche sur le sujet. Les méthodes expérimentales développées dans la littérature scientifique sont ensuite analysées pour relever les paramètres pertinents. Une dernière partie introduit les

modèles développés pour décrire les expériences de chargement triboélectrique par impact.

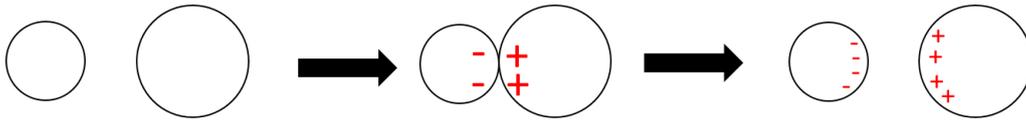
## I.1 Le chargement triboélectrique

Le chargement triboélectrique, aussi appelé électrisation par frottement, se produit dès lors que deux solides sont mis en contact puis séparés. Selon la nature des deux matériaux impliqués, un transfert de charge entre les deux matériaux peut en effet se produire, conduisant globalement à un excès de charges positives à la surface de l'un des deux matériaux et un excès de charges négatives à la surface du second. L'une des difficultés principales dans l'étude de ce phénomène est qu'il consiste fondamentalement en l'étude d'états hors équilibre. Au cours d'une expérience sur le chargement triboélectrique, les niveaux de charge mesurés sont le résultat de deux processus distincts illustrés sur la figure I.1 :

- Le transfert de charge entre les deux matériaux durant leur mise en contact. Lorsque deux solides sont mis en contact, des charges électriques sont échangées entre les deux matériaux jusqu'à atteindre un nouvel état d'équilibre thermodynamique. Ce nouvel équilibre n'est pas nécessairement atteint si la durée de contact est insuffisante, le transfert de charge étant interrompu dès la séparation des deux surfaces.
- La relaxation des charges accumulées sur les surfaces mises en contact. Comme chaque surface possède un excès de charge par rapport à son état isolé neutre électriquement, les charges entament un processus de relaxation dès la séparation par tous les mécanismes physiquement accessibles. En particulier, un processus de recombinaison des charges à l'interface a tendance à réduire la quantité de charges qui reste sur chaque surface après séparation. Ceci explique pourquoi le chargement triboélectrique peut être difficile à observer lors d'un contact entre matériaux conducteurs où la recombinaison des charges se produit quasi-instantanément. La relaxation des charges continue également après séparation complète des deux surfaces, par exemple par l'intermédiaire de décharges électriques, par la conductivité de surface vers la terre, par écoulement vers le volume du matériau ou par interaction avec l'atmosphère environnante. Cette relaxation se poursuit jusqu'à ce que la surface du matériau redevienne neutre électriquement. Les quantités de charges étudiées dans le cadre d'une expérience de chargement triboélectrique sont donc toujours en cours de relaxation.

Chacun des deux processus physiques décrits ci-dessus dépend de paramètres difficiles à contrôler, ce qui complique l'étude du phénomène de chargement triboélectrique. Le transfert de charge entre les deux matériaux est par exemple fortement conditionné par la nature des deux matériaux, les propriétés physico-chimiques locales de leur surface ou l'interaction mécanique lors du contact. De plus, la relaxation des charges dépend des propriétés de l'environnement dans lequel l'expérience est réalisée et des propriétés de surface également.

Ces niveaux de complexité rendent la plupart du temps impossible une modélisation rigoureuse des phénomènes de chargement triboélectrique ayant lieu dans la nature ou dans l'industrie. L'étude de ce phénomène dans la littérature scientifique est pour cette raison majoritairement expérimentale. Le chargement triboélectrique est caractéristique de la paire de matériaux mis en contact, et ne montre pas les mêmes propriétés selon la nature électrique du matériau considéré. Une définition précise des concepts de matériaux conducteurs et isolants sera d'abord donnée pour permettre de présenter ces propriétés.



**Figure I.1** – Schéma illustrant les deux processus composant le chargement triboélectrique. Les deux solides sont initialement neutres électriquement avant contact. Lors de la mise en contact, des charges électriques sont transférées entre les deux matériaux. Dès la séparation, les différents processus de relaxation de charge provoquent la diminution de la quantité de charges accumulées ainsi que l'étalement des charges à la surface des matériaux.

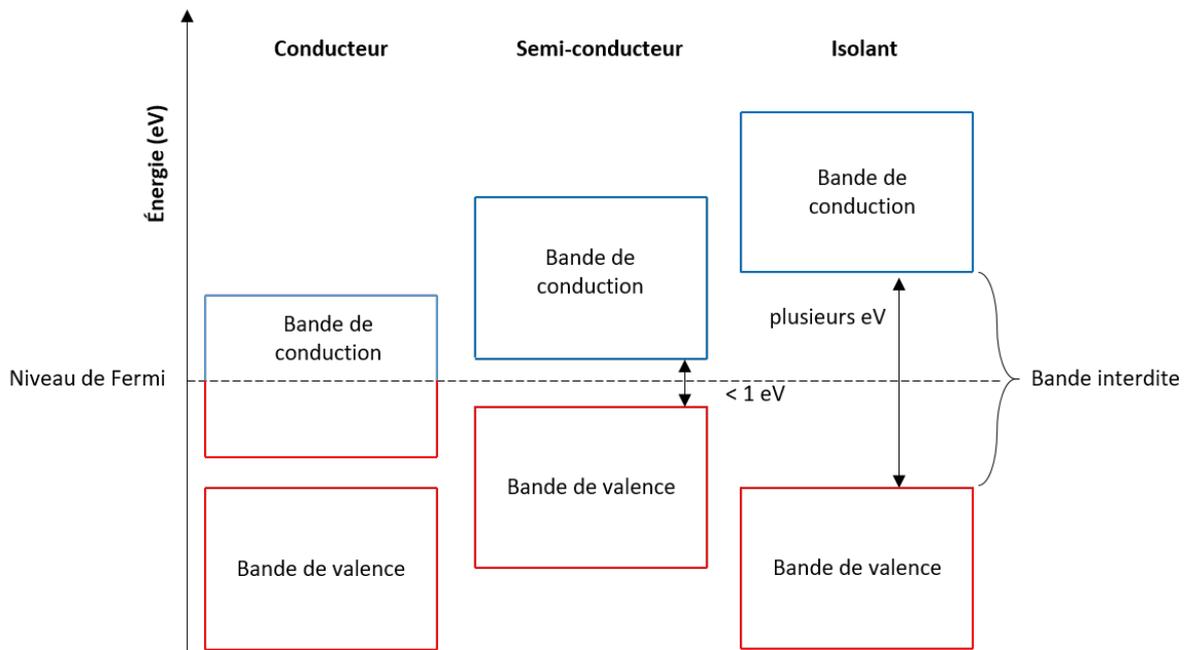
### I.1.1 Matériaux conducteurs ou isolants

Bien que communément utilisées, les notions de conducteur et d'isolant électrique ne sont pas un concept trivial. Un même matériau peut être considéré comme un conducteur dans un certain contexte, et comme un isolant dans un autre. Par exemple, dans le cas de l'électrotechnique où des potentiels électriques très élevés sont utilisés, certains matériaux isolants peuvent devenir conducteur temporairement pour permettre le passage de charges électriques. Il convient donc de proposer une définition plus élaborée.

La définition utilisée ici se base sur la physique du solide, fondées elle-même sur des principes de mécanique quantique [8]. Les solides sont constitués d'atomes ou de molécules organisées selon divers configurations. Un électron se déplaçant dans un tel environnement est soumis par l'interaction électromagnétique à l'influence de ces centres atomiques, ce qui peut résulter en des propriétés significativement différentes selon les matériaux et leur microstructure respective. L'étude de ces propriétés relève de la théorie électronique des bandes d'énergie.

Pour un cristal parfait, c'est-à-dire un solide cristallin idéalisé sans aucun défaut structural ni aucune impureté, il est possible de démontrer que les électrons ne peuvent occuper que des états d'énergie particuliers. Une densité d'états électroniques accessibles aux électrons peut être établie, sous la forme de bandes d'énergie déterminées par la structure périodique du matériau, représentées de manière schématique sur la figure I.2. À l'équilibre, les électrons occupent tous les états accessibles de plus basse énergie, remplissant les premières bandes d'énergies jusqu'à la dernière bande remplie de plus haute énergie qui est appelée la bande de valence. Pour qu'un électron participe à la conduction du courant, il est nécessaire alors de lui fournir de l'énergie pour qu'il puisse être excité dans un état d'énergie plus élevée. L'énergie de Fermi d'un solide est par définition le niveau d'énergie maximale occupé par ses électrons lorsqu'il est à l'équilibre. Cette description peut être généralisée aux matériaux non-cristallins même si le traitement théorique est plus complexe.

Un matériau conducteur est défini comme un matériau dont la bande de plus haute énergie est partiellement remplie (voir figure I.2). Il existe ainsi une densité d'états électroniques inoccupés accessibles aux électrons à l'échelle des fluctuations thermiques. Lorsqu'une différence de potentiel est imposée à un conducteur, les électrons sont mis en mouvement. Les métaux sont l'exemple le plus commun de matériaux conducteurs. Un matériau isolant est un matériau dont la bande d'énergie la plus élevée est entièrement remplie. Son énergie de Fermi est alors mal définie, et généralement placée au milieu de la bande interdite, bande d'énergie qui sépare la bande de valence de la première bande d'énergie inoccupée par des électrons, appelée bande de conduction. Si une différence de potentiel est imposée à l'isolant, il n'y a pas d'état d'énergie accessible aux électrons pour participer à la conduction du courant à moins que l'énergie disponible soit suffisamment importante pour exciter des électrons dans la bande de conduction. Les matériaux isolants typiques ont une bande interdite de l'ordre de plusieurs électronvolts, et il faut imposer au matériau



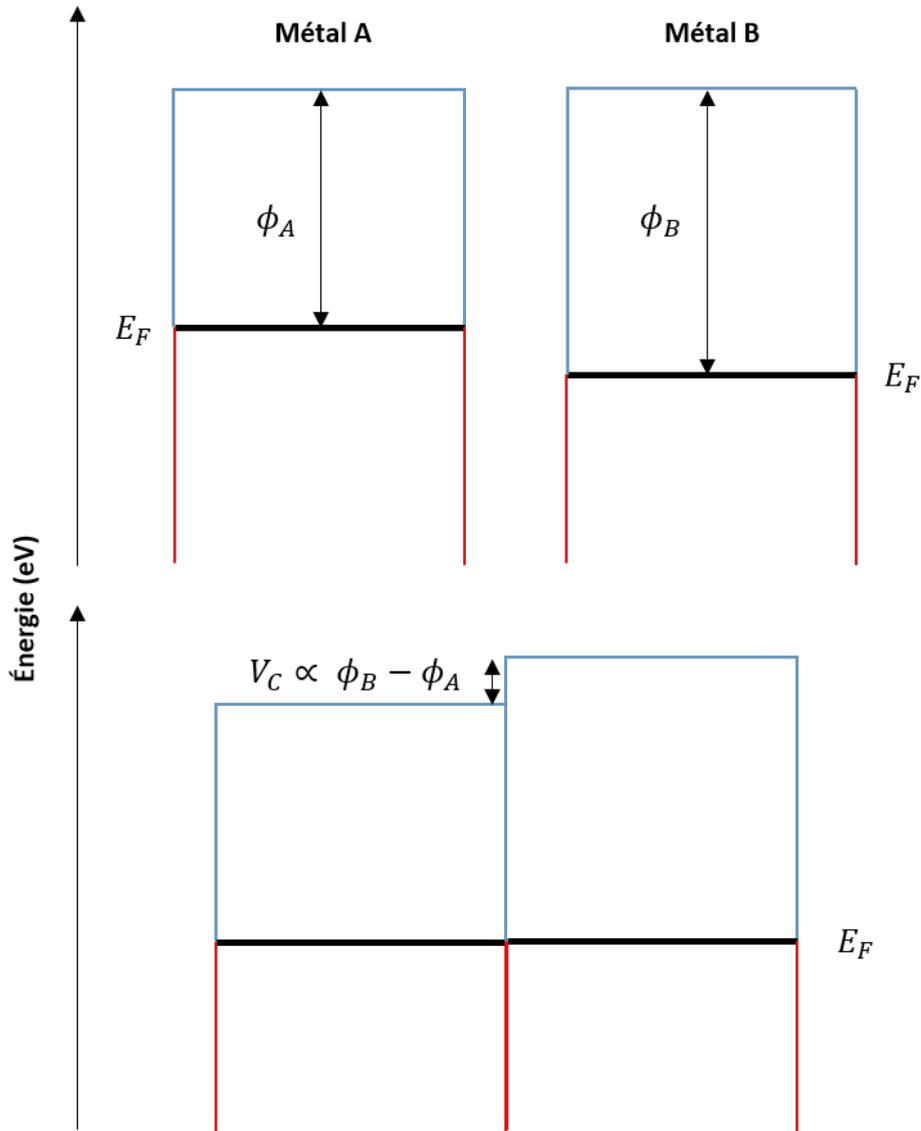
**Figure I.2** – Schéma représentatif des densités d'états d'énergie électronique pour des matériaux de différentes natures électriques : conducteur, semi-conducteur et isolant. A l'équilibre, la bande de valence représentée en rouge indique les états d'énergie occupés, alors que la bande de conduction représentée en bleu représente les états d'énergie accessibles aux électrons. Le niveau d'énergie de Fermi est représenté en pointillé et correspond au niveau d'énergie maximal occupé par des électrons à l'équilibre.

une différence de potentiel très importante pour mesurer un courant non-négligeable. Le verre ou les polymères sont des exemples de matériaux isolants. Les matériaux semiconducteurs sont des matériaux similaires aux isolants dont la bande interdite est beaucoup plus petite, inférieure à 1 électronvolt, qui deviennent conducteurs au-delà d'une tension minimale.

### I.1.2 Chargement triboélectrique entre deux métaux

Tous les matériaux peuvent se charger par effet triboélectrique peu importe leur nature électrique. Cependant, le comportement triboélectrique des conducteurs et des isolants peut montrer des différences considérables. Le cas particulier du chargement triboélectrique entre deux métaux est le cas le mieux connu dans la littérature scientifique, en raison de sa simplicité relative par rapport à toutes les situations impliquant au moins un isolant électrique. Les quantités de charge accumulées par les deux métaux dans ce type de configuration sont pourtant généralement très faibles et difficiles à observer, en raison de la mobilité très élevée des charges à la surface d'un métal. Lors de la séparation, les charges peuvent se recombiner quasi-instantanément ce qui diminue très largement la charge à la surface de chaque métal après séparation, même dans le cas où les effets de recombinaison sont minimisés (séparation très rapide lors d'un contact sphere/sphere par exemple). Il est plus facile d'observer l'accumulation de charges électriques à la surface d'un isolant par effet triboélectrique car la faible mobilité des charges sur un isolant inhibe le processus de recombinaison des charges lors de la séparation.

Le chargement triboélectrique lors d'un contact entre deux métaux a été explicité en premier par Harper [5]. Il a montré que le transfert de charge entre deux métaux est un transfert d'électrons par effet tunnel causé par la différence entre le travail de sortie des deux métaux durant le contact. Le travail de sortie, représenté sur la figure I.3, est défini



**Figure I.3** – Illustration de la différence de potentiel de contact développée à l'interface entre deux métaux lorsqu'ils sont mis en contact, exprimée à partir du travail de sortie de chaque matériau.

comme l'énergie qu'il faut fournir au matériau pour arracher un électron du matériau depuis son niveau de Fermi. Ce concept qui est bien défini pour les conducteurs est difficile à généraliser pour un isolant, car la structure de bandes d'énergies d'un isolant est plus complexe. Dans le cas du contact entre deux métaux, les électrons se déplacent depuis le métal possédant le travail de sortie le plus faible A vers celui qui possède le travail de sortie le plus élevé B. Ce transfert continue jusqu'à ce que l'énergie de Fermi entre les deux matériaux soit égales, plaçant le système dans un nouvel équilibre thermodynamique (voir figure I.3).

Cette configuration peut être modélisée par un condensateur plan-plan dont les deux électrodes représentent les surfaces mises en contact. Le transfert de charge est causé par la différence de potentiel qui apparaît entre les deux matériaux lorsqu'ils sont mis en contact. Cette différence de potentiel de contact  $V_c$  est exprimée par l'équation suivante :

$$V_c = \frac{(\phi_A - \phi_B)}{e} \quad (\text{I.1})$$

où  $\phi_i$  est la fonction de travail du métal  $i$  et  $e$  est la charge élémentaire. Lorsque le système atteint son nouvel équilibre, la quantité de charges échangées  $q$  vaut :

$$q = C_{A-B}V_c \quad (\text{I.2})$$

avec  $C_{A-B}$  la capacité entre les deux solides. Lorsque l'on sépare les deux matériaux, la capacité entre les deux surfaces diminue très rapidement et les électrons retournent dans leur matériau d'origine. La recombinaison des charges cesse dès lors que la distance entre les deux matériaux dépasse une distance critique  $z_0 = 1$  nm, qui est la distance au-delà de laquelle la probabilité d'un transfert d'électron entre les deux matériaux par effet tunnel devient négligeable. La quantité de charge finale peut s'estimer avec la formule suivante :

$$q = C_0V_c \quad (\text{I.3})$$

où  $C_0$  est la capacité entre les deux solides à une distance  $z_0$ . Le modèle implique que la charge générée par effet triboélectrique après séparation suit une dépendance linéaire par rapport au potentiel de contact, relation vérifiée par Harper lors de ses mesures sur différents métaux [5]. Il est donc avéré que le transfert de charge entre deux métaux est un transfert électronique, mais ce mécanisme établi pour des matériaux conducteurs se complique très rapidement lorsque des isolants électriques sont impliqués dans le chargement triboélectrique.

### I.1.3 Mécanismes limitant le chargement triboélectrique

Selon les couples de matériaux considérés, le chargement triboélectrique peut mener à des quantités de charges très variables à la surface des deux matériaux après séparation. Les valeurs mesurées au cours d'une expérience sont toujours le résultat d'une part du ou des mécanismes de transfert de charge, et d'autre part des mécanismes de relaxation. Plusieurs mécanismes physiques peuvent ainsi déterminer l'amplitude des charges générées par le chargement triboélectrique :

- Lorsque des charges sont transférées d'un solide vers le second, un champ électrique apparaît entre les deux surfaces et devient d'autant plus important que la quantité de charges transférée est élevée. Lorsque la force électrostatique compense la force motrice qui permet le transfert de charges entre les deux matériaux, aucune charge électrique supplémentaire ne peut être transférée, ce qui constitue une première limite de la charge mesurée.
- Certaines théories suggèrent que la quantité de charges disponibles ou la quantité d'états inoccupés capables d'accueillir des charges à la surface de l'un des matériaux pourraient également être une limite pour l'amplitude de charge mesurée. Ce mécanisme a cependant été invalidé dans le cas général [1, 9].
- La recombinaison des charges au moment de la séparation impose également une limite importante au niveau de charges mesurées après contact. Ce mécanisme dépend fortement des conditions de conductivité de surface et de la configuration de séparation (géométrie et vitesse de séparation). Pour un matériau conducteur, ce mécanisme minimise fortement les niveaux de charge qu'il est possible de mesurer.
- La charge peut également être limitée au moment de la séparation par la rigidité diélectrique du milieu ambiant. Lors de la séparation des deux matériaux, selon les densités de charge accumulées sur les deux surfaces contactées, le champ électrique peut être suffisamment intense pour ioniser le gaz environnant et causer des décharges

électriques, qui ont pour effet de réduire la charge résiduelle à la surface des deux matériaux. La différence d'ordre de grandeur de charge mesuré entre les expériences dans le vide et les expériences dans l'air ambiant suggère que ce mécanisme pourrait être une limitation importante dans de nombreux cas d'études dans l'air [10–12].

Les deux premiers mécanismes décrits ci-dessus concernent directement le processus de transfert de charge. Les deux derniers mécanismes concernent les conditions de relaxation des charges qui interviennent lors de la séparation des surfaces mises en contact et peuvent présenter une importance capitale pour tous les phénomènes de chargement triboélectrique.

#### I.1.4 Séries triboélectriques

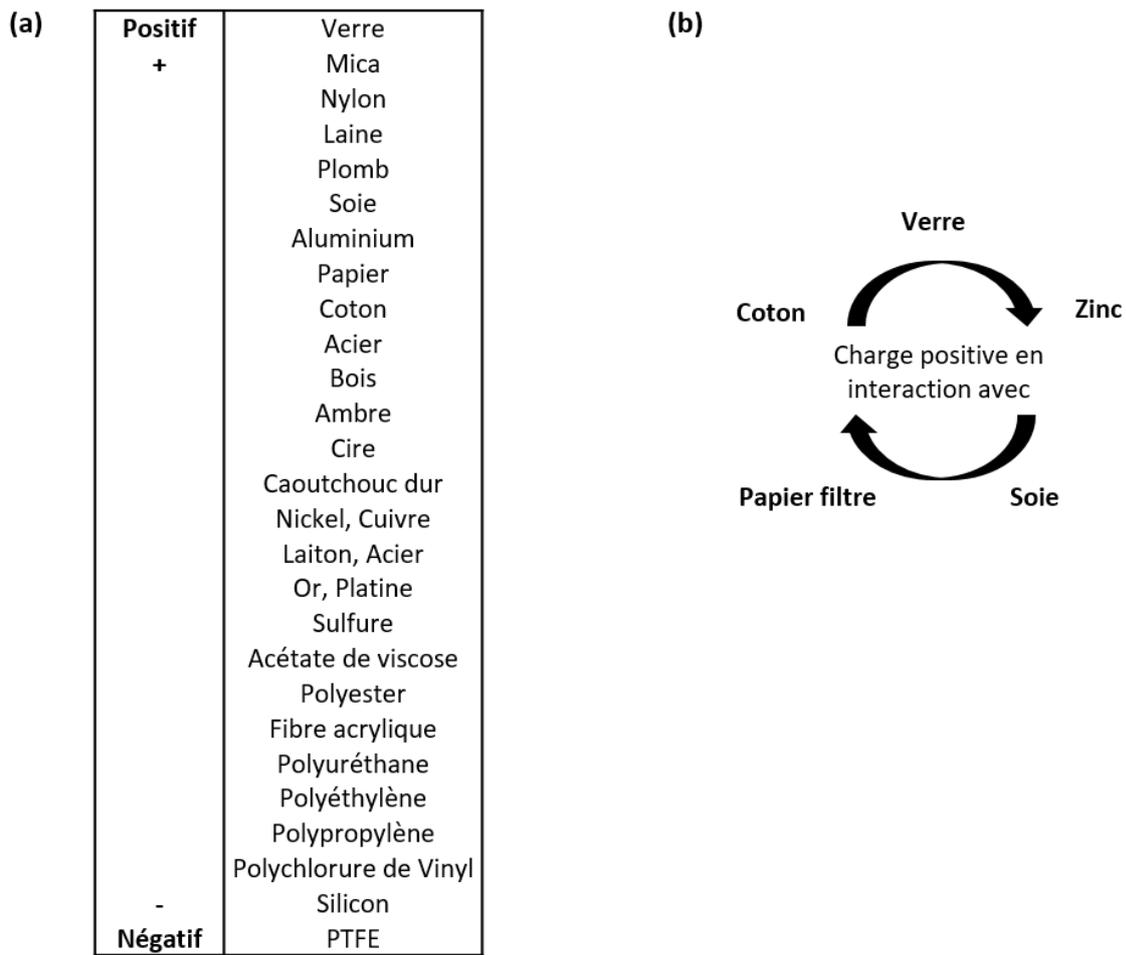
Pour tenter de mieux caractériser le phénomène de chargement triboélectrique dans le cas général, les travaux de recherche se sont rapidement concentrés sur la construction de listes de matériaux ordonnés expérimentalement selon leur comportement triboélectrique, appelées séries triboélectriques. Un matériau occupant une position supérieure à un autre dans une série triboélectrique acquiert en principe une charge de polarité positive lors d'une interaction triboélectrique avec ce dernier (voir figure I.4). Dans la pratique cependant, les séries triboélectriques ne fonctionnent pas parfaitement en tant qu'outil prédictif, et il est possible d'observer des contradictions avec la polarité de charge prédite selon les matériaux considérés.

En effet, selon les sources, les séries triboélectriques peuvent montrer des différences significatives dans l'ordre des matériaux. Par exemple, la position du verre dans les séries triboélectriques a été qualifiée "d'erratique" [2]. Pour d'autres matériaux cependant, des résultats très reproductibles en terme de positionnement dans les séries triboélectriques sont observés : c'est le cas du polytétrafluoroéthylène (PTFE), du polyéthylène (PE) ou du nylon. Les contradictions entre séries triboélectriques sont généralement attribuées à des différences dans le protocole expérimental et les conditions dans lesquelles le contact est réalisé.

Des tentatives ont été mises en place pour tenter de résoudre ces problèmes de répétabilité. Zou et al. ont par exemple développé récemment une méthode expérimentale permettant de construire une série triboélectrique en mettant en contact des matériaux avec du mercure liquide [14]. Même si le mercure n'est pas sous état solide, une charge triboélectrique peut être mesurée. Cela leur permet de mettre en place une méthodologie particulièrement robuste avec des mesures hautement reproductibles, car leurs mesures ne sont pas impactées par les propriétés de rugosité de surface, qui déterminent en grande partie la surface réellement mise en contact dans une expérience réalisée avec deux solides.

L'un des objectifs des séries triboélectriques est de trouver des corrélations entre l'ordre des matériaux et les propriétés physiques liées aux mécanismes physiques responsables du chargement triboélectrique. Ces observations sont donc souvent utilisées dans les débats concernant la nature des charges échangées.

Comme précisé dans la partie I.1.2, le chargement triboélectrique des métaux est expliqué par une différence entre le travail de sortie de chaque métal, et le positionnement des métaux dans les séries triboélectriques montre une forte corrélation avec le travail de sortie. Le concept de travail de sortie, de manière analogue au niveau de Fermi, n'est en revanche pas clairement défini pour les isolants. Pour étendre ces corrélations au cas des isolants, le travail de sortie effectif obtenu expérimentalement est utilisé [15] (ce concept est discuté plus en détail dans la partie suivante). Pour supporter les théories électroniques, des travaux ont également mis en évidence des corrélations entre la constante de substitution de Hammett, constante de chimie organique qui mesure la variation de la densité électronique de divers substituants par rapport à un substituant de référence, et l'ordre



**Figure I.4** – (a) Extrait d’un exemple de série triboélectrique tiré de l’article de Unger [13]. (b) Exemple de relation triboélectrique circulaire issue de l’article de Harper [5].

des matériaux dans une série triboélectrique [2, 3]. Cressman et al. ont montré que les niveaux d’énergie électroniques sont proportionnels à cette constante [16], ce qui supporte une origine électronique du transfert de charge pour les matériaux étudiés.

En contradiction avec les mécanismes électroniques, plusieurs résultats mettent en avant des mécanismes ioniques [17]. Knoblauch remarque que les solides organiques acides ont tendance à se charger négativement alors que les solides organiques basiques ont tendance à se charger positivement, ce qui l’a conduit à proposer un mécanisme de transfert de proton [17]. Le même type de corrélation peut être étendu aux polymères par l’intermédiaire de groupes de contaminants acido-basiques présents en surface [2]. Des corrélations sont de plus observées avec les propriétés d’acidité et de basicité de Lewis, liées aux propriétés de mouillage des différents matériaux [7, 11]. Toutes ces observations supportent un mécanisme ionique de transfert de charge. Lee et al. confirment ce type de tendance dans des études récentes. Ils observent une corrélation entre le niveau d’hydrophobicité de la surface et la polarité de chargement [18].

En dépit de ces résultats expérimentaux, aucune corrélation générale n’est mise en évidence, ce qui suggère que plusieurs mécanismes physiques de transferts de charge pourraient être en compétition dans les phénomènes de chargement triboélectrique. Des relations triboélectriques circulaires observées expérimentalement soutiennent cette hypothèse (voir figure I.4 (b)). Chaque matériau se charge positivement lorsqu’il est mis en contact avec le matériau situé à sa droite dans le cercle. Plusieurs théories ont été développées basées sur divers types de charges transférées. Ces théories seront présentées selon quatre catégories associées à la nature des charges échangées dans le cadre des mécanismes physiques pro-

posés :

- Les électrons,
- Les ions,
- Le transfert de matière.

### I.1.5 Théories électroniques

Suite au succès des théories électroniques pour expliquer le chargement triboélectrique des métaux, plusieurs travaux ont naturellement essayé de généraliser ces résultats aux matériaux isolants. Davies s'est appuyé sur des expériences réalisées en mettant en contact divers polymères avec des métaux pour tenter de démontrer l'origine électronique du transfert de charge dans le chargement triboélectrique entre un métal et un isolant [15]. En postulant l'existence d'un travail de sortie effectif pour les polymères étudiés, il généralise la relation entre la charge et le travail de sortie dans le cas d'un contact métal-isolant avec l'équation suivante :

$$Q \propto (\phi_{\text{metal}} - \phi_{\text{isolant}}) \quad (\text{I.4})$$

Lorsqu'un polymère étudié est mis en contact avec plusieurs métaux de travail de sortie connu, cette équation postule une relation linéaire entre la charge mesurée et le travail de sortie des différents métaux. Si cette relation linéaire est observée, il est ainsi possible de déterminer la valeur du travail de sortie effectif du polymère par une régression linéaire grâce à l'intersection de la droite avec le point de charge nulle. Davies a pu déterminer un travail de sortie effectif pour un certain nombre de polymères par cette méthode. Ce résultat peut être surprenant car les isolants sont précisément caractérisés par la faible mobilité de leurs électrons. Davies justifie cela en supposant que des électrons sont transférés directement dans des états électroniques de l'isolant par effet tunnel, de manière analogue au chargement triboélectrique d'un métal. Le problème associé à cette explication est qu'il est nécessaire de considérer que l'effet tunnel se produit pour des distances supérieures à 100 nm, phénomène ayant lieu généralement à des distances significativement plus faibles [19].

Des théories alternatives ont été développées pour pallier à ce problème en s'appuyant sur l'existence d'états électroniques en surface des isolants dans lesquelles des électrons peuvent être piégés [6, 20, 21]. Les configurations d'états d'énergies électroniques présentées auparavant dans la partie I.1.1 avec une bande de valence, une bande de conduction et une bande interdite correspondent à une description idéalisée théorique. Dans la pratique, les défauts ou les impuretés du réseau cristallin en surface conduisent à l'existence d'états d'énergie accessibles à l'intérieur de la bande interdite qui pourraient être impliqués dans le chargement triboélectrique des isolants. Ces électrons piégés sont responsables de la conductivité finie d'un isolant [22]. Les défauts cristallins permettant l'existence de ces états d'énergie pourraient également être créés directement par le contact entre les deux surfaces.

En dépit de ces explications, plusieurs questions ont été soulevées quant à la validité des résultats observés par Davies [2] :

- La description utilisée pour décrire un isolant dans la littérature de physique du solide est celle d'un semi-conducteur à large bande interdite. La bande interdite des polymères utilisés par Davies ont une bande interdite de l'ordre de  $\sim 7\text{eV}$ , ce qui correspond à un temps caractéristique de libération de l'électron piégé supérieur à  $10^{20}$  s.

- Les différents polymères étudiés par Davies montrent des valeurs de travail de sortie effectif très proches, en dépit de différence importante dans leur microstructure.

Malgré ces controverses, les théories électroniques restent majoritairement utilisées dans le cadre d'études sur le chargement triboélectrique. Des expériences récentes menées par Liu et Bard démontrent l'échange d'électrons dans le cas du chargement triboélectrique du PTFE en contact avec du polyméthacrylate de méthyle (PMMA) [23, 24]. Le PTFE est chargé triboélectriquement puis placé dans une solution où se trouvent des ions  $\text{Cu}^{2+}$ , susceptibles de capter un électron dans le cadre d'une réaction d'oxydoréduction. Ils observent des traces de cuivre sur la surface du PTFE après immersion, considérées par l'auteur comme des traces de la réduction du cuivre par le PTFE triboélectriquement chargé. Ce résultat est interprété comme une preuve que le PTFE est chargé électrostatiquement par un excès d'électrons à sa surface. Ces résultats ont été cependant contestés par Piperno et al. qui ont observé que le chargement du triboélectrique du PTFE en contact avec le PMMA provoque un transfert de matière à la surface du PTFE, qui promeut directement l'adsorption d'ions  $\text{Cu}^{2+}$  à la surface du PTFE. Cette explication alternative suggère que les traces de cuivre observées à la surface du PTFE ne sont pas une preuve suffisante pour affirmer que la réaction de réduction a bien lieu et que des électrons ont été transférés par effet triboélectrique [25].

### I.1.6 Théories ioniques

Les théories électroniques de transfert de charge sont controversées dans la communauté scientifique sur le chargement triboélectrique. Dès 1929, Harper a affirmé que dans le cas d'un isolant dans des conditions de préparation idéal, les espèces transférées ne sont probablement jamais des électrons [5]. Pour proposer une explication alternative à ces théories, des théories ioniques ont été développées [26–29] dans le cas des matériaux diélectriques. La présence et la disponibilité d'ions en surface pour un tel transfert n'est cependant pas triviale pour tous les matériaux isolants, et les mécanismes qui pourraient expliquer un tel transfert dans le cas général sont sujets à débat.

Le cas particulier des matériaux isolants avec des ions mobiles en surface supportent l'importance des ions dans le chargement triboélectrique. C'est le cas par exemple des ionomères ou des polymères avec des sels moléculaires en surface [7]. Dans ces deux cas, le matériau possède à sa surface des ions fortement liés et des ions plus faiblement liés, de polarité opposée. Il est possible de prédire la polarité de chargement d'un tel matériau en l'expliquant par le transfert de l'ion faiblement lié vers le second matériau. De plus, certains agents de contrôle de charge (CCA) utilisés dans l'industrie sont des teintures ioniques qui reposent sur ce principe d'ions faiblement liés pour favoriser le chargement triboélectrique d'une certaine polarité [30]. Les théories ioniques peuvent de manière analogue présenter un intérêt particulier dans le cas de l'étude du chargement triboélectrique du verre puisque les verres de type sodocalciques sont réputés pour posséder des cations mobiles en surface qui pourraient être impliqués dans un transfert de charge.

En revanche, si le concept d'un transfert d'ion est parfaitement adapté pour les isolants qui présentent des ions faiblement liés en surface, il ne permet pas nécessairement d'expliquer le chargement triboélectrique des isolants dans le cas général. En effet, il n'existe pas toujours des ions faiblement liés à la surface des isolants. Parmi les mécanismes proposés pour expliquer les échanges d'ion dans le cas général, la plupart repose sur la présence d'eau en surface des matériaux triboélectriquement chargés [2, 7]. Le chargement triboélectrique pourrait alors être causé par une redistribution des ions présentés dans la couche d'eau adsorbée en surface des deux solides en contact. McCarty et Whitesides suggèrent par exemple un mécanisme basé sur l'échange d'ions hydroxides pendant le contact, espèces ioniques très courantes qui peuvent correspondre au caractère assez général du chargement triboélectrique des isolants. Ce mécanisme de transfert de charge a récemment été soutenu

par des résultats publiés par Lee et al. [18]. Ils étudient le chargement triboélectrique entre deux éléments de verre borosilicate, dont l'une des surfaces a été fonctionnalisée pour la rendre hydrophobe. Ils montrent que la surface hydrophile se charge toujours positivement, alors que la surface hydrophobe se charge négativement. Ils attribuent ces résultats à une affinité plus importante des ions OH<sup>-</sup> avec la surface hydrophobe, qui se redistribuent lors du contact.

Des reproches adressés aux théories ioniques sont basées sur les expériences réalisées sous vide, où des charges accumulées par effet triboélectrique sont observées malgré l'absence de vapeur d'eau dans l'environnement de l'expérience. Bien que dans certains cas, la charge triboélectrique observée à humidité très faible soit effectivement nulle [31], d'autres travaux montrent une charge triboélectrique significative dans des expériences sous vide [19]. L'ordre de grandeur de la charge générée est généralement plus faible que dans l'air ambiant. Schein indique que cela suggère peut-être que plusieurs mécanismes agissent simultanément, certains n'étant actif qu'en présence de vapeur d'eau dans l'air ambiant [2]. De plus, il peut être intéressant de remarquer qu'il est difficile d'éliminer toute eau adsorbée en surface d'un matériau expérimentalement même sous vide [32], ce qui pourrait expliquer les valeurs de charge non-nulles mesurées sous vide.

### I.1.7 Transfert de matière

Le mécanisme de transfert de charge par transfert de matière suppose que des parties entières de la surface d'un des deux solides à l'échelle microscopique peuvent être transférées sur la surface du second solide durant le contact. L'échelle considérée pour les parties échangées est de quelques micromètres au maximum. Pour résulter en un transfert de charge, ce mécanisme suppose que la partie de matériau transférée est elle-même chargée, par exemple par la rupture des liaisons avec le solide d'origine.

Des cas de contamination de la surface d'un matériau par un second matériau lors d'un frottement entre les deux surfaces ont été observés depuis longtemps sur le cas d'un contact entre un métal et un polymère, par exemple par Salaneck et al. [33]. Cependant, il est généralement considéré que le mécanisme de transfert de matière est trop aléatoire pour pouvoir engendrer des résultats aussi robustes tels que l'ordre de certains matériaux dans les séries triboélectriques [6]. Ce mécanisme est donc souvent relégué en tant que cause secondaire du chargement triboélectrique derrière les autres mécanismes de transfert de charge.

Les théories de transfert de charge ont cependant connu un regain d'intérêt récent par l'intermédiaire de travaux de Baytekin et al. [34] et de Piperno et al. [25]. Par divers techniques de spectroscopie, Baytekin et al. ont montré que la surface d'un matériau chargé par effet triboélectrique contient des traces du second matériau à sa surface. Ils observent également une inversion de polarité du chargement triboélectrique après plusieurs contacts dans certaines expériences, dont la causée est attribuée à la modification de la surface par le transfert de matière. Piperno et al. ont également observé de manière séparée que le transfert de matière peut modifier le comportement d'un solide immergé dans une solution contenant des ions [25]. Le transfert de matière pourrait donc également jouer un rôle dans le chargement triboélectrique de manière indirecte, en augmentant ou en diminuant l'affinité d'une surface avec des ions.

D'autre part, différentes études se concentrent sur un autre mécanisme de transfert de charge partiellement lié à cette catégorie : les mécano-radicaux [1]. Les radicaux correspondent à des ruptures de liens chimiques à la surface d'un matériau à cause des contraintes générées lors du contact avec un autre matériau. Ces radicaux sont dits mécano-radicaux car ils apparaissent du fait de l'interaction mécanique associée au chargement triboélectrique. Certaines études ont montré que les radicaux créés par le contact peuvent générer une paire de charges électriques dites mécano-ions qui pourraient agir

comme porteur de charge responsable du chargement triboélectrique [35, 36]. De plus, Gil et Lacks ont mis en évidence numériquement un mécanisme permettant à ce type de mécano-ion d'être généré par la rupture d'un unique lien chimique en présence d'eau, dans des conditions plus fréquentes que les mécano-radicaux considérés habituellement [37]. Ce type de mécanisme pourrait expliquer l'ordre de grandeur plus important des niveaux de charges observés par effet triboélectrique dans des environnements humides par comparaison des expériences sous vide. Pour finir, l'utilisation d'espèces anti-radicalaires permet de diminuer significativement les quantités de charges générées par effet triboélectrique dans certains cas [38].

### I.1.8 Bipolarité du chargement triboélectrique

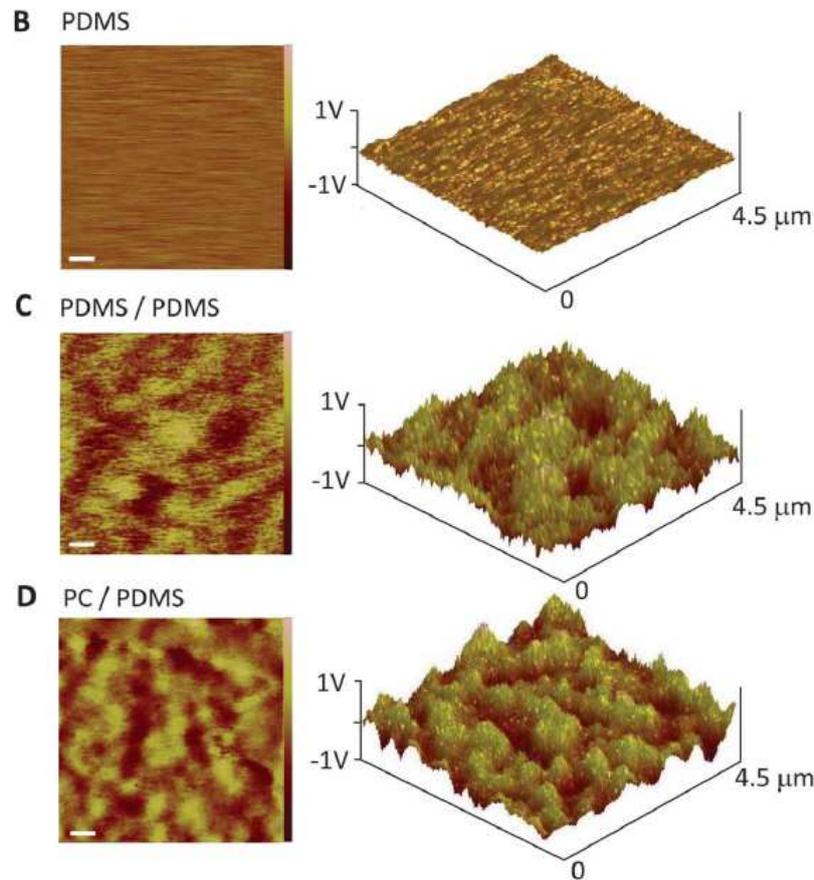
Le chargement triboélectrique entre deux solides est généralement conçu comme produisant une configuration globale binaire, où l'un des deux solides acquiert une charge de polarité positive et le second une charge de polarité négative. Plusieurs études scientifiques ont cependant rapporté le fait que le chargement triboélectrique entre deux solides du même matériau peut également générer des quantités de charges significatives [1, 6, 39]. Ces études montrent les effets déterminants des propriétés des solides étudiées comme le diamètre ou la courbure pour déterminer la polarité de chargement dans ces cas particuliers, ce qui souligne l'importance des conditions locales dans le chargement triboélectrique. Des inhomogénéités mécaniques, des contaminations ou des conditions chimiques particulières locales sur une surface peuvent modifier les effets du chargement triboélectrique de manière conséquente.

Baytekin et al. ont publié récemment des résultats qui contrastent la vision binaire du chargement triboélectrique [40]. Ils ont utilisé une technique de mesure électrostatique en champ proche à l'aide d'une sonde de Kelvin, afin de réaliser une image de la répartition des charges électrostatiques sur une surface après contact avec une résolution très fine à l'échelle du micromètre (voir figure I.5). Les résultats obtenus lors d'expériences de chargement par contact sur plusieurs polymères ont montré que la distribution des charges électrostatiques à la surface des matériaux contactés est en réalité une mosaïque de régions chargées alternativement positivement et négativement, sur une échelle de quelques micromètres. La résolution d'une mesure macroscopique ne permettant généralement pas d'obtenir des informations sur des échelles de longueur aussi petites, la mesure ne peut qu'indiquer la moyenne de toutes les régions chargées.

Cette information est importante lors de l'étude du chargement triboélectrique, car une distribution de charges bipolaires à la surface d'un matériau après contact implique une densité de surface de charge plus élevée localement pour expliquer les valeurs mesurées macroscopiquement. Pour les expériences montrant ce type de résultats en particulier, il paraît d'autant plus improbable qu'un transfert de charge exclusivement électronique puisse expliquer les densités de charges mesurées.

## I.2 Études expérimentales concernant le chargement triboélectrique

La recherche sur le chargement triboélectrique est en grande partie expérimentale, en raison des difficultés rencontrées pour comprendre la théorie dès lors que les configurations étudiées impliquent un isolant électrique, et de la complexité des modélisations numériques. Les objectifs industriels associés au chargement triboélectrique liés à son utilisation comme outil technologique ou à des problématiques de sécurité ont donc été un moteur important pour approfondir la compréhension de ce phénomène physique, comme



**Figure I.5** – Image du champ électrostatique à la surface d'un matériau chargé triboélectriquement par une mesure en champ proche pour plusieurs polymères. Image tirée de l'article de Baytekin et al. [40]

dans le cas de Xerox avec l'électrophotographie par exemple.

Comme indiqué auparavant, les études expérimentales sur le chargement triboélectrique sont souvent marquées par des faibles performances en terme de reproductibilité, la littérature scientifique existante permet donc d'éviter au maximum les erreurs et d'obtenir des conditions expérimentales optimales pour le dispositif expérimental développé dans cette thèse. La présentation des techniques expérimentales utilisées pour mesurer les phénomènes de chargement triboélectrique sera réalisée dans un premier temps, puis plusieurs paramètres fondamentaux dans l'étude du chargement triboélectrique seront discutés à partir des résultats rapportés dans la littérature scientifique.

### I.2.1 Techniques expérimentales

Deux approches générales peuvent être utilisées pour étudier le chargement triboélectrique, en fonction des objectifs visés :

- L'étude d'un chargement triboélectrique lors d'un contact unique entre deux solides. Ces expériences permettent d'assurer une maîtrise importante des conditions dans lesquelles le contact et la séparation des surfaces ont lieu, afin d'étudier de manière approfondie les causes du chargement triboélectrique.
- L'étude du chargement triboélectrique de particules au cours d'impact multiples avec une paroi ou entre les particules. C'est par exemple le cas d'un bac vibrant, des lits

fluidisés ou du transport pneumatique. Ce type d'expériences est souvent réalisé sur un grand nombre de particules de petite taille (diamètre entre le micromètre et le centimètre) car les effets de surface deviennent plus importants lorsque le rapport surface/volume augmente. Ces configurations reproduisent bien les problématiques présentant un intérêt industriel.

Le premier type d'études porte un rôle plus fondamental dans la compréhension du sujet, en se concentrant sur un processus de chargement triboélectrique isolé. Le second type d'étude ne permet pas de maîtriser adéquatement les conditions de contact et de séparation au cours d'une expérience, du fait du nombre trop important d'évènements de contact. Il permet cependant la modélisation des situations problématiques dans l'industrie, en étudiant les conséquences du chargement triboélectrique qui n'apparaissent qu'au cours de contacts répétés entre plusieurs matériaux, moyennées sur un échantillon important de particules.

Les deux approches ont un rôle complémentaire. Les méthodes de mesure de charge les plus courantes seront d'abord présentées, puis certains dispositifs expérimentaux correspondant à ces deux approches seront détaillés.

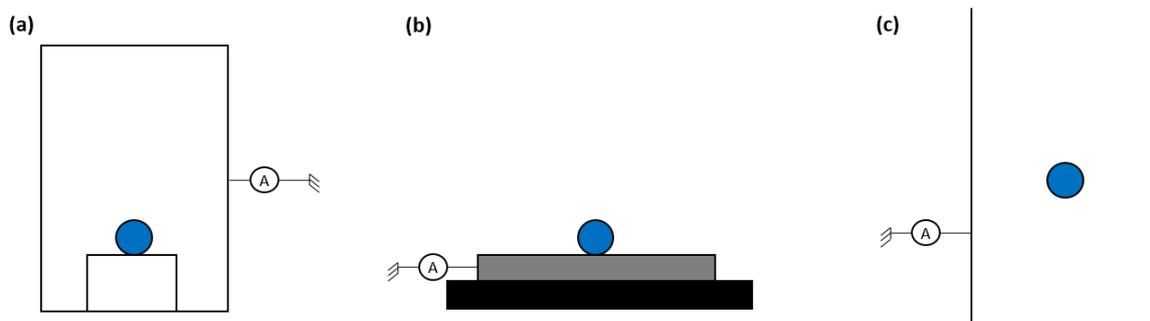
### I.2.1.1 Mesures de charge

De nombreux moyens existent pour réaliser une mesure de charge. Un exemple courant est l'utilisation de champmètres [41]. Le principe de ces sondes est de réaliser une mesure du champ électrique, qui est directement proportionnel à la charge accumulée par effet triboélectrique. Il est également possible d'utiliser des sondes de potentiel, qui doivent la plupart du temps être développées et calibrées spécifiquement pour le dispositif expérimental utilisé. Le problème de ces dispositifs est qu'ils ne permettent pas toujours une mesure quantitative et reproductible sans calibration importante de l'appareillage au préalable. L'étalonnage pour obtenir des valeurs quantitatives de charge électrique est souvent délicat à réaliser.

Pour contourner ces problèmes, la technique majoritairement utilisée pour déterminer la charge à la surface d'un solide consiste à utiliser une cage de Faraday (figure I.6 (a)) [6]. Pour ce faire, le solide est placé à l'intérieur d'une boîte métallique, qui devient chargée soit au contact du solide soit par effet capacitif par la charge placée à l'intérieur s'il n'y a pas de contact avec la paroi. La charge acquise par la boîte métallique est l'exacte opposée de celle portée par le solide, et il est possible de la mesurer par une mesure de tension ou par une mesure de courant. Pour empêcher toute perturbation électromagnétique extérieure, ce type d'essai est réalisé à l'intérieur d'une seconde cage de Faraday plus grande, fermée et mise à la terre.

En pratique, pour obtenir l'erreur la plus faible possible, la boîte utilisée doit être parfaitement fermée de sorte que les lignes de champ du solide mesuré intersectent intégralement les parois de la boîte. Cependant, l'utilisation d'une boîte entièrement fermée n'est pas absolument nécessaire, et il peut être suffisant de se contenter d'une boîte aux dimensions grandes devant les dimensions de la charge selon la configuration étudiée. Il est même possible d'utiliser une géométrie d'électrode plane (figure I.6 (b)) pour réaliser la mesure, si un certain nombre de précautions sont prises au dimensionnement du dispositif expérimental [6]. Pour obtenir une valeur représentative de la charge mesurée, il faut en particulier s'assurer qu'il n'y a pas d'autres pièces métalliques à proximité qui puisse interagir avec la mesure et augmenter l'erreur commise.

Le concept de cage de Faraday ouverte (figure I.6 (c)) est également fréquemment utilisé car il permet de réaliser une mesure sur des particules en mouvement dans des conditions proches des cages de Faraday fermées sans perturber le déroulement de l'expérience. Ce type de dispositif de mesure sera utilisé pour le montage expérimental principal de cette



**Figure I.6** – Différentes géométries de méthode de mesures de charge électrique. (a) Cage de Faraday fermée, (b) Mesure avec électrode plane et (c) Cage de Faraday ouverte. Une mesure de courant est représentée par les ampèremètres notés A, mais une mesure de tension peut également être réalisée.

thèse, car il convient parfaitement aux configurations étudiées.

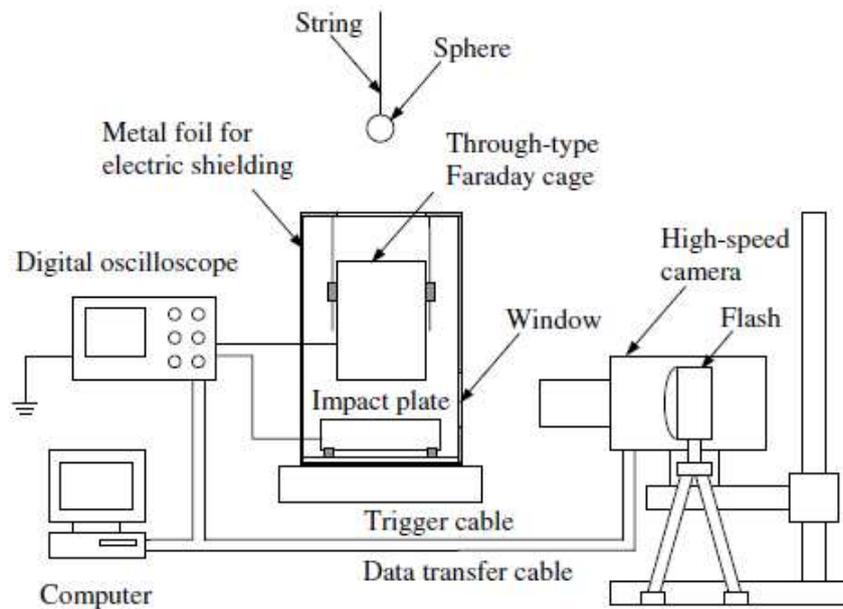
L'un des problèmes de la mesure par cage de Faraday est qu'elle ne permet pas une résolution fine de mesure de la charge, et que la mesure porte sur la totalité de la surface de l'échantillon. Des outils de mesure de la distribution de charges existent pour obtenir des informations avec une résolution plus fine. Il est possible de trouver des informations sur ce type de dispositif dans la revue sur le chargement triboélectrique de Matsusaka par exemple [3].

### I.2.1.2 Dispositifs d'étude du chargement triboélectrique lors d'un contact contrôlé

De nombreux dispositifs ont été réalisés pour étudier l'interaction triboélectrique entre deux matériaux au cours d'un contact unique maîtrisé. C'est sur ce type de dispositifs que la plupart des séries triboélectriques sont élaborées.

Certaines expériences consistent par exemple à mettre en contact ou en frottement un solide contre une autre surface [42, 43], puis à mesurer la charge après séparation. Pour atteindre une sensibilité encore plus importante dans l'étude du chargement triboélectrique, des systèmes de mesures réalisées avec un microscope à force atomique (AFM) ont été développées [44–46]. Un AFM est un outil expérimental qui permet de réaliser une image topographique de la surface d'un matériau à partir d'une pointe placée au bout d'un levier de taille micrométrique. Dans ce type d'expériences, la particule est placée sur le levier de l'AFM et la mesure de force permet de remonter à la charge portée par la particule. Ces configurations ne sont pas adaptées à toutes configurations d'études, en raison des conditions expérimentales très contraignantes que nécessitent un AFM, mais elles permettent de mesurer des niveaux de charge très faibles.

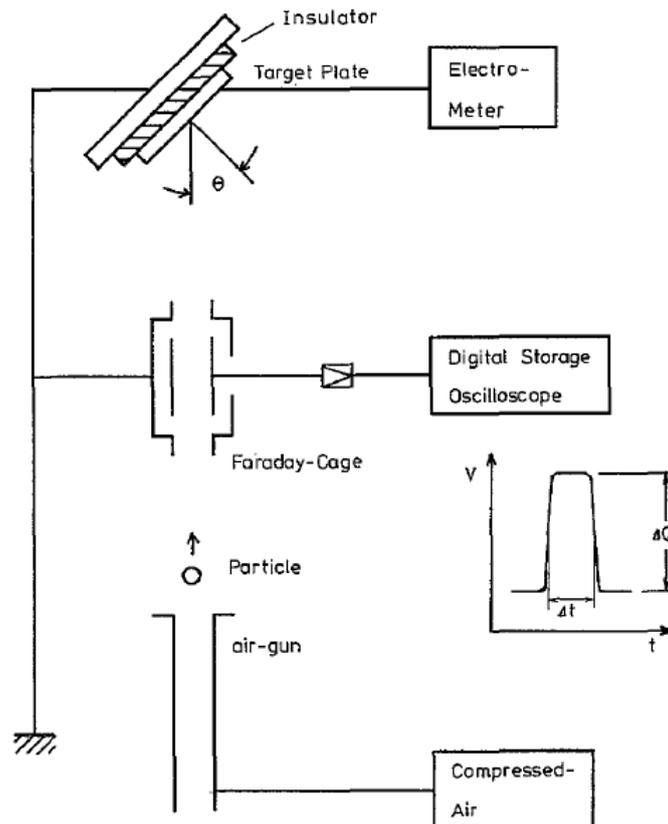
Plusieurs autres méthodes moins complexe techniquement ont été développées pour s'affranchir de perturbations potentielles lorsque l'échantillon est déplacé. Des expériences consistent par exemple à faire glisser une particule solide sur une surface inclinée jusque dans une cage de Faraday [47–49]. Wiles et al. utilisent également une bille métallique aimantée mise en roulement sur une autre surface à l'aide d'un champ magnétique pour étudier son chargement triboélectrique [50]. D'autres solutions consistent à étudier le chargement triboélectrique d'une particule lors d'un impact avec une cible. La particule est projetée vers la cible et la charge portée par la particule est mesurée en plusieurs points pour déterminer la charge d'impact. L'avantage de ce type de configuration est que la mesure est réalisée directement après séparation des surfaces sans autre interaction avec le système, ce qui limite partiellement les mécanismes de relaxation de charges.



**Figure I.7** – Dispositif expérimental développé par Matsusaka et al. permettant d’étudier le chargement triboélectrique d’une particule sphérique en impact contre une cible. Le type de méthode utilisée pour la mise en mouvement de la bille est la chute dans le champ de pesanteur. Figure tirée de l’article de Matsusaka et al. [51].

Pour réaliser ces expériences, plusieurs types de solutions peuvent être utilisés pour mettre en mouvement la particule, par exemple la chute de la particule dans un champ de gravité [52, 53] ou la propulsion de la bille par un jet d’air comprimé [54–57]. Ce premier type de méthode de mise en mouvement de la bille est illustré par exemple par le dispositif développé par Matsusaka et al. [51] représenté sur la figure I.7. La particule est accrochée à un fil, puis lâchée dans le système pour générer l’impact. La tension du fil est augmentée à nouveau pour éviter tout impact ultérieur. La particule traverse une cage de Faraday ouverte avant et après impact afin de mesurer l’évolution de sa charge. La mise en mouvement de la bille par une chute dans un champ de gravité permet des conditions de reproductibilité de l’impact avec un mécanisme peu générateur de charges sur la particule avant l’impact. Il est en revanche nécessaire de modifier l’altitude à laquelle la particule est lâchée pour modifier sa vitesse d’impact, ce qui peut être contraignant expérimentalement. Un exemple de montage expérimental utilisant un jet d’air comprimé est celui de Matsuyama et Yamamoto [55] représenté sur la figure I.8. La particule est accélérée initialement par un jet d’air comprimé puis entre en impact avec une cible métallique. La charge de la particule avant l’impact est mesurée à l’aide d’une cage de Faraday ouverte puis la charge d’impact est mesurée directement sur la cible directement reliée à un électromètre. Des gammes de vitesse plus importantes peuvent être atteintes en utilisant ce type de mécanisme, mais il peut être plus difficile d’obtenir des conditions de reproductibilité sur les propriétés mécaniques de l’impact dans ce type de configuration sans générer une charge initiale importante à la surface de la particule.

Pour finir, Lee et al. ont développé récemment un dispositif novateur d’étude du chargement triboélectrique d’une particule submicrométrique en impact avec une cible [18]. Un piège acoustique est utilisé pour faire léviter la particule au-dessus de la cible. Le piège est désactivé pour créer l’impact par gravité, puis réactivé pour empêcher tout rebond ultérieur. La mesure de la charge acquise par la bille est réalisée durant la lévitation acoustique à l’aide d’un champ électrique AC à haute tension, à partir de la réponse du mouvement de la bille en réponse au champ.



**Figure I.8** – Dispositif expérimental d’étude développé par Matsuyama et Yamamoto permettant d’étudier le chargement triboélectrique d’une particule en caoutchouc projetée par air comprimé contre une cible. Figure tirée de l’article de Matsuyama et Yamamoto [55].

### I.2.1.3 Dispositifs expérimentaux à impacts multiples

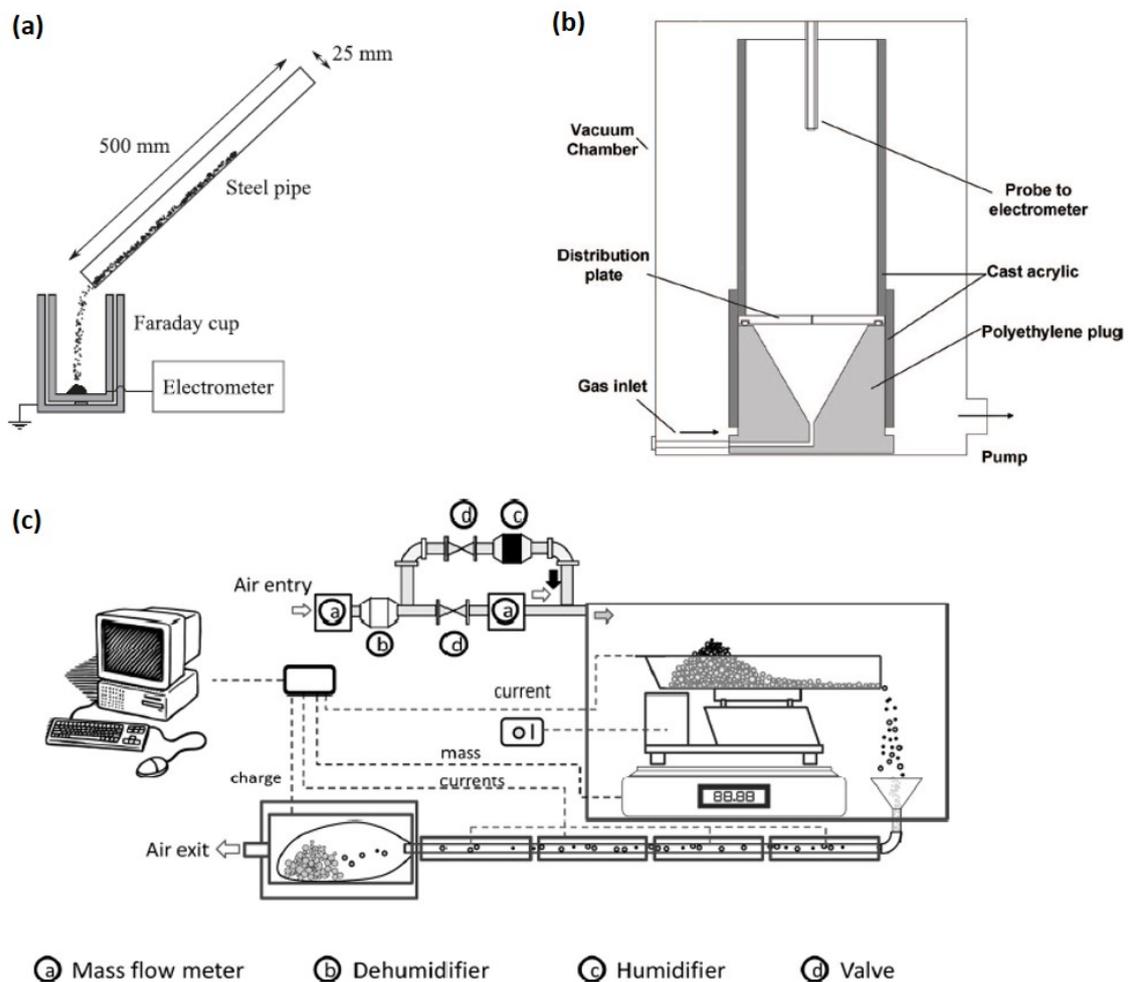
Ce type de dispositifs expérimentaux est généralement développé pour reproduire les problématiques liées au chargement triboélectrique dans l’industrie. Dans la majorité des cas, les échantillons étudiés sont des particules de petites tailles comme des poudres par exemple. En effet, lorsque la taille caractéristique des particules est réduite, le rapport entre la surface et le volume de la particule augmente, ce qui amplifie les effets des phénomènes de surface tel que le chargement triboélectrique. Ce type de configuration ne correspond pas aux objectifs principaux de cette thèse, mais ils ont un rôle complémentaire dans l’étude du chargement triboélectrique et possèdent donc un rôle capital dans la compréhension des phénomènes triboélectriques observés dans la nature et dans l’industrie.

Quelques exemples de dispositifs d’étude sont montrés sur la figure I.9. Le dispositif de chargement par cascade est représenté sur la figure I.9. Les particules sont chargées en les laissant tomber sur un plateau incliné, qui génère des charges électrostatiques par effet triboélectrique qui sont ensuite mesurées en fin de parcours dans une cage de Faraday [58, 60, 61]. Des dispositifs similaires remplacent le plateau incliné par un plateau vibrant [62]. Les lits fluidisés ont également été l’objet de plusieurs études du fait de leur utilisation dans l’industrie [39, 63–65]. L’expérience consiste à faire passer un écoulement d’air à travers un lit de particules qui subissent des impacts entre elles et avec la paroi au cours du processus. Ceci peut conduire à des problèmes d’adhésion au paroi qui peuvent nuire au procédé. Les dispositifs de mesures de transport pneumatique sont d’un intérêt particulier en raison de la multiplicité des situations rencontrées dans l’industrie, comme dans l’industrie agroalimentaire ou dans l’industrie pharmaceutique par exemple [59, 66–

69]. Les problématiques du transport pneumatique liées au chargement triboélectrique sont nombreuses, comme l'adhésion aux parois, la modification des propriétés des poudres ou l'occurrence de décharges électriques potentiellement dangereuses [3]. Le transport pneumatique est aussi parfois étudié dans des configurations de cyclone permettant de développer une charge plus importante dans un espace plus restreint [70–72].

## I.2.2 Paramètres importants pour le chargement triboélectrique

Dans l'objectif de la préparation du développement du dispositif expérimental, la littérature scientifique expérimentale sur le chargement triboélectrique a été analysée. Les paramètres expérimentaux ayant un effet significatif sur ce phénomène physique ont été relevés et sont exposés dans cette partie.



**Figure I.9** – Différents dispositifs expérimentaux permettant l'étude du chargement triboélectrique dans des configurations à impact multiples. (a) Dispositif dit de chargement par cascade. Tiré de l'article de Peltonen et al. [58]. (b) Dispositif d'étude d'un lit fluidisé. Tiré de l'article de Forward et al. [39]. (c) Dispositif d'étude du chargement triboélectrique lors du transport pneumatique. Tiré de l'article de Saleh et al. [59]

### I.2.2.1 Effets de la charge initiale

Dans une expérience de chargement triboélectrique, la charge acquise par les solides après séparation peut être limitée par plusieurs mécanismes détaillés dans la partie I.1.3. Ces mécanismes de limitation de la charge impliquent qu'il est plus difficile de transférer des charges sur un solide possédant une charge électrique élevée de même polarité que sur un solide neutre électriquement. Ce résultat est intuitif lorsque la force électrique qui agit entre deux charges de même polarité est considérée.

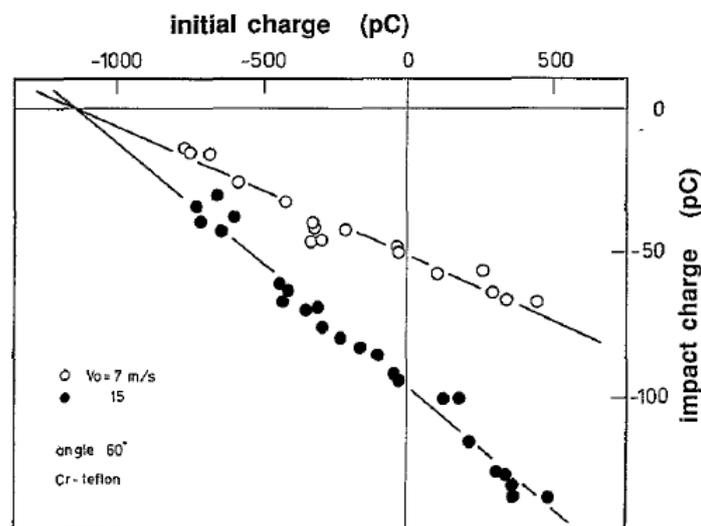
Pour ces raisons, la charge initiale portée par les deux solides peut avoir un effet significatif sur la valeur mesurée. Plusieurs études ont confirmé ce résultat [12, 43, 73]. Matsuyama et Yamamoto ont étudié le chargement triboélectrique de billes de PTFE contre une cible métallique à l'aide du dispositif présenté dans la partie I.2.1.2 sur la figure I.8 [55]. Ils ont observé que la charge d'impact accumulée par la bille dépend linéairement de sa charge initiale (voir figure I.10). La relation linéaire reliant la charge d'impact  $q$  et la charge initiale de la particule  $q_i$  est caractérisée par deux paramètres appelés la charge d'équilibre  $Q_e$  et la charge d'impact à charge initiale nulle  $Q_{i0}$ .

$$q = -\frac{Q_{i0}}{Q_e}q_i + Q_{i0} \quad (\text{I.5})$$

La charge d'équilibre  $Q_e$  correspond à l'intersection entre la charge d'impact de la bille et l'axe des abscisses, c'est-à-dire la charge initiale pour laquelle aucune charge d'impact n'est mesurée. Matsuyama et Yamamoto ont observé que cette valeur ne dépend pas de la vitesse d'impact de la bille ni de l'angle d'impact. C'est donc une propriété caractéristique du potentiel électrique responsable du transfert de charge relatif au couple de matériaux étudiés et des mécanismes de relaxation de charges. La charge d'impact reste constante lorsque la charge initiale de la surface de contact est augmentée au-delà de cette valeur, la charge d'équilibre correspondant à une valeur de saturation.

La charge d'impact à charge initiale nulle  $Q_{i0}$  correspond à la configuration dans laquelle la charge initiale n'a pas d'influence sur la charge d'impact. C'est un paramètre lié aux conditions de l'impact uniquement qui permet d'étudier dans des conditions optimales l'influence d'autres paramètres tels que les paramètres mécaniques de l'impact.

Ces résultats sont confirmés par l'expérience de Matsusaka et al. présentée dans la par-



**Figure I.10** – Évolution de la charge d'impact en fonction de la charge initiale portée par la particule. Tiré de l'article de Matsuyama et Yamamoto [12].

tie I.2.1.2 sur la figure I.7 [51]. Matsusaka et al. étudient l'électrisation d'une bille en caoutchouc par impacts répétés contre une cible. Leurs résultats montrent que le comportement de la charge totale de la bille en fonction du nombre d'impacts suit une loi exponentielle avec une valeur de saturation (voir figure I.11) correspondant à l'équation suivante :

$$q = q_i \exp\left(-\frac{n}{n_0}\right) + Q_e \left(1 - \exp\left(-\frac{n}{n_0}\right)\right) \quad (\text{I.6})$$

où  $n$  est le nombre d'impacts et  $n_0$  est un nombre caractéristique d'impact déterminé empiriquement. La charge d'impact diminue au fur et à mesure des impacts jusqu'à ce que la charge totale atteigne une valeur limite, correspondant à la charge d'équilibre.

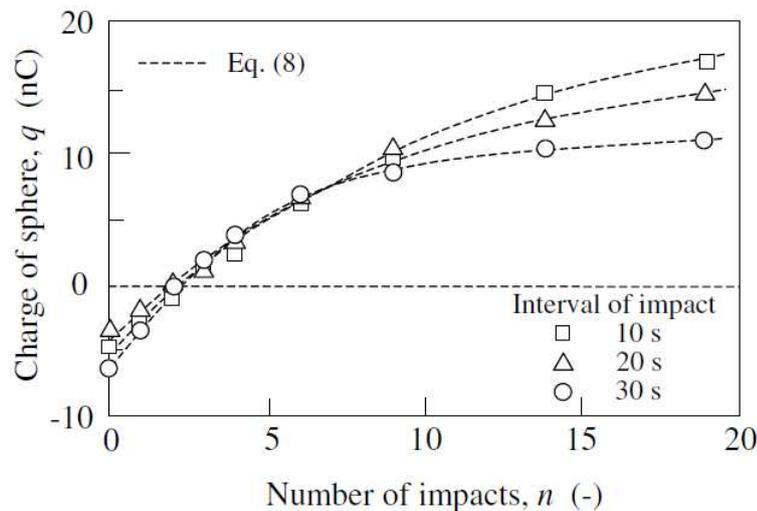
### I.2.2.2 Contrainte appliquée ou vitesse d'impact

La surface de contact lors d'un contact entre deux solides est fortement conditionnée par les caractéristiques mécaniques du contact. Si la force imposée pendant le contact est plus importante, les contraintes subies par les deux matériaux et la déformation résultante seront également plus importantes. Une augmentation de la déformation à l'interface conduit à une augmentation de la surface de contact.

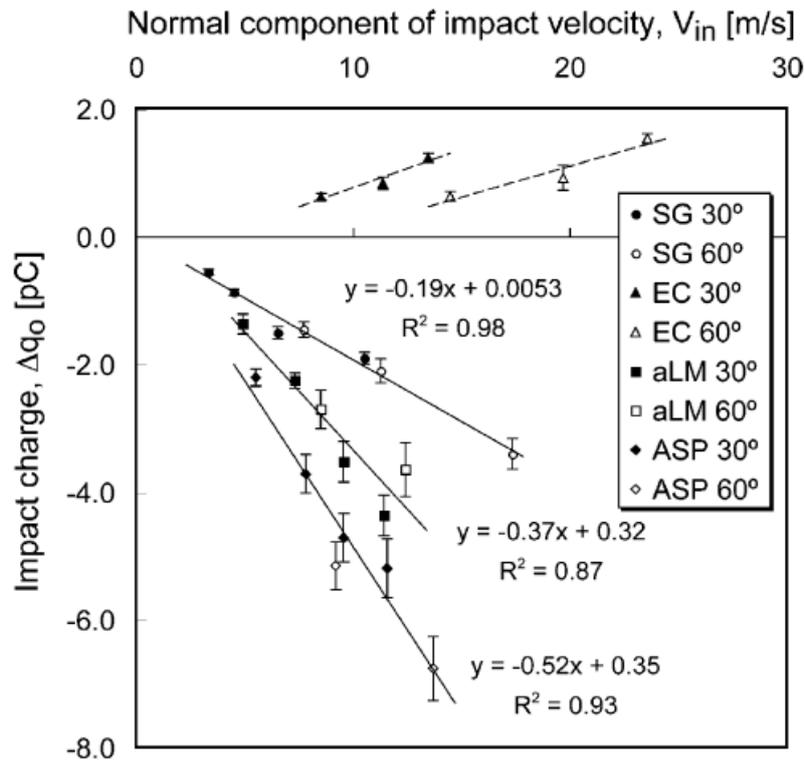
Plusieurs expériences ont été réalisées pour mesurer les effets de ce paramètre sur le chargement triboélectrique [51, 52, 73]. Watanabe et al. ont étudié ce type de configuration dans un système de chargement triboélectrique par impact sur des particules de poudres. Ils observent que la charge d'impact augmente linéairement avec la vitesse d'impact.

### I.2.2.3 Rugosité de surface

La surface de contact n'est en réalité pas uniquement déterminée par la déformation des surfaces mises en contact. La rugosité de chaque solide peut avoir une influence significative sur les charges électrostatiques générées par chargement triboélectrique en modifiant la surface de contact réelle entre les deux solides. Dans le cas général, la surface de contact réelle est en effet toujours significativement plus faible que la surface



**Figure I.11** – Évolution de la charge d'impact d'une particule au cours de plusieurs impacts successifs. Tiré de de l'article de Matsusaka et al. [51]



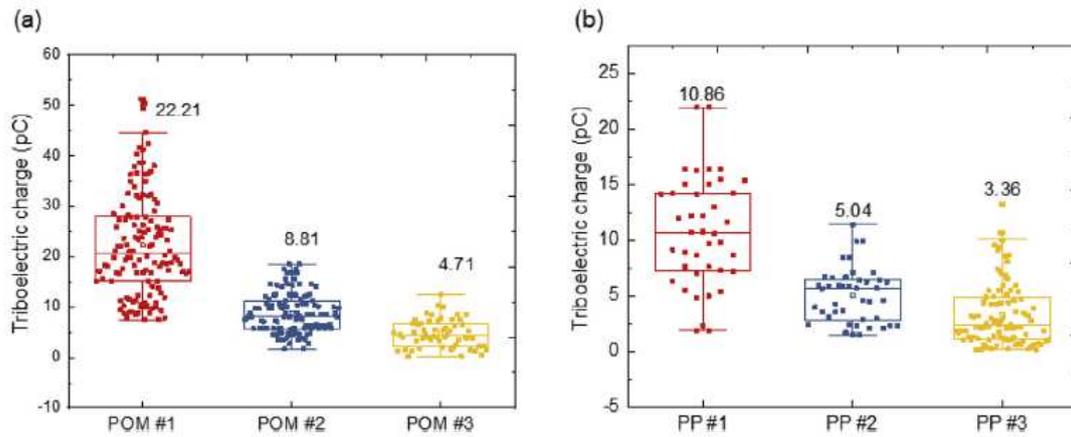
**Figure I.12** – Évolution de la charge d’impact d’une particule en fonction de sa vitesse d’impact pour des particules issues de poudres pharmaceutiques. Tiré de l’article de Watanabe et al. [73].

apparente. Le contact est porté principalement par les aspérités les plus grandes par rapport à la surface du matériau. Cette surface de contact réelle peut être difficile à déterminer expérimentalement.

Pour mettre en évidence l’importance de la surface de contact réelle, Hu et al. ont réalisé des essais consistant à faire glisser une plaque en polymère le long d’une surface inclinée [48]. Ils ont utilisé différents grains de papiers de verre pour modifier la rugosité de surface de polymères, puis ont mesuré la topographie des surfaces modifiées à l’aide d’un microscope optique 3-D. L’échelle de rugosité étudiée dans leur article se place entre le micromètre et quelques dizaines de micromètres. Ils observent une diminution de la charge triboélectrique lorsque la rugosité de la surface augmente (voir figure I.13). La surface de contact réelle dans le cadre de leur expérience est calculée numériquement à partir de la topographie mesurée comme la somme de la surface du sommet de chaque aspérité en contact, après déformation du sommet lors du contact. Leurs résultats montrent une bonne corrélation entre la charge mesurée et la surface de contact réelle estimée.

Yao et al. ont conduit une étude sur les effets de la rugosité de surface sur le chargement triboélectrique de granules de polychlorure de vinyl (PVC) et de polypropylène (PP) avec un dispositif expérimental similaire [47]. Leurs résultats montrent un comportement un plus complexe où la charge augmente initialement avec la rugosité de surface des granules puis diminue au-delà d’une certaine valeur. Ils attribuent ce comportement à la compétition entre deux phénomènes lié à l’augmentation de la rugosité : l’augmentation du coefficient de frottement d’une part, et la diminution de la surface de contact d’autre part.

Cette dernière étude soulève la question importante du frottement dans le chargement triboélectrique. Le frottement entre les deux surfaces n’est pas nécessaire pour l’apparition d’une charge par effet triboélectrique, mais il est généralement considéré comme un



**Figure I.13** – Graphique représentant l'évolution de la charge accumulée par une particule (a) de polyoxyméthylène (POM) et (b) de polypropylène (PP), lors du frottement contre des surfaces inclinées montrant différents niveaux de rugosité. Pour chaque échantillon de gauche à droite, la rugosité augmente du fait d'un traitement avec un papier de verre avec un grain plus élevé. Tiré de l'article de Hu et al. [48].

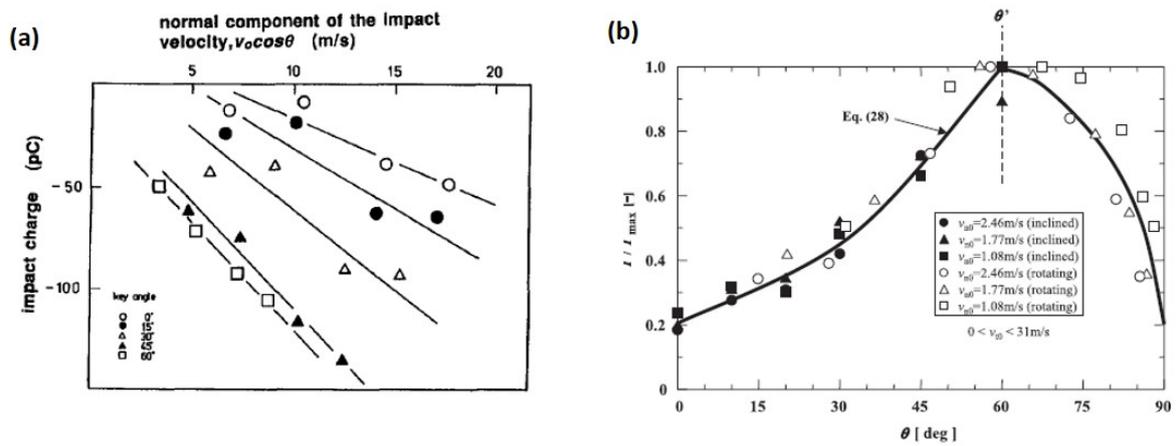
phénomène amplifiant le phénomène de chargement triboélectrique. La raison précise de cet effet amplificateur n'est pas clairement identifiée. Le frottement agit certainement en augmentant la surface de contact, mais il est possible que la contrainte due au frottement ait elle-même un effet [1]. Certains résultats indiquent que la vitesse à laquelle le frottement est effectué joue un rôle, ce qui soutient que la contrainte mécanique est importante en elle-même [74]. Plusieurs études ont effectivement mis en évidence les effets d'un recuit sur les valeurs de charges mesurées par effet triboélectrique [1, 22]. Cette variation pourrait être due à la variation des contraintes résiduelles dans le matériau. Une étude a également montré l'importance des contraintes en surface du solide sur le chargement triboélectrique dans le cas d'un ballon en élastomère [42]. Pour ce faire, l'auteur réalise une expérience de contact avec le ballon dans deux états différents : vidé de tout air ou gonflé avec une quantité d'air fixe. Les résultats montrent que la polarité de la charge acquise au cours du contact s'inverse entre les deux états, et que les contraintes en surface du matériau élastomère ont une importance primordiale dans la configuration de chargement triboélectrique étudié. Le verre étant un matériau possédant des contraintes résiduelles en surface, celles-ci pourraient jouer un rôle important dans les phénomènes de chargement triboélectrique.

#### I.2.2.4 Angle d'impact

Lors d'une expérience d'impact de particule sur une cible, l'angle d'incidence de l'impact peut montrer un effet significatif sur le chargement triboélectrique. A vitesse constante, l'incidence de l'impact a pour effet de changer le rapport entre la vitesse normale et la vitesse tangentielle à la cible. Deux études ont mis en évidence les effets de l'angle d'impact sur le chargement triboélectrique (voir figure I.14).

Matsuyama et Yamamoto ont observé une augmentation de la charge d'impact d'une particule sphérique en PTFE lors de l'augmentation de l'angle d'impact (voir figure I.14 (a)) [55]. Leurs résultats montrent une augmentation jusqu'à une valeur de  $60^\circ$ , et ils ne rapportent pas de résultats au-delà de cette valeur. Ils expliquent ces résultats par les effets de la composante tangentielle de la vitesse conduisant à une augmentation de la surface de contact réelle.

Ema et al. se sont intéressés à ces mêmes effets de l'angle de la cible en lâchant des billes de



**Figure I.14** – (a) Charge d’impact en fonction de la composante normale de la vitesse pour plusieurs angles d’inclinaison de la cible impactée. Tirée de l’article de Matsuyama et Yamamoto [55]. (b) Évolution du courant électrique généré par l’impact en fonction de l’angle d’inclinaison de la cible. Tiré de l’article de Ema et al. [53].

verre par gravité sur une cible métallique [53]. La charge est mesurée par l’intermédiaire de mesures de courant proportionnelles à la valeur de la charge, mais ne permet pas d’obtenir une valeur quantitative de la charge. Les résultats observés sont représentés sur la figure I.14 (b). Ils indiquent que la charge d’impact augmente avec une tendance non-linéaire avec l’angle de réglage de la cible jusqu’à  $60^\circ$ , puis diminue pour des valeurs d’angles plus élevées. L’explication donnée par les auteurs est basée sur un mécanisme de glissement/roulement qui provoque une augmentation de la surface de contact. Le changement de comportement au-delà de  $60^\circ$  correspond à la transition vers une autre configuration mécanique du mouvement latéral. Les tendances observées dans les deux articles sont différentes, et Matsuyama et al. indiquent que l’augmentation de la surface de contact par un glissement ou un roulement ne peut expliquer les échelles d’augmentation de la charge dans leur cas.

Masui et Hiroaki ont utilisé un système similaire à celui de Matsuyama et Yamamoto pour étudier le chargement triboélectrique de billes de Nylon et de PMMA contre une cible métallique et n’ont pas observé d’effet de la composante tangentielle sur la charge d’impact de leur côté [54].

### I.2.2.5 Humidité

L’humidité de l’environnement dans lequel une expérience est réalisée peut influencer de manière significative les conditions physico-chimiques des échantillons. Un matériau quelconque placé sous conditions ambiantes adsorbe de l’eau à sa surface en quelques microsecondes seulement [75]. Pour un matériau hydrophile, cette eau adsorbée forme rapidement un film d’eau en surface d’épaisseur inférieure au nanomètre, qui peut augmenter considérablement la conductivité de surface d’un matériau isolant. Pour un matériau hydrophobe, il est probable que l’adsorption d’eau en surface forme plutôt des îlots isolés, qui peuvent changer les conditions de conductivité localement. Dans ces deux cas, l’eau adsorbée en surface peut potentiellement affecter le chargement triboélectrique de manière considérable. Les mécanismes de relaxation lors de la séparation de deux surfaces sont en effet largement dépendants de la conductivité des surfaces mises en contact, et les conditions de déclenchement d’une décharge électrique dans un milieu gazeux dépend directement de l’humidité relative à travers la rigidité diélectrique du milieu.

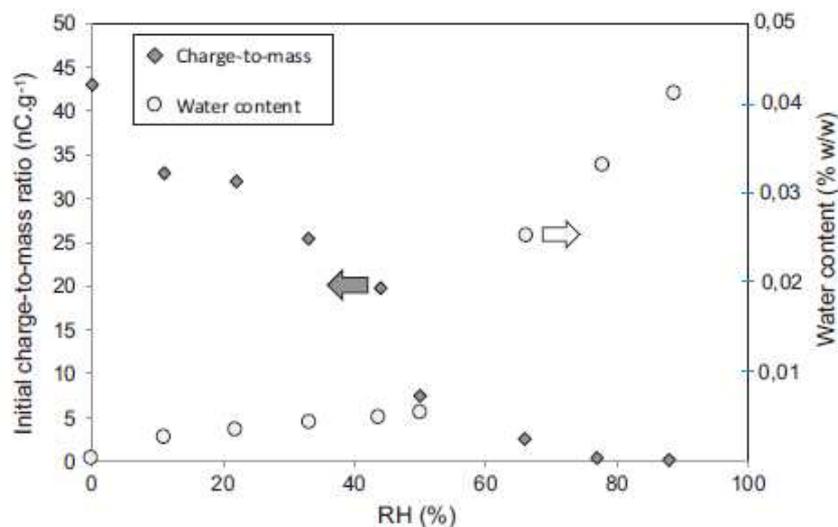
Plusieurs études mettent en évidence les effets de l’humidité en tant que mécanisme favorisant la relaxation des charges [49, 59, 76, 77]. Les effets sont particulièrement visibles

sur des expériences impliquant de nombreux impacts, comme le transport pneumatique et les lits fluidisés. Lors de l'étude du transport pneumatique de billes de verre, Saleh et al. observent par exemple que la charge massique mesurée diminue lorsque l'humidité augmente (voir figure I.15) [59]. La charge devient trop faible pour être mesurée au-delà d'une valeur limite de 70%. Ces effets sont attribués à l'augmentation de l'épaisseur de la couche d'eau en surface des matériaux étudiés avec l'humidité relative. Pence et al. ont en effet observé par ellipsométrie que l'épaisseur de la couche d'eau en surface de leurs échantillons en polymères augmente presque linéairement avec l'humidité [31]. Ce rôle inhibiteur de l'humidité sur le chargement triboélectrique est bien connu et est même exploité directement avec certains additifs antistatiques qui fonctionnent en augmentation l'adsorption d'humidité en surface [1]. Aucune étude n'a pu être trouvée concernant ce type de résultat dans le cadre d'un dispositif d'étude de l'électrisation par impact.

Yao et al. montrent par ailleurs une interaction intéressante entre l'humidité et la rugosité de surface [78]. Ils observent que les effets de l'humidité sur leurs résultats de chargement triboélectrique de granules par glissement le long d'une surface inclinée sont plus importants lorsque la rugosité de surface est élevée. Ils postulent que ceci peut s'expliquer par le fait qu'une surface avec une rugosité plus faible possède moins d'espaces vides pour stocker des molécules d'eau. Ils ajoutent cependant que cela pourrait aussi provenir d'une réduction de la distance entre les deux surfaces du fait du contact plus compact entre deux surfaces, qui provoquerait une réduction des phénomènes de décharge électriques, eux-même dépendants de l'humidité du milieu ambiant.

En plus des effets de relaxation, certaines théories de transfert de charge sont basées sur des mécanismes affectés par l'humidité comme les théories ioniques [26, 29] ou certaines théories de mécano-ions[37]. C'est par exemple le cas du mécanisme proposé par McCarty qui suggère que le chargement triboélectrique des isolants ne possédant pas d'ion mobiles en surface est causé par des échanges d'ions hydroxydes entre la couche d'eau adsorbée en surface des deux solides [7].

Pence et al. ont mené des expériences pour étudier le chargement triboélectrique de polymères par une méthode dite de "blow-off", développée dans l'étude de l'électrophotographie [31]. Un mélange de particules est placé dans un tube au bout duquel une fine grille est placée. De l'air est soufflé à travers le tube entre les particules et provoque l'accumulation du charges par contact avec les parois et entre les particules. Les particules étant retenues par la grille, leur charge est mesurée directement dans le

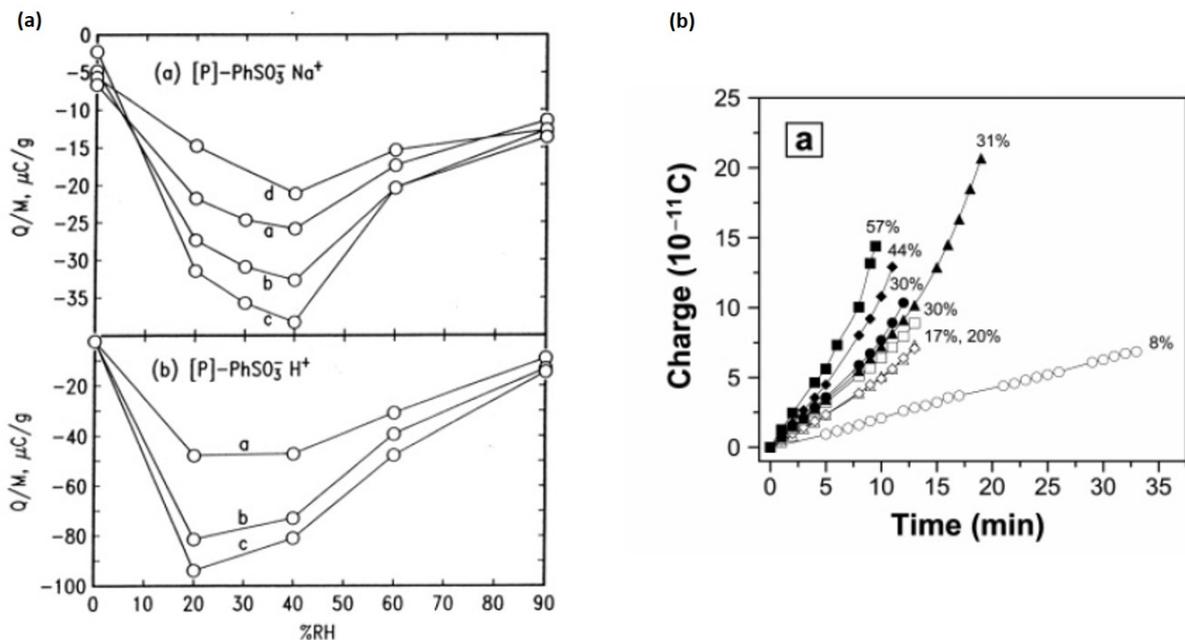


**Figure I.15** – Charge massique mesurée sur des particules de verre lors du transport pneumatique en fonction de l'humidité relative à laquelle l'expérience est réalisée. Tiré de l'article de Saleh et al.[59].

tube. Leurs résultats montrent que le chargement triboélectrique des polymères étudiés suit une tendance plus complexe que celle décrite par les résultats précédents (voir figure I.16 (a)). La charge massique mesurée sur l'échantillon augmente en valeur absolue jusqu'à une humidité relative de 40% environ, puis subit une diminution au-delà. Il interprète ces résultats comme mettant en évidence l'effet amplificateur de l'humidité sur le mécanisme de transfert de charge à faible humidité. Ce constat est renforcé par le niveau de charge très faible mesuré à humidité relative nulle. Cette augmentation de la charge est ensuite compensée par les mécanismes de relaxation lorsque l'épaisseur du film d'eau en surface devient trop importante.

D'autres études montrent un comportement d'augmentation de la charge avec l'humidité relative [50, 79], comme les résultats observés par Wiles et al. présentés sur la figure I.16 (b) par exemple. Les auteurs n'observent par contre pas de diminution de la charge jusqu'à 57% d'humidité relative.

Baytekin et al. ont cherché à démontrer si l'eau adsorbée en surface est un paramètre nécessaire au chargement triboélectrique des isolants [80]. Pour éliminer tout effet de l'eau en surface, ils ont étudié le chargement triboélectrique d'un polymère immergé dans l'huile de paraffine. Ils ont observé que le chargement triboélectrique se produit même en l'absence d'eau, bien que les niveaux de charge sont un ordre de grandeur plus faible qu'en milieu ambiant. Ils concluent que l'humidité joue un rôle stabilisateur sur le développement de la charge triboélectrique. Des études récentes ont également montré que le fait de varier l'humidité ambiante autour d'un solide chargé peut modifier sa charge électrique sans qu'il n'y ait de contact avec une autre surface [81]. Ce résultat suggère que le rôle de l'humidité dans les expériences réalisées pourrait être encore plus complexe.



**Figure I.16** – (a) Évolution de la charge massique mesurée sur un mélange de poudres polymères en fonction de l'humidité relative. Tiré de l'article de Pence et al. [31]. (b) Évolution de la charge d'une sphère métallique en roulement sur une surface en polystyrène (PS) en fonction du temps, pour différentes valeurs d'humidité relative. Tiré de l'article de Wiles et al. [50].

### I.2.2.6 Température

Les effets de la température sur le chargement triboélectrique ont été très peu étudiés dans la littérature scientifique. La température n'est pas considéré en général comme ayant un effet majeur sur le chargement triboélectrique, les expériences étant généralement réalisées à température fixée. Des effets ont cependant été observés. Deux études en particulier montrent une évolution significative de la charge avec la température :

- Greason observe que la température a pour effet de réduire la quantité de charges mesurées par effet triboélectrique sur des particules métalliques (voir figure I.17 (a)) [82]. Cette variation de charge est comparable quantitativement à celle induite par l'augmentation de l'humidité, mais les deux mécanismes n'agissent pas dans le même sens et sont donc deux mécanismes distincts.
- Jantac a étudié également les effets de la température sur le chargement triboélectrique de deux types de particules, en polyéthylène (PE) et en verre [49]. Deux comportements distincts sont mis en évidence, d'une part sur des particules de PE et d'autre part sur des particules de verre. Ainsi pour les particule de PE, la charge mesurée augmente avec la température (voir figure I.17 (b), alors que pour les particules de verre, un comportement inverse est observé (voir figure I.17 (c)).

Pour expliquer le comportement de diminution de la charge, les deux auteurs évoquent des mécanismes de relaxation de charge. Greason fait l'hypothèse d'une augmentation de l'écoulement des charges vers la terre à cause d'une baisse de la résistance effective des sphères par rapport à la terre. Dans le cas du PE, Jantac et al. mettent en avant une augmentation de l'énergie disponible pour les mécanismes de transfert de charge ou la diminution de la rigidité mécanique du matériau à plus haute température qui augmenterait la surface de contact.

## I.3 Modélisation du chargement triboélectrique d'une particule

Les capacités de modélisation d'une expérience de chargement triboélectrique par impact sont à l'heure actuelle assez limitées, du fait que le mécanisme de transfert de charge est toujours controversé. Il n'est cependant pas nécessaire de connaître ces aspects entièrement pour développer des approches empiriques permettant de modéliser des expériences d'électrisation par impact.

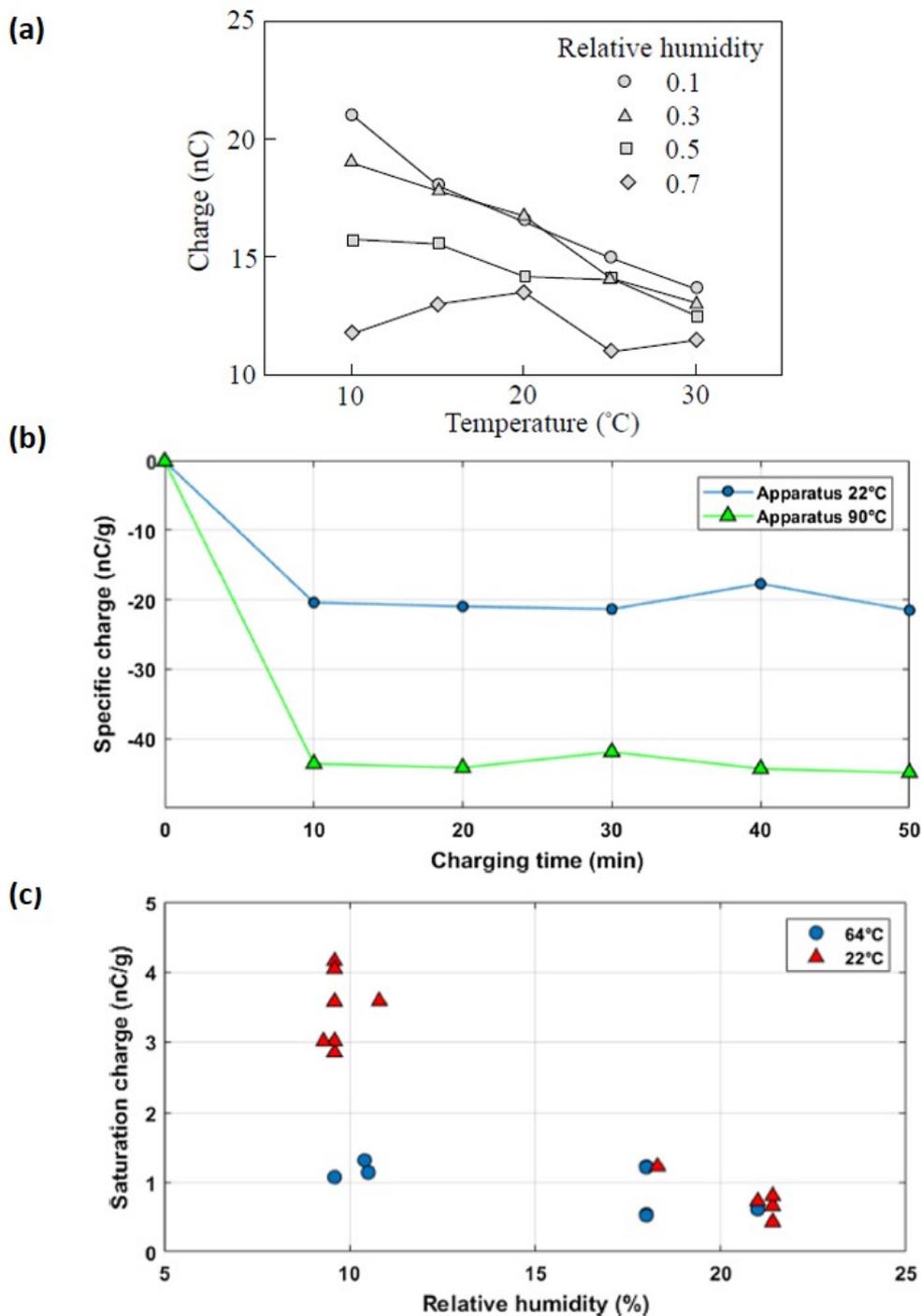
### I.3.1 Modèle de condensateur

Le modèle de condensateur permet de modéliser le chargement triboélectrique entre la particule et la cible dans l'air comme un condensateur plan à deux électrodes, représentant chacune la surface de l'un des deux solides (voir figure I.18). Le modèle est généralement construit sur l'hypothèse que le transfert de charge est électronique, et que la différence de potentiel entre les deux surfaces est due à la différence entre le travail de sortie des deux matériaux. Pour un matériau isolant, un travail de sortie effectif est considéré (voir partie I.1.5). La charge échangée est exprimée en introduisant un facteur d'efficacité de chargement triboélectrique  $k_c$  avec l'équation suivante [3] :

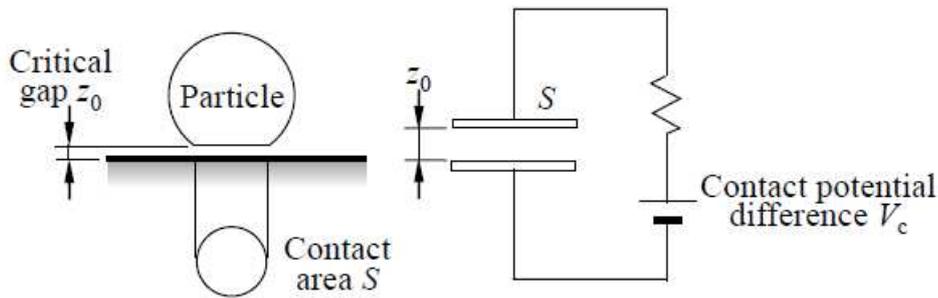
$$q = k_e CV \quad (\text{I.7})$$

$$C = \frac{\epsilon_0 S}{z_0} \quad (\text{I.8})$$

où  $C$  est la capacité entre les deux électrodes,  $\epsilon_0$  est la permittivité diélectrique du vide,  $S$



**Figure I.17** – (a) Charge générée sur une sphère métallique par effet triboélectrique. Tiré de l'article de Greason [82]. (b) Évolution de la charge mesurée sur des particules de PE en fonction du temps à deux températures différentes. (c) Charge de saturation mesurée sur des particules de verre pour deux températures différentes. Les images (b) et (c) sont tirées de l'article de Jantac et al. [49].



**Figure I.18** – Schéma du modèle de condensateur pour l'étude d'une particule en impact avec une cible. Figure tirée de l'article de Matsusaka et al. [3].

est la surface de contact effective et  $z_0$  est la distance critique de l'effet tunnel électronique présentée auparavant. Le seul mécanisme de relaxation des charges considéré dans ce modèle est donc la recombinaison par effet tunnel des électrons lors de la séparation, qui est stoppée dès lors que la distance entre les surfaces est supérieure à  $z_0$ . Le potentiel  $V$  dans cette équation représente ici la différence de potentiel totale entre les deux électrodes, qui est exprimée à partir de la différence de potentiel de contact  $V_c$  introduite dans la partie I.1.2 de la manière suivante :

$$V = V_c - V_i - V_e + V_{ex} \quad (\text{I.9})$$

Avec  $V_i$ ,  $V_e$  et  $V_{ex}$  respectivement la différence de potentiel générée par la charge image, par la charge d'espace et par un champ électrique extérieur imposé pendant l'expérience.

### I.3.2 Modèle de relaxation de charges

Le modèle de condensateur montre des résultats satisfaisants pour certaines expériences de chargement triboélectrique, mais des différences significatives avec le comportement prédit par ce modèle sont parfois observées [12, 83]. Matsuyama et Yamamoto soulignent ce point en remarquant plusieurs problèmes liés au modèle de condensateur [12] :

- Les niveaux de charge prédit par le modèle de condensateur sont souvent supérieurs aux niveaux de charge effectivement mesurés au cours d'une expérience.
- Le transfert de charge dans le modèle de condensateur est basé sur le concept de travail de sortie, mais la charge d'équilibre (voir partie I.1.2) mesurée par Matsuyama et Yamamoto ne montre aucune corrélation avec le métal utilisé pour la cible. La valeur de charge d'équilibre apparaît même quasi indépendante du métal utilisé.

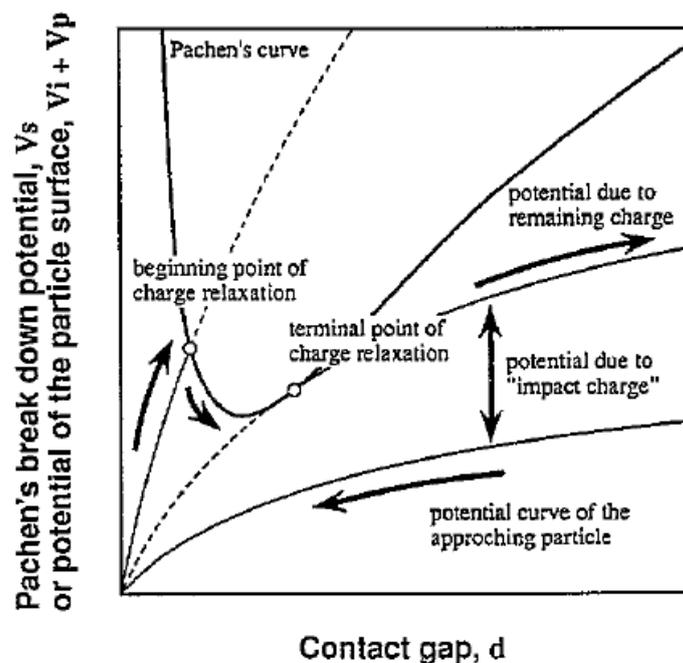
En plus de cela, il est important de noter que l'ordre de grandeur des charges mesurées dans de nombreuses expériences de chargement triboélectrique sont suffisantes pour causer une décharge électrique dans l'atmosphère. L'occurrence de décharges électriques a également été rapportée dans la littérature [10, 11]. Matsuyama et Yamamoto ont ainsi développé un modèle appelé "modèle de relaxation de charges", décrivant les situations où les décharges électriques ont un effet important sur les charges mesurées.

Le modèle de relaxation de charges repose sur la détermination du potentiel de la particule au cours de son approche vers la cible. Le potentiel de la particule est comparé à la

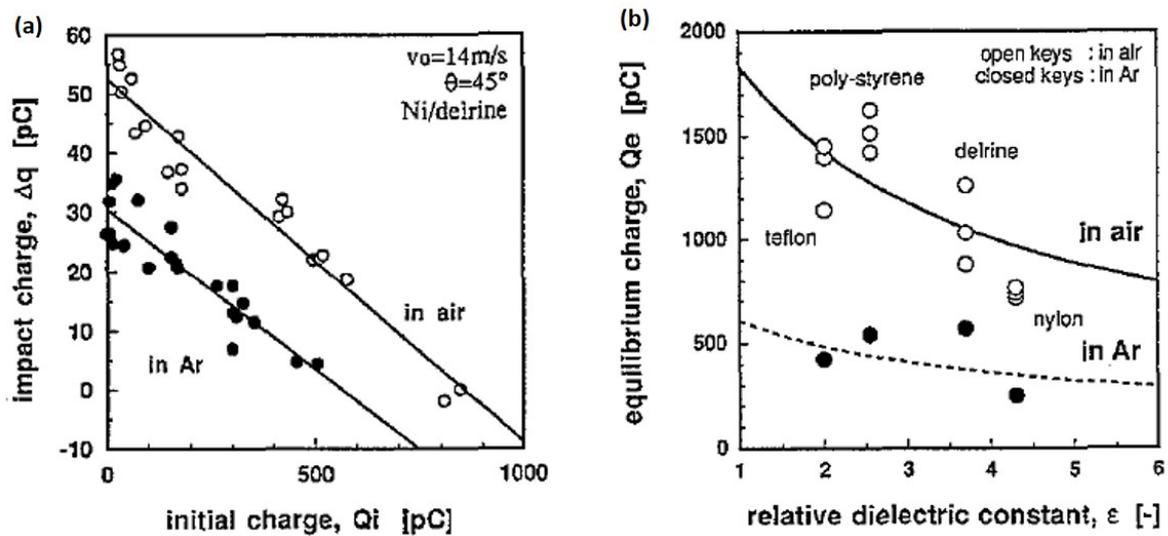
courbe de Paschen qui indique le potentiel pour lequel une décharge électrique se produit en fonction de la pression du gaz et de la distance entre deux électrodes (voir figure I.19) [84]. L'évolution de la charge de la particule au cours de l'expérience suit les étapes suivantes :

- Lorsque la particule s'approche de la cible, le potentiel de la bille dépend de sa charge initiale et est représentée par la courbe d'approche sur la figure I.19, dans le cas où la charge initiale n'est pas suffisante pour causer une décharge électrique durant la phase d'approche.
- Pendant le contact, la charge est échangée entre les deux surfaces de la particule et de la cible, créant une distribution de charges bipolaires entre les deux surfaces au moment de la séparation.
- Durant la séparation, la capacité entre les deux surfaces diminue rapidement en raison de l'augmentation de la distance entre les deux solides et par conséquent, le potentiel augmente rapidement. Si le potentiel de la particule intersecte la courbe de Paschen, une décharge électrique se produit et réduit la charge acquise par la particule.
- La charge d'impact est évaluée en comparant la charge restante après décharge à la charge initiale de la particule.

Dans cette modélisation du mécanisme de chargement triboélectrique, la charge d'équilibre représentée auparavant correspond à la charge initiale minimale pour laquelle le potentiel de la bille intersecte la courbe de Paschen au cours de l'approche. Dans cette configuration, toute charge électrique supplémentaire acquise par la bille au cours de l'impact est réduite au moment de la décharge, correspondant à une variation nulle de la charge portée par



**Figure I.19** – Comparaison des courbes de potentiel de la particule correspondant à l'approche et à l'écartement de la particule avec la courbe de Paschen à pression atmosphérique. La courbe de Paschen indique le potentiel pour lequel une décharge électrique se produit en fonction de la distance entre les deux électrodes. Tiré de l'article de Matsuyama et Yamamoto [12].



**Figure I.20** – (a) Évolution de la charge d’impact en fonction de la charge initiale pour des expériences réalisées dans l’air et dans l’argon. (b) Évolution de la charge d’équilibre pour des particules de différents matériaux en fonction de la permittivité diélectrique relative des particules, dans l’air et dans l’argon. Les deux résultats sont tirés de l’article de Matsuyama et Yamamoto [12].

la bille après séparation. La charge d’équilibre évaluée dans le cadre de ce modèle ne dépend que de la rigidité diélectrique de l’environnement gazeux dans lequel l’expérience est réalisée et de la permittivité diélectrique relative des matériaux contactés. Ceci est confirmé lors des résultats obtenus par Matsuyama et Yamamoto [12] :

- La figure I.20 (a) montre que la charge d’impact mesurée au cours de l’expérience dépend de l’environnement gazeux. La charge mesurée dans l’argon est plus faible, or l’argon possède une rigidité diélectrique plus faible que l’air.
- La figure I.20 (b) confirme que la charge d’équilibre montre une corrélation avec la permittivité diélectrique relative des matériaux étudiés.

Dans un article récent, Matsuyama recommande l’utilisation d’une courbe de Paschen modifiée pour les distances très faibles, auxquelles des micro-décharges électriques peuvent se produire pour un potentiel inférieur au potentiel minimal de la courbe de Paschen originale [85].

Dans la pratique, l’utilisation de ce modèle pour une évaluation quantitative de la charge est difficile en raison de la complexité de l’estimation du potentiel de la particule lors de son approche. Une approche complète nécessite de prendre en compte les phénomènes de polarisation, jusqu’à un ordre élevé potentiellement, et la distribution non-homogène des charges initialement présentes à la surface de la particule [83]. La rugosité des surfaces complique également la modélisation du phénomène de décharge électrique car la charge échangée à l’interface n’est généralement pas répartie de manière homogène et des micro-décharges électriques peuvent potentiellement se produire dans les espaces créés par les aspérités pendant le contact. Horn et al. ont montré que plusieurs décharges électriques partielles avaient lieu lors de la séparation de plaques de mica et de silice, à partir d’une distance d’un micromètre environ, ce qui illustre ces complications [11]. Ireland a proposé une autre modification du modèle de Matsuyama et Yamamoto pour prendre en compte ces résultats [86].

## I.4 Conclusion

Cette revue bibliographique s'est concentré sur le phénomène de chargement triboélectrique dans la littérature scientifique. Malgré l'absence de consensus théorique sur les mécanismes de transfert de charge responsables du chargement triboélectrique, les différents types de théories développées pour décrire le phénomène ont été présentés.

Un état de l'art de la recherche expérimentale sur le sujet a été présentée par la suite en détail. Plusieurs dispositifs développés ont été examinés pour mettre en avant les difficultés présentées par l'étude du chargement triboélectrique. Le faible niveau de reproductibilité généralement observé dans les résultats d'expériences dans ce domaine encouragent à une attention particulière lors du développement d'un banc expérimental, en prenant en compte tous les paramètres possibles. En particulier, dans le cas des dispositifs de mesure de charge par impact sur une particule, la sensibilité nécessaire pour réaliser les mesures sur une seule particule au cours d'un impact impose des précautions sur les vibrations mécaniques du système et la méthode de lancement de la particule.

Les effets de plusieurs paramètres sur le chargement triboélectrique ont également été examinés dans ce chapitre. L'importance de la charge électrostatique accumulée auparavant sur les deux surfaces mises en contact a été démontrée, ce qui met en avant la nécessité de garantir toujours une charge initiale équivalente avant un essai. Les effets de la contrainte mécanique développée à l'impact permettent d'anticiper les gammes de vitesse à étudier. La rugosité des surfaces a montré une interaction importante avec le chargement triboélectrique et suggère de ne pas négliger la contribution de ces propriétés pour analyser le chargement triboélectrique. Le comportement complexe de la charge d'impact avec la vitesse tangentielle entre les différents résultats publiés dans la littérature en fait de même un paramètre important à étudier. Les effets de l'humidité relative et de la température soulignent finalement l'importance primordiale de réaliser des expériences de chargement triboélectrique en milieu contrôlé, et potentiellement d'explorer différentes configurations.

Dans une dernière partie, deux modèles développés pour décrire le chargement triboélectrique par impact ont été introduit brièvement. L'importance de décharges électriques dans la limitation de la charge marque la différence entre ces deux modèles. Les décharges électriques sont donc potentiellement des mécanismes importants qui ne doivent pas être négligés dans l'étude des résultats d'une expérience sur le chargement triboélectrique. Les conclusions de cette étude bibliographique ont été utilisées en grande partie pour permettre la conception du dispositif expérimental central de cette thèse, qui sera présenté dans le chapitre suivant.

# Chapitre II

## Dispositif expérimental

Le chargement triboélectrique est un phénomène physique complexe à étudier expérimentalement. Les nombreux paramètres multi-échelles qui influencent les niveaux de charges mesurés compliquent le développement d'une expérience aux résultats robustes et quantitatifs. De manière analogue aux autres domaines de recherche traitant du contact entre deux surfaces, les expériences sur le chargement triboélectrique montrent en général une reproductibilité relativement faible, et il est nécessaire d'être méticuleux lors de la conception d'une expérience pour obtenir des résultats satisfaisants.

Pour permettre l'étude du chargement triboélectrique du verre contre différents matériaux polymères, un dispositif expérimental a été développé dans son intégralité durant cette thèse. Le concept principal de l'expérience est de produire un impact unique entre une bille et une cible et de mesurer la charge acquise à la surface de la bille par effet triboélectrique.

Des dispositifs similaires ont été rapportés auparavant dans la littérature scientifique, mais l'originalité du dispositif présenté ici provient de deux points principaux :

- La mesure de charge par impact est réalisée directement lors d'un impact entre deux isolants. Les expériences analogues réalisées auparavant utilisent une cible métallique pour les mesures. L'étude principale se concentre donc directement sur l'interaction entre le verre et les divers polymères étudiés.
- La volonté de contrôler aussi finement que possible tous les paramètres accessibles. En particulier, le dispositif est conçu pour permettre une analyse des effets des paramètres environnementaux et des conditions chimiques de surface.

Dans ce chapitre, le dispositif expérimental dans son ensemble sera présenté en détail, avec les éléments importants de conception qui ont justifié les choix effectués. Les différentes mesures électriques et optiques constitutives de l'expérience seront décrites, ainsi que l'acquisition et le post-traitement des données. Une étude du comportement aérodynamique de la bille au cours de l'essai réalisée pendant la caractérisation du dispositif sera finalement discutée.

### II.1 Conception du dispositif expérimental

Pour réaliser une étude du chargement triboélectrique du verre contre divers matériaux polymères, la configuration d'un impact unique entre une sphère et une cible plan a été choisie. Cette configuration permet une étude approfondie des caractéristiques de l'impact et de leurs effets sur le chargement triboélectrique. La géométrie sphère - plan

propose de plus un haut niveau de symétrie qui permet une répétabilité importante de la configuration de l'impact et une modélisation relativement simple des caractéristiques mécaniques du contact.

Les mesures sont réalisées avec une méthode de cage de Faraday présentée dans la partie I.2.1.1, pour permettre détermination quantitative de la charge portée par la bille. Pour ce faire, l'intégralité du parcours de la bille prend place à l'intérieur d'une cage métallique mise à la terre, pour protéger le signal des perturbations électromagnétiques, qui constitue la structure principale du dispositif expérimental.

La conception d'un tel dispositif expérimental comporte plusieurs difficultés principales :

- Pour un impact unique, la charge générée par effet triboélectrique prend des valeurs relativement faibles, qui nécessitent une résolution élevée dans la technique de mesure. Toute vibration du système peut aisément occasionner des perturbations du signal électrique suffisantes pour rendre les résultats inexploitable. Ainsi, il est nécessaire de concevoir le dispositif avec un soin particulier pour obtenir une résolution adaptée.
- Pour répondre aux besoins de l'étude, le lanceur doit posséder deux caractéristiques qui peuvent être contradictoires : un bon niveau de reproductibilité des conditions d'impact de la bille entre plusieurs essais et une plage importante de variation de la vitesse de la bille. De plus, la meilleure solution pour obtenir une précision de tir élevée consiste à utiliser un guide fin par rapport au diamètre de la bille, ce qui a le défaut de générer des charges sur la bille lors de la propulsion. Il est important de trouver un compromis entre ces différentes contraintes.
- Toutes les mesures de charge sont réalisées directement sur des surfaces diélectriques. La méthode optimale pour réaliser ces mesures est d'utiliser une électrode faisant office de cage de Faraday, c'est-à-dire que le diélectrique à mesurer doit idéalement se trouver dans un volume fermé à l'intérieur de l'électrode de mesure. Ceci n'est pas possible pour la mesure de la charge d'impact au niveau de la cible, une électrode dimensionnée avec précaution doit donc être utilisée à la place pour permettre une mesure quantitative de la charge d'impact.
- Comme le montre la revue bibliographique sur le chargement triboélectrique, l'humidité relative de l'environnement dans lequel l'expérience est réalisée est un paramètre crucial. Celle-ci peut à la fois influencer le phénomène de transfert de charge et les conditions de relaxation de charge. Il est primordial de fixer la valeur de l'humidité à l'intérieur du système et de pouvoir faire varier sa valeur pour étudier différentes configurations. Pour ce faire, le dispositif doit être placé dans une enceinte confinée, ce qui impose des contraintes sur les dimensions du système.

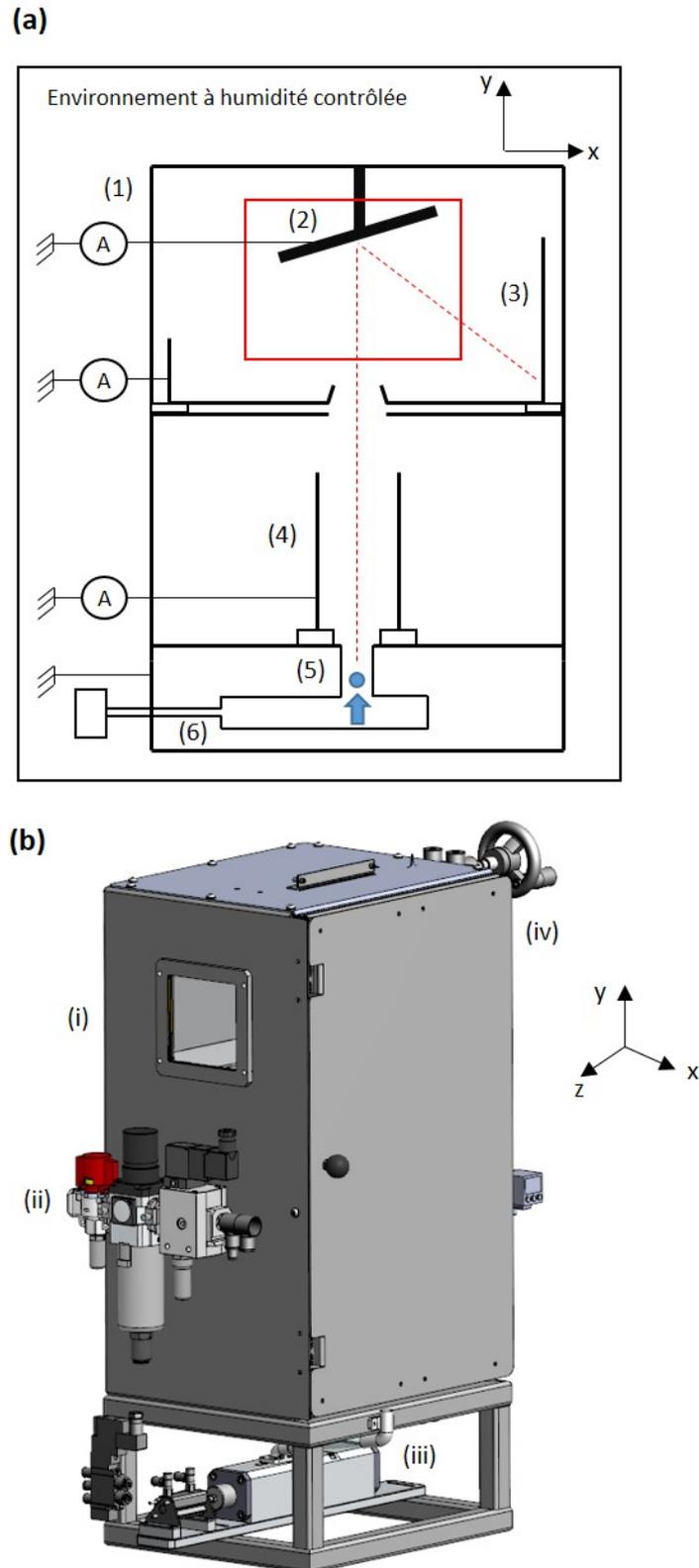
Pour répondre à ces différents points, plusieurs mois de travail et d'essais préliminaires ont été mis à contribution pendant la phase de conception. Les plans du dispositif ont été dimensionnés en premier lieu au sein de l'équipe. Un système de lancement de la bille par air comprimé a été retenu. Les premiers plans du système ont ensuite été envoyés à l'entreprise CITF, qui a finalisé les plans et a réalisé un travail de bureau d'étude puis de fabrication sur le lanceur pneumatique. Après réception du montage expérimental fabriqué, des modifications supplémentaires ont été effectuées par l'atelier de l'Institut Pprime pendant la première étape de caractérisation pour permettre l'utilisation finale du dispositif expérimental.

## II.2 Description du montage expérimental

Le schéma de principe du dispositif expérimental est représenté sur la figure II.1 (a). La structure principale du dispositif (1) est une cage métallique utilisée en tant que cage de Faraday pour empêcher toute perturbation électromagnétique sur les mesures. La cage de Faraday se divise en deux étages séparés par une plaque métallique percée en son centre pour permettre le passage de la bille. Cette séparation permet d'éviter tout couplage de tension électrique entre les deux mesures capacitatives réalisées au cours de l'expérience. Le lanceur pneumatique (6) est placé directement sous la cage de Faraday, de sorte que tout mouvement de la bille après sa sortie du lanceur se fasse intégralement à l'intérieur de la cage de Faraday. Il sera décrit en détail dans la partie II.5. Au cours d'un essai, la bille parcourt un trajet depuis le lanceur en bas de la cage jusqu'à la cible au deuxième étage du système, avant d'atterrir dans un bac de réception après impact. L'ensemble du dispositif est placé à l'intérieur d'une boîte à gants, un environnement confiné à l'intérieur duquel l'humidité est régulée.

Durant le parcours de la bille, plusieurs actions sont réalisées pour déterminer les caractéristiques du chargement triboélectrique de la bille contre la cible :

- La charge initiale de la bille avant impact est d'abord mesurée à l'étage inférieur du système par méthode capacitive par l'intermédiaire d'une électrode cylindrique appelée électrode de charge initiale (4). L'électrode de charge initiale est représentée sur la figure II.2 (a). Le dimensionnement et la validation de la géométrie de l'électrode de charge initiale seront détaillées dans la suite dans la partie II.3.1.1.
- La charge électrostatique générée par effet triboélectrique sur la cible (2) après l'impact est mesurée par méthode capacitive par l'intermédiaire d'une électrode plate métallique placée parallèlement à la cible, directement sur son support (voir figure II.2 (c)).
- Le mouvement de la bille avant et après impact dans l'environnement immédiat de la cible est enregistré par une caméra rapide pour déterminer les paramètres mécaniques de l'impact tels que la vitesse et l'angle d'impact.
- Pour finir, la bille atterrit dans le bac de réception métallique (3) utilisé comme électrode de mesure pour déterminer la charge finale de la bille par conduction. Le bac est rempli de limaille de fer afin d'empêcher des rebonds intempestifs de la bille après impact qui pourraient perturber les mesures. Comme la limaille de fer est conductrice, la mesure de la charge de la bille par conduction est réalisée par continuité électrique avec le bac. Le bac de réception est représenté sur la figure II.2 (b).



**Figure II.1** – (a) Schéma de principe du dispositif expérimental. (1) Cage de Faraday (2) Cible (3) Électrode de charge finale / bac de réception (4) Électrode de charge initiale (5) Bille de verre (6) Lanceur pneumatique. La zone encadrée en rouge représente le champ de vision de la caméra, non visible sur ce schéma. (b) Vue isométrique de la cage de Faraday de l'extérieur. La caméra rapide est placée selon l'axe z pour observer le mouvement de la bille à travers le hublot. (i) Hublot métallisé (ii) Distributeur de pression (iii) Lanceur pneumatique (iv) Système de translation de la cible.

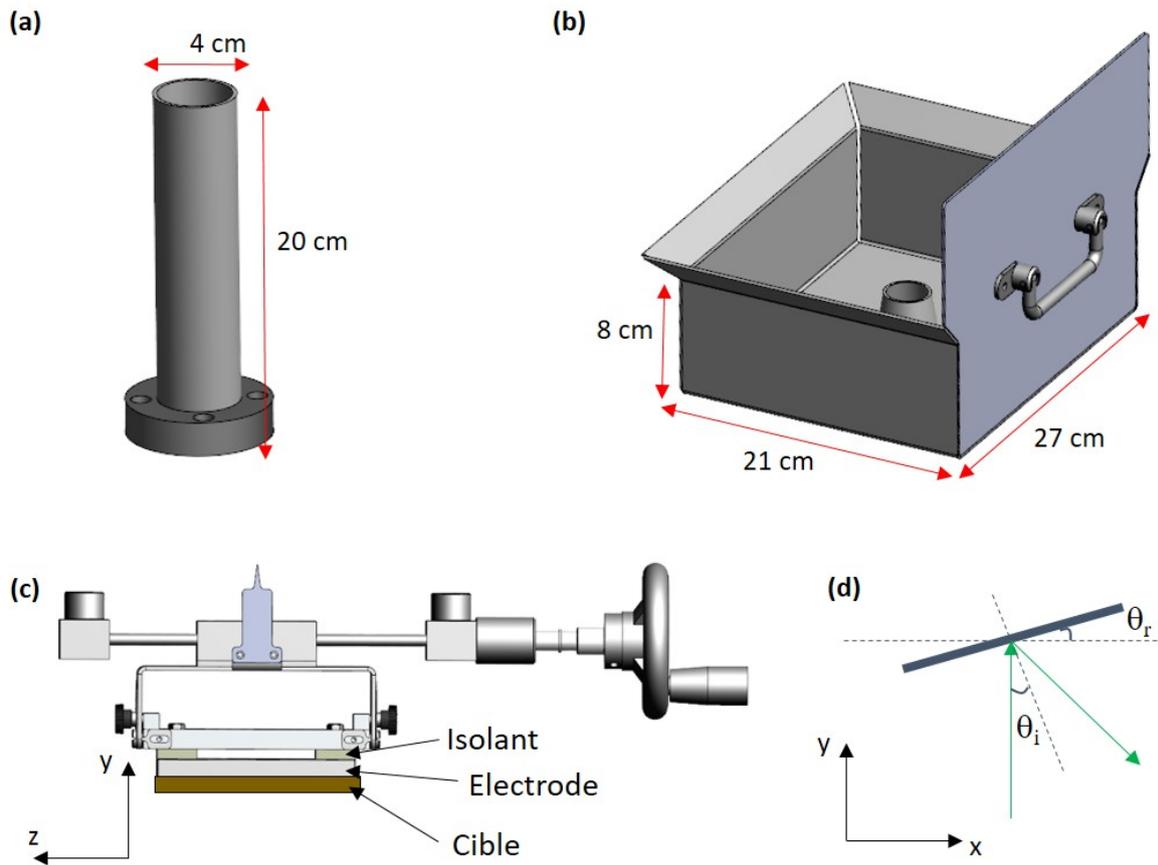
Les trois mesures de charge sont réalisées avec des électromètres Keithley 610C par l'intermédiaire d'une mesure de courant, dont l'intégration réalisée numériquement permet d'accéder à la valeur de la charge électrique. Seules deux de ces trois mesures sont en théorie nécessaires pour caractériser entièrement le chargement triboélectrique de la bille, mais les trois mesures sont conservées pour permettre une validation des résultats à postériori. Une vue isométrique de la structure de Faraday est représentée dans la figure II.1 (b). La caméra rapide est placée sur le côté gauche de la cage, en dehors de la boîte à gants, pour enregistrer le mouvement de la bille à travers le hublot en verre visible sur la façade gauche de la cage de Faraday. Afin de préserver la continuité électrique du système, le hublot est fabriqué à partir d'une plaque de verre recouverte d'une microcouche de particules métalliques d'oxyde d'indium-étain (ITO) mise à la terre. Un second hublot identique se trouve sur la face opposée de la cage de Faraday et est utilisé pour l'éclairage avec une LED. Une photographie de l'ensemble du système est visible sur la figure II.3.

Des billes de verre sodocalcique d'un diamètre de  $4 \text{ mm} \pm 20 \mu\text{m}$  sont utilisées pour la majorité des essais de cette thèse (les informations détaillées sur les billes se trouvent dans l'annexe A1). Il est possible de réduire le diamètre des billes utilisées jusqu'à un minimum de 2 mm. En revanche, il n'est pas possible d'augmenter le diamètre de la bille dans l'état actuel du système sans modifier le lanceur pneumatique. Un pré-conditionnement chimique de la surface des billes est systématiquement appliqué avant chaque utilisation dans le système (voir partie II.2.1).

La vitesse de la bille dans le dispositif peut être variée en modifiant la pression d'entrée de l'électrovanne utilisée pour générer le jet d'air comprimé. Pour une bille de verre de 4 mm de diamètre, les vitesses étudiées dans le dispositif sont comprises entre 4 et 16 m/s. Le détail de la mesure de la vitesse se trouve dans la partie II.4.1 et le détail des caractéristiques de la vitesse d'impact de la bille dans le dispositif est dans la partie III.1. La manipulation des billes avant les essais lors du pré-conditionnement chimique ou du placement dans le dispositif de mesure peuvent conduire à des quantités de charges non négligeables à la surface des billes. Pour minimiser cette charge et assurer un état initial comparable entre les différents essais, la bille est placée dans sa position de tir contre une pièce métallique mise à la terre qui permet de favoriser la relaxation des charges accumulées au préalable à la surface de la bille.

Le support de la cible est représenté sur la figure II.2 (c). Les cibles sont usinées à partir de plaques de différents matériaux polymères de 5 mm d'épaisseur, et la surface de la cible est de 10 cm x 5 cm. La cible est fixée au support à l'aide de vis nylons borgnes placées aux quatre coins de la face arrière de la cible. L'électrode de mesure est une plaque métallique de dimensions égales à celles de la cible qui est intercalée entre la cible en polymère et le support, à l'aide d'entretoises isolantes en Polyétheréthércétone (PEEK) qui permettent d'assurer l'isolation électrique de l'électrode par rapport à la cage de Faraday (une résistance de  $4 \times 10^{12} \Omega$  par rapport à la terre est mesurée). Après fabrication d'un premier ensemble de cibles de chaque matériau différent, des tests de comparaison ont été effectués initialement pour vérifier l'équivalence des différentes cibles d'un même matériau. Les résultats ont confirmé que les cibles sont équivalentes d'un point de vue statistique pour le PTFE et le PU (les autres matériaux de cible n'ont pas été testés). Le support de la cible permet de modifier son angle de réglage par rapport au plan horizontal, afin de faire varier l'angle d'impact de la bille (voir schéma II.2 (d)). Les angles de réglage de la cible utilisés dans le cadre de cette thèse sont compris entre 10 et 50°.

Plusieurs matériaux polymères ont été utilisés en tant que cible au cours de la thèse, les deux principaux étant le polytétrafluoroéthylène (PTFE) et le polyuréthane (PU). Des PU de dureté variable et des plaques de polyéthylène (PE) haute densité ont également été utilisés dans des études spécifiques (voir annexe A2 pour plus de détails concernant les matériaux cibles utilisés). Les cibles sont nettoyées avant utilisation avec un protocole

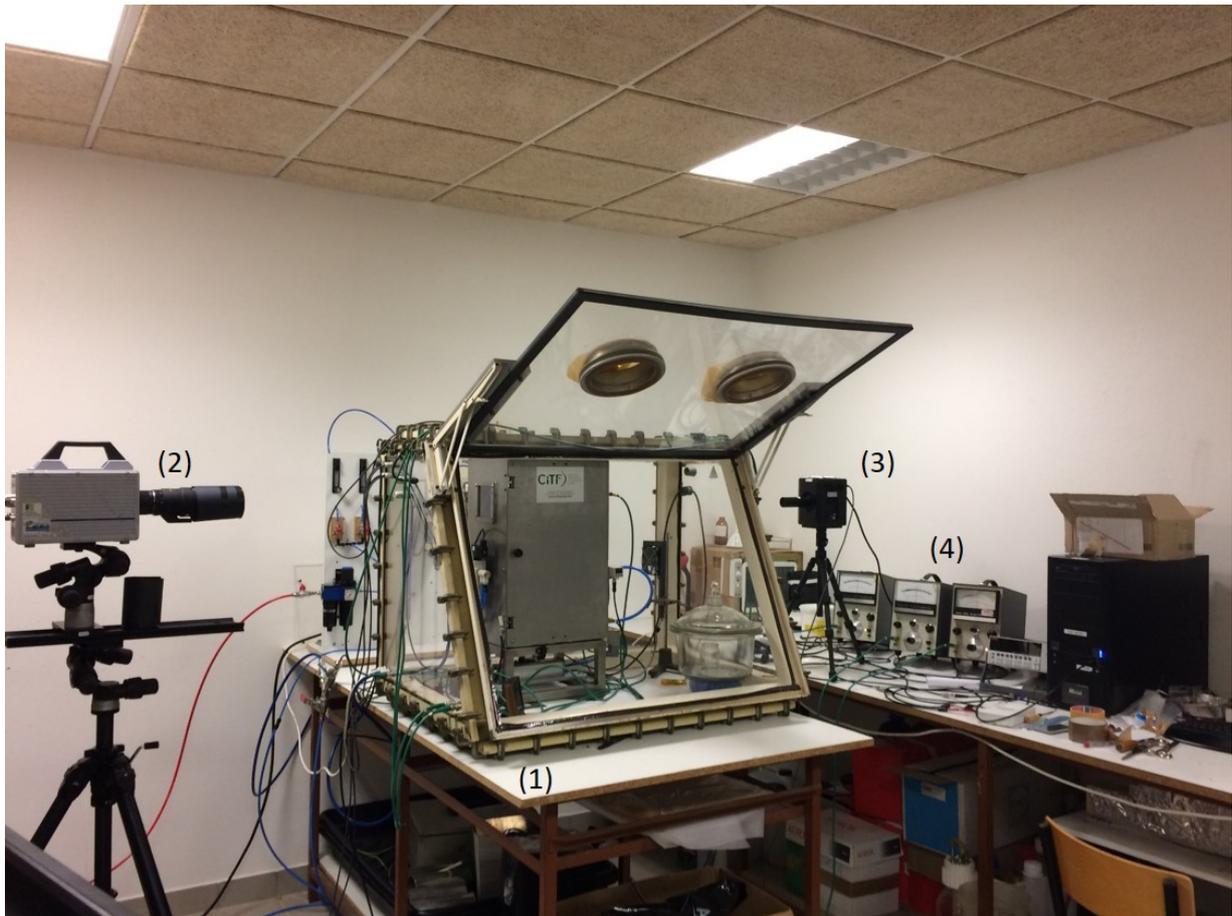


**Figure II.2** – (a) Électrode de charge initiale en INOX, reposant sur son support en PTFE vissé au fond de la cage de Faraday. (b) Électrode de charge finale ou bac de réception en INOX. Le bac repose sur des supports en PTFE pour l'isoler électriquement de la cage de Faraday. (c) Support de la cible. Le support permet de modifier l'angle de la cible par rapport au plan horizontal ou de la translater grâce à une vis sans fin pour changer la zone d'impact de la bille sur la cible. (d) Notation des angles dans le cadre des expériences réalisées. L'angle de réglage de la cible  $\theta_r$  est fixé au début d'un essai.

de nettoyage décrit dans la partie II.2.1. Avant leur utilisation dans le système, les cibles sont placées contre une feuille d'aluminium mise à la terre, afin de favoriser la décharge de leur surface utile impactée au cours des essais. Aucun autre système de neutralisation de charges n'a été utilisé pour ne pas modifier les propriétés de surface des cibles.

L'humidité relative à l'intérieur de la boîte à gants est contrôlée par deux méthodes différentes selon les valeurs d'humidité ciblées :

- L'injection d'air sec à travers un filtre dessiccateur rempli de grains de silice  $\text{Si}(\text{OH})_4$  permet de maintenir une humidité relative faible ( $<1\%$ ).
- Des solutions de sels saturés sont utilisées pour maintenir des valeurs d'humidité relative supérieures, selon la nature du sel utilisé (dans le cadre de cette thèse, entre 22% et 55%). Le détail des sels utilisés et des valeurs d'humidité relative correspondantes est fourni dans l'annexe A3.



**Figure II.3** – Photographie du dispositif expérimental. La structure du dispositif est placée dans la boîte à gants (1) utilisée pour réguler l'humidité. La caméra rapide (2) et l'éclairage (3) se trouvent de part et d'autre de la cage, et permettent de capturer le mouvement de la bille à travers les hublots présents sur chaque face latérale de la cage de Faraday. Les électromètres (4) utilisés pour la mesure sont visibles sur la droite.

## II.2.1 Protocole de préparation des échantillons

L'état chimique des surfaces mises en contact au cours de l'expérience est un point particulièrement délicat de l'étude. Les propriétés chimiques locales de la bille et la cible peuvent avoir un impact important sur le phénomène de chargement triboélectrique, et étant donné les problématiques de reproductibilité liées à ce domaine d'étude, des protocoles de préparation des billes et des cibles ont été mis en place.

Pour la bille, le protocole consiste en un traitement en deux étapes :

- Un lavage de la bille en la trempant dans de l'éthanol pur pour une durée de 10 minutes. L'éthanol est changé régulièrement pour conserver une efficacité optimale du traitement.
- Un passage de la bille dans une flamme de bec bunsen de  $1400^{\circ}\text{C}$  environ, pour une durée inférieure à 1 seconde au total<sup>1</sup>. La bille est saisie avec une pince de laboratoire en INOX et est passée manuellement dans la flamme. Pour permettre de contacter toutes les parties de la surface de la bille, le traitement est réalisé en deux passages

<sup>1</sup>Il était initialement prévu de réaliser un traitement par plasma dans un cylindre en rotation pour traiter toutes les billes en même temps, mais il s'est avéré que ce type de nettoyage impose de fortes contraintes mécaniques sur les billes et peut mener à des déformations de leur géométrie.

rapides en changeant le point de contact entre la pince et la bille. Le traitement à la flamme sert de complément au lavage à l'éthanol pour nettoyer les impuretés restantes sur la surface de la bille. Il permet également de faire disparaître les restes d'éthanol liées à la première étape.

Ce traitement est appliqué sur les billes avant chaque série d'essais afin de garantir un état de surface similaire. Les effets spécifiques de ce traitement sur le chargement triboélectrique sont présentées en détail dans la partie IV.2.1.

En ce qui concerne les cibles, la mise en place d'un protocole de préparation est plus délicat. Une cible en PTFE peut être nettoyée facilement car c'est un matériau relativement inerte par rapport à la plupart des produits nettoyants, mais ce n'est pas le cas du PU. Le PU ne peut pas être mis en contact avec des alcools ou les produits nettoyants habituels sans altérer considérablement ses propriétés de surface. Pour assurer un point de référence de comparaison entre les différentes cibles utilisées dans le dispositif, un protocole de nettoyage commun à tous les matériaux a été néanmoins fixé, en se basant sur un traitement qui ne modifie pas la surface du PU.

Le protocole retenu finalement consiste en un lavage à l'eau savonneuse de la surface utile de la cible, qui est ensuite abondamment rincée pendant plusieurs minutes. La cible est ensuite laissée à l'air libre pendant un temps de 48 heures minimum. Ce traitement est appliqué avant que la cible soit placée dans le système, il n'est donc pas réitéré entre les séries si la même cible est utilisée sur plusieurs séries de tir successives.

## II.3 Les mesures de charge électrique

Trois mesures sont réalisées au total pour déterminer complètement la variation de la charge portée par la bille au cours de l'impact. Les trois grandeurs mesurées sont la charge initiale portée par la bille  $q_i$ , la charge finale portée par la bille  $q_f$  et la charge résiduelle sur la cible après impact<sup>2</sup>  $-\Delta q$ . Ces trois quantités vérifient l'équation de conservation de la charge de la bille  $q_f - q_i = \Delta q$ .

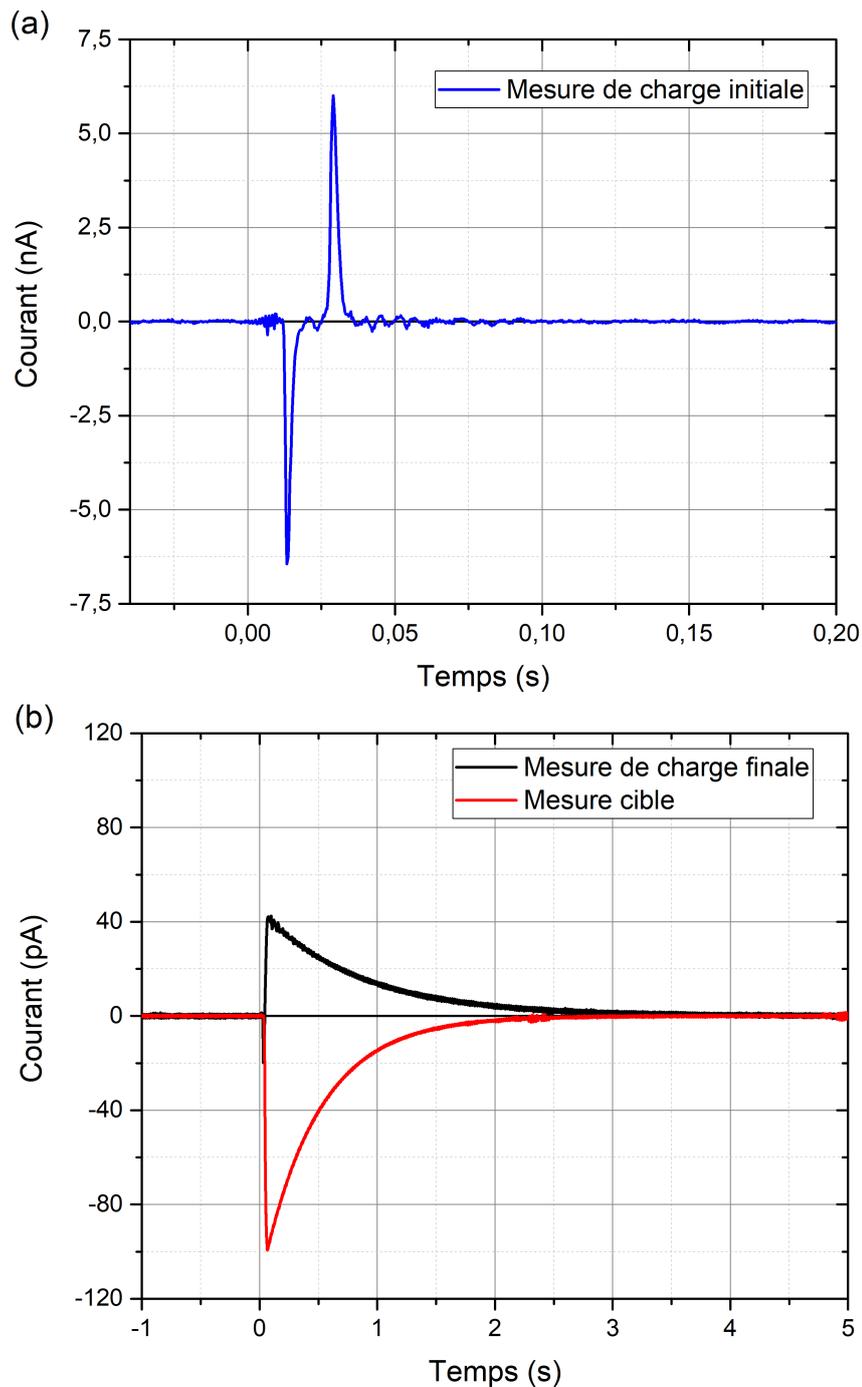
Les trois mesures sont des mesures de courant réalisées avec des électromètres de modèle Keithley 610C. Malgré cette similarité, les trois mesures fonctionnent en réalité sur des principes différents, avec des contraintes particulières sur chacune d'entre elle. Des exemples typiques de chaque mesure sont représentés sur la figure II.4. Les ordres de grandeur de courant sont très faibles, de quelques dizaines de picoampères à quelques nanoampères respectivement pour la mesure de charge finale et la mesure cible d'une part et pour la mesure de charge initiale d'autre part. Cette partie présente tous les détails concernant chacune de ces mesures séparément.

### II.3.1 La mesure de charge initiale

#### II.3.1.1 Dimensionnement de l'électrode de charge initiale

La mesure de charge initiale est une mesure capacitive, car elle est réalisée sans contact entre l'électrode et la bille. Il est essentiel d'utiliser ce type de mesure pour ne pas perturber le déroulement de l'expérience. L'électrode utilisée repose sur une pièce en PTFE pour assurer l'isolation électrique de la mesure (résistance par rapport à la terre de  $5 \times 10^{12} \Omega$ ). Le principe de la mesure repose sur le champ électrostatique émit par la bille

<sup>2</sup>Cette charge est notée  $-\Delta q$  car elle est égale par conservation à l'opposée de la charge d'impact de la bille.



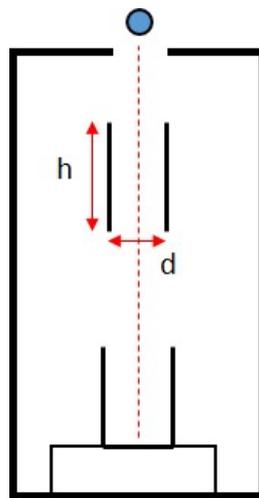
**Figure II.4** – Exemple typique de mesures de courant obtenues dans le dispositif expérimental au cours d'un essai. (a) Mesure de charge initiale (b) Mesure de charge finale et mesure cible. L'intégration de ces courbes donne  $q_i = -15,1$  pC,  $q_f = 34,8$  pC et  $\Delta q = 50,2$  pC.

du fait de sa charge initiale. Ce champ proportionnel à la charge intersecte la surface de l'électrode de charge initiale lorsque la bille parcourt le volume encapsulé par l'électrode. L'électrode étant métallique, elle annule parfaitement le champ électrique à travers sa surface par effet d'écran en apportant des charges depuis la terre. L'électromètre mesure alors un courant dont l'intégration permet d'accéder à la quantité de charges portée par la bille avant l'impact.

Plusieurs caractéristiques de la mesure de charge initiale en font une mesure plus sensible que les deux autres :

- La mesure de charge initiale enregistre un phénomène transitoire, qui ne peut être capturé que pendant la durée du passage de la bille à l'intérieur de l'électrode. Pour obtenir une mesure quantitative, il faut utiliser un système électrode + appareil de mesure dont le temps de réponse est court par rapport au temps de résidence de la bille à l'intérieur de l'électrode. Si ce n'est pas vérifié, la valeur de charge initiale est sous-estimée. Par ailleurs, le temps de résidence de la bille dans l'électrode est d'autant plus court que la vitesse de la bille augmente, ce qui ajoute des contraintes sur le dispositif.
- La charge initiale de la bille est généralement une valeur très faible. Le protocole expérimental inclut une période de relaxation pendant laquelle la bille est placée contre une pièce métallique mise à la terre, ce qui permet de réduire sa charge initiale. Une résolution plus élevée est donc nécessaire pour mesurer la charge initiale de la bille.
- Une mesure capacitive possède intrinsèquement une erreur dès lors que l'électrode ne capte pas l'intégralité des lignes de champ émises par l'objet à mesurer, c'est-à-dire dès lors que l'électrode n'encercle pas totalement l'objet dans son volume. Il est impossible d'obtenir une valeur exacte avec une électrode cylindrique, mais il est possible de minimiser cette erreur en optimisant les dimensions de l'électrode (le temps de résidence de la bille dans l'électrode est également dépendant des dimensions de l'électrode).

Pour répondre à ces contraintes, des tests préliminaires ont été réalisés afin de déterminer l'erreur commise lors d'une mesure capacitive de la charge d'une bille en fonction des dimensions de l'électrode capacitive. Le dispositif utilisé, représenté sur la figure II.5, consiste en une cage de Faraday à l'intérieur de laquelle sont placés une électrode cylindrique et un pot métallique. L'électrode cylindrique représente l'électrode de charge initiale, dont la mesure est comparée à une mesure par conduction plus précise. L'électrode cylindrique a été fabriquée à partir de feuilles de cuivre, afin de pouvoir en varier les dimensions telles que le diamètre et la hauteur. La bille est chargée électrostatiquement initialement en la frottant contre une plaque de PTFE, puis elle est lâchée manuellement par l'opérateur à l'intérieur du système pour passer à travers l'électrode cylindrique puis atterrir dans le pot métallique. Dans ces conditions, la bille parcourt le volume de l'électrode avec une vitesse moyenne de 3 m/s. Les résultats obtenus sont donnés dans le tableau II.1.



**Figure II.5** – Montage expérimental préliminaire permettant de déterminer les dimensions adaptées de l'électrode de charge initiale. Une bille préchargée par frottement est lâchée à l'intérieur du système et sa charge est mesurée par une électrode capacitive puis par conduction.

**Tableau II.1** – Résultats d’essais préliminaires pour une vitesse de chute de 3 m/s

Longueur de l’électrode (cm, diamètre 4,2 cm)	Rapport d/h	Erreur (%)
2	2,1	26,6
6	0,7	0,2
8	0,5	0,5
Diamètre de l’électrode (cm, longueur 8 cm)	Rapport d/h	Erreur (%)
4,2	0,5	0,5
5,6	0,7	2
7	0,9	3,3
9	1,1	6,7

Le tableau montre l’erreur relative moyenne par rapport à la charge mesurée par la mesure par conduction, commise sur une série de 5 essais réalisés dans les conditions de longueur  $h$  et de diamètre  $d$  d’électrode indiquées sur le schéma. Deux tendances principales sont observables sur ces résultats :

- L’erreur augmente considérablement lorsque la longueur de l’électrode est réduite en dessous d’une certaine valeur, comme l’illustrent les résultats pour l’électrode de 2 cm. Ceci est causé en grande partie par la diminution du temps de résidence de la bille avec la réduction de la longueur de l’électrode. La charge mesurée par l’électrode capacitive devient alors considérablement sous-évaluée. Au delà de 6 cm, l’erreur ne varie plus beaucoup avec la longueur de l’électrode pour la vitesse de déplacement étudiée.
- L’erreur augmente également lorsque le diamètre de l’électrode augmente. En effet, la mesure capacitive n’est exacte que si l’intégralité des lignes de champ de la charge à mesurer intersectent la surface de l’électrode. Si le diamètre est plus grand, moins de lignes de champ intersectent la surface de l’électrode et la valeur mesurée est sous-évaluée.

La problématique de la géométrie de l’électrode par rapport aux lignes de champ mise en évidence par la variation du diamètre de l’électrode est également valable pour le paramètre de la longueur de l’électrode. Plus la longueur de l’électrode est petite, plus il y a de ligne de champs qui ne sont pas captées par l’électrode et plus la valeur de charge est sous-estimée. Le diamètre de l’électrode approprié pour obtenir une mesure de charge quantitative dépend donc de la longueur de l’électrode. De manière générale, plus le diamètre de l’électrode est faible, plus l’erreur est faible, mais il est important d’éviter tout contact entre la bille et l’électrode qui rendrait la mesure inexploitable. Un compromis doit être trouvé entre ces deux considérations pour une longueur fixée afin d’optimiser les résultats obtenus. Les dimensions retenues pour une bille de 4 mm à une vitesse de 3 m/s sont une électrode de longueur 6 cm et de diamètre 4 cm.

Le système étant prévu pour fonctionner à des vitesses allant jusqu’à 15 m/s, supérieures aux conditions de l’expérience préliminaire, la longueur de l’électrode de charge initiale a été augmentée jusqu’à 20 cm, au maximum des contraintes de dimensionnement du système. Ceci est légèrement insuffisant par rapport aux estimations calculées pour une vitesse de 15 m/s (électrode de 30 cm), mais cet écart a été compensé en utilisant un calibre de mesure de valeur plus élevée sur l’électromètre, dont le temps de réponse est plus court.

### II.3.1.2 Propriétés de la mesure de charge initiale

La forme typique d'une mesure de charge initiale est présentée sur la figure II.4 (a). Le passage de la bille dans l'électrode produit une variation de courant de quelques nanoampères durant quelques dizaines de millisecondes. Cette variation est composée de deux pics de courant successifs de polarité opposée. Le premier pic porte la même polarité que la charge de la bille et correspond à l'entrée de la bille dans l'électrode. Il représente la réponse de l'électrode au champ émis par la charge de la bille lorsque ce dernier est écranté. Le second pic de polarité opposée correspond à la sortie de la bille de l'électrode.

La différence entre l'amplitude des deux pics est due à la dissymétrie de l'électrode de charge initiale dont l'une des extrémités est posée sur une base en Teflon sur une plaque métallique mise à la terre alors que la seconde est un bord libre. Cependant, l'intégrale de chacun des deux pics, i.e. la charge électrique, doit être égale en valeur absolue car les deux pics de courant représentent la même quantité de charge, ce qui est vérifié expérimentalement. Cette intégration est réalisée numériquement avec un algorithme lors du post-traitement des données.

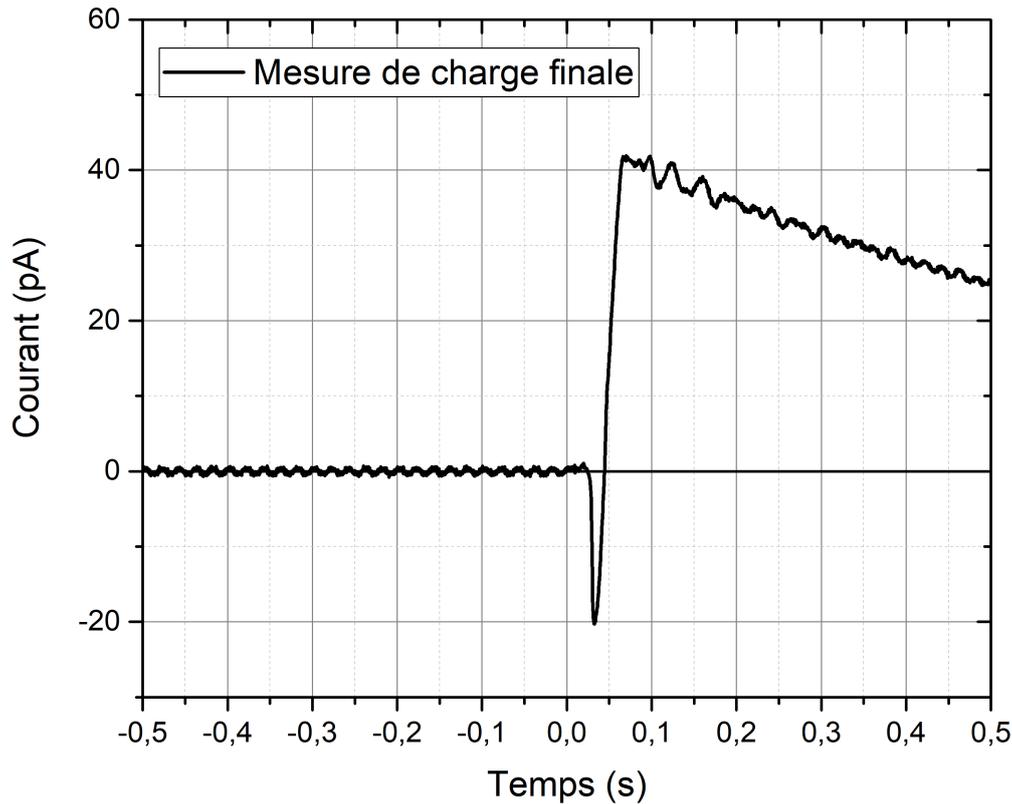
Lorsque le temps de réponse du système de mesure électrode + appareil de mesure est trop court par rapport au temps de résidence de la bille dans l'électrode, la mesure ne montre pas deux pics de courant bien séparés mais une variation brusque de courant d'une polarité à l'autre, ce qui ne permet pas une évaluation quantitative de la charge de la bille. Pour se placer dans des conditions adéquates, un calibre de mesure de valeur plus élevée a été utilisé pour la mesure de charge initiale par rapport aux deux autres mesures. De cette façon, le temps de réponse de la mesure est ainsi plus court, mais le rapport signal/bruit de la mesure diminue également. Ceci se traduit par un bruit de 50 Hz non-négligeable, nécessitant un traitement du signal pour pouvoir exploiter les données (voir partie II.4).

Dans le dispositif expérimental, la charge initiale mesurée sur une bille de verre est généralement de l'ordre de quelques picocoulombs. La charge est obtenue par intégration numérique du signal de courant, les bornes d'intégration étant déterminées par un algorithme détaillé dans la partie II.4. Dans les conditions expérimentales avec une période de relaxation de 5 minutes dans le protocole, la charge initiale de la bille est toujours mesurée inférieure à 10 pC. Sous ces conditions, aucune corrélation significative n'a été observée entre la charge d'impact mesurée et la charge initiale, ce qui est en accord avec les résultats observés dans la littérature qui prédisent une variation inférieure à 0,8 pC sur la charge d'impact pour ce niveau de charge initiale (voir partie I.2.2.1).

## II.3.2 La mesure de charge finale

La mesure de charge finale est réalisée par le bac de réception situé à l'étage supérieur du système. C'est une mesure par conduction, qui n'est pas impactée par les problèmes mentionnés précédemment. Le bac est placé sur des pièces en PTFE pour assurer l'isolation électrique de la mesure (résistance par rapport à la terre de  $1 \times 10^{12} \Omega$ ), le bac étant fixé dans sa position centrée avec un index de centrage en PEEK. Lorsque la bille entre en contact avec la limaille de fer placée dans le bac, son mouvement est amorti puis stoppé sans rebonds ultérieurs et sa charge est mesurée par conduction par l'électromètre.

Un exemple typique de mesure de charge finale est présenté sur la figure II.4. Contrairement à la mesure de charge initiale, le phénomène physique mesuré se produit sur une durée relativement longue qui permet d'utiliser un calibre de mesure avec un meilleur rapport signal/bruit. Le courant correspondant à la charge finale montre un pic de courant unique qui décroît sur plusieurs secondes. L'intégrale de ce signal permet d'obtenir la valeur de la charge finale portée par la bille, la valeur étant peu sensible aux bornes d'intégration utilisées en raison du bon rapport signal/bruit.



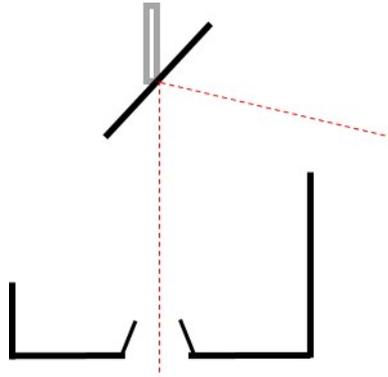
**Figure II.6** – Zoom sur le signal de courant de l'électrode de charge finale au cours d'un essai. Le passage de la bille avant impact crée une variation de courant par effet capacitif, qui doit être inclus dans les bornes d'intégration pour obtenir une mesure quantitative.

Le bac de réception est également sensible au passage initial de la bille avant l'impact au niveau du cône d'entrée situé au fond du bac (ce cône d'entrée est visible sur la figure II.2). Un effet capacitif provoque une variation du courant qui peut être observée de manière plus claire sur la figure II.6. Cette variation n'est cependant pas un problème pour la mesure finale car le courant dû à l'effet capacitif de la charge initiale de la bille est compensé lorsque la bille atterrit dans la limaille de fer. Il est cependant important d'intégrer cette variation dans les bornes d'intégration utilisées pour calculer la charge finale.

Lorsque l'angle de réglage de la cible est augmenté au delà d'une valeur limite de  $50^\circ$ , il n'est plus possible de réaliser la mesure de charge finale. Le problème est illustré sur la figure II.7. Lorsque l'angle d'impact de la bille est trop important, la bille ne prend pas la direction du bac après le rebond et entre en impact avec la paroi de la cage de Faraday, ce qui modifie la charge de la bille. La mesure de charge finale ne représente alors plus la valeur de la charge portée par la bille après l'impact. De plus, le mouvement de la bille après l'impact n'est pas stoppé par la limaille de fer et peut perturber également la mesure sur la cible, ce qui peut rendre la totalité de l'expérience inexploitable.

### II.3.3 La mesure de la charge d'impact de la bille

La charge d'impact de la bille correspond par définition à la quantité de charge acquise par la bille au cours de l'impact. Elle est déterminée dans le cadre d'un essai par l'intermédiaire d'une mesure de la charge d'impact de la cible grâce à l'électrode placée sur son support. Par conservation de la charge, la charge d'impact de la bille est égale à l'opposé de celle de la cible.



**Figure II.7** – Schéma illustrant les difficultés pour dépasser un angle de réglage  $\theta_r$  supérieur à  $50^\circ$  avec le système.

Un exemple typique de mesure réalisée sur l'électrode de la cible est montré sur la figure II.4 (b) en rouge. De manière similaire à la mesure de charge finale, le courant de l'électrode de la cible montre un unique pic de courant qui décroît pendant plusieurs secondes, avec un meilleur rapport signal/bruit que pour la charge initiale. Cependant, la mesure de l'électrode cible est une mesure capacitive, comme la mesure de charge initiale. Il est nécessaire de faire attention à la géométrie de l'électrode pour obtenir une mesure quantitative de la charge. Pour cela, il faut éviter que tout autre élément du système, en particulier des éléments métalliques, n'interagisse avec le système capacitif cible + électrode. La surface de la cible chargée au cours de l'impact avec la bille est très localisée, de l'ordre de quelques millimètres carrés. Cette surface est donc faible par rapport à la taille de l'électrode. De plus, les matériaux utilisés en tant que cible ont une permittivité diélectrique proche de l'air, et ne modifient donc que peu le signal mesuré sur les échelles de temps considérées. Des précautions ont été prises à la conception pour qu'aucune partie métallique ne soit dans l'environnement immédiat de la cible, pour éviter toute interaction avec la mesure qui pourrait diminuer la valeur mesurée.

Pour valider la pertinence de la mesure sur cible, les résultats sont comparés avec l'équation de conservation de la charge. Cette équation est vérifiée à une erreur inférieure à 0,5 pC pour la quasi-totalité des mesures, ce qui correspond à 5% des valeurs de charges d'impact les plus faibles mesurées. Les essais montrant une erreur supérieure à 1 pC sont exclus des résultats traités. Par comparaison, des tests ont également été réalisés au début du projet sur une cible métallique, ayant par nature une erreur liée à la mesure capacitive nulle, et la conservation de la charge est vérifiée dans des conditions comparables en moyenne. Les deux autres mesures étant in affectées par le changement de cible, ceci montre que l'erreur additionnelle commise due à la méthode de mesure capacitive sur les cibles polymères est négligeable.

Du fait de la très faible conductivité de surface des polymères utilisés, la zone précédemment impactée durant un essai demeure chargée pendant un temps important. Ceci peut en théorie influencer le chargement triboélectrique au cours de tests ultérieurs en diminuant les valeurs de charges mesurées (voir partie I.2.2.1). En pratique, lors d'essais consécutifs, le point d'impact de la bille varie au cours des différents essais à cause des fluctuations de la trajectoire de la bille et aucune diminution de la charge n'est observée dans les résultats au cours d'une série d'essai. Lorsque de nombreux essais sont prévus, la cible est translaturée pour changer la région de la cible qui est impactée, grâce aux fonctionnalités du support de la cible.

## II.4 Système d'acquisition des données et traitement des données

Une interface LabVIEW développée spécifiquement pour le montage au cours de la thèse est utilisée pour le pilotage des différents événements de l'expérience et l'acquisition des données de la mesure de charge. Elle permet de déclencher et synchroniser les différentes opérations de manière centralisée sur un ordinateur, par l'intermédiaire d'un boîtier électrique contenant une carte de relais. L'entrée et la sortie des données se fait par l'intermédiaire d'une carte NI-USB 6211. Les données sont récupérées sur la carte NI branchée sur la sortie analogique des électromètres avec une fréquence d'échantillonnage de 3000 Hz. La fréquence d'échantillonnage a été choisie après une étude de convergence pour permettre une mesure adéquate de la variation rapide du courant capacitif.

Pour réaliser une expérience, trois opérations sont gérées par l'ordinateur :

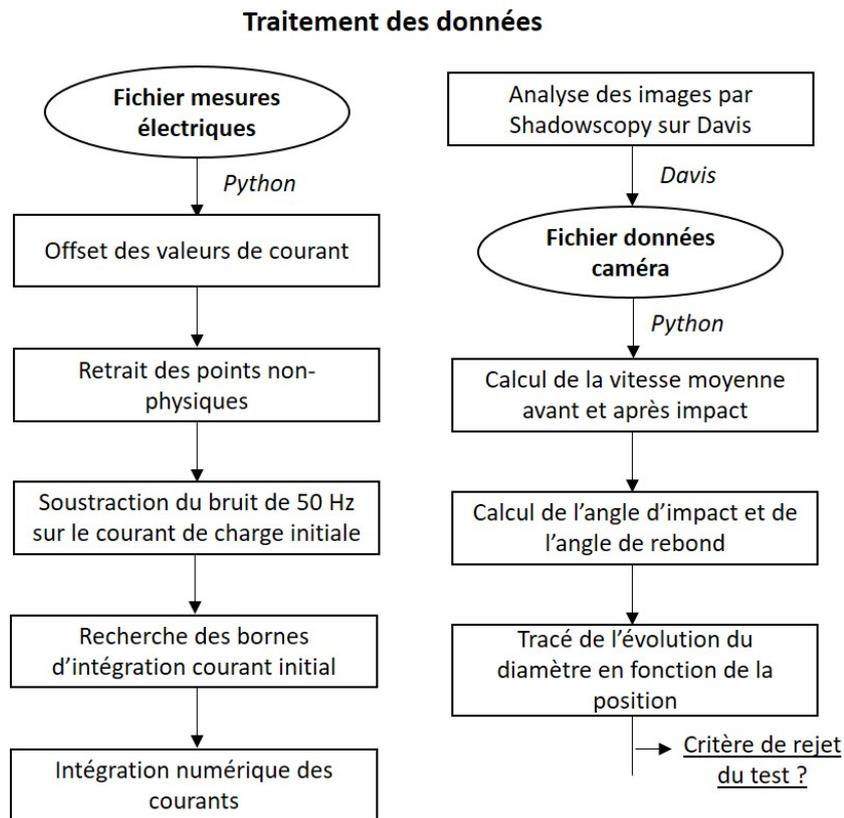
- Le chargement de la bille en position de tir en déplaçant le vérin pneumatique.
- La génération du jet d'air comprimé pour le tir de la bille, par l'intermédiaire de l'électrovanne qui est ouverte pendant une durée de 50 millisecondes (durée optimisée pendant les tests préliminaires sur le montage).
- Le déclenchement de l'acquisition de la caméra rapide en envoyant directement un trigger par signal TTL.

L'interface LabVIEW enregistre tous les réglages du dispositif et permet un pré-réglage des événements de tir et de mesure. Elle permet ensuite de synchroniser l'ensemble des opérations pour un essai complet sur le dispositif. Elle est optimisée pour le traitement des résultats à posteriori, par un algorithme développé sous Python. L'enregistrement des images de la caméra est réalisé sur un second ordinateur équipé du logiciel commercial Davis.

Le traitement par Python des résultats de l'essai est effectué à partir des deux fichiers sources de l'essai : le fichier de données de mesures électriques et le fichier de données de la caméra. Les étapes de traitement sont représentées sur le schéma II.8.

Pour le traitement des mesures électriques, les opérations suivantes sont réalisées :

- Un offset est appliqué aux signaux de courant pour fixer la moyenne du bruit de mesure à 0. Ceci permet d'éliminer toute influence d'une fuite de courant même très faible dans la mesure et de faire le zéro approprié pour l'intégration de la charge.
- Des points identifiés comme n'étant pas physiques, causés par l'alimentation de la bobine de l'électrovanne sont retirés des données. Ils entraînent une variation brusque du courant qui peut causer une erreur dans l'intégration des valeurs, en particulier sur la mesure de charge initiale dont la variation de courant coïncide avec l'alimentation de la bobine.
- Le bruit de 50 Hz est soustrait de la mesure de charge initiale. Ce bruit est présent également sur les mesures de charge finale et de l'électrode de la cible mais il provoque une erreur au 100<sup>e</sup> de picocoulomb lors de l'intégration du courant totalement négligeable grâce au calibre de mesure plus fin utilisé (voir partie II.3.1).
- Les pics de courant sont intégrés pour obtenir les résultats de mesures de charge de l'essai. Pour la mesure de charge finale et la mesure cible, les bornes d'intégration utilisées sont fixes. L'erreur sur la borne d'intégration est de l'ordre du 100<sup>e</sup> de picocoulomb, ce qui est négligeable. Ce n'est pas le cas pour la mesure de charge initiale.



**Figure II.8** – Schéma récapitulatif du post-traitement numérique des données.

Un algorithme de recherche de pic de courant a été développé pour déterminer les bornes qu'il convient d'utiliser pour son intégration.

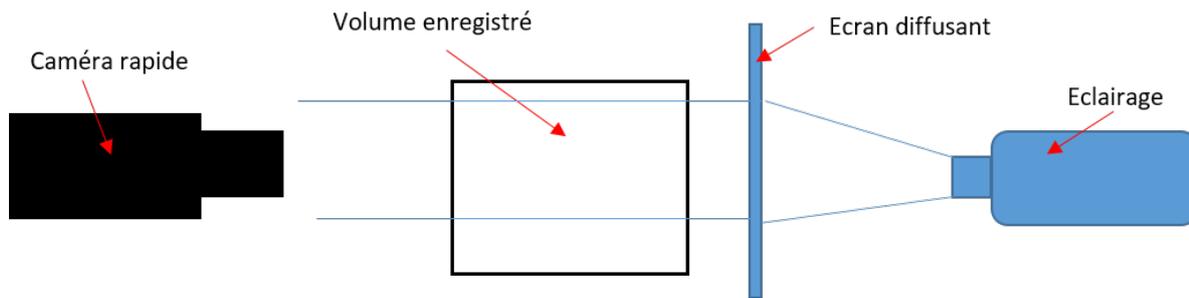
En ce qui concerne le traitement des données caméras, l'algorithme travaille à partir du fichier source directement exporté depuis Davis. Le traitement des images est réalisé de la manière suivante :

- Utilisation du module Shadowscopy de Davis pour réaliser l'analyse des images et en extraire les positions et les vitesses successives de la bille. Le module réalise également une estimation du diamètre de la bille.
- Calcul de la vitesse moyenne avant et après impact avec l'algorithme Python à partir des données obtenues à l'étape précédente.
- Calcul de l'angle d'impact et de l'angle de rebond.
- Tracé de l'évolution du diamètre en fonction de la position qui est utilisé pour rejeter les tests dont les propriétés mécaniques sont déterminées avec une erreur trop importante (voir III.1.4).

Une présentation plus détaillée de l'interface LabVIEW, du post-traitement des données et du boîtier électrique est donnée en annexe B.

### II.4.1 Enregistrement optique du mouvement de la bille

Les caractéristiques de la trajectoire de la bille au cours d'un essai sont déterminées à l'aide d'une caméra rapide par une méthode d'ombroscopie. Le montage est présenté



**Figure II.9** – Montage d’ombroscopie utilisé pour enregistrer le mouvement de la bille.

sur la figure II.9. Un faisceau de lumière est dirigé sur un écran diffusant recouvrant le hublot de la face droite de la cage de Faraday. L’écran diffusant permet d’éclairer de manière homogène le volume à travers lequel la bille se déplace. La caméra rapide est un modèle FASTCAM SA1.1, utilisée avec une fréquence de 5000 images/s et une ouverture de  $1/10000^{\text{e}}$  de seconde.

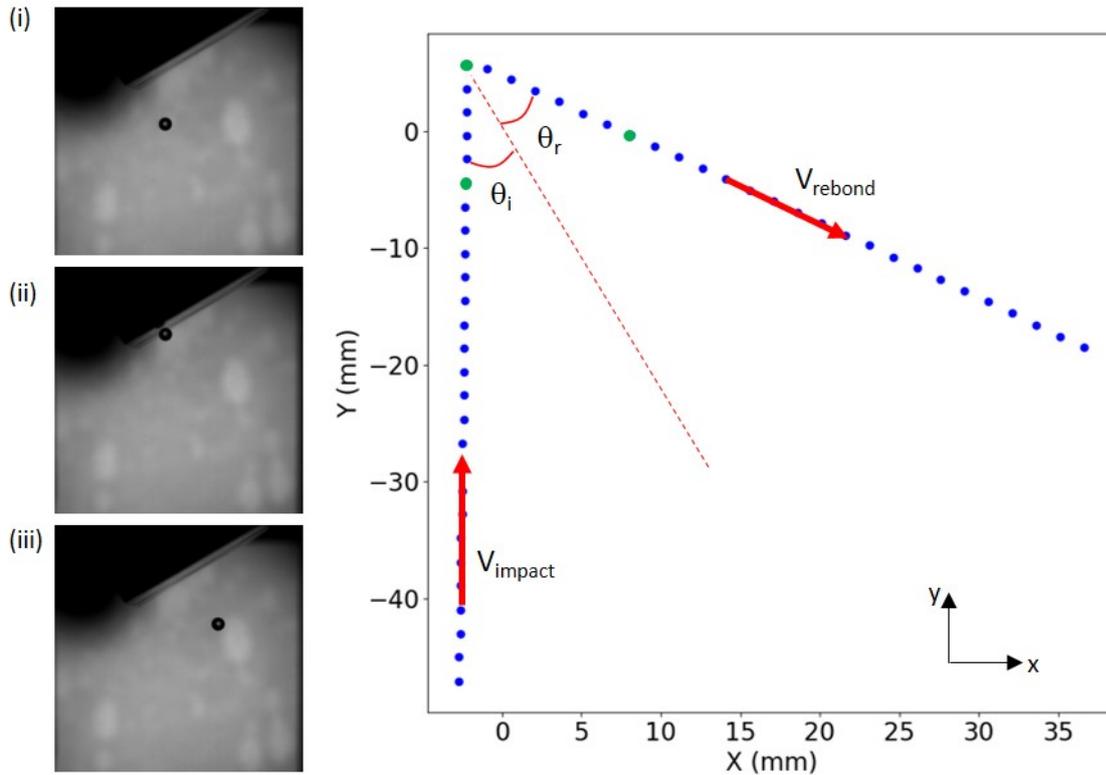
La série d’images obtenue permet de déterminer plusieurs paramètres, tels que la vitesse de la bille à l’impact ou l’angle d’impact. Un exemple de relevé de positions obtenu est présenté dans la figure II.10. Les enregistrements montrent que la vitesse de la bille précédant l’impact est constante sur l’ensemble des positions enregistrées, outre des fluctuations sur 0,1 m/s liées à l’algorithme de Shadowscopy. La valeur de vitesse d’impact retenue est calculée en prenant la moyenne des dix dernières valeurs de vitesse mesurées par le logiciel avant l’impact (fluctuations sur une période de 2 ms). La vitesse après impact subit une légère augmentation au fil des positions enregistrées, due à la gravité. Cette valeur varie cependant suffisamment peu pour que la vitesse après impact puisse être calculée de la même façon que la vitesse d’impact en prenant la moyenne des 10 premières valeurs qui suivent l’impact. L’angle d’impact et l’angle de rebond sont calculés par un algorithme développé en Python à partir des deux vecteurs vitesses et du vecteur normal à la cible.

Les essais montrent une certaine dispersion de la vitesse et de l’angle d’impact. Comme le système de tir est axisymétrique, cette dispersion peut se produire dans toutes les directions, et l’incidence de la trajectoire de la bille n’est pas forcément coplanaire au plan xy imagé par la caméra. Tout mouvement hors du plan xy n’est donc pas visible directement avec l’aide de la caméra rapide, et une erreur est commise dans l’évaluation de la vitesse de la bille et de son angle d’impact. Une estimation de cette erreur est réalisée dans le chapitre suivant dans la partie III.1.4 en se basant sur le diamètre apparent de la bille sur les images.

## II.5 Lancement de la bille et trajectoire

Le lanceur utilisé dans le dispositif final est un lanceur à jet d’air comprimé, représenté avec plus de détails sur la figure II.11. Il est composé d’un vérin qui permet un déplacement latéral du support de tir de la bille, support métallique sous la forme d’un divergent conique conçu pour être compatible avec plusieurs diamètres de bille. Pour réaliser un essai, la bille est insérée dans un tube en polycarbonate, puis le déplacement du vérin permet son placement en position de tir.

Le support de tir est mis à la terre et permet à la bille d’évacuer les charges initialement accumulées à sa surface en prévoyant une période de relaxation de charges dans le protocole expérimental. Le système était initialement prévu pour fonctionner avec le tube en polycarbonate visible sur l’image utilisé comme réservoir de billes, mais des problèmes



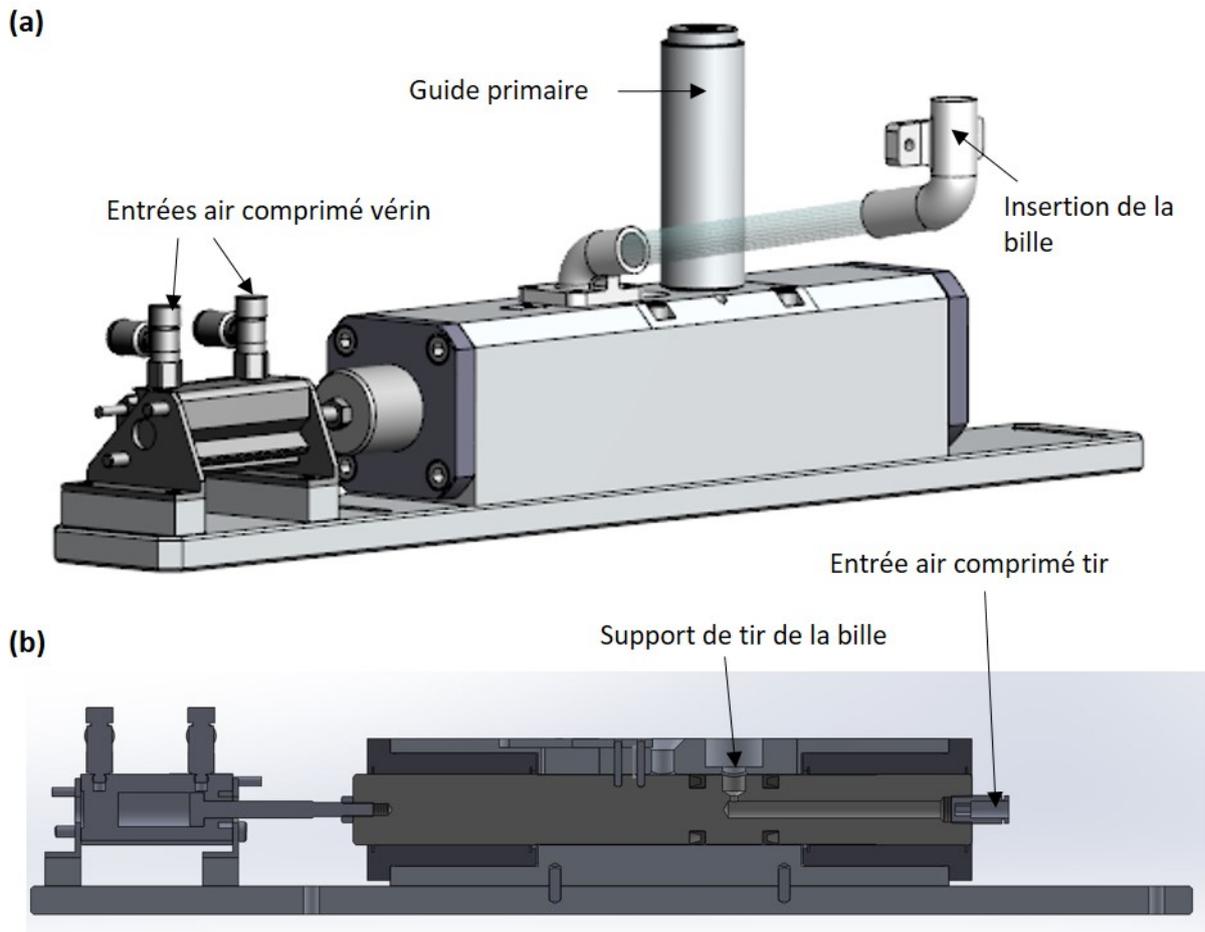
**Figure II.10** – Exemple de relevé des coordonnées  $X(t)$  et  $Y(t)$  de la bille au cours de sa trajectoire obtenu par l'intermédiaire de la caméra rapide. Les images sur la gauche correspondent aux points marqués en vert sur la trajectoire respectivement (i) avant l'impact, (ii) pendant l'impact et (iii) après l'impact. Les propriétés principales mesurées par l'intermédiaire de ces images sont indiquées sur la trajectoire.

de blocage de vérin occasionnels empêchent son utilisation. Les problèmes ne sont pas systématiques, mais débloquer le système est coûteux en temps. Le système est donc utilisé en insérant directement une bille entre chaque essai.

Le système de tir est alimenté par le réseau d'air comprimé du laboratoire. L'air comprimé est connecté en premier à un distributeur de pression muni d'un filtre à huile pour minimiser les contaminations. Le distributeur pneumatique redirige ensuite l'air comprimé vers le vérin pneumatique à deux positions et vers l'électrovanne utilisée pour le tir. Un pressostat permet de mesurer la pression en amont de l'électrovanne, et une vanne mécanique permet de modifier cette pression pour changer la vitesse de la bille lors du tir. Le jet d'air comprimé est ensuite dépendant du temps d'ouverture de l'électrovanne, qui peut être réglé au niveau de l'interface de contrôle LabView. Après des essais d'optimisation, le temps d'ouverture de l'électrovanne a été fixé à 50 millisecondes. Au-delà de cette durée, les résultats ont montré un effet peu significatif de l'augmentation du temps d'ouverture de l'électrovanne sur les résultats et la stabilité des tirs.

Après le déclenchement du tir, la bille est entraînée par le jet d'air comprimé et passe dans un premier guide de diamètre intérieur 10 mm et de 100 mm de longueur. La bille entre ensuite à l'intérieur de la cage de Faraday à travers l'électrode de charge initiale qui agit comme guide secondaire, puis poursuit sa trajectoire jusqu'à l'électrode cible pour générer l'impact. L'électrode de charge initiale a subi des modifications de géométries pour améliorer la stabilité du jet d'air comprimé qui sont détaillées dans la partie II.5.1. La trajectoire de la bille dans le système est au final le résultat de la combinaison de l'interaction du jet d'air comprimé avec tous ces éléments et la bille elle-même.

Pour un même réglage de pression d'entrée, la vitesse et l'angle d'impact de la bille montrent une certaine variabilité entre les essais. La dispersion de la vitesse est de 0,5



**Figure II.11** – (a) Représentation du lanceur pneumatique de la bille. Le vérin à deux position et le guide primaire en sortie du lanceur sont visibles sur l'image. La bille est insérée dans le tube en polycarbonate avant d'être placée dans l'axe de tir du système. (b) Vue en coupe de l'intérieur du lanceur. L'arrivée d'air comprimé et le support de tir de la bille sont visibles sur la partie droite de l'image, ainsi que le bas du guide primaire.

m/s autour d'une valeur moyenne associée au réglage de pression. La dispersion de l'angle d'impact est de  $3^\circ$  autour de la valeur de l'angle de réglage de la cible. Ces propriétés sont présentées plus en détail dans la partie III.1.

Occasionnellement, certains essais montrent une trajectoire de la bille plus fortement déviée, en dehors des conditions de dispersion d'incidence de la trajectoire observée normalement. Pour ces tests, il est possible de voir une trajectoire si fortement déviée que la bille n'impacte pas la cible et que la mesure n'est pas réalisable du tout. Même en l'absence de l'observation directe par la caméra, la mesure de charge sur la cible permet de discriminer les essais pour lesquels la cible n'est pas impactée. Après optimisation du point de fonctionnement du système, le taux d'essais raté sur une série est environ de 10%, ce qui n'empêche pas l'utilisation du système pour des essais statistiques.

### II.5.1 Instabilités de trajectoire

Les instabilités de trajectoire correspondent aux essais qui montrent une déviation forte de la trajectoire de la bille, en dehors des conditions de dispersion de l'angle de la bille. Dans cette situation, un certain nombre d'essais n'impactent pas la cible, ce qui pose un problème dans l'utilisation du dispositif expérimental car le phénomène de chargement triboélectrique est étudié sur des données statistiques qui nécessitent un nombre important

d'essais.

Lors de l'utilisation du dispositif, la vitesse de la bille est déterminée par la pression d'entrée de l'électrovanne. La phase de caractérisation du dispositif expérimental a révélé que la trajectoire de la bille n'est pas stable en-dessous d'une pression de 1 bar et qu'elle peut varier considérablement d'un essai à l'autre, n'atteignant parfois pas la hauteur de la cible. Pour éviter ce type de problèmes, le dispositif expérimental est utilisé pour des valeurs de pression entre 2 et 6 bars. Pour ces valeurs de pression, l'occurrence d'instabilités de tir ne semble pas corrélée à la valeur de pression.

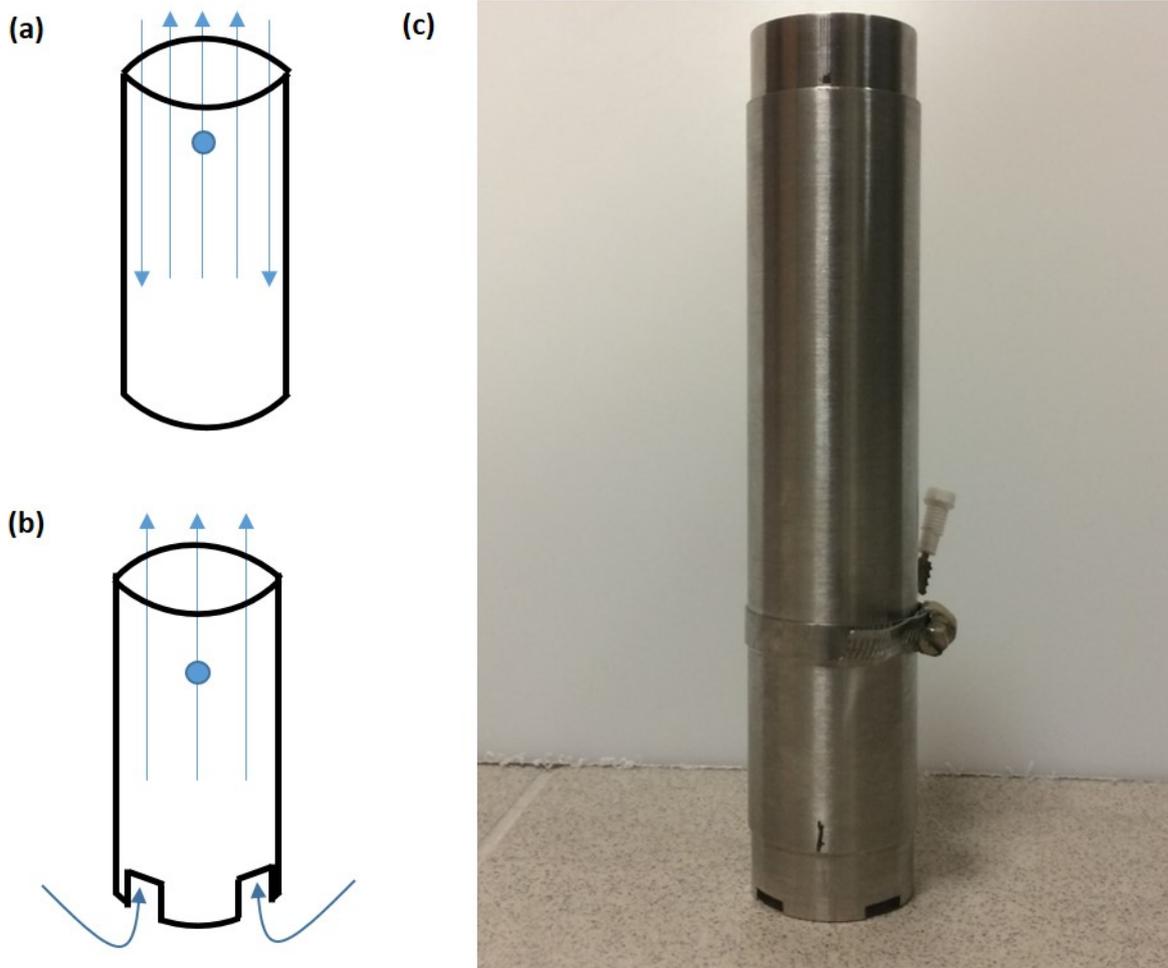
Initialement, le taux de tirs ratés était autour de 30%, ce qui constituait une gêne importante dans l'utilisation du dispositif. La caméra rapide et l'enregistrement du mouvement de la bille pendant la phase de caractérisation du dispositif expérimental ont permis d'étudier ces instabilités de tir pour essayer de les réduire au minimum. Un premier constat important est que les événements de tirs ratés ne semblent pas se produire de manière statistique. Certaines campagnes d'essais ne montrent aucun tir raté ou presque, alors que d'autres en montrent un nombre plus important, parfois consécutifs. Ceci suggère que plusieurs paramètres d'utilisation du système interagissent avec la trajectoire de la bille de manière à pouvoir augmenter la fréquence de ces tirs ratés.

Plusieurs essais ont été réalisés pour comprendre l'origine du problème et tenter d'y apporter une solution. Le premier problème identifié est un problème de conception de l'électrode de charge initiale, qui repose à l'étage inférieur du dispositif expérimental sur une base en PTFE. Lorsque l'électrovanne produit le jet d'air comprimé, l'écoulement de l'air traverse successivement le support de tir de la bille, le premier guide avant l'entrée dans la cage de Faraday puis l'électrode de charge initiale. Du fait de l'écoulement de l'air à un débit important, une dépression persiste derrière le passage du jet, qui doit être compensée par des courants de recompression par toutes les entrées d'air accessibles. Comme l'électrovanne se referme derrière le passage du jet, la seule entrée d'air possible est l'ouverture supérieure de l'électrode de charge initiale. Ainsi, lorsque le jet d'air comprimé traverse l'électrode de charge initiale, un écoulement en sens inverse se crée au niveau de la paroi, comme illustré par la figure II.12 (a). Ceci peut créer des perturbations de l'écoulement d'air au niveau de la sortie de l'électrode de charge initiale qui pourraient être responsables de la déviation de la trajectoire de la bille.

Pour résoudre ce problème, l'électrode de charge initiale a été modifiée en réalisant des ouvertures à la base de l'électrode, comme sur le schéma II.12 (b) pour permettre aux courants de recompression de ne pas perturber l'écoulement principal et la trajectoire de la bille. Après modification, le taux de réussite des tirs a augmenté jusqu'à 90%. Il n'a pas été possible d'éliminer les instabilités de tir au-delà de cette amélioration.

Plusieurs autres phénomènes ont été identifiés et analysés pour résoudre ce problème de tirs ratés, mais n'ont montré aucune amélioration significative des résultats :

- L'interaction avec le réseau d'air comprimé du laboratoire sollicité par d'autres utilisateurs. L'utilisation par d'autres utilisateurs ainsi que le fonctionnement occasionnel du compresseur pourrait potentiellement causer des variations de pression sur le circuit d'air comprimé. Pour éliminer ce problème, un réservoir tampon d'air comprimé a été ajouté juste avant l'entrée dans le système. De cette manière, il est possible de séparer complètement le dispositif expérimental du réseau d'air comprimé du laboratoire. Le réservoir d'air comprimé a été conservé malgré l'absence de résultats significatif.
- Une bouteille d'azote a été utilisée pour remplacer la source d'air comprimé. La bouteille d'azote n'a pas montré d'effet significatif sur le chargement triboélectrique non plus.
- L'alignement des différents éléments du système que le jet d'air comprimé traverse.



**Figure II.12** – (a) Schéma représentant l'écoulement d'air à travers l'électrode de charge initiale avant modification. (b) Même schéma pour l'électrode de charge initiale après modification. (c) Photo de l'électrode après modification.

Un travail d'usinage supplémentaire a été fait pour verrouiller le dispositif entier, l'électrode de charge initiale et le bac de réception dans une position très précise.

- La géométrie des billes. Les irrégularités de la géométrie d'une bille peuvent modifier la position initiale de la bille dans le cône de tir. Des essais réalisés avec des billes relativement peu sphériques n'ont montré aucune incidence sur le taux de tirs ratés, ce qui suggère que ces irrégularités ne causent pas des les instabilités observées.

Les différentes modifications implémentées n'ont pas permis de résoudre le problème. L'hypothèse la plus probable pour expliquer ces instabilités porte sur la morphologie de l'écoulement à l'entrée de l'étage supérieur de la cage de Faraday. Pour permettre l'isolation électrique de l'électrode de charge initiale, le guidage du jet d'air comprimé est interrompu au niveau du bord libre de l'électrode, ce qui cause une décompression rapide à la sortie de l'électrode de charge initiale. Le jet d'air est ensuite forcé à l'intérieur du cône d'entrée du bac de réception, qui agit comme un convergent de quelques centimètres de long. Ces variations subites causent des turbulences qui peuvent potentiellement déstabiliser la trajectoire de la bille et causer les déviations de tirs observées. Cette hypothèse est supportée notamment par l'observation que les tirs ratés apparaissent souvent au moment d'un changement du réglage de pression, et qu'une modification légère de pression en tournant la vanne mécanique de réglage peut résoudre le problème. Ce constat suggère qu'une petite modification de pression d'entrée peut diminuer l'amplitude des instabilités. Aucune solution supplémentaire concernant ce problème n'a pu être apportée.

dans le cadre de cette thèse et le dispositif expérimental a été utilisé dans les conditions décrites précédemment, avec un taux de réussite des tirs de 90%.

## II.6 Conclusion

Le dispositif expérimental principal développé au cours de cette thèse a été présenté dans ce chapitre. Le dispositif a d'abord été décrit en détail dans son ensemble afin d'expliquer le fonctionnement général du banc expérimental et les différentes étapes d'un essai, en mentionnant les étapes de conception et de fabrication qui ont représenté une part importante du travail de thèse.

Le mode de fonctionnement et les limitations respectives des différentes mesures de charge réalisées au cours d'un essai ont été introduits. La mesure de charge initiale est la mesure la plus sensible car elle repose sur un phénomène transitoire de quelques centaines de millisecondes : le passage de la bille à travers l'électrode de charge initiale. Un calibre de mesure de valeur plus élevée permet d'obtenir une mesure quantitative au détriment d'un rapport signal/bruit moins bon par rapport aux deux autres mesures. Un traitement numérique permet cependant d'améliorer la précision de la mesure. Les deux autres mesures présentent moins de difficultés. La relation de conservation de la charge entre la mesure est vérifiée à 0,5 pC pour la grande majorité des essais, soit 5% de la mesure de charge d'impact dans le cas le plus défavorable. Compte tenu des mécanismes très différents mobilisés par les trois types de mesure, ce résultat renforce la validité des mesures effectuées.

Les éléments permettant de faire fonctionner le dispositif expérimental et d'en traiter les données ont ensuite été présentés successivement. Le système d'acquisition des données repose sur une carte d'acquisition reliée à des électromètres réalisant les mesures de courant. Cette carte d'acquisition est également connectée à un boîtier électrique qui permet le déclenchement des différentes opérations. Le post-traitement des données obtenues est ensuite réalisé avec un programme développé sous Python d'une part, et le logiciel commercial Davis d'autre part.

La description du fonctionnement du lanceur pneumatique utilisé pour la mise en mouvement de la bille a mis en évidence une dispersion de la vitesse et l'angle d'impact de la bille caractéristique du dispositif expérimental. Des instabilités de trajectoire peuvent de plus se produire occasionnellement et mener à des essais où la bille n'impacte pas la cible. Une modification de l'électrode de charge initiale a été réalisée suite à une étude des causes potentielles de ces instabilités, ce qui a permis d'augmenter le taux de réussite des tirs à 90%. Toute amélioration supplémentaire nécessitant des travaux importants, le dispositif expérimental a été utilisé dans ces conditions de fonctionnement satisfaisantes.

Sur la base de ce travail de caractérisation du dispositif expérimental, plusieurs campagnes d'essais ont été menées afin d'étudier l'interaction de certains paramètres importants avec le chargement triboélectrique comme les propriétés mécaniques de l'impact, l'état de surface des billes, les conditions environnementales et les effets d'additifs chimiques ajoutés en surface des billes. Ces résultats seront analysés en détail dans les chapitres suivants de ce manuscrit.

# Chapitre III

## Caractérisation de l'influence des paramètres mécaniques de l'impact sur le chargement triboélectrique

Cette partie de la thèse traite de l'étude de l'influence des paramètres mécaniques sur le chargement triboélectrique des billes de verre par impact contre plusieurs matériaux polymères. Le phénomène de chargement triboélectrique est avant tout caractéristique du couple de matériau mis en contact, aspect primordial qui détermine généralement l'ordre de grandeurs des charges mesurées. Les conditions mécaniques de l'expérience peuvent cependant avoir un effet considérable sur les quantités de charge mesurées car elles déterminent la configuration de contact étudiée. En particulier, la vitesse et l'angle d'impact sont deux paramètres qui peuvent affecter la configuration de chargement triboélectrique de manière significative

Dans le dispositif expérimental, la vitesse et l'angle d'impact sont le produit direct des paramètres d'entrée du protocole expérimental, à travers la pression d'entrée de l'électrovanne et l'orientation de la cible. Pour permettre une compréhension de l'interaction entre ces deux paramètres et la charge d'impact, les composantes normale et tangentielle par rapport à la cible doivent être étudiées séparément. En raison de la dispersion observée au cours des essais sur ces paramètres, des études statistiques ont été réalisées pour mettre en évidence leurs effets sur le chargement triboélectrique. Les tests ont été conduits principalement sur des cibles de deux types de matériaux polymères, le polytétrafluoroéthylène (PTFE) et le polyuréthane (PU).

Les caractéristiques de la vitesse et l'angle d'impact dans le fonctionnement du dispositif expérimental seront décrites dans un premier temps, avec une évaluation des erreurs commises sur ces deux paramètres. Les effets de la vitesse de la bille sur la charge d'impact seront analysés en détail. Une étude de l'angle de réglage de la cible permettra ensuite spécifiquement de mettre en évidence les effets de la composante tangentielle de la vitesse de la bille. Pour finir, les résultats obtenus sur d'autres matériaux cibles seront discutés pour apporter des éléments complémentaires.

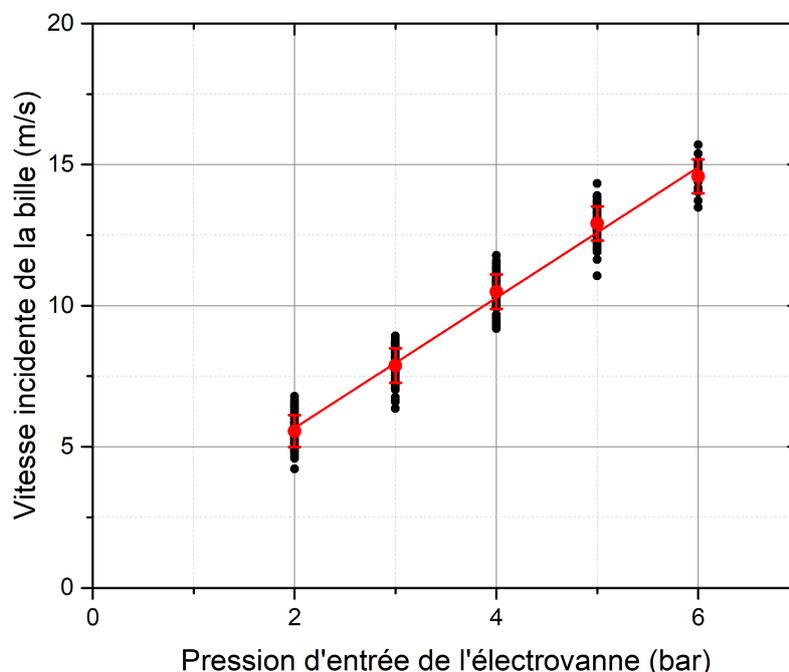
## III.1 Propriétés mécaniques du dispositif expérimental

### III.1.1 Vitesse et angle d'impact

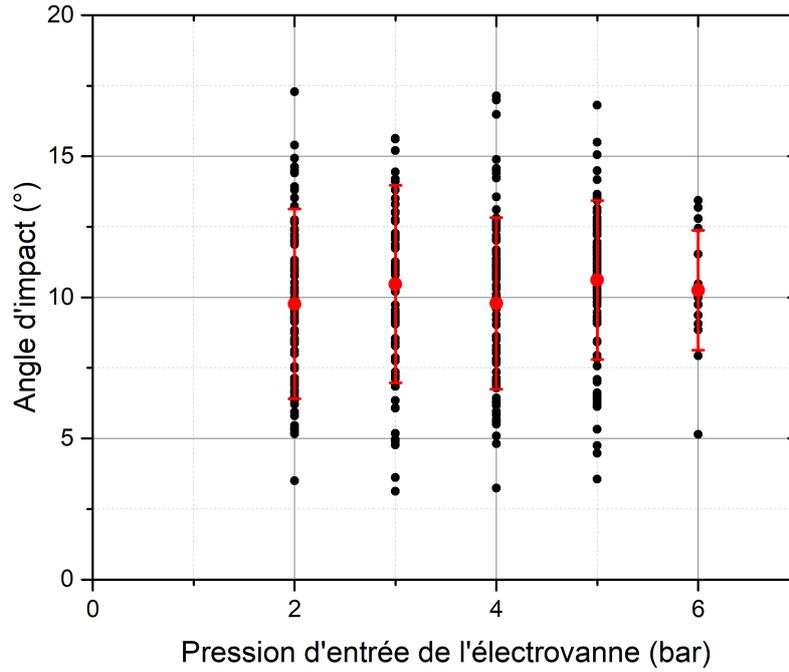
Comme détaillé dans le chapitre précédent, la vitesse de la bille est conditionnée par la pression d'entrée de l'électrovanne qui génère le jet d'air comprimé. Cette pression est réglée à l'aide d'une vanne mécanique et d'un pressostat, qui résultent en une vitesse et un angle d'impact affectés d'une dispersion caractéristique du montage expérimental pour un réglage de pression.

La vitesse de la bille dans le dispositif expérimentale est mesurée avec une précision de 10 mm/s par l'intermédiaire de la caméra rapide par la méthode présentée dans la partie II.4.1. Pour les billes de verre de 4 mm de diamètre, billes de références de cette thèse, les pressions d'entrée utilisées sont comprises entre 2 et 6 bars et génèrent une vitesse d'impact de la bille entre 4 et 16 m/s. Pour un réglage de pression, la vitesse de la bille possède une dispersion caractéristique du système. Cette dispersion est représentée sur la figure III.1, avec 67 essais en moyenne pour chaque réglage de pression. C'est une dispersion gaussienne de déviation standard de 0,5 m/s. Cette dispersion est indépendante du paramètre de pression et est caractéristique de tous les points de fonctionnement du système.

Cette dispersion impose des études statistiques pour permettre une analyse des résultats. Pour chaque étude présentée par la suite, toute série contient entre 8 et 12 tests pour chaque réglage de pression. Le nombre minimum d'essais a été déterminé comme le compromis entre le résultat d'une analyse préliminaire sur la dispersion des essais et le temps nécessaire pour réaliser une série d'essais (ce temps est fortement limité par l'impossibilité d'automatiser le dispositif expérimental, pour les raisons présentées dans la partie II.5).

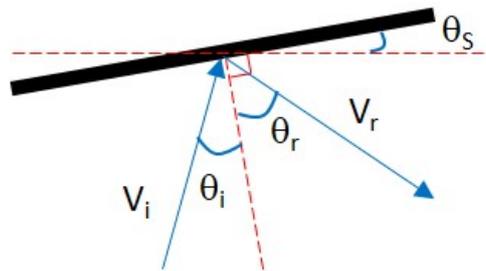


**Figure III.1** – Vitesse d'impact de la bille à l'impact en fonction de la pression d'entrée de l'électrovanne, paramètre d'entrée du dispositif expérimental. La valeur moyenne pour chaque valeur de pression est représentée en rouge. La régression linéaire des résultats est également tracée.



**Figure III.2** – Angle d'impact de la bille par rapport à la normale à la cible en fonction de la pression d'entrée de l'électrovanne, pour un angle de réglage de la cible  $\theta_S = 10^\circ$ . La valeur moyenne pour chaque valeur de pression est représentée en rouge.

L'angle d'impact de la bille contre la cible est aussi marqué par une dispersion caractéristique représentée sur la figure III.2. Cette dispersion gaussienne de l'angle d'impact est représentée ici pour un angle de réglage  $\theta_S$  de la cible de  $10^\circ$ . Une déviation standard de  $3^\circ$  indépendante de la pression d'entrée est observée sur une série d'essais. L'orientation de la cible peut également être modifiée pour faire varier l'angle d'impact de la bille. La dispersion de l'angle d'impact ne dépend pas de l'angle de réglage de la cible.



**Figure III.3** – Représentation et notation de l'angle d'impact  $\theta_i$  et de l'angle de rebond de la bille  $\theta_r$  par rapport à l'angle de réglage de la cible  $\theta_S$ .

Pour pouvoir interpréter les résultats sur une série d'essais, la vitesse d'impact de la bille  $V_i$  sera décomposée en ses deux composantes normales et tangentielles par rapport à la cible. Ces deux composantes  $V_n$  et  $V_t$  sont obtenues par projection sur un repère orienté comme la cible avec les équations III.1 et III.2 respectivement (voir figure III.3 pour une représentation de l'angle  $\theta_i$ ).

$$V_n = \cos(\theta_i)V_i \quad (\text{III.1})$$

$$V_t = \sin(\theta_i)V_i \quad (\text{III.2})$$

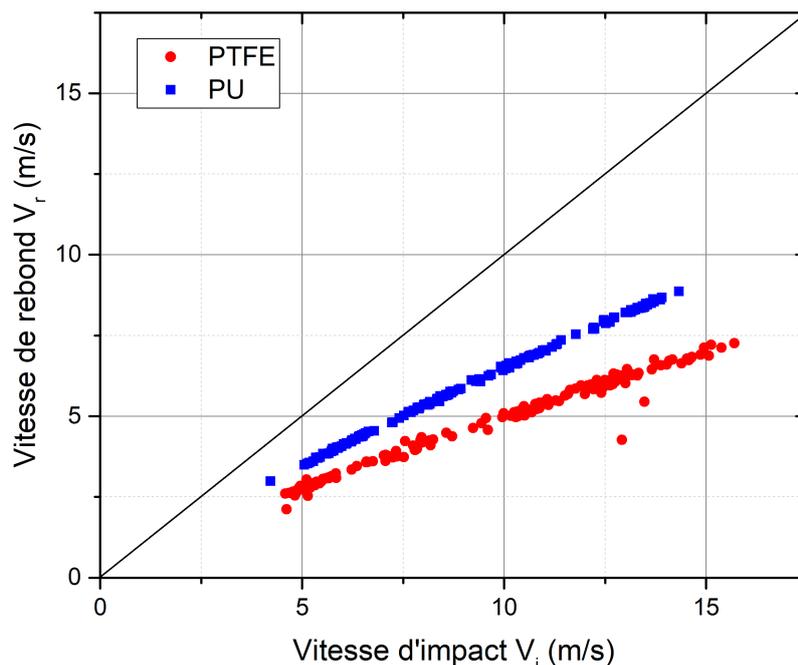
### III.1.2 Vitesse de rebond et coefficient de restitution d'énergie

Dans le cas d'un impact entre deux solides, le coefficient de restitution caractérise le rapport entre la vitesse relative des solides impactés après et avant la collision. Pour le cas présent, la cible étant fixe, seules les vitesses de la bille avant et après l'impact sont à considérer dans ce calcul. Le coefficient de restitution est défini selon la formule :

$$CoR = \frac{V_r}{V_i} \quad (III.3)$$

où  $V_r$  est la vitesse de rebond de la bille. Ce coefficient dépend de la vitesse d'impact, et il donne une information sur les processus irréversibles qui ont lieu pendant l'impact. Un coefficient de restitution de 1 caractérise une collision parfaitement élastique et un coefficient de restitution de 0 indique que toute l'énergie cinétique de la bille avant impact est dissipée lors du contact. Le coefficient de restitution dépend des propriétés des matériaux impactés, de leur géométrie, et également de la vitesse d'impact.

Dans le cadre du dispositif expérimental, l'analyse du coefficient de restitution montre une relation linéaire entre la vitesse après et la vitesse avant impact, dont la pente est caractéristique du matériau cible considéré. Cette relation entre la vitesse après et avant impact est représentée sur la figure III.4 pour une cible en PTFE et une cible en PU pour plus de 150 tests différents.

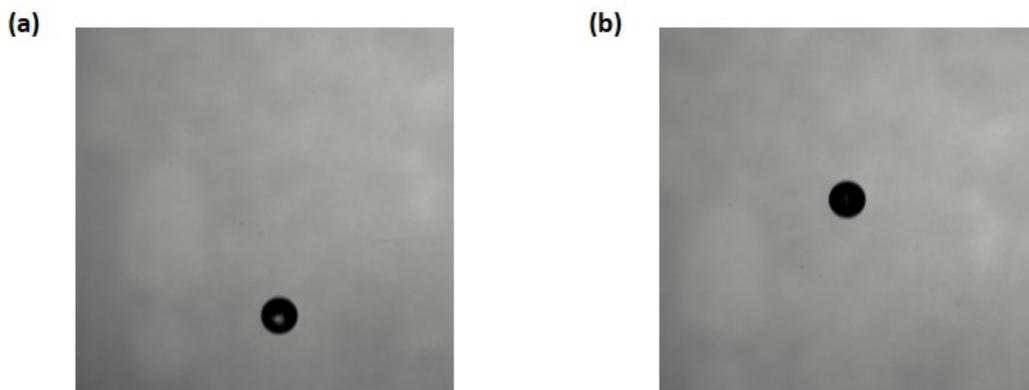


**Figure III.4** – Vitesse de rebond  $V_r$  en fonction de la vitesse d'impact  $V_i$  pour les deux matériaux cibles étudiés, le PTFE et le PU.

Le coefficient de restitution du PU est plus élevé que celui du PTFE, ce qui signifie que moins d'énergie est dissipée par les processus inélastiques lors d'un impact contre le PU. Très peu de points montrent une divergence par rapport à la relation linéaire, et ces points ont été identifiés comme des essais ayant impacté une zone très proche du bord de la cible. La charge d'impact mesurée au cours de ces essais ne montre pas de différence significative par rapport à la moyenne des résultats, ils seront donc analysés avec le reste des points par la suite.

### III.1.3 Rotation de la bille

La résolution de l'enregistrement à la caméra permet de mesurer adéquatement le mouvement de translation de la bille, mais elle ne permet pas d'observer sa rotation. Pour mettre en évidence la rotation de la bille, des essais ont été réalisés avec une bille peinte en noir sur la moitié de sa surface. Ceci a permis de confirmer que la bille est effectivement en rotation sur elle-même pendant un test (voir figure III.5). L'évaluation quantitative de cette rotation est cependant difficile du fait de la résolution relativement faible de l'image. Il est également délicat de déterminer l'axe de rotation avec cette méthode. Une estimation qualitative de la rotation au cours de deux essais différents a donné une rotation de 100 tours/s et de 71 tours/s. Cette vitesse de rotation se traduit respectivement par un mouvement de 1,3 et 0,9 m/s pour un point de la surface par rapport à la vitesse d'impact de la bille de 5,9 m/s et 5,2 m/s respectivement. Ces vitesses de rotation ne sont donc a priori pas négligeable dans l'étude des propriétés de l'impact.



**Figure III.5** – Photographies de la caméra rapide au cours d'un essai avec une bille peinte en noir à moitié. La réfraction de la LED utilisée pour l'éclairage dans la bille permet de distinguer les parties sans peinture (a) et avec peinture (b).

S'il n'est pas possible dans le cadre du dispositif actuel de réaliser des mesures plus précises sur la rotation de la bille, il est possible néanmoins d'obtenir plus d'informations sur l'importance de ce phénomène en comparant la trajectoire de la bille après impact à celle de la bille avant impact. Le schéma III.3 explicite les deux paramètres d'angle incident  $\theta_i$  et d'angle de rebond de la bille  $\theta_r$ , en comparaison de l'angle de réglage de la cible  $\theta_S$ . Pour une collision entre deux corps parfaitement rigides et sans rotation de la particule, l'angle de rebond est théoriquement égal à l'angle incident. Dans la pratique, lorsque les matériaux sont déformables, l'angle de rebond est généralement différent de l'angle d'impact, dépendant des propriétés de surfaces des matériaux. Lorsque la rotation de la bille est prise en compte également, l'angle de rebond peut soit augmenter soit diminuer selon l'axe et le sens de rotation, autour d'une valeur moyenne correspondant à une rotation nulle.

L'angle de rebond est représenté en fonction de l'angle d'impact sur la figure III.6 pour deux cibles de PTFE et de PU pour un angle de réglage de cible de  $10^\circ$ . L'angle de rebond

calculé est supérieur à l'angle incident pour les deux matériaux, et suit une relation linéaire par rapport à l'angle incident avec une pente identique de 1,17. La dispersion de l'angle de rebond par rapport à la régression linéaire des valeurs n'est cependant pas la même pour les deux matériaux cibles, et le PTFE montre une dispersion plus importante. La variabilité de la rotation de la bille a donc une influence différente sur le comportement mécanique des deux matériaux, le PTFE étant impacté de manière plus importante.

Comme le système de lanceur pneumatique est axi-symétrique, et que la distribution de l'angle de rebond est centrée sur la courbe d'ajustement linéaire, il est raisonnable d'émettre l'hypothèse que l'axe de rotation de la bille suit aléatoirement toutes les directions possibles. Le sens et la direction de rotation peuvent donc prendre des valeurs opposées entre deux tirs. Les valeurs les plus éloignées de part et d'autre de la régression linéaire de l'angle de rebond par rapport à l'angle d'impact correspondent vraisemblablement à des cas où la rotation est opposée. La différence entre l'angle de rebond et cette régression linéaire permet d'étudier les effets de ce phénomène de rotation. Aucune corrélation significative de la charge d'impact n'est observée dans les résultats par rapport à la variation de ce paramètre, même sur des cas particuliers d'expériences où ce paramètre montre des valeurs très différentes. L'effet de la rotation de la bille sera donc négligé dans l'interprétation des résultats expérimentaux pour le reste de ce document.

### III.1.4 Incertitudes sur la vitesse et l'angle d'impact

La vitesse et l'angle d'impact de la bille sont déterminés par l'intermédiaire des images de la caméra rapide qui ne peut capturer que le mouvement dans le plan xy. Toute composante du mouvement hors plan selon la direction z n'est donc pas visible directement sur les enregistrements de la caméra. Des déviations de la trajectoire dans le plan xy étant observées lors des enregistrements à la caméra, et le lanceur pneumatique étant axi-symétrique, il est possible que des déviations aient lieu dans la direction z.

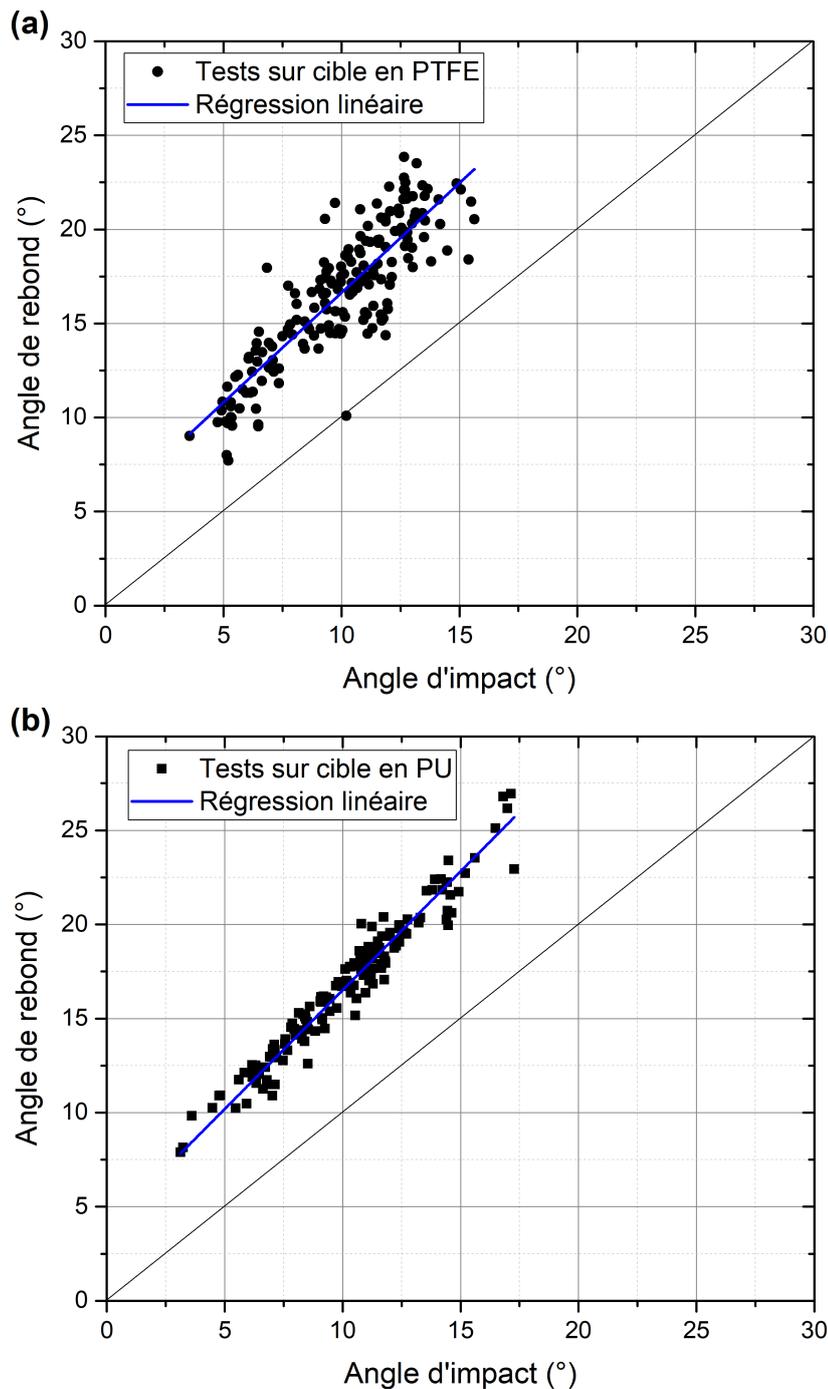
Ces déviations hors plan ne sont cependant pas totalement indétectables à la caméra, en raison de la profondeur de champ de la caméra. Lorsqu'un mouvement significatif a lieu selon l'axe z, la netteté de la bille sur les enregistrements de la caméra évolue au cours du mouvement et devient de plus en plus flou. Lors du traitement des données de la caméra, l'algorithme utilisé pour déterminer la vitesse de la bille est utilisé pour calculer une estimation du diamètre de la bille en détectant son contour. Le diamètre calculé par l'algorithme est directement dépendant de la position de la bille selon l'axe z. Après un impact de la bille contre la cible en PTFE, une indentation plastique est détectable au niveau du point d'impact, ce qui permet d'étalonner la relation entre le diamètre estimé de la bille et la déviation selon l'axe z. Sur la base de ces résultats, la déviation du mouvement de la bille selon l'axe z peut être majorée en choisissant un seuil limite de variation du diamètre de la bille calculé numériquement au cours de la trajectoire de la bille. Le seuil de variation du diamètre au cours du parcours de la bille a été fixé à 0,2 mm (5% du diamètre nominal des billes). Cette variation correspond à un déplacement de 3 cm selon l'axe z pendant que la bille traverse deux fois la fenêtre de visualisation de 6 cm. L'angle de déviation  $\theta_z$  selon l'axe z correspondant est calculé par la formule suivante :

$$\theta_z = \arctan\left(\frac{3\text{cm}}{12\text{cm}}\right) \approx 14^\circ \quad (\text{III.4})$$

Ce critère permet d'exclure tous les essais ayant une déviation supérieure à cet angle à posteriori. Pour les essais retenus, l'erreur maximale commise sur la vitesse et l'angle de la bille à cause de la composante de mouvement non mesurée peut ainsi être estimée. L'erreur sur la vitesse est égale au cosinus de l'angle de déviation selon z, ce qui correspond

à une erreur inférieure à 3% de la valeur calculée avec les images de la caméra, l'erreur sur la vitesse est donc faible. En ce qui concerne l'angle d'impact, l'erreur dépend de la trajectoire dans le plan xy. Avec ces critères, l'erreur maximale pour l'angle d'impact est de 8°. Parmi les essais retenus, 90% des essais montrent une variation du diamètre inférieure à la moitié du critère maximale, ce qui indique une erreur inférieure à 1,5% sur la vitesse et à 4° sur l'angle.

Le travail d'exclusion des essais ayant une déviation trop importante n'a pas pu être automatisé en raison de la forme d'une courbe de diamètre calculé par la caméra, qui



**Figure III.6** – Angle de rebond de la bille en fonction de son angle incident pour (a) une cible en PTFE et (b) une cible en PU. La valeur de l'angle de rebond permet d'obtenir des informations supplémentaires sur la rotation de la bille sur elle-même au cours d'un test.

montre des fluctuations importantes liées à l'algorithme utilisé dans le logiciel au cours des relevés d'images de la caméra et une variation importante sur les bords de la fenêtre et dans le voisinage immédiat de la cible. De plus, pour une vitesse d'impact importante, un phénomène de flou de bougé modifie également le diamètre apparent de la bille, et rend plus délicate la lecture des données sur le diamètre de la bille. Le travail de sélection des essais est donc directement réalisé par l'opérateur. Dans le cas d'un flou de bougé, les données après impact sont utilisées, car la vitesse de la bille est plus faible sur cette partie de la trajectoire et le flou de bougé disparaît.

## III.2 Étude des effets de la vitesse d'impact de la bille

La vitesse d'impact est un paramètre essentiel dans le chargement triboélectrique entre la bille et la cible car elle détermine la configuration de contact à l'interface entre les deux solides. D'une part, la contrainte imposée par la bille sur la cible durant le contact dépend de la vitesse d'impact, ce qui conditionne la surface de contact entre les deux cibles par déformation. D'autre part, la composante tangentielle de la vitesse peut modifier les propriétés du mouvement de la bille le long de la surface de la cible (roulement ou glissement) ainsi que l'énergie générée lors du contact. Il est donc nécessaire d'analyser la contribution de la vitesse d'impact au chargement triboélectrique à travers ces deux composantes distinctes.

Dans la suite, le terme charge d'impact sera utilisé pour caractériser la charge acquise par la bille, qui par conservation est l'opposée de la charge acquise par la cible. Elle est obtenue dans le cadre de ces essais par l'intermédiaire de la mesure sur cible en prenant l'opposé de la valeur mesurée.

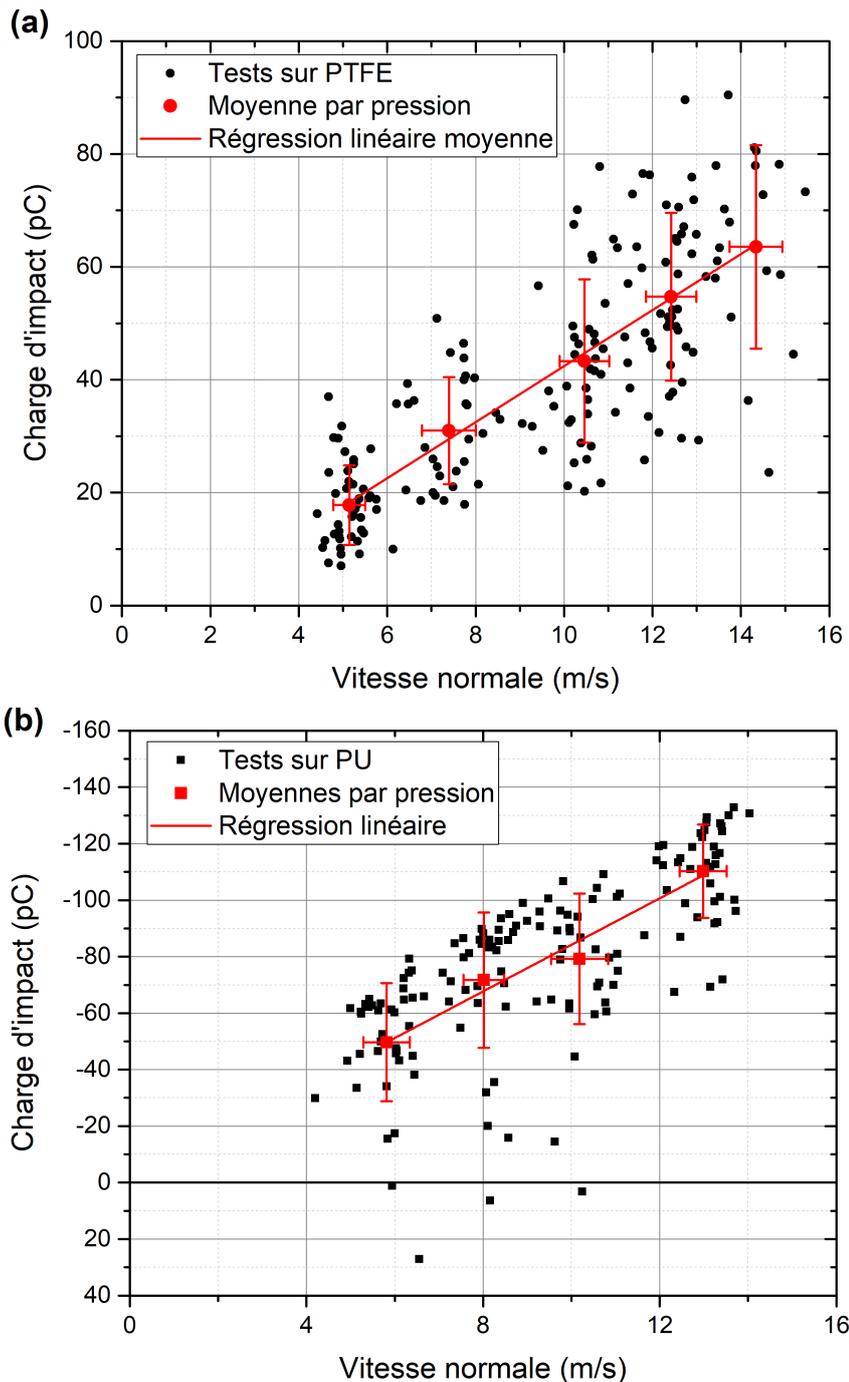
Précision importante : Tous les essais réalisés dans cette partie sont effectués avec des billes de verre dont le comportement triboélectrique correspond à un état stabilisé. La définition de cet état et ses propriétés seront explicités dans la partie IV.1.2.

### III.2.1 Influence de la vitesse d'impact sur le chargement triboélectrique

Pour étudier l'influence de la vitesse d'impact sur le chargement triboélectrique de la bille, des études statistiques ont été réalisées en faisant varier la pression d'entrée de l'électrovanne. Des valeurs de pression entre 2 à 6 bars ont été utilisées, correspondant à des vitesses d'impact entre 4,8 et 15,7 m/s. La cible a été placée à un angle de réglage de 10°, réglage pour lequel la composante normale de la vitesse par rapport à la cible est pratiquement égale à la vitesse d'impact (98% de cette valeur en moyenne). Les tests ont été effectués sous humidité régulée par une solution de sel saturé en carbonate de potassium, à 43%  $\pm$  2%, avec une température contrôlée à 22°C  $\pm$  1°C. Les résultats pour la charge d'impact en fonction de la composante normale de la vitesse par rapport à la cible sont présentés dans les figures III.7 (a) et (b) pour le PTFE et le PU respectivement.

Les données obtenues sont représentées de deux manières différentes :

- La distribution de la charge d'impact mesurée pour chaque test individuel. Cette représentation montre la forme de la dispersion des points autour des valeurs moyennes mesurées.
- La valeur moyenne calculée sur la charge d'impact mesurée pour tous les essais réalisés pour un réglage de pression. La déviation standard en charge d'impact et en vitesse normale est également indiquée.



**Figure III.7** – Charge d'impact en fonction de la composante normale de la vitesse par rapport à la cible au moment de l'impact pour (a) une cible en PTFE et (b) une cible en PU. Les résultats de chaque test individuel sont représentés en noir, et la moyenne des résultats obtenus pour chaque réglage de pression est représentée en rouge avec la déviation standard en vitesse et en charge d'impact. Une régression linéaire des valeurs moyennes pondérée par la déviation standard sur chaque point est tracée en rouge sur le graphique.

Une première observation révèle que la charge d'impact des billes de verre est de signe positif lors d'un impact avec une cible en PTFE et de signe négatif lors d'un impact avec une cible en PU. Le comportement triboélectrique du PTFE est attendu, car ce matériau exhibe une forte tendance à se charger négativement contre la plupart des autres matériaux (voir la partie I.1.4 sur les séries triboélectriques). En revanche, le verre et le PU sont tous les deux des matériaux dont le positionnement dans les séries triboélectriques peut être

variable [2]. Pour les résultats obtenus dans cette thèse, une charge d'impact négative est mesurée sur la bille dans la grande majorité des essais contre le PU, même si une charge d'impact positive est mesurée pour quelques tests rares (figure III.7 (b)). L'étude sur l'état de surface des billes dans la partie IV.1.2 dans le chapitre suivant discute de ces observations plus en détail.

Ces résultats mettent par ailleurs en évidence une augmentation de la valeur absolue de la charge d'impact de la bille lorsque la vitesse d'impact est plus importante. Ce résultat est en accord avec les publications traitant de chargement triboélectrique par impact dans la littérature scientifique [52, 55, 56]. Il est généralement expliqué par les effets de la composante normale de la vitesse uniquement. Les contraintes mécaniques imposées à l'interface entre les deux solides augmentent en effet lorsque la vitesse normale à l'impact est plus élevée. Les contraintes plus importantes entraînent une déformation accrue des surfaces des deux matériaux, ce qui induit une plus grande surface de contact entre les deux matériaux. L'augmentation de la charge d'impact serait ainsi liée à une augmentation de la surface de contact. En effet, une surface plus importante propose une quantité plus grande de charges électriques disponibles pour le transfert de charges ou une capacité plus importante à accueillir des charges. Le modèle de condensateur simple présenté dans la partie I.3.1 illustre bien le rapport direct entre l'augmentation de la surface de contact et la charge échangée.

A partir de ces considérations, il est donc naturel d'analyser ces résultats par rapport à la composante normale à la cible de la vitesse d'impact de la bille. Cependant, pour un angle de réglage fixe de la cible, la composante tangentielle de la vitesse de la bille est fortement corrélée à la composante normale et les deux composantes augmentent de manière inter-corrélée avec le réglage de pression. Il n'est donc pas possible de distinguer les effets de la composante normale et de la composante tangentielle de la vitesse sur le chargement triboélectrique en faisant simplement varier la pression d'entrée de l'électrovanne. Pour ces raisons, les résultats seront d'abord analysés du point de vue la composante normale de la vitesse, puis réexaminés en prenant en compte les effets de la composante tangentielle de la vitesse par l'intermédiaire d'une modification de l'angle de réglage de la cible.

### III.2.1.1 Influence de la vitesse normale de la bille sur le chargement triboélectrique

La distribution des valeurs moyennes dans la figure III.7 indique une dépendance linéaire de la charge d'impact par rapport à la vitesse normale à la cible pour les deux matériaux. Les résultats montrent une déviation standard de 30% en moyenne pour le PTFE et de 20% en moyenne pour le PU, d'où la nécessité d'une étude statistique pour caractériser les effets de la vitesse sur le chargement triboélectrique. Pour examiner de plus près l'hypothèse que l'augmentation de la charge d'impact est provoquée par une déformation plus grande des surfaces en contact, la relation entre la vitesse et la déformation des surfaces en contact doit être étudiée.

La rigidité mécanique du verre est largement supérieure à celle des deux types de cibles en polymère, avec un module d'Young supérieur de deux ordres de grandeur (voir tableau III.1). Il est donc raisonnable de supposer que l'essentiel de la déformation est portée par la cible. Pour connaître les propriétés mécaniques nécessaires pour réaliser une estimation de la surface de contact après déformation de la cible, des essais de traction et des mesures de dureté ont été mises en œuvre au sein du laboratoire. Les résultats sont détaillés dans l'annexe A2. Des informations ont également été obtenus dans la base de données du CES (Cambridge Engineering Selector) pour compléter les propriétés qui n'ont pas pu être déterminées expérimentalement. L'ensemble de ces informations sont répertoriées dans le tableau III.1.

Pour réaliser une analyse mécanique de l'impact, il faut déterminer dans un premier

**Tableau III.1** – Propriétés mécaniques principaux matériaux de l'étude (\*extrait de la base de données du CES).

Matériau	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	Module d'Young (MPa)	Coefficient de Poisson*	Limite d'élasticité (MPa)*
Verre	2530	70 000	0,22	-
PTFE	2235	440	0,46	20,7
PU	1150	740	0,44	40,7-53,7

temps si la contrainte durant l'impact dépasse la limite d'élasticité des matériaux cibles utilisés. Une formule proposée par Thornton permet de calculer la vitesse normale limite  $V_Y$  au-delà de laquelle la déformation de la cible est plastique [87] :

$$V_Y = 1,56 \sqrt{\frac{Y^5}{E^{*4} \rho}} \quad (\text{III.5})$$

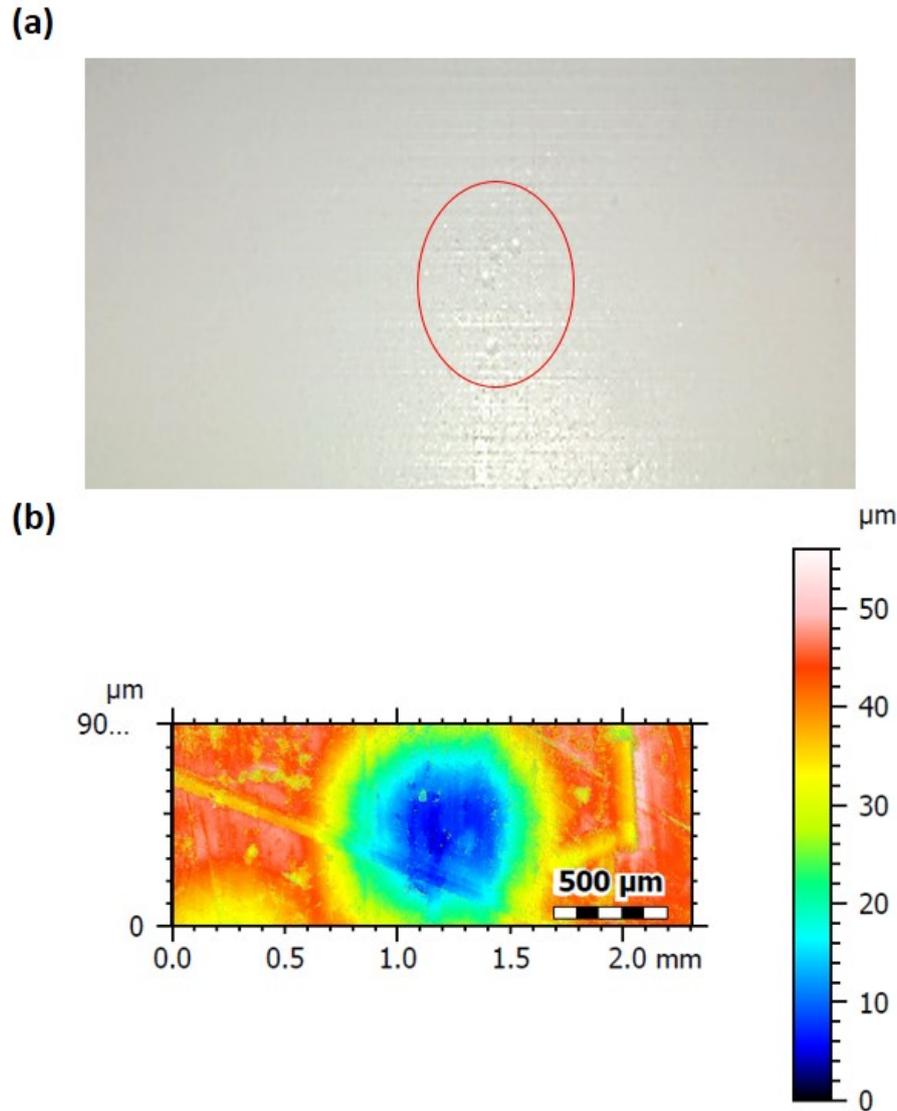
où  $Y$  est la limite d'élasticité du matériau qui plastifie le plus facilement,  $\rho$  est la masse volumique de la bille et  $E^*$  est un module d'Young modifié qui est obtenu par la relation suivante:

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \quad (\text{III.6})$$

avec  $\nu_i$  et  $E_i$  respectivement le coefficient de poisson et le module d'Young du matériau  $i$ . Pour le PTFE, la vitesse limite obtenue est de 0,2 m/s. Pour le PU, en utilisant les deux valeurs extrêmes trouvées pour la limite d'élasticité, le calcul donne deux valeurs de 0,4 ms/ et 1 m/s. Ces vitesses sont systématiquement largement dépassées dans le cadre des essais de cette thèse. Il est donc important de prendre en compte les effets inélastiques dans l'étude mécanique de l'impact. La déformation plastique causée par l'impact est observable sur le PTFE où des indentations sont visibles (voir figure III.8 (a)). Les autres matériaux ne montrent par contre pas de traces de déformation plastique. Le modèle élastique-plastique de déformation proposé par Masuda et al. est utilisé pour estimer la surface de contact résultant de la déformation [52] :

$$S = 0,41\pi D_B^2 \sqrt{\frac{\rho}{Y}} \left( V_N - 0,4 \sqrt{\frac{Y^5}{E^{*4} \rho}} \right) \quad (\text{III.7})$$

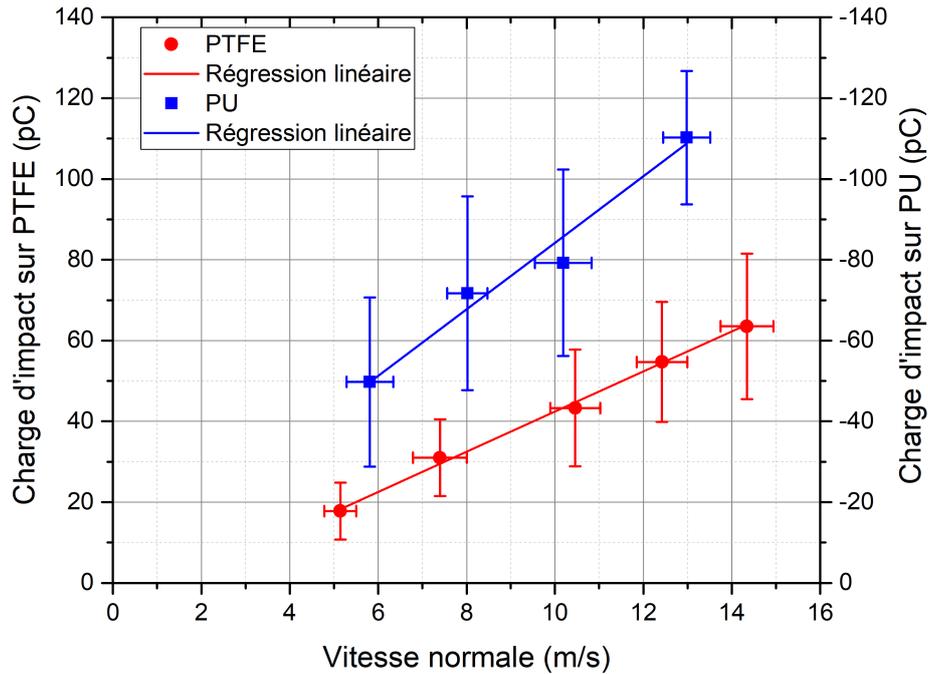
où  $V_N$  est la vitesse normale à la cible et  $D_B$  est le diamètre de la bille. Cette expression établit en effet une relation linéaire entre la surface de contact et la vitesse normale de la bille. Dans le cas de cibles polymères, cette description ignore en revanche complètement les effets des propriétés visco-élastiques et visco-plastiques qui peuvent être significatifs. Lors de l'application d'une contrainte sur des matériaux ayant des propriétés visqueuses, la déformation augmente généralement avec le temps. Ainsi, une déformation supplémentaire du solide apparaît avec un retard dans le temps, et le polymère retrouve sa forme initiale lorsque la contrainte est retirée avec un retard appelé la recouvrance. Dans le cadre du dispositif expérimental, le temps d'impact est très court, de l'ordre de  $\sim 50 \mu\text{s}$  (voir mesures réalisées dans l'annexe C), petit devant le temps caractéristique des propriétés visqueuses des polymères. Ces dernières seront donc négligées en première approximation dans l'analyse mécanique de cette thèse. Tout effet d'anisotropie sera également négligé.



**Figure III.8** – (a) Photographie d'une cible en PTFE montrant les indentations laissées par les impacts de bille (entourées en rouge). (b) Image de la topographie autour d'une indentation à l'aide d'une mesure par interférométrie. Les limites de l'indentation peuvent être difficiles à trancher, mais cet impact indique un diamètre entre 1 et 1,2 mm, pour un enfoncement  $40 \mu\text{m}$  environ. La vitesse normale de l'impact de la bille ayant causé cette marque n'est pas connue.

Pour une vitesse de 6 m/s, l'équation III.7 donne une surface de contact de  $1,4 \text{ mm}^2$  pour le PTFE et une surface de contact entre  $0,8$  et  $1 \text{ mm}^2$  pour le PU. Il est difficile de vérifier expérimentalement ces valeurs dans le dispositif car la déformation est portée par la cible, ce qui empêche les systèmes de marquage de fonctionner. Un exemple d'indentation observée sur le PTFE est montré sur la figure III.8 (a), le profil de la surface correspondant étant déterminé par interférométrie sur la figure III.8 (b). Ces résultats donnent une indentation plastique entre 1 et 1,2 mm de diamètre environ, sachant que la vitesse d'impact n'est pas connue sur cet essai. Les estimations de surface de contact par la formule III.7 semblent donc cohérentes par rapport à ces indentations.

La figure III.9 montre la valeur moyenne de la charge d'impact mesurée pour chaque réglage de pression en fonction de la vitesse normale moyenne des essais sur le PTFE et le PU, sur une échelle similaire pour en permettre la comparaison. D'après l'équation III.7, la pente de l'augmentation de la surface de contact est proportionnelle à l'inverse de la racine carrée de la limite d'élasticité du matériau cible. Ce modèle prédit donc



**Figure III.9** – Comparaison entre les valeurs moyennes de la charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour le PTFE et le PU, sur un graphique à deux ordonnées.

une augmentation plus rapide de la surface de contact avec la vitesse pour le PTFE que pour le PU du fait de la différence entre la limite d'élasticité des deux matériaux. Le résultat inverse est observé, ce qui implique soit que la description mécanique proposée par ce modèle est insuffisante pour caractériser la déformation des surfaces de manière fine dans les cas considérés, soit que la déformation par la vitesse normale n'est pas l'unique paramètre responsable de l'augmentation de la charge d'impact avec l'augmentation de la vitesse d'impact de la bille dans la série d'essais étudiés. L'étude des effets de la composante tangentielle de la vitesse par rapport à la cible dans la partie III.2.2 confirme que d'autres paramètres jouent un rôle dans l'augmentation de la charge d'impact pour le PTFE.

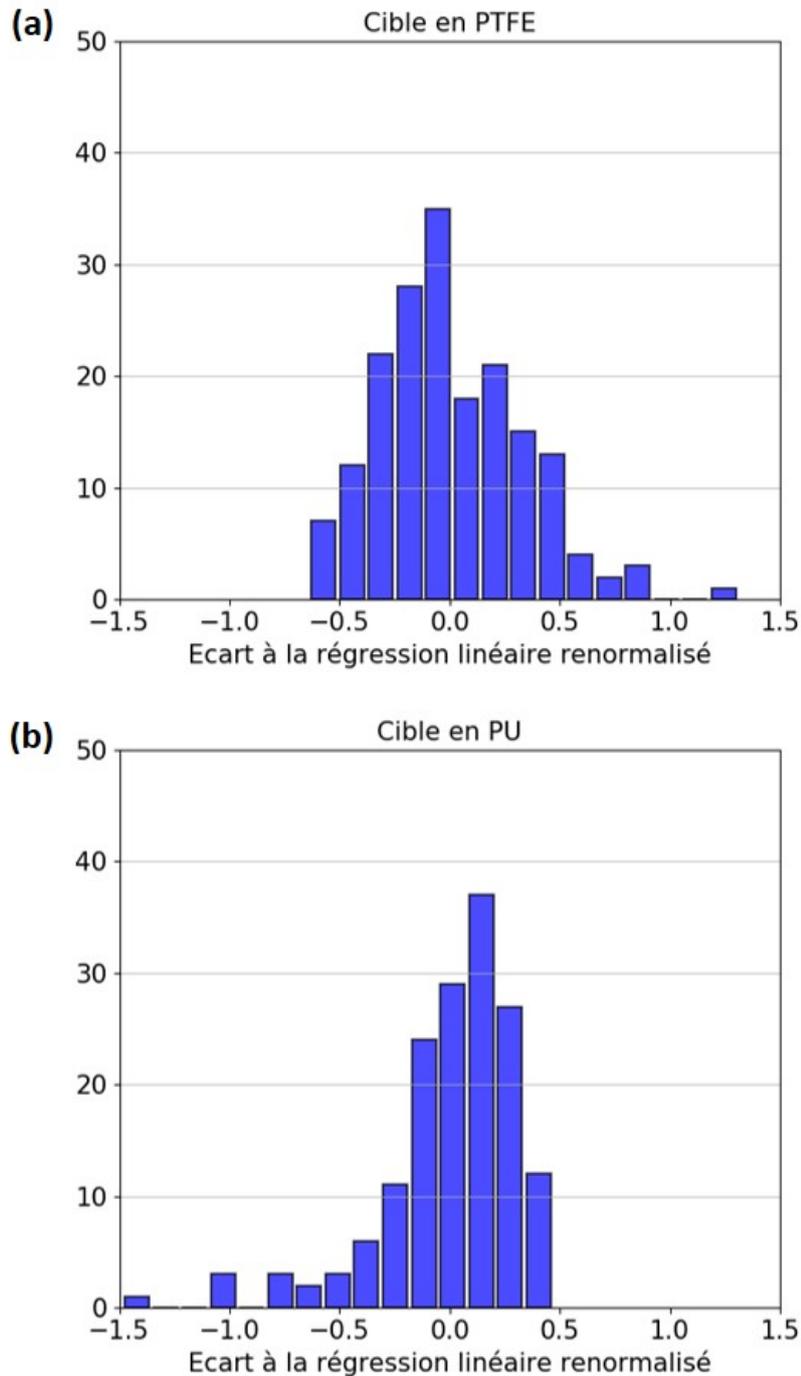
### III.2.1.2 Charge limite de la bille lors d'un impact avec le PU

Si la relation entre la vitesse normale à l'impact et la charge d'impact est similaire pour les deux matériaux, une observation plus attentive des figures III.7 (a) et (b) révèle des différences notables dans la distribution des valeurs d'impact des tests individuels :

- Un histogramme de l'écart relatif vertical de la charge d'impact par rapport à la régression linéaire est représenté sur la figure III.10 pour les deux matériaux<sup>1</sup>. Dans le cas du PTFE, la répartition de la charge d'impact mesurée sur les différents tests suit une distribution gaussienne centrée sur la valeur moyenne. Pour le PU en revanche, la dispersion n'est pas symétrique par rapport à la vitesse moyenne. La majorité des valeurs mesurées (~80%) sont concentrées autour des valeurs maximales. Ces essais montrent une corrélation linéaire avec la vitesse normale à l'impact. D'autre part, une charge d'impact anormalement faible est mesurée sur le reste des tests, qui n'apparaît pas corrélée avec la vitesse d'impact.
- La répartition de la charge d'impact des essais contre le PU semble présenter une

<sup>1</sup>L'écart par rapport au fit est calculé verticalement car la vitesse normale des essais est mesurée avec une précision élevée comparativement à la charge (voir partie II.4.1).

limite maximale de la valeur absolue de la charge visible sur la figure III.7 (b). Cette limite augmente linéairement avec la vitesse normale. Ce résultat est caractéristique du comportement triboélectrique du PU car aucune limite équivalente n'est visible sur les résultats concernant le PTFE.



**Figure III.10** – Histogramme montrant la répartition de l'écart relatif vertical par rapport à la régression linéaire des différents tests pour (a) une cible en PTFE et (b) une cible en PU. L'histogramme pour le PTFE montre une répartition centrée sur la valeur moyenne d'allure gaussienne alors que l'histogramme pour le PU montre une distribution dissymétrique à cause de tests montrant des valeurs de charge anormalement plus faibles que la moyenne des essais.

Plusieurs mécanismes décrits dans la partie I.1.3 peuvent potentiellement limiter la charge transférée lors d'un phénomène de chargement triboélectrique. En particulier, la rigidité

diélectrique de l'air est souvent considéré comme une limite importante du phénomène de chargement triboélectrique. Lors de la séparation des deux surfaces, si la quantité de charges accumulées est suffisamment importante, le champ électrique peut dépasser la rigidité diélectrique de l'air et déclencher une décharge électrique, qui a pour effet de réduire les niveaux de charges sur chacune des deux surfaces. Une étude approfondie serait nécessaire pour permettre de déterminer de manière analytique si les conditions de décharge sont réunies, de manière analogue au travail fait par Matsuyama et al. [12]. L'interaction entre le verre et le PU comporte cependant une complexité supplémentaire liée au fait que les deux matériaux impliqués dans le contact sont des isolants. De ce fait, la configuration de décharge est plus difficile à déterminer et la répartition précise des charges sur les deux surfaces n'étant pas connue, des résultats satisfaisants nécessiteraient un travail additionnel considérable. A défaut de pouvoir réaliser cette étude analytique, il est possible d'utiliser l'équation de Pauthenier [88] pour estimer la densité surfacique de charge maximale que peut accumuler une particule isolée dans l'air à sa surface. La densité surfacique de charge maximale est exprimée par l'équation suivante :

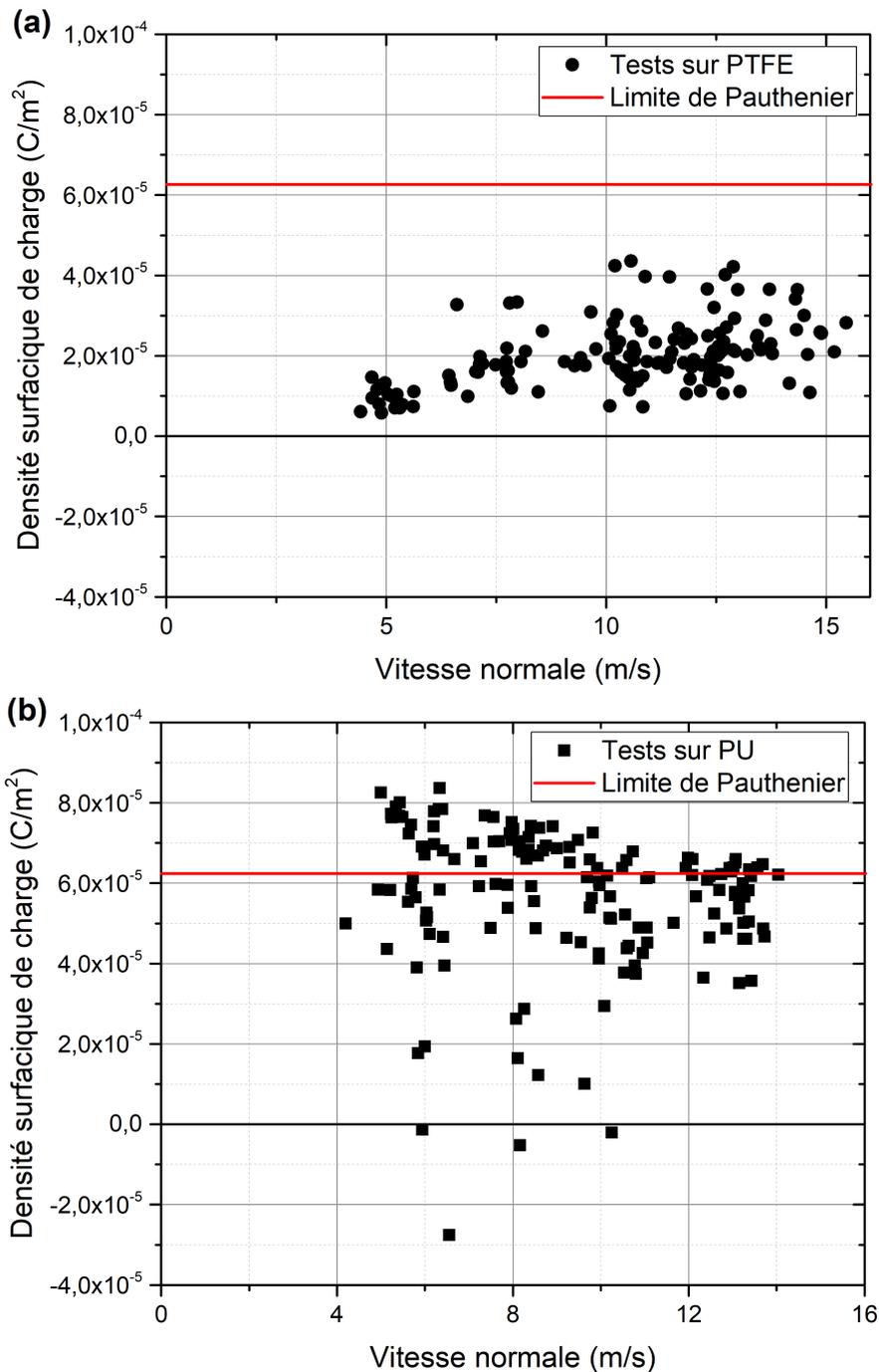
$$|\sigma_M| = \epsilon_0 \frac{3\epsilon_{rp}}{\epsilon_{rp} + 2} E_0 \quad (\text{III.8})$$

où  $\epsilon_0$  est la permittivité du vide,  $\epsilon_{rp}$  est la permittivité relative de la particule et  $E_0$  est la rigidité diélectrique de l'air (approximativement  $3 \times 10^6$  V/m dans les conditions normales de température et de pression). La permittivité relative d'un verre sodocalcique peut varier entre 7,3 et 7,6 [89]. En utilisant une valeur moyenne pour la permittivité relative du verre, la valeur maximale de la densité surfacique de charge dans le modèle de Pauthenier est de  $6,25 \times 10^{-5}$  C/m<sup>2</sup>.

La limite de Pauthenier obtenue ici est une approximation qui néglige plusieurs mécanismes potentiellement importants. D'une part, le modèle ne prend pas en compte la mobilité des charges à la surface de la particule et de la cible. Dès le transfert de charge lors du contact, les charges transférées ont tendance à s'étaler sur les surfaces chargées avec une mobilité dépendant de la conductivité de surface et de la permittivité relative de chaque matériau, ainsi que des conditions environnementales. Ceci a pour effet de réduire le champ électrique et la probabilité de l'occurrence d'une décharge. Cependant, l'équation de Pauthenier est définie pour une particule isolée dans l'air, et dans le cas présent, des densités de charge de polarité opposée se trouvent à la surface de la bille et de la cible. Ceci a pour effet d'augmenter le champ électrique dans l'air séparant les deux surfaces, et favorise l'occurrence de la décharge électrique par rapport au cas de la particule isolée.

La densité surfacique de charge est calculée pour chaque essai à partir des mesures de courant et de la surface de contact estimée (équation III.7). Le résultat est représenté pour le PTFE et le PU en fonction de la vitesse normale (figures III.11 (a) et (b)), en comparaison de la limite de Pauthenier calculée auparavant. La densité surfacique de charge accumulée par la bille lors de l'impact contre le PU est du même ordre de grandeur que la limite de Pauthenier, ce qui suggère que des phénomènes de décharges électriques limitent effectivement la valeur maximale de charge que la bille peut acquérir lors du contact avec ce type de cible. Certains tests montrent une densité légèrement plus élevée, ce qui illustre le caractère indicatif de cette limite qui néglige plusieurs aspects mentionnés auparavant. Les densités de charges observées dans le cas du PTFE sont plus faibles comparativement, ce qui est cohérent avec l'absence de limite similaire sur le PTFE. Des tests ont été mis en place pour essayer de démontrer l'occurrence d'une décharge électrique dans le cas du PU, d'une part à l'aide d'un montage optique utilisant une caméra intensifiée (ICCD), et d'autre part à l'aide d'une mesure avec un oscilloscope à large bande passante sur une antenne placée à l'intérieur de la cage de Faraday. Aucune des deux méthodes n'a donné de résultat concluant.

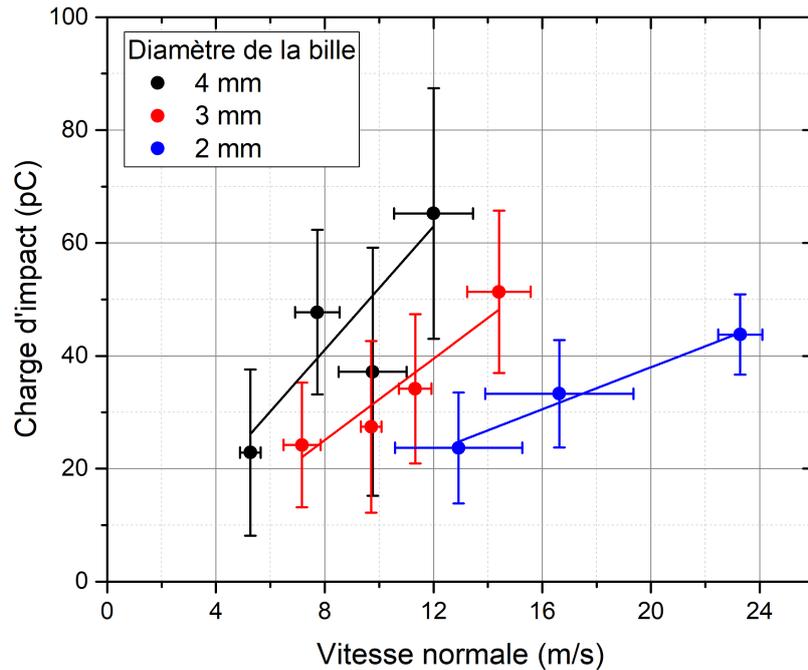
Il est intéressant de remarquer que la densité surfacique de charge estimée n'est pas



**Figure III.11** – Densité surfacique de charge en fonction de la vitesse normale pour les essais réalisés contre (a) une cible en PTFE et (b) une cible en PU. La limite de Pauthenier de densité surfacique de charge maximale est représentée en rouge.

constante en fonction de la vitesse normale pour les deux matériaux, elle augmente et diminue légèrement respectivement pour le PTFE et le PU, ce qui est soit le signe que d'autres paramètres dépendant du réglage de pression ont un effet significatif sur la charge d'impact, soit le signe d'une erreur liée aux approximations faites dans la description mécanique. Les effets de la vitesse tangentielle sur le PTFE discutés dans la partie III.2.2 montrent que la vitesse tangentielle joue en effet un rôle dans la charge d'impact mesurée.

Les tests où la bille acquiert une densité surfacique de charge significativement plus faible dans le cas de la cible en PU (densité surfacique inférieure à  $2,5 \times 10^{-5}$  C/m<sup>2</sup>) soulèvent une autre question par rapport à ces résultats. Ils ne montrent pas de corrélation avec les paramètres expérimentaux contrôlés. Ils pourraient être soit le résultat d'inhomogénéités



**Figure III.12** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale de la bille contre une cible en PTFE pour des billes de diamètres de 2, 3 et 4 mm.

mécaniques et/ou chimiques sur la surface des billes ou de la cible, soit le résultat d'une décharge électrique plus importante. Le fait qu'une polarité inverse puisse être observée suggère plutôt que ces résultats sont dus à des inhomogénéités car une décharge électrique ne devrait pas résulter en un inversion de la polarité de la charge mesurée. Le fait que ces tests apparaissent pour les vitesses d'impact les plus faibles de l'intervalle de valeurs étudié pourrait de plus impliquer les propriétés de rugosité de surface. En effet, une déformation plus importante de la surface pourrait annuler en partie les effets d'aspérités importantes sur le chargement triboélectrique.

### III.2.1.3 Influence du diamètre de la bille sur le chargement triboélectrique

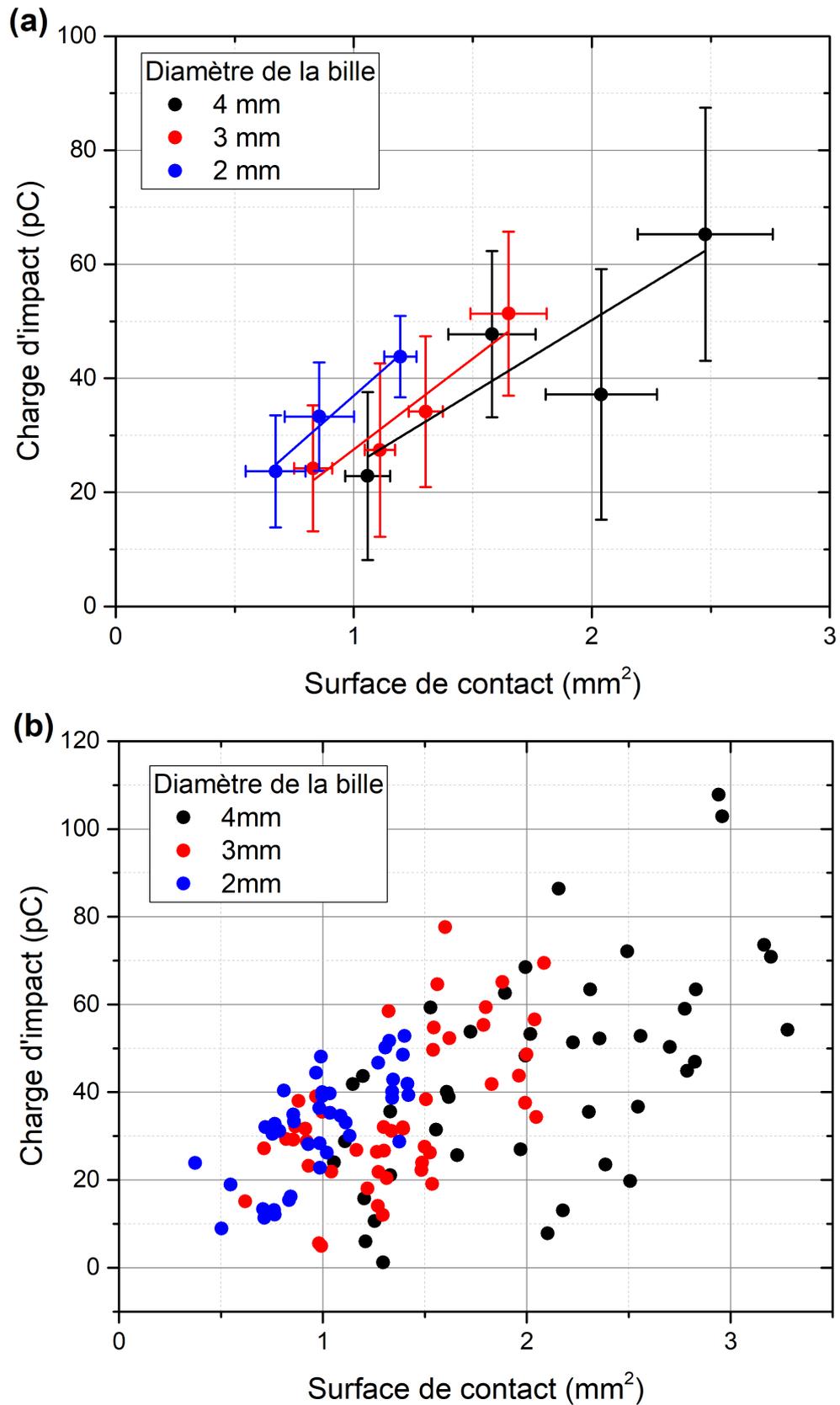
Une campagne d'essais sur des billes de plusieurs diamètres a été réalisée pour étudier les effets de la surface de contact sur le chargement triboélectrique. Les billes de verre sodocalcique utilisées dans le reste du travail de cette thèse n'étant pas disponibles dans d'autres diamètres, des billes de verre borosilicates de 2, 3 et 4 mm de diamètre ont été utilisées à la place. Des tests préliminaires ont confirmé que le comportement triboélectrique d'une bille de verre borosilicate dans le dispositif expérimental est similaire à celui des billes de verre sodocalcique en terme d'ordre de grandeur des charges d'impact mesurées et de la forme des mesures de courant (voir partie IV.1.3).

Lors de leur utilisation dans le système, les billes de plus petit diamètre sont propulsées avec une vitesse plus importante pour une pression d'entrée identique en raison de leur masse plus faible. Pour obtenir des gammes de vitesse comparables, le gamme de pressions utilisées sur les billes de 2 mm a été adaptée dans la limite des conditions d'utilisation du système, entre 1 et 3 bars. La figure III.12 montre la charge d'impact mesurées en fonction de la vitesse normale à l'impact aux trois diamètres considérés contre une cible en PTFE.

La charge d'impact évolue linéairement avec la vitesse normale pour les trois types de billes, mais à vitesse normale équivalente, une bille de diamètre plus grand acquiert une charge d'impact plus élevée en moyenne. La pente des différentes séries augmente

également avec le diamètre de la bille. Comme la surface de contact dépend du diamètre et de la masse de la bille à travers la déformation lors de l'impact, la représentation des résultats en fonction de la vitesse normale ne permet pas de comparer les résultats pour des surfaces de contact équivalentes. Pour obtenir une comparaison plus adaptée, la surface de contact correspondant à chaque essai est estimée à partir de la formule (III.7), et les résultats obtenus sont présentés dans la figure III.13.

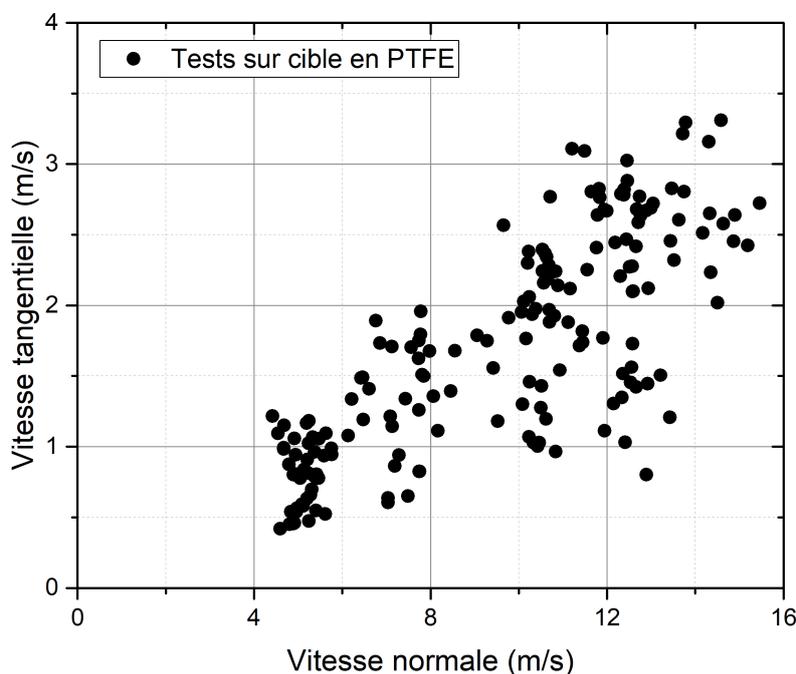
La courbe de charge d'impact moyenne pour sur les trois séries statistiques en fonction de la surface de contact est comparable, la déviation standard des différentes mesures permettant d'expliquer les différences observées. De plus, le coefficient directeur pour les différents diamètres de bille prend des valeurs relativement proches. La dispersion des différentes séries varie cependant significativement, pour une dispersion maximale avec un diamètre de 4 mm. Les données présentées pour chaque test individuel illustre bien l'augmentation importante de la dispersion des résultats (voir figure III.13 (b)). L'évolution de la dispersion avec le diamètre peut être expliquée par le comportement des billes à l'intérieur du lanceur pneumatique et du jet d'air. Malgré ces différences, la distribution des valeurs des trois séries montre un bon recouvrement, ce qui confirme l'importance de la surface de contact dans l'analyse du chargement triboélectrique des billes de verre.



**Figure III.13** – Charge d'impact en fonction de la surface de contact contre une cible en PTFE pour des billes de diamètres de 2, 3 et 4 mm. (a) Les valeurs moyennes pour chaque réglage de pression sont représentées dans les mêmes conditions que la figure III.12. (b) Pour la même série de points, la charge d'impact mesurée pour chaque test individuel est présentée.

### III.2.2 Influence de l'angle d'impact et de la vitesse tangentielle de la bille sur le chargement triboélectrique

Jusqu'à présent, l'augmentation de la charge d'impact lors de la variation de la vitesse d'impact a été interprétée comme une conséquence de l'évolution de la composante normale de la vitesse et la déformation résultante, de manière analogue à ce qui est réalisé couramment dans la littérature scientifique (voir partie I.2.2.2). Il peut être difficile cependant de séparer la contribution de la composante normale et de la composante tangentielle de la vitesse dans ces essais. En effet, la figure III.14 révèle que ces deux composantes de la vitesse ne sont pas des paramètres indépendants. Les deux composantes sont reliées par la tangente de l'angle d'impact, à la dispersion entre les essais correspond à  $\pm 4^\circ$  autour de l'angle de réglage  $\theta_S$  près, et sont donc fortement corrélées. Les effets de la composante tangentielle de la vitesse sont donc indiscernables de ceux de la composante normale pour les essais présentés auparavant.



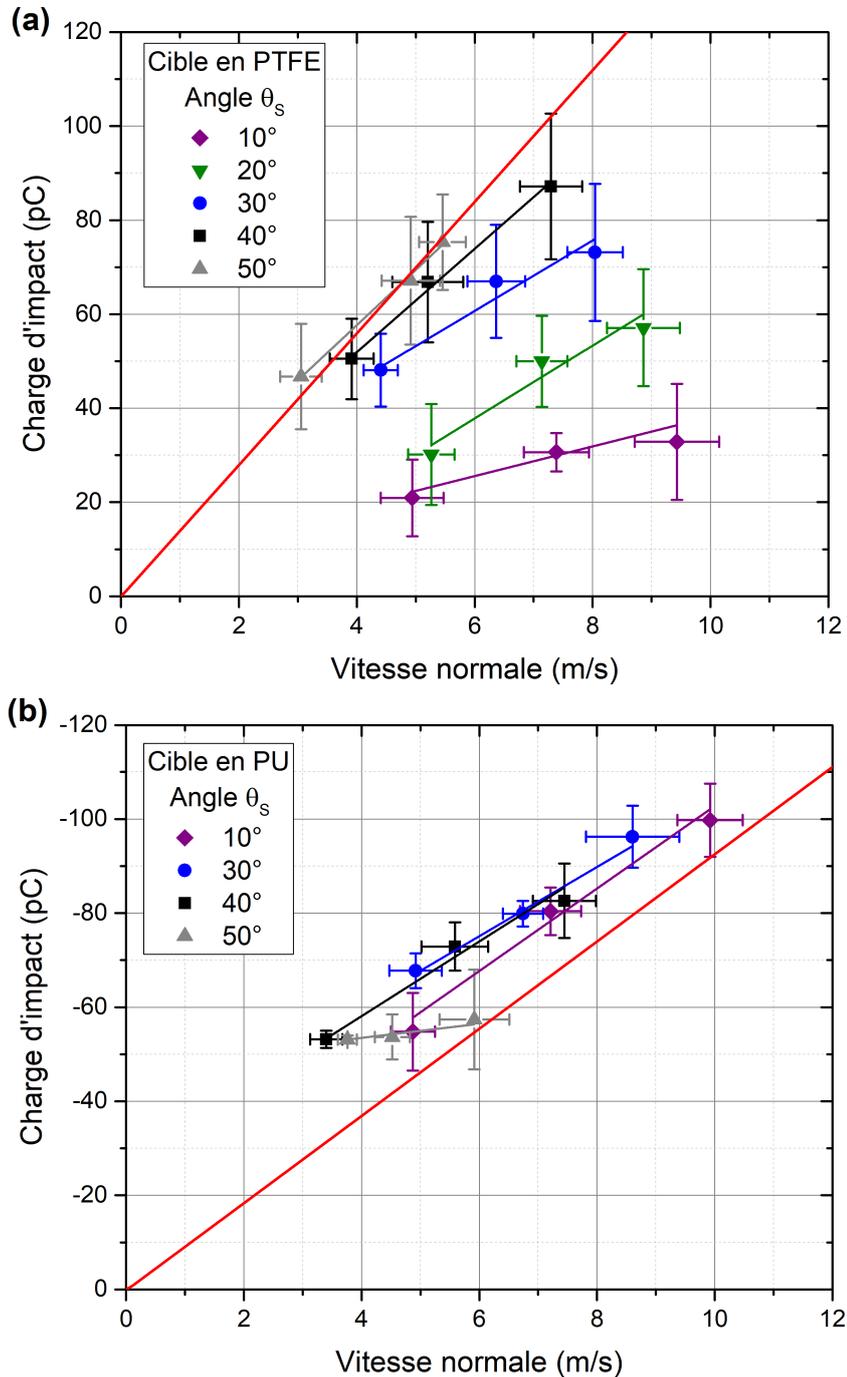
**Figure III.14** – Relation entre la composante normale et la composante tangentielle pour chaque essai réalisé contre la cible en PTFE dans la série de mesures représentées sur la figure III.7.

Pour séparer ces deux contributions, l'orientation de la cible est modifiée afin de changer le rapport entre les deux composantes de la vitesse, et permettre de comparer des essais où seule la composante tangentielle varie. Des séries d'essais ont été réalisées pour les deux matériaux cibles, avec des angles de réglage entre  $10^\circ$  et  $50^\circ$ . Les résultats obtenus sont présentés dans les figures III.15 (a) et (b), avec la limite de Pauthenier calculée à partir de la relation entre la vitesse normale et la surface de contact avec l'équation (III.7).

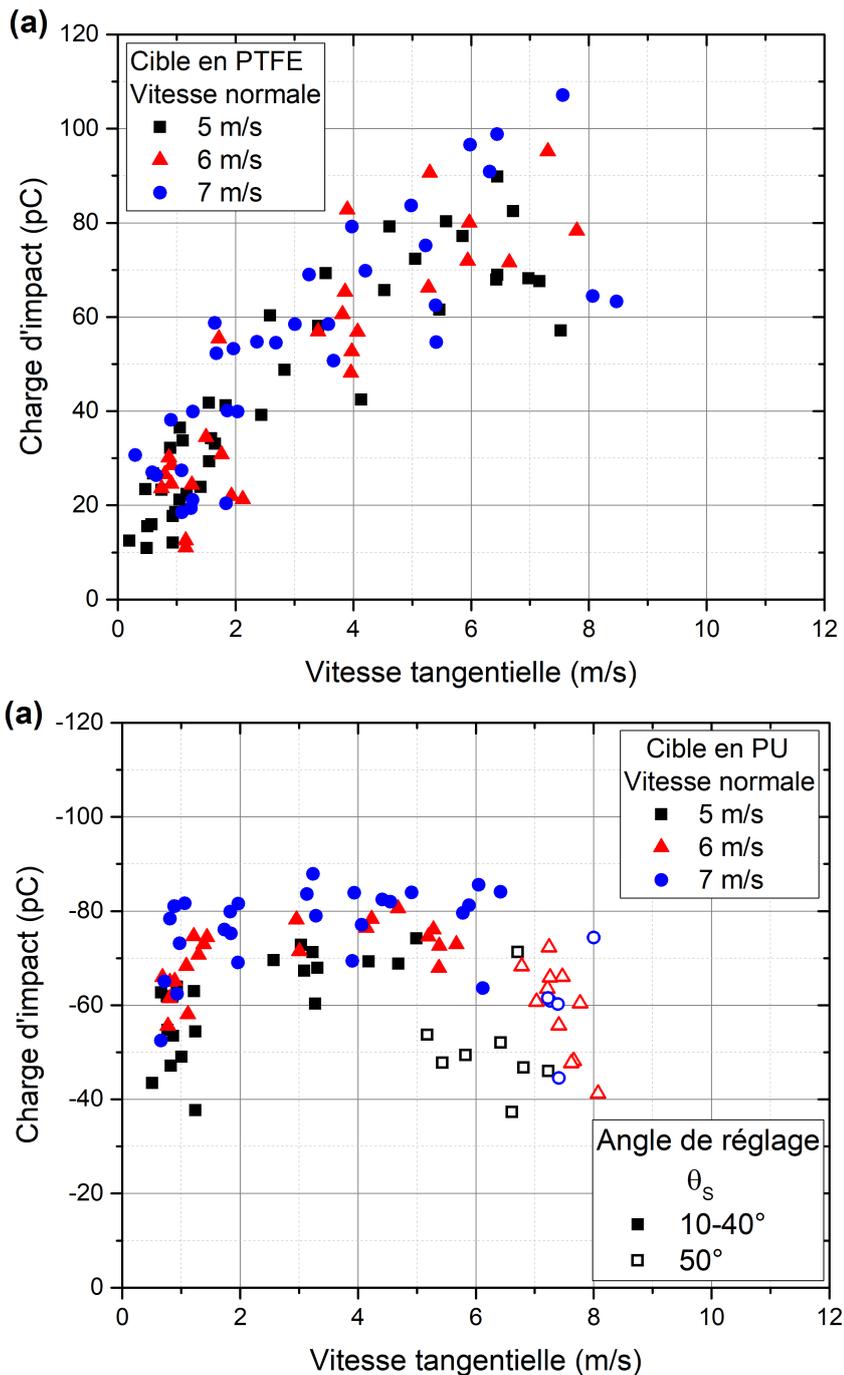
Deux comportements différents sont visibles entre la cible en PTFE et la cible en PU :

- Pour la cible en PTFE, la charge d'impact de la bille augmente considérablement pour les angles d'impact plus élevés. Cette augmentation n'est pas linéaire et une saturation semble commencer à apparaître au-delà de  $40^\circ$ . Ce ralentissement pourrait être expliqué par le fait que le niveau de charge d'impact se rapproche de la limite de Pauthenier.
- Pour la cible en PU, les résultats sont très légèrement affectés par l'augmentation de l'angle d'impact pour les angles de réglages inférieurs à  $50^\circ$ . La charge d'impact mon-

tre un comportement radicalement différent pour les essais à 50° avec une diminution de la valeur absolue de la charge et une augmentation de la dispersion des résultats.



**Figure III.15** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour des angles de réglages entre 10 et 50°, (a) contre une cible en PTFE et (b) contre une cible en PU. La limite de Pauthenier est représentée par la ligne rouge, à partir de l'estimation de la surface de contact calculée avec la formule (III.7).



**Figure III.16** – (a) Charge d'impact en fonction de la vitesse tangentielle de la bille pour des séries de points à vitesse normale similaire sur la cible en PTFE. Ces résultats sont obtenus à partir de la série d'essais représentée sur la figure III.15, et sont constitués d'essais réalisées avec toutes les orientations de la cible. Chaque série de point est constituée des essais dont la vitesse normale appartient à l'intervalle correspondant à la valeur  $\pm 0.5$  m/s (b) Mêmes résultats pour la cible en PU.

Ces deux ensembles de résultats sont représentés en fonction de la composante normale de la vitesse pour les différentes orientations de la cible, mais il est possible de les convertir pour mettre en évidence directement les effets de la composante tangentielle de la vitesse sur la charge d'impact de la bille à vitesse normale constante. Pour ce faire, les tests montrant une vitesse normale appartenant à un intervalle restreint autour de différentes valeurs choisies ont été regroupés. Des intervalles de  $\pm 0,5$  m/s ont été retenus pour ces essais (soit une différence de vitesse normale d'un maximum de 1 m/s entre les essais). Des valeurs médianes de vitesse normale sont utilisées car ce sont les valeurs pour lesquelles

chaque orientation de cible est représentée, les valeurs extrêmes correspondant à des angles extrêmes. Ces résultats sont représentés sur les figures III.16 (a) et (b).

Dans le cas de la cible en PTFE, l'augmentation de la charge d'impact avec la vitesse tangentielle apparait nettement. Les courbes pourraient également indiquer le début de saturation observé mais il serait pertinent d'obtenir des résultats pour des orientations de cibles plus élevées pour confirmer cela. Le comportement de la charge d'impact observé est en accord avec les résultats rapportés par Matsuyama et al. lors d'expériences sur des billes de PTFE en impact contre une cible métallique en aluminium [55]. Les niveaux de charge d'impact mesurés au cours des essais sont par ailleurs très proches quantitativement de ceux observés par Matsuyama et al., ce qui est intéressant du fait de la différence entre les deux configurations d'étude, d'une part une interaction bille de verre/cible en PTFE et d'autre part une interaction bille de PTFE/cible en aluminium. Il est probable que le procédé de fabrication d'une bille et d'une plaque en PTFE implique des procédés d'usinage très différents, et ce constat suggère que les propriétés triboélectriques du PTFE sont peu influencées par les propriétés de surface. Ema et al. ont aussi rapporté une augmentation de la charge d'impact avec l'angle de la cible lors de l'étude de billes de verre en impact contre une cible métallique, mais la tendance d'augmentation n'est pas la même par rapport à celle observée dans cette étude, avec une pente qui augmente lorsque l'angle augmente [53]. Ema et al. observent de plus un changement de comportement conduisant à une diminution de la charge au-delà de  $60^\circ$ , mais il n'a pas été possible de réaliser des essais avec un angle de réglage supérieur à  $50^\circ$  pour vérifier cette tendance.

La figure III.16 (a) montre également que les effets de la vitesse normale sur ces résultats sont peu visibles. Seule une augmentation marginale de la charge d'impact en moyenne apparait entre les essais à 5 m/s et à 7 m/s. Ce résultat est important car il souligne le fait qu'une partie non-négligeable de la variation de charge d'impact observée auparavant dans la figure III.7 est en réalité liée à l'augmentation de la composante tangentielle de la vitesse. En effet, dans le cadre de la série d'essais sur la vitesse d'impact, la composante tangentielle de la vitesse varie entre 0.5 et 3 m/s environ (voir figure III.14). Ceci correspond à une variation de charge d'impact entre 20 pC et 50 pC en moyenne sur la figure III.16 (a), ce qui représente une partie significative de l'augmentation de la charge d'impact dans la figure III.7. L'effet de la vitesse tangentielle sur le chargement triboélectrique est donc plus important quantitativement dans ces essais que l'effet de la vitesse normale.

Dans le cas de la cible en PU, la figure III.16 (b) confirme bien l'absence d'effet significatif de la vitesse tangentielle sur la charge d'impact tant que l'angle de réglage reste inférieur à  $50^\circ$ . Masui et al. ont rapporté un comportement similaire où la charge d'impact n'est pas affectée par la composante tangentielle de la vitesse avec des billes de Nylon et de PMMA en impact contre une cible métallique [54]. Deux hypothèses peuvent expliquer cette absence d'effet :

- Une différence de comportement mécanique lors de l'impact de la bille entre la cible en PU et la cible en PTFE. Des propriétés de rugosité différentes pourrait par exemple expliquer le fait que les effets de la vitesse tangentielle sont uniquement observés sur le PTFE.

- La limite de charge maximale observée auparavant sur la figure III.16 (b). Toute augmentation de la charge liée à la vitesse tangentielle pourrait être masquée par la limite de charge maximale. La limite de Pauthenier représentée sur la figure III.15 illustre bien ce point.

Des essais supplémentaires semblent supporter cette seconde hypothèse. Pour ce faire, une cible de PU montrant des valeurs de charge impact moyenne plus faibles sous les mêmes conditions par rapport aux cibles généralement étudiées a été utilisée. La charge d'impact mesurée sur cette cible pour deux angles de réglages de  $10^\circ$  et  $30^\circ$  augmente avec la composante tangentielle de la vitesse. Ceci supporte l'idée que la charge d'impact observée dans la figure III.16 (b) est effectivement limitée par l'occurrence de décharges électriques lorsque la vitesse tangentielle augmente. Les différences entre cette cible particulière de PU et les cibles utilisées par ailleurs dans ce travail de thèse n'est cependant pas connue, il se pourrait donc que le résultat observé ne soit pas généralisable au cas étudié ici. Toutes les informations concernant ces essais ont été consignés dans l'annexe E.

La figure III.16 (b) permet également d'observer les effets de la vitesse normale sur la charge d'impact et la limite de charge maximale. Parmi les essais réalisés avec un angle de réglage inférieur à  $50^\circ$ , les tests correspondant aux vitesses tangentielles les plus faibles montrent une plus grande dispersion que les autres tests, avec des valeurs de charge d'impact mesurées plus faibles. Ce résultat pourrait être un indicateur du fait que la charge augmente avec la vitesse tangentielle mais que la limite de charge maximale masque cette variation.

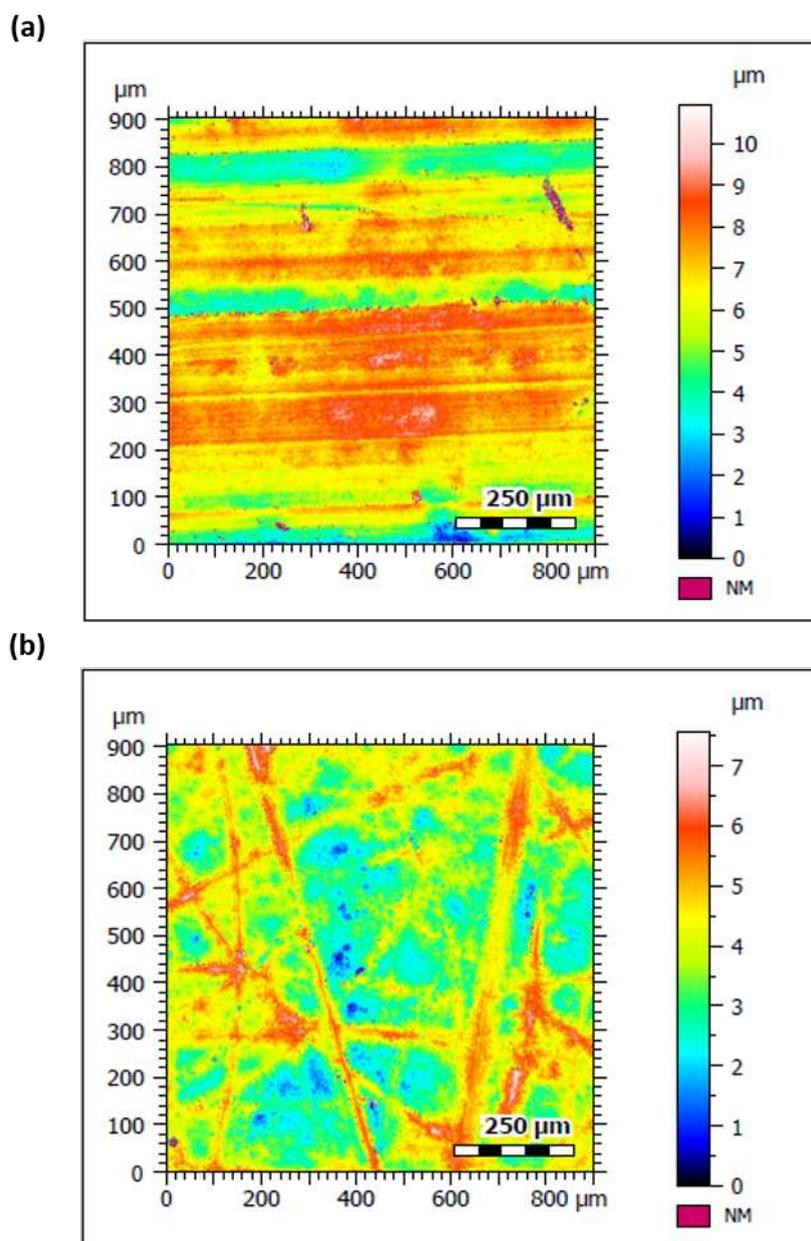
Plusieurs hypothèses peuvent être formulées pour expliquer les effets de la composante tangentielle de la vitesse sur la charge d'impact mesurée contre le PTFE :

- La durée de l'impact pourrait augmenter lorsque l'incidence de la trajectoire est plus rasante par rapport à la cible. Pour vérifier cette hypothèse, une caméra ultra-rapide a été utilisée avec le montage à une fréquence d'acquisition de 150 000 Hz pour réaliser une mesure optique de la durée de contact (voir annexe C). La durée de contact pour une vitesse de 5 m/s est mesurée en moyenne à  $50 \mu\text{s} \pm 5 \mu\text{s}$ . Aucune différence significative de durée de contact n'est mesurée lorsque l'angle est augmenté. De plus, lorsque la vitesse de la bille augmente, la durée de contact diminue légèrement et est mesurée à  $40 \mu\text{s}$  en moyenne. Or la charge d'impact augmente malgré cette diminution de la durée de contact, il est en définitive peu probable que cette explication puisse être responsable des différences importantes de charge d'impact mesurées à des angles de réglages élevés considérant l'absence de variation significative du temps de contact pour un angle d'impact plus important.
- La surface de contact pourrait augmenter du fait de l'incidence oblique par rapport à la cible (indentation ellipsoïdale) ou d'un phénomène de roulement/glisement sur la surface comme suggéré dans l'article de Ema et al. [53]. Cette hypothèse paraît peu probable dans le cas présent, car la surface considérée devrait être multipliée par 3 ou 4 pour expliquer les variations observés entre  $10^\circ$  et  $50^\circ$  dans le cas du PTFE. De plus, une augmentation de la surface de contact devrait causer une augmentation de la charge sur le PU également car la limite de charge maximale observée est liée à la densité surfacique de charge. Un autre argument contre l'hypothèse de roulement provient de la rotation de la bille, détaillée dans la partie III.1.3. Le sens de rotation peut être opposé entre différents tests, ce qui devrait impacter significativement tout roulement le long de la surface de la bille. La dispersion des résultats devrait être fortement impactée par cela, or les résultats sur le PTFE montrent à l'inverse une diminution de la dispersion relative des résultats avec l'augmentation de l'angle de réglage de la cible (cette diminution est liée à la saturation de la charge d'impact au-delà de  $40^\circ$ ).

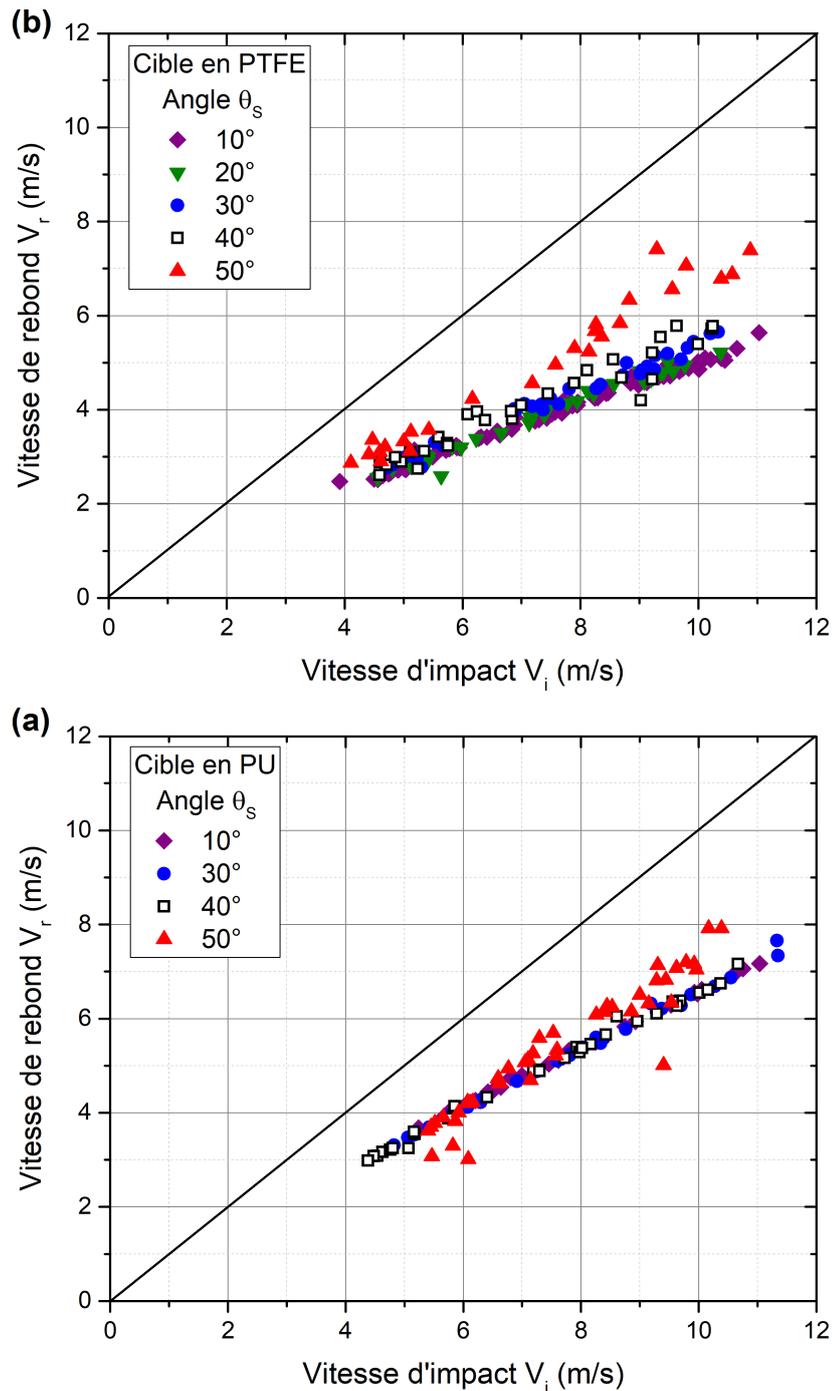
- La surface de contact réelle entre deux solides est généralement inférieure à la surface de contact apparente en raison de la rugosité des deux surfaces en contact. En effet, le contact entre les deux solides se produit au niveau des aspérités de surface les plus grandes. Une augmentation de la vitesse tangentielle pourrait accroître la surface de contact réelle en déformant les aspérités par le glissement des surfaces l'une sur l'autre par exemple. C'est l'hypothèse qui a été retenue par Matsuyama et al. [55]. Il est attendu dans le cadre de cette hypothèse que l'augmentation de la surface de contact réelle par l'augmentation de la vitesse tangentielle atteigne une valeur maximale de saturation, ce qui serait en accord avec le début de saturation observé sur les résultats de la figure III.15 (a). Cette hypothèse soulève une autre question sur l'absence d'effet de la vitesse tangentielle sur la charge d'impact contre le PU. Une augmentation de la surface de contact réelle devrait causer une variation visible de la charge d'impact contre le PU malgré la limite de densité surfacique de charge maximale. Il est possible cependant que les conditions de rugosité des deux matériaux soient différentes et que le concept de surface de contact réelle ne soit pas pertinent dans l'étude du PU.
- L'énergie disponible au niveau du contact pourrait être augmentée par la vitesse tangentielle et favoriser ainsi un mécanisme de transfert de charge particulier. Bowden et Tabor proposent un mécanisme où le frottement localisé cause un échauffement de la surface qui pourrait amplifier le transfert de charge. Des études ont également montré qu'une augmentation de la vitesse de frottement entre deux surfaces peut accroître la charge échangée [74]. D'autre part, le transfert de matière est un exemple de mécanisme qui pourrait être favorisé par une vitesse tangentielle élevée. Ce mécanisme de transfert de charge connaît un regain d'intérêt récent notamment dans le cas de chargement triboélectrique impliquant le PTFE [34]. Les échanges de charges liés à la présence de mécano-radicaux pourraient de même être renforcés par un frottement plus important car ils nécessitent des ruptures de liens chimiques en surface [36, 38].

Les deux dernières hypothèses paraissent les plus probables pour expliquer les résultats observés. Des mesures de rugosité des cibles en PTFE et en PU ont été réalisées par interférométrie pour obtenir plus d'informations sur les conditions des matériaux étudiés. La topographie mesurée correspondante est représentée dans les figures III.17 (a) et (b) respectivement pour le PTFE et le PU. L'ordre de grandeur des aspérités est similaire sur les deux matériaux (entre 5 et 10  $\mu\text{m}$ ), le paramètre  $S_a$  caractérisant la hauteur moyenne arithmétique des aspérités ayant une valeur de 1,154  $\mu\text{m}$  pour le PTFE et 0,787  $\mu\text{m}$  pour le PU. En comparaison de ces valeurs, la rugosité du verre est beaucoup plus faible, la surface de contact réelle sera donc essentiellement déterminée par la rugosité du polymère contacté. Malgré des tailles d'aspérités similaires, la forme des aspérités est significativement différente entre le PTFE et le PU. La rugosité montre une organisation sur le PTFE liée au procédé d'usinage, avec des aspérités orientées dans la même direction. Dans le cas du PU, la rugosité est plus aléatoire et montre des aspérités en formes de stries moins compactes. Cette rugosité pourrait expliquer les phénomènes de décharge électrique étant donné que les points de contact sont plus espacés, laissant potentiellement de l'air entre les zones chargées.

Pour finir, les essais réalisés à un angle de réglage de 50° sur la cible en PU révèlent un changement de comportement lorsque l'orientation de la cible par rapport au plan horizontal devient trop importante. Ce comportement peut être expliqué par la comparaison entre la vitesse après impact et la vitesse avant impact en-dessous et au-dessus de cet angle de réglage. Comme précisé dans la partie III.1.2, le rapport entre ces deux vitesses définit le coefficient de restitution d'énergie en fonction de la vitesse d'impact. Dans le dispositif expérimental, cette relation est linéaire et observable de manière robuste avec une très faible dispersion sur tous les essais réalisés avec un angle de réglage de 10°. Cette relation est représentée pour la série de tests de la figure III.15 (a) et (b) pour les différentes orientations de cible sur la figure III.18 pour le PTFE et le PU.



**Figure III.17** – Image de la topographie de (a) une cible en PTFE et (b) une cible en PU réalisée par interférométrie.



**Figure III.18** – (a) Relation entre la vitesse après impact et la vitesse avant impact pour les différents angles de réglages étudiés sur une cible en PTFE. (b) Mêmes résultats pour une cible en PU.

Les résultats sur le PU suivent bien la relation linéaire présentée dans la partie III.1.2 en dessous d'un angle de réglage de 50°. Pour les essais à 50°, la vitesse après impact ne suivent plus la même tendance linéaire et les résultats deviennent moins reproductibles, avec plus de variabilité dans la valeur de la vitesse après impact. Ceci montre que l'interaction mécanique entre la bille et la cible change, l'énergie dissipée par les mécanismes inélastiques étant plus faible. Cette diminution se traduit probablement par une déformation moins importante ce qui est cohérent avec la diminution de la charge d'impact observée sur la figure III.16 (b). La dispersion plus importante de la vitesse après impact dans cette situation indique que l'interaction mécanique est moins stable lorsque l'angle d'impact est trop important.

Les résultats sur le PTFE représentés sur la figure III.18 (a) montrent qu'une évolution similaire est visible sur le PTFE au-delà d'un angle de réglage de 30°, avec un décrochage de la vitesse après impact par rapport à la tendance linéaire qui devient très significatif pour les angles de réglages 40 et 50°. Il est possible que ce phénomène résulte également en une diminution de la charge d'impact sur le PTFE, qui serait masquée par l'augmentation de la charge causée par l'accroissement de la vitesse tangentielle.

### III.3 Étude du chargement triboélectrique du verre contre des cibles de plusieurs matériaux

En plus des informations obtenues au cours des mesures sur le PTFE et le PU, trois autres matériaux cibles ont été étudiés pour observer leur comportement triboélectrique général dans le dispositif :

- Le polyéthylène haute-densité (PE). Le PE est un matériau exhibant en général des propriétés triboélectriques assez stables. Bien que comparable en terme de rigidité mécanique par rapport aux deux autres matériaux, le PE possède un module d'Young plus élevé.
- Deux autres types de PU de dureté moins importante. Ces PU ont été choisis pour permettre une comparaison en trois cibles du même matériau ayant des caractéristiques mécaniques différentes. Les trois PU sont obtenus auprès du même fournisseur et sont caractérisés par leur dureté shore A, pour des valeurs 80, 90 et 99 par ordre de rigidité mécanique croissante respectivement. Le PU 99 est le matériau cible utilisé dans les autres études de ce document. Les échelles de dureté n'étant pas linéaires, le PU 99 est significativement plus rigide mécaniquement que les deux autres PU (740 MPa en comparaison de 47,5 MPa et 27 MPa au cours des mesures). La composition chimique précise des différents PU n'est pas connue et leur couleur diffère, il est donc possible qu'il y ait des différences dans leur composition chimique.

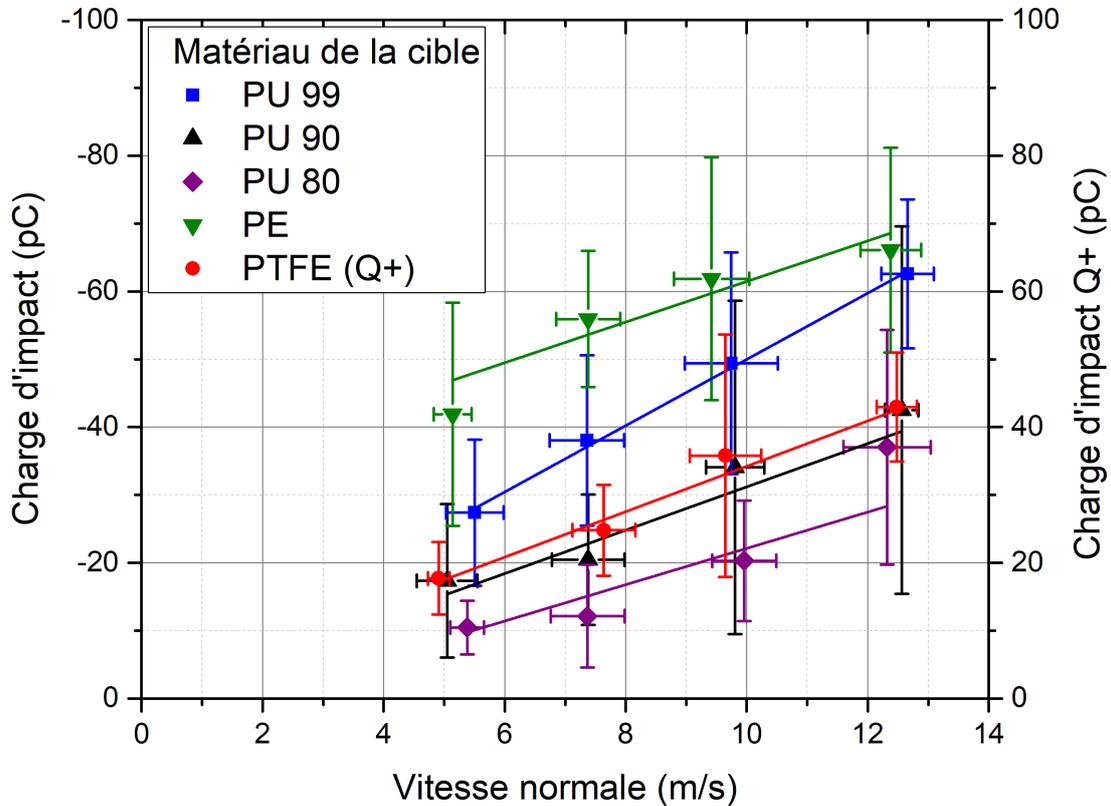
Les propriétés mécaniques des différents matériaux utilisés, obtenues au cours de mesures réalisées au laboratoire, sont présentées dans le tableau III.2. Plus d'informations peuvent être trouvées sur ces différents matériaux dans l'annexe A2.

**Tableau III.2** – Propriétés mécaniques des différents matériaux cibles et coefficient directeur de la régression linéaire des valeurs moyennes de charge d'impact.

Matériau	Module d'Young (MPa)	Dureté (Shore D)	Coefficient directeur
PE	2420	71	$-2,99 \times 10^{-12}$
PU 99	740	73,4	$-4,88 \times 10^{-12}$
PTFE	440	61,8	$3,35 \times 10^{-12}$
PU 90	47,5	39,2	$-3,19 \times 10^{-12}$
PU 80	27	31,5	$-2,68 \times 10^{-12}$

Des séries d'essais ont été réalisées pour chaque matériau cible pour un angle de réglage de 10°, sous conditions environnementales comparables de  $38\% \pm 2\%$  de RH en moyenne et à une température moyenne de  $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ . Les résultats sont présentés sur la figure III.19. Le PTFE est le seul matériau cible contre lequel la charge d'impact de la bille

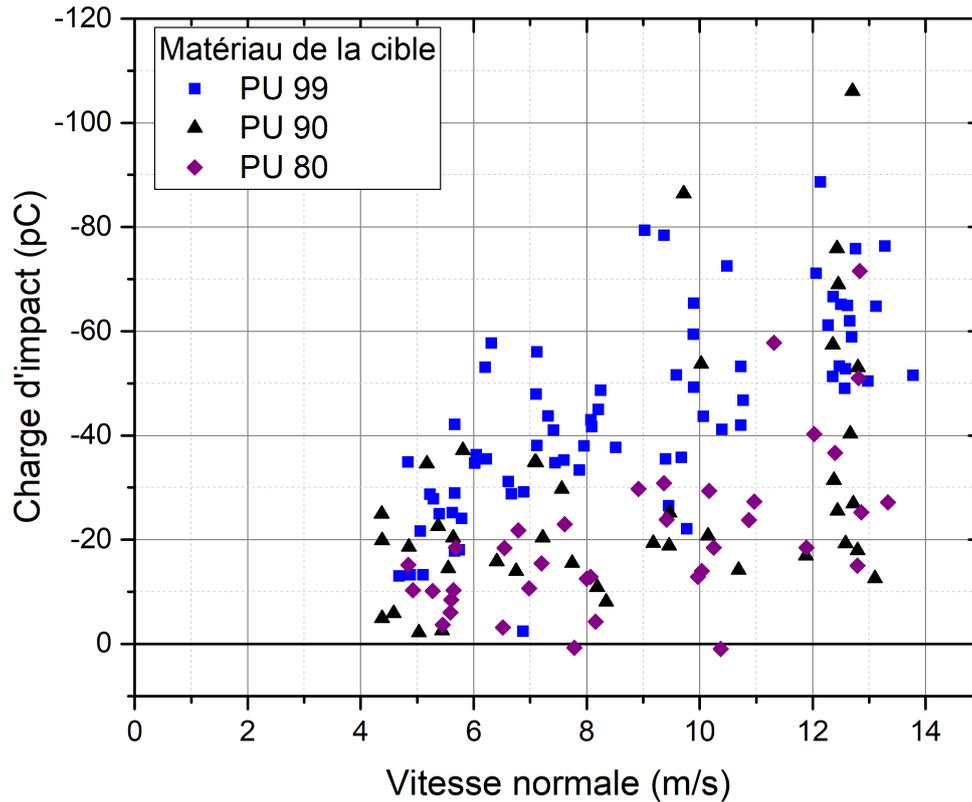
est positive. Il est représenté sur le second axe des ordonnées à droite du graphique. Attention, les essais ont été réalisés à une température plus élevée que la majorité des tests de cette étude (25° contre 22°). Un effet significatif de la température sur la charge d'impact a été observé et sera présenté dans le chapitre suivant dans la partie IV.2.2. Cet effet explique pourquoi les valeurs moyennes de charge d'impact sont plus faibles que celles mesurées dans la partie III.2 (cet effet est visible en particulier sur le PU).



**Figure III.19** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour des cibles de plusieurs matériaux. Les données sont représentées sous la forme de valeurs moyennes mesurées pour chaque réglage de pression, avec une régression linéaire pondérée par la déviation standard. Le PTFE est le seul matériau contre lequel une charge d'impact positive est mesurée, représentée sur l'axe de droite Q+. Les tests sont réalisés à un angle de réglage de 10°, pour une humidité relative de 38% ± 2% et une température moyenne de 25°C ± 1°C.

La valeur absolue de la charge d'impact mesurée sur les différents matériaux augmente par ordre croissant de module d'Young (voir III.2). Analysé uniquement à travers des considérations mécaniques, ce résultat impliquerait que le chargement triboélectrique augmente lorsque la rigidité mécanique augmente. Ceci privilégie des effets liés à l'intensité des contraintes au moment de l'impact par rapport à des effets liés à la surface de contact par déformation. Cette corrélation avec le module d'Young ne reflète par contre pas quantitativement les échelles de différences entre le module d'Young des différents matériaux, et les propriétés mécaniques des matériaux ne sont à priori pas les seuls paramètres déterminant ces valeurs de charges d'impact. En particulier, la nature chimique différente de ces matériaux peut influencer de manière considérable le niveau de charge d'impact mesuré. Il convient donc d'observer ce résultat avec précaution.

Le cas des différents types de PU est potentiellement plus pertinent car le monomère de la chaîne polymère qui compose les différents PU est le même. Les caractéristiques physico-chimiques de ces PU pourraient tout de même présenter des différences, mais elles sont à priori plus comparables que pour les autres matériaux. D'après le tableau III.2, le PU 80 et le PU 90 ont des propriétés mécaniques très proches, par rapport au PU 99 qui a une



**Figure III.20** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale pour les différents types de PU présentée pour chaque test individuellement.

rigidité mécanique significativement plus importante. La figure III.20 montre la charge d'impact pour chaque test individuel effectué sur les trois types de PU. La distribution des valeurs de charge d'impact mesurées révèle que les charges mesurées sur le PU 80 et le PU 90 sont globalement du même ordre de grandeur. La différence observée sur les valeurs moyennes est principalement causée par quelques essais minoritaires montrant une charge plus importante sur le PU 90. A l'exception de ces tests de charge plus importante, le comportement est ainsi assez similaire entre les deux types de PU les plus mous qui possèdent un module d'Young de valeur proche comparativement au PU 99. Dans l'hypothèse où seules les propriétés mécaniques diffèrent entre ces différents PU, ce résultat indiquerait que la bille acquiert plus de charge lorsqu'elle entre en impact contre un matériau plus rigide. Or pour une surface plus rigide, la surface de contact est plus petite. Ceci est valable dans le cadre de l'approximation élastique, et pourrait ne pas être vérifié lorsque des mécanismes inélastiques sont impliqués. Ce résultat contre-intuitif semble indiquer que lorsque des matériaux similaires sont comparés, l'intensité des contraintes à l'impact est un facteur plus important que la déformation des surfaces pour déterminer les niveaux de charges accumulés sur la particule par effet triboélectrique. Il n'a pas été possible d'étudier les propriétés chimiques de surface des différents PU de manière plus poussée dans le cadre de cette thèse, il est donc important de rappeler que d'autres paramètres pourraient expliquer les comportements observés.

D'autre part, les régressions linéaires des différents matériaux de la figure III.19 révèlent un coefficient directeur qui varie très peu en valeur absolue entre les matériaux, à l'exception du PU 99 (voir tableau III.2). Ce constat implique que la variation de la charge observée avec l'augmentation de la vitesse normale n'est pas déterminée de manière prédominante par la surface de contact à l'impact, car le module d'Young varie de manière importante entre les différents matériaux étudiés. La vitesse tangentielle étant corrélée avec la vitesse normale sur ces essais, le coefficient directeur des régressions linéaires pourrait être en réalité déterminé par les mécanismes physiques d'action de la vitesse tangentielle sur la

charge d'impact. Ces résultats suggèrent alors que les effets de la vitesse tangentielle varient peu entre les matériaux.

## III.4 Conclusion

L'influence des propriétés mécaniques sur le chargement triboélectrique a été étudiée dans ce chapitre à travers plusieurs campagnes d'essais. Les analyses se sont concentrées en particulier sur le chargement triboélectrique des billes de verre contre deux types de cibles en PTFE et en PU. Les résultats ont montré une corrélation linéaire entre la charge d'impact mesurée sur les billes et la vitesse d'impact de la bille.

Cette corrélation a été interprétée dans un premier temps comme la conséquence de l'augmentation de la surface de contact par déformation par analogie avec les travaux publiés dans la littérature. Masuda et al. ont montré en effet dans le cadre d'un modèle élastique-plastique que la surface de contact dépend linéairement de la composante normale de la vitesse à l'impact. Cette relation entre la vitesse normale et la charge d'impact est effectivement vérifiée pour les deux matériaux étudiés. Une analyse plus poussée du comportement triboélectrique des billes de verre contre le PU a révélé l'existence d'une limite de charge maximale dépendante de la vitesse normale par rapport à la cible. Ce phénomène a été identifié comme étant une limite sur la densité surfacique de charge liée à l'occurrence de décharges électriques dans l'air, en comparant les résultats à l'équation de Pauthenier. Cette limite n'est pas observée sur le PTFE. Des essais réalisés sur des billes de diamètre différent contre la cible en PTFE ont par ailleurs mis en évidence l'importance de la surface de contact dans les niveaux de charge mesurés.

Cette première série d'essais basée sur la variation de la vitesse d'impact ne permet cependant pas de différencier la contribution de la composante normale et de la composante tangentielle de la vitesse par rapport à la cible sur le chargement triboélectrique, car les deux composantes sont fortement corrélées pour un angle de cible fixe. Pour séparer ces deux effets, des essais ont été effectués en modifiant l'angle de réglage de la cible entre  $10^\circ$  et  $50^\circ$ . Les résultats obtenus ont révélé une augmentation importante de la charge mesurée sur les billes avec l'angle d'impact de la cible contre le PTFE. La charge d'impact semble montrer un début de saturation vers une valeur maximale autour de  $50^\circ$ , mais aucun essai n'a pas pu être réalisé avec un angle plus important pour confirmer cette observation. Ces résultats soulignent l'effet important de la composante tangentielle sur le chargement triboélectrique, quantitativement plus important que l'effet de la vitesse normale. Deux hypothèses principales ont été retenues pour expliquer ce phénomène : l'augmentation de la surface de contact réelle entre les deux solides limitée par la rugosité du PTFE d'une part, et la quantité d'énergie disponible plus importante lors du contact pour les mécanismes de transfert de charge (transfert de matière, mécano-radicaux/mécano-ions). A l'inverse, la charge d'impact ne montre pas de variation significative avec la vitesse tangentielle contre le PU. Ce résultat peut être expliqué soit par la limite de charge maximale, qui masquerait toute augmentation de la charge, ou par une configuration de contact qui ne serait pas dépendante de la vitesse tangentielle du fait des conditions de rugosité du PU. Des résultats obtenus sur une cible au comportement différent présentés en annexe E suggèrent que la vitesse tangentielle a un effet sur le chargement triboélectrique contre le PU mais que la limite de charge maximale ne permet pas de les observer.

Pour finir, des essais sur plusieurs autres matériaux de cibles ont été réalisés et ont montré qu'une corrélation entre le niveau de charge d'impact acquis par la bille en valeur absolue et la rigidité mécanique de chaque matériau. La charge d'impact mesurée est d'autant plus élevée que le module d'Young des matériaux est grand. Ce résultat ne tient cependant pas compte des différences de nature chimique de chaque matériau qui jouent un rôle important dans le chargement triboélectrique. Cependant, cette analyse est également valide pour trois types de PU de dureté variable, ce qui pourrait confirmer une corrélation

entre l'intensité des contraintes à l'impact et la charge générée. Il est possible en revanche que cette variation soit due à une différence dans l'état de surface des trois PU.

Sur la base de ces résultats, des campagnes d'essais ont été menées pour déterminer l'importance de certains paramètres chimiques et environnementaux potentiellement impliqué dans le chargement triboélectrique, tels que la composition chimique et l'état de surface des billes, les conditions d'humidité et de température et les effets d'additifs chimiques antistatiques en surface en fonction des conditions environnementales. Ces résultats seront présentés dans le dernier chapitre.

# Chapitre IV

## Caractérisation de l'influence des paramètres chimiques et environnementaux sur le chargement triboélectrique

Les analyses présentées dans le chapitre III ont montré les effets importants des conditions mécaniques de l'impact sur le chargement triboélectrique. En plus de ces effets causés par la configuration de contact, le chargement triboélectrique est également considérablement affecté par la nature des deux matériaux mis en contact, comme l'illustre le concept de séries triboélectriques (voir partie I.1.4).

Les quantités de charges accumulées après séparation sont en effet en partie caractéristiques de la paire de matériaux mis en contact. Certaines combinaisons de matériaux ont tendance à générer des quantités de charges plus importantes que d'autres. Le chargement triboélectrique dépend essentiellement des conditions locales au niveau de l'interface entre les deux solides pendant le contact et non pas des caractéristiques générales du matériau. Si la nature chimique volumique d'un matériau est plutôt bien défini, la surface d'un matériau peut être singulièrement modifiée du fait de son exposition à l'air, par contamination avec d'autres matériaux et à cause des conditions d'usinage du matériau par exemple. Il est donc nécessaire de prendre en compte ces conditions de surface pour comprendre les phénomènes de chargement triboélectrique qui se produisent dans un contexte industriel.

De plus, la partie I.2.2 de la revue bibliographique a montré les effets importants des conditions environnementales dans laquelle l'expérience est réalisée. Les conditions d'humidité et de température de l'air ambiant peuvent affecter le chargement triboélectrique de manière significative, c'est pourquoi le dispositif expérimental a été développé pour pouvoir contrôler les conditions expérimentales.

Dans cette partie, trois types de problématiques liées à ces considérations sont analysés à partir du dispositif expérimental développé dans la thèse :

- Dans un premier temps, les effets liés à la nature chimique et au pré-conditionnement des surfaces des billes de verre sont présentés.

- Les effets des conditions environnementales (humidité, température) sur le chargement triboélectrique sont ensuite étudiés.
- Pour finir, l'action d'additifs chimiques placés en surface des billes sur le chargement triboélectrique est mise en évidence, en tenant compte des considérations observées auparavant sur les effets de l'humidité relative.

## IV.1 Influence de l'état de surface des billes

### IV.1.1 Pré-conditionnement des billes

Pour étudier un état de référence, le traitement chimique de pré-conditionnement de la bille décrit dans la partie II.2.1 a été mis en place. Pour rappel, il se décompose en deux étapes : un lavage à l'éthanol et un passage d'une durée inférieure à 1 seconde dans une flamme de bec bunsen de 1400°C.

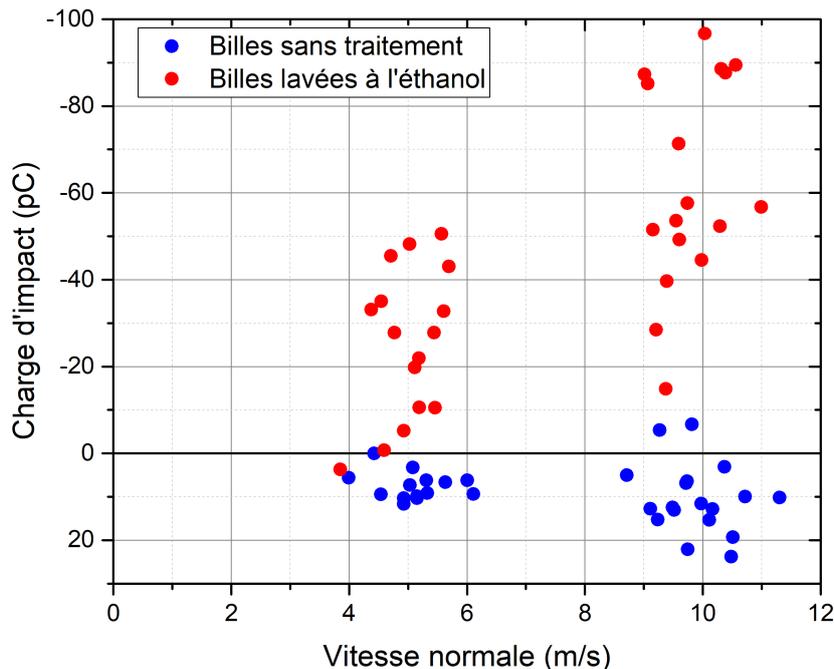
Comme précisé dans la description des deux étapes du traitement, l'objectif principal du traitement initial est de retirer les impuretés de la surface de la bille et de proposer un état de référence aux essais avec un comportement triboélectrique le plus reproductible possible. Pour cela, le traitement est répété sur toutes les billes avant chaque série d'essais. Le traitement chimique a également révélé un effet sur les propriétés de surface des billes qui affectent le chargement triboélectrique. Cet effet est présenté en détails dans la partie suivante IV.1.2.

L'importance de l'effet de ce traitement chimique initial sur les billes pour l'étude du chargement triboélectrique a d'abord été mis en évidence lors de premiers essais contre une cible en PU, qui montre une sensibilité particulière à la préparation des échantillons. Le premier nettoyage à l'éthanol a été réalisé dans un premier temps sans application de la flamme. Les mesures au cours d'un essai dans le dispositif après séchage à l'air libre révèlent une inversion de la polarité de la charge d'impact de la bille et une augmentation de la valeur absolue de ces charges, qui est mise en évidence sur la figure IV.1.

Attention, les billes présentées sur la figure IV.1 après lavage à l'éthanol ne sont pas équivalentes aux billes utilisées dans les autres parties de ce document. Elles n'ont pas encore subi le phénomène de stabilisation du comportement triboélectrique des billes de verre contre le PU décrit dans la partie IV.1.2. Les valeurs présentées sur cette figure sont donc globalement plus faibles que celles mesurées lors des essais contre une cible en PU présentés dans le chapitre III. Ces résultats suggèrent que l'inversion de la polarité pourrait être causée par la disparition d'une contamination préexistante de la surface des billes due aux procédés industriels de fabrication et de transport, éliminée par le lavage à l'éthanol. Cette inversion de la charge n'est pas visible dans le cas d'une cible en PTFE, probablement du fait de la stabilité importante du comportement triboélectrique de ce polymère.

### IV.1.2 Dispersion de la charge d'impact et stabilisation des billes

Le pré-conditionnement chimique des billes présenté dans la partie IV.1.1 a été introduit dans le protocole expérimental pour nettoyer les impuretés qui pourraient interagir avec le chargement triboélectrique, mais l'exposition de la surface des billes à l'éthanol pur et à la flamme à 1400°C affecte également les propriétés de la surface de la bille par rapport au chargement triboélectrique. L'observation des mesures de charge d'impact après application répétée du traitement chimique a permis de mettre en évidence une évolution de l'état des billes, visible en particulier sur une cible en PU. La figure IV.2



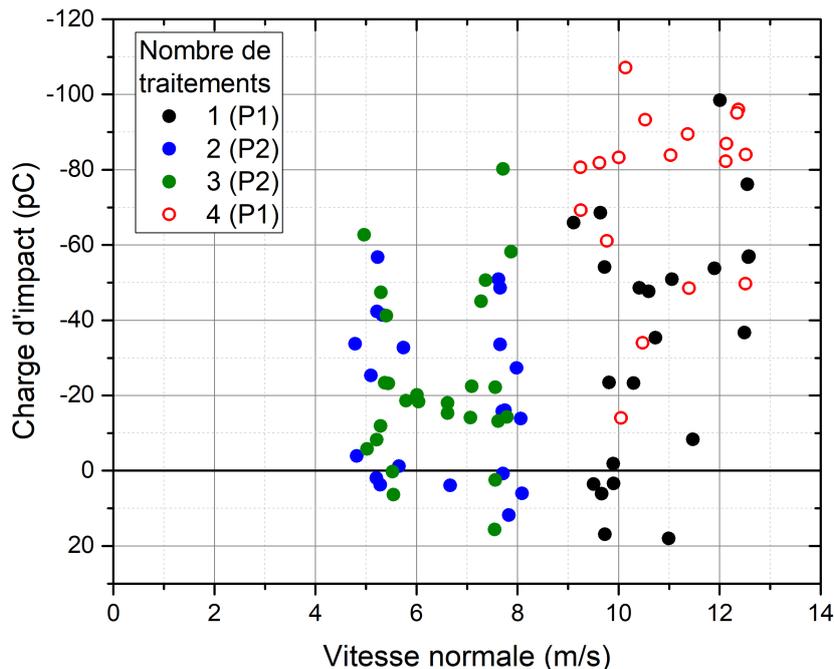
**Figure IV.1** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale de la bille pour une série de billes neuves non conditionnées avant les essais et une série de billes lavées dans de l'éthanol pur pendant 10 minutes puis séchées à l'air libre. Les essais ont été conduits sur une cible en PU avec un angle de réglage de  $10^\circ$ , une température moyenne de  $20,5^\circ\text{C}$  et une humidité relative de 33%.

montre l'évolution de la charge d'impact sur le même lot de billes initialement neuves, après chaque itération du traitement chimique initial.

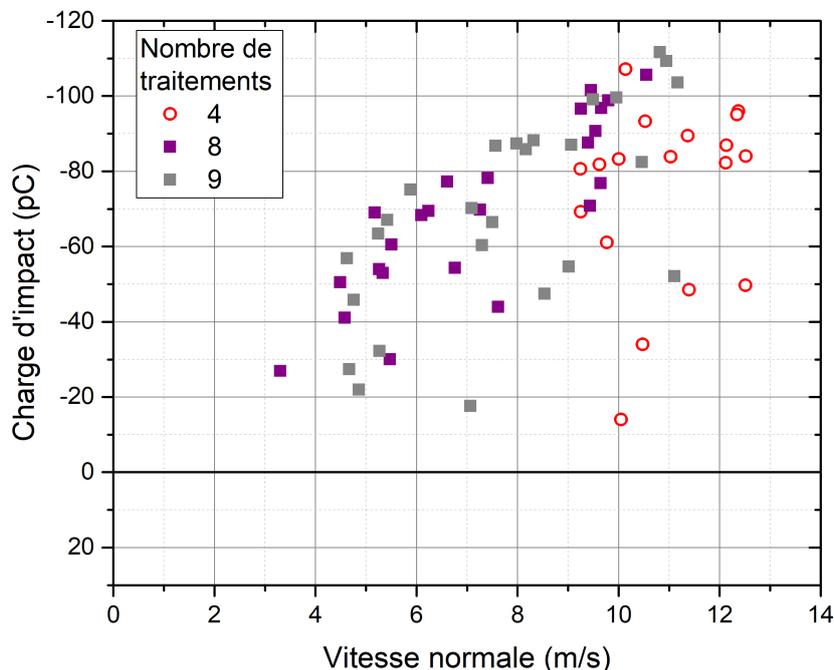
Pour les trois premiers traitements chimiques appliqués, les résultats montrent une forte dispersion de la charge d'impact qui ne permet pas d'observer les effets de la vitesse normale sur la charge d'impact. La charge d'impact prend des valeurs distribuées continûment entre  $-100\text{ pC}$  et  $20\text{ pC}$  pour les trois premières séries réalisées. Il est intéressant de remarquer que des charges d'impact des deux polarités sont mesurées, sans que le niveau de charge d'impact nulle ne représente de limite physique particulière. Si les effets de la vitesse normale ne sont pas visibles clairement sur la figure IV.2, la partie haute et la partie basse du nuage de points de la figure IV.2 montrent une augmentation des valeurs maximale et minimale de charge d'impact en valeur absolue avec la vitesse normale, en accord avec les effets mis en évidence dans la partie III.2.

La série de mesure réalisée après le quatrième traitement chimique montre cependant une évolution notable par rapport aux trois premières séries (voir figure IV.2). La charge d'impact des billes ne prend plus de valeurs positives et le niveau moyen de la charge d'impact des billes augmente significativement. Cette évolution se poursuit sur les séries suivantes pour atteindre une stabilisation, illustrée par les résultats de la figure IV.3 sur le même lot de billes après application de traitements chimiques ultérieurs.

Cet état des billes stabilisé est équivalent à celui des billes utilisées lors de l'étude sur la vitesse d'impact de la partie III.2 : la majorité des valeurs de charge d'impact mesurées suivent une tendance linéaire, et certains essais montrent des valeurs de charge aberrantes de plus faible amplitude non-corrélées avec la vitesse de la bille. Cette évolution apparaît comme caractéristique de la bille et pas de la cible. En effet, un processus d'évolution de la dispersion de la charge d'impact identique est observé lors de l'utilisation de billes neuves. Le processus de diminution de la dispersion des billes est appelé stabilisation des billes dans le cadre de ce manuscrit.



**Figure IV.2** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale de la bille contre une cible en PU pour un lot de billes neuves, représentée sous la forme de séries réalisées successivement avec un pré-conditionnement chimique initial entre chaque série. P1 désigne une série réalisée à 4 et 5 bars de pression, et P2 désigne une série réalisée à 2 et 3 bars.



**Figure IV.3** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale de la bille contre une cible en PU pour le même lot de billes que sur la figure IV.2, pour un nombre plus important de traitements chimiques. Les séries supplémentaires sont réalisées entre 2 et 4 bars de pression.

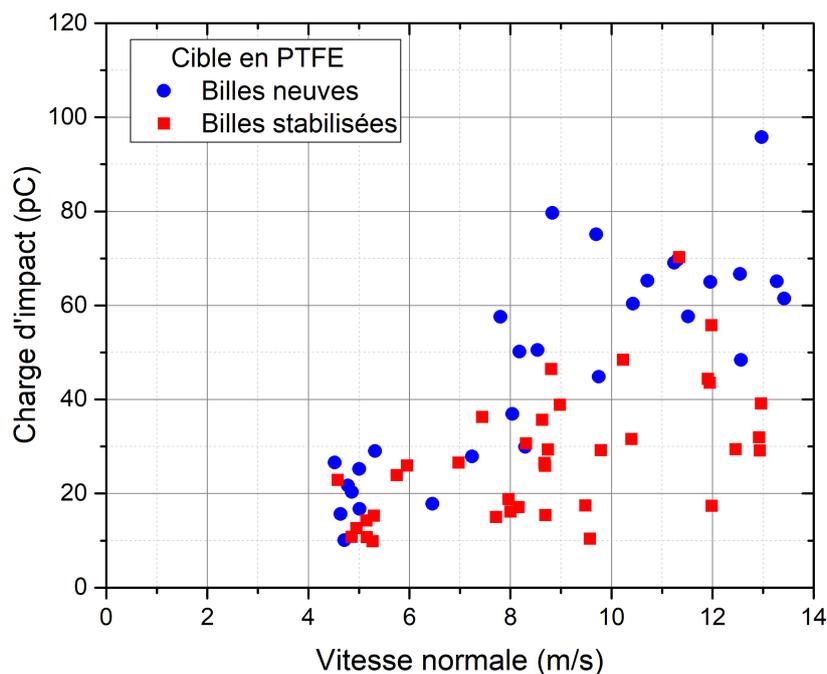
Les effets de cette évolution sont moins visibles sur une cible en PTFE. Ceci peut être expliqué par la très forte stabilité du comportement triboélectrique du PTFE et son positionnement à l'extrémité des échelles des séries triboélectriques. La stabilisation des billes

résulte dans ce cas en une diminution de la charge d'impact par rapport au comportement triboélectrique de billes neuves (voir figure IV.4).

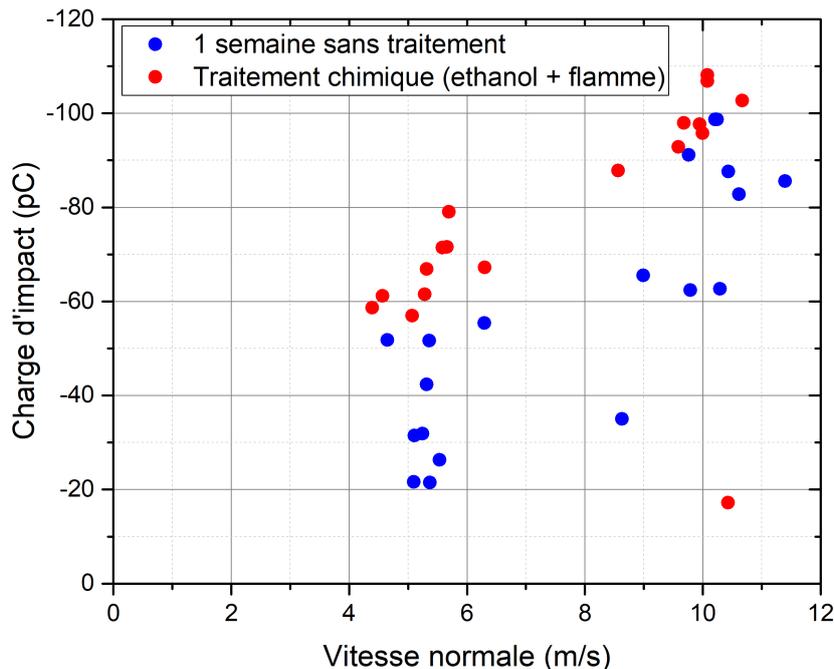
Les résultats observés avant stabilisation dans la figure IV.2 permettent de faire des hypothèses sur le mécanisme physique de génération de la charge. Il a été précisé auparavant que la charge d'impact peut prendre continûment des valeurs positives et négatives, et l'inversion de polarité de la charge ne semble pas représenter une limite physique. Cette observation suggère que le phénomène de chargement triboélectrique étudié ne correspond pas à une situation binaire où l'un des deux matériaux acquiert une charge positive et le second une charge négative. Au contraire, les travaux de Baytekin et al. présentés dans la partie I.1.8 mettent en évidence des configurations d'études où la charge résultant de l'effet triboélectrique est distribuée selon une mosaïque de régions alternativement chargées positivement et négativement [40]. Un tel comportement pourrait expliquer la polarité non définie de la charge mesurée sur les billes de verre, la charge mesurée étant la moyenne macroscopique de domaines de charges bipolaires sur chacune des deux surfaces. Le traitement chimique permettrait ainsi d'homogénéiser les conditions de surface des billes pour obtenir des résultats plus reproductibles.

Une fois les billes stabilisées, la valeur de la charge d'impact montre une diminution si le traitement chimique n'est pas appliqué à nouveau pendant plusieurs jours. Ce résultat est illustré dans la figure IV.5. Ces résultats montrent également qu'un seul traitement chimique est nécessaire pour ramener les billes à un état stabilisé. Pour cette raison, le traitement chimique est appliqué avant chaque série de tirs afin d'avoir le comportement le plus reproductible possible.

Il a été mis en évidence que le phénomène est caractéristique des billes, mais l'origine physique précise de cette évolution de la charge d'impact est plus difficile à démontrer. En effet, la dispersion significative des résultats peut rendre difficile l'observation du phénomène. De plus, le phénomène de stabilisation est déclenché par le fait d'appliquer des traitements chimiques à l'éthanol et à la flamme, mais l'évolution n'est pas instantanée et est seulement observée au cours de séries d'essais successives sur le même lot de billes au cours desquelles les billes subissent des impacts mécaniques. Il est intéressant cependant



**Figure IV.4** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale de la bille contre une cible en PTFE pour un lot de billes neuves jamais impactées et un lot de bille stabilisées. L'humidité relative est de  $39\% \pm 1\%$  et la température est de  $27,5^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ .



**Figure IV.5** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale de la bille par rapport à la cible pour une série de billes n'ayant pas été préconditionnée chimiquement pendant une semaine, ainsi que le même lot de billes après un nouveau traitement chimique initial. Les essais sont faits sur une cible en PU avec un angle de réglage de  $10^\circ$ , une température moyenne de  $20,5^\circ\text{C}$  et une humidité relative de 35%.

de noter que le changement de comportement semble toucher la majorité des billes au même moment, ce qui exclut à priori la possibilité d'une modification locale des propriétés de la bille au contact du PU. De même, l'évolution du comportement triboélectrique des billes dans le temps lorsque le traitement n'est pas appliqué (voir figure IV.5) exclut la possibilité d'une modification mécanique ou d'une contamination de la surface des billes de verre en dehors du processus de pré-traitement chimique. L'effet observé est donc nécessairement le résultat de l'application de l'éthanol et de la flamme.

Pour essayer de réunir plus d'informations concernant ce phénomène, des séries de tests spécifiques ont été réalisées :

- Une première série a consisté en l'application des deux phases du traitement progressivement en essayant d'observer l'évolution de la charge d'impact séparément. Sur cette base, il semble que la flamme soit nécessaire pour provoquer la stabilisation des billes. Les essais ont été réalisés sur un unique réglage de pression à 4 bars. Ils montrent que la charge d'impact moyenne mesurée sur une dizaine d'essais passe de  $60 \text{ pC} \pm 6 \text{ pC}$  à  $80 \text{ pC} \pm 6 \text{ pC}$  au bout de 3 traitements à la flamme. La charge moyenne n'évolue plus au-delà de cette valeur. Cette stabilisation au bout du troisième traitement semble en accord avec les résultats de la figure IV.2. Un autre constat de cette étude est que l'évolution dans le temps du comportement des billes après traitement montrée sur la figure IV.1.2 apparaît comme une conséquence de l'utilisation de la flamme dans le traitement.
- Un deuxième protocole d'essais a été mis en place pour essayer d'accélérer les effets du traitement initial. La première série d'essais a été réalisée avec un traitement à l'éthanol de 30 minutes au lieu de 10 minutes (équivalent de 3 traitements en terme de durée). Dans un second temps, les mêmes billes sont traitées à l'éthanol puis subissent 8 passages successifs dans la flamme, en laissant le temps à la bille de refroidir entre les traitements à la flamme pour éviter de soumettre la bille à une

température significativement plus élevée que lors du traitement chimique usuel. Les deux séries de tests sont menées avec une pression de 4 bars et donnent respectivement 72 pC et 74 pC de charge d'impact moyenne. Il semble donc que l'état des billes ne soit pas encore stabilisé après les traitements à la flamme répété. Cela suggère que l'éthanol et la flamme seuls ne sont pas suffisants pour expliquer l'évolution de l'état des billes, et que l'écoulement d'un certain temps ou que l'effet mécanique des impacts n'est pas négligeable dans cette évolution.

### IV.1.3 Influence de la composition chimique de la bille

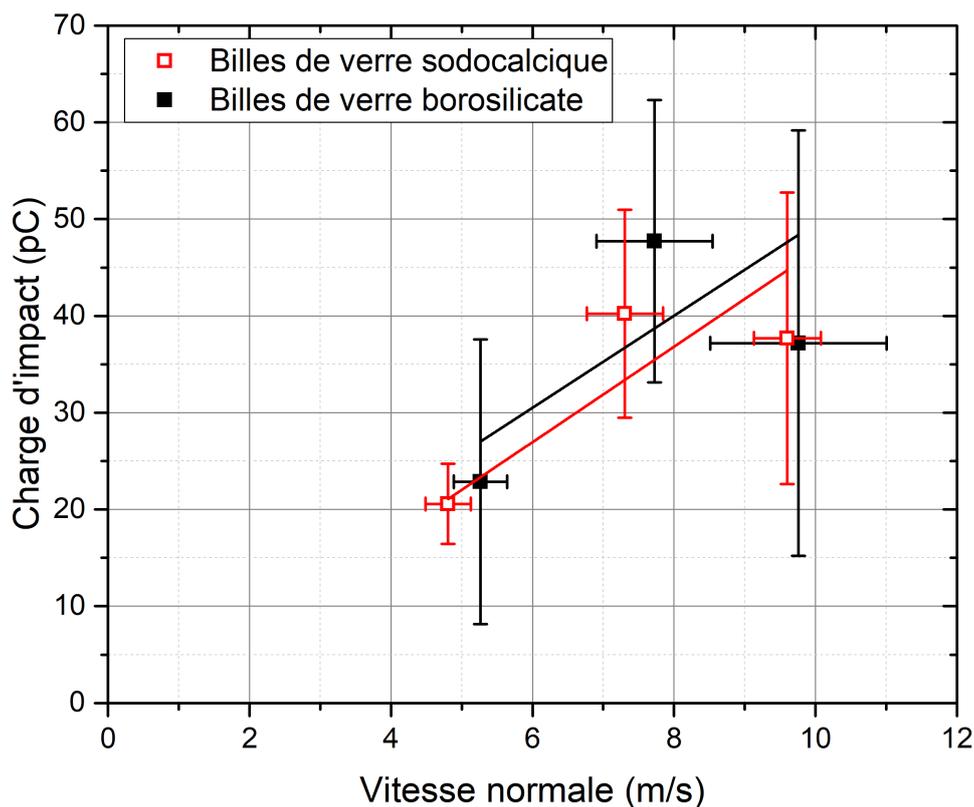
L'étude du chargement triboélectrique du verre présente des difficultés expérimentales rapportées dans la littérature (voir partie I.1.4). L'un des points délicats de l'étude du verre est qu'il existe une variété très large de types de verres, dans des compositions chimiques variées, qui présentent à terme des propriétés mécaniques ou chimiques potentiellement différentes. Des relations triboélectriques circulaires ont par exemple été observées dans l'étude du verre, ce qui suggère la compétition de plusieurs mécanismes de chargement triboélectrique. D'autre part, le procédé de fabrication d'un objet en verre peut affecter sa surface de manière considérable, ce qui aurait des effets importants sur le chargement triboélectrique. Pour ces raisons, les propriétés des billes de verre utilisées dans l'expérience doivent être analysées pour discuter de la généralité des résultats obtenus.

Les billes principalement utilisées au cours de cette thèse sont les billes commerciales fournies par l'entreprise Preciball. Ce sont des billes de base sodocalcique fabriquées par polissage. Ce procédé industriel est couramment utilisé dans la fabrication de billes de verre car il permet d'obtenir une très bonne tolérance sur le diamètre des billes (ici  $\pm 0,2 \mu\text{m}$ ). La surface des billes fabriquées par ce procédé est très lisse, avec des échelles de rugosité submicrométriques. Il est probable que le polissage influence les propriétés de surface des billes de verre de manière importante en comparaison d'un procédé de fabrication moins intense mécaniquement. Il est ainsi possible que la surface soit contaminée par d'autres matériaux de manière durable après le polissage, et que l'état de contraintes de la surface du verre soit conditionné par ce traitement. Ceci peut rendre délicate la comparaison des résultats obtenus sur des billes de verre avec d'autres objets en verre.

Les informations fournies par l'entreprise concernant la composition chimique des billes comportent des gammes de proportions relativement larges, mais la nature générale de ces billes est de type sodocalcique (voir l'annexe A1 pour plus de détails sur la composition chimique des billes). Pour analyser la généralité des résultats triboélectriques obtenus, ils ont été comparés à des séries d'essais menées sur des billes de verre borosilicate commerciales, fabriquées par polissage également.

Les séries d'essais de comparaison avec le verre borosilicate ont été réalisées dans le cadre de l'étude de l'influence du diamètre de la bille présentée dans la partie III.2.1.3, sur une cible en PTFE. Le protocole expérimental est rigoureusement identique pour les deux types de verre. La figure IV.6 montre la charge d'impact mesurée en fonction de la composante normale de la vitesse pour les deux types de billes de verre.

Les deux types de billes de verre montrent un comportement similaire, avec des valeurs de charge d'impact de même ordre de grandeur. La composition fine du verre ne semble donc pas influencer le comportement triboélectrique de manière significative entre ces deux configurations. Il est possible que l'état de surface des billes soit un paramètre plus déterminant, et que les essais réalisés caractérisent en partie le procédé de fabrication par polissage associé au pré-conditionnement chimique utilisé dans cette thèse.



**Figure IV.6** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale par rapport à la cible pour des billes de verre sodocalcique et des billes de verre borosilicate, à une humidité relative de 45% et une température de 21°C.

## IV.2 Influence des conditions environnementales sur le comportement triboélectrique

Comme l'ont montré les publications présentées dans les parties I.2.2.5 et I.2.2.6, les conditions environnementales peuvent affecter considérablement le phénomène de chargement triboélectrique. Il est donc important de bien caractériser l'effet de ces deux paramètres sur le chargement triboélectrique du verre avec les cibles en polymère étudiées. Pour ce faire, les effets de l'humidité relative et de la température de l'air ambiant au cours d'une expérience sur les valeurs de charge d'impact mesurées ont été étudiées dans le dispositif expérimental.

### IV.2.1 Effets de l'humidité

L'humidité joue un rôle primordial dans le chargement triboélectrique. Lorsque l'atmosphère dans laquelle l'expérience est réalisée contient de la vapeur d'eau, tout solide adsorbe des molécules d'eau à sa surface qui peuvent modifier ses propriétés de surface de manière importante. Ce phénomène se produit pour des matériaux hydrophiles comme pour des matériaux hydrophobes, bien que la configuration de l'eau adsorbée en surface soit influencée par l'affinité du matériau avec l'eau. Lorsque l'humidité relative de l'air ambiant augmente, la quantité d'eau en surface augmente également ce qui peut affecter le comportement triboélectrique.

Les résultats discutés dans la partie I.2.2.5 ont mis en évidence les effets potentiels de l'humidité sur les deux étapes principales du phénomène de chargement triboélectrique : le transfert de charge et la relaxation des charges. Le mécanisme de transfert de charge

est un sujet complexe dans le chargement triboélectrique, et selon la nature des porteurs de charges considérés, les effets attendus ne sont pas les mêmes. La relaxation des charges est le mécanisme le plus généralement associé aux effets de l'humidité sur le chargement triboélectrique. Ce mécanisme est fortement impacté par la quantité d'eau en surface, et peut conduire à une diminution significative des valeurs de charges mesurées après séparation lorsque l'humidité augmente.

Pour étudier les effets de l'humidité relative, l'humidité de l'enceinte confinée dans laquelle le dispositif expérimental est placé a été réglée autour de différentes valeurs d'humidité relative. Deux méthodes ont été utilisées pour ce faire, présentées en détail dans la partie II.2 : l'injection d'air sec pour des valeurs très faibles d'humidité inférieure à 10% et des solutions de sels saturés pour des valeurs supérieures d'humidité (les sels saturés utilisés sont décrits dans l'annexe A3). Des séries d'essais ont été menées sur les deux matériaux cibles, PTFE et PU, pour divers taux d'humidité relative avec un lot de billes dans un état stabilisé (voir partie IV.1.2).

Les deux types de cibles révèlent des comportements différents face à l'humidité relative, les essais contre la cible en PTFE montrant des variations importantes de la charge d'impact avec l'humidité (voir figure IV.7 (a)) alors que les résultats contre la cible en PU ne montrent aucune variation significative (voir figure IV.7 (b)).

Dans le cas du PTFE, la charge d'impact augmente lorsque l'humidité de l'environnement augmente jusqu'à une valeur de 30%, puis montre une saturation au-delà de cette valeur sans variation significative mesurée. Aucun essai n'a pu être réalisé au-delà de 55% car l'isolation électrique des différentes électrodes par rapport à la cage de Faraday se détériore. La charge d'impact reste significative pour une humidité relative très faible, entre 40% et 50% de la valeur maximale mesurée à plus haute humidité selon la vitesse d'impact considérée. La variation de la charge d'impact avec l'humidité sur le PTFE peut être expliquée soit par les mécanismes de transfert de charge, soit par les mécanismes de relaxation de charges :

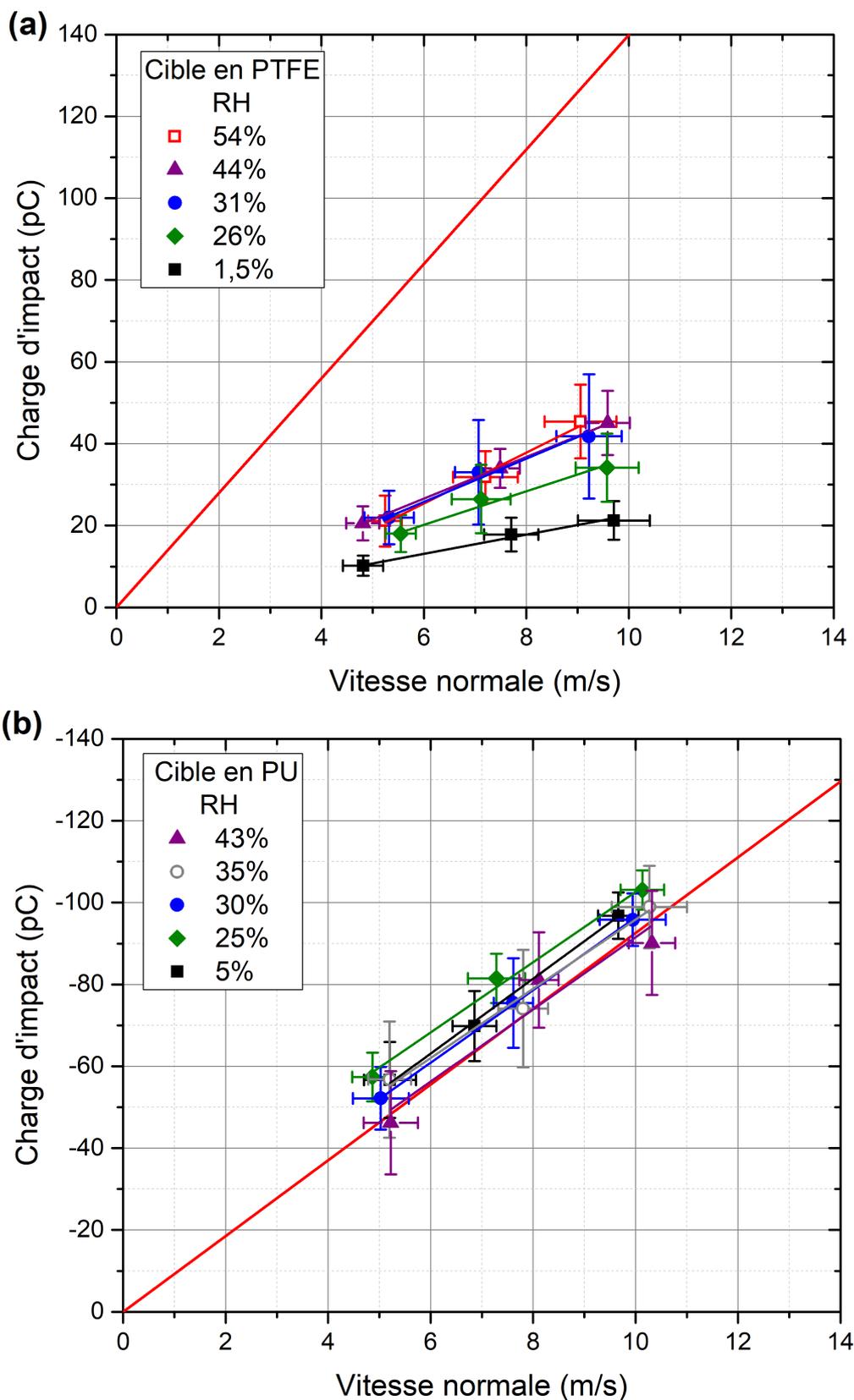
- La présence d'eau adsorbée en surface pourrait favoriser le mécanisme de transfert de charge responsable du chargement triboélectrique dans le cas étudié. Des comportements similaires concernant l'augmentation de la charge ont été décrits pour divers matériaux dans la littérature scientifique (voir partie I.2.2.5) [31, 50, 79]. Ces comportements sont souvent associés aux théories ioniques de transfert de charge, pour lesquelles la présence d'eau est nécessaire.
- L'environnement sec pourrait causer des décharges électriques qui ne se produisent pas à humidité relative plus élevée. Plusieurs aspects suggèrent cependant que ce résultat n'est pas très probable. D'une part, la conductivité de surface des matériaux augmente lorsqu'il y a plus d'eau adsorbée en surface, ce qui favorise la recombinaison des charges et agit à l'inverse des résultats observés. De plus, en environnement sec, la rigidité diélectrique du milieu augmente, et il est plus difficile d'initier une décharge. Il est néanmoins possible que lorsque l'humidité relative de l'air ambiant est très faible, la conductivité de surface diminue suffisamment pour créer une concentration des charges plus importantes lors de la séparation. Le potentiel serait alors suffisamment élevé pour déclencher une décharge électrique.

A l'inverse de ce qui est observé sur le PTFE, aucune variation significative de la charge n'est observée avec la variation d'humidité relative. La distribution des points est similaire pour tous les essais, qui laissent apparaître la même limite maximale de charge déjà discutée dans la partie III.2.1.2. Considérant cette limite maximale de charge, deux interprétations peuvent être proposées pour l'absence d'effet de l'humidité dans le cas du PU :

- La limite de charge maximale du phénomène de chargement triboélectrique contre le PU pourrait masquer toute variation de la charge mesurée entre 5% et 45% d'humidité relative si les effets de diminution de la charge d'impact ne sont pas suffisamment importants pour que la charge générée par l'impact passe sous la limite maximale.
- Le mécanisme de transfert de charge responsable du chargement triboélectrique du verre contre le PU pourrait ne pas être affecté par l'humidité de l'air ambiant.

Des résultats obtenus sur une cible de comportement différent et présentés en annexe E semblent soutenir le fait que l'humidité relative n'affecte pas le chargement triboélectrique du PU. La charge d'impact mesurée sur cette cible est plus faible en moyenne, et n'est donc pas limitée par la densité surfacique de charge maximale de Pauthenier. Des essais réalisés à deux valeurs d'humidité relative de 0% et 43% ne montrent pas de différence significative sur le comportement triboélectrique général des billes. Ces résultats doivent être observés avec prudence car l'origine de la différence de comportement entre cette cible de PU et les cibles utilisées dans le reste de cette étude n'est pas connue.

La limite de charge maximale observée dans le cas du PU a été associée aux phénomènes de décharges électriques dans l'air, l'absence d'effet significatif de l'humidité sur cette limite n'est donc pas anodine et implique que la variation de la rigidité diélectrique de l'air ambiant ou la mobilité des charges en surfaces n'influencent pas ce mécanisme de décharge (il est possible que ces deux mécanismes se compensent exactement).



**Figure IV.7** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale de la bille dans un environnement régulé à différentes valeurs d'humidité relative pour (a) une cible en PTFE et (b) une cible en PU. La température est de  $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Pour la série en environnement sec, le système est mis sous humidité contrôlée plusieurs jours avant les essais. La limite de Pauthenier est indiquée en rouge.

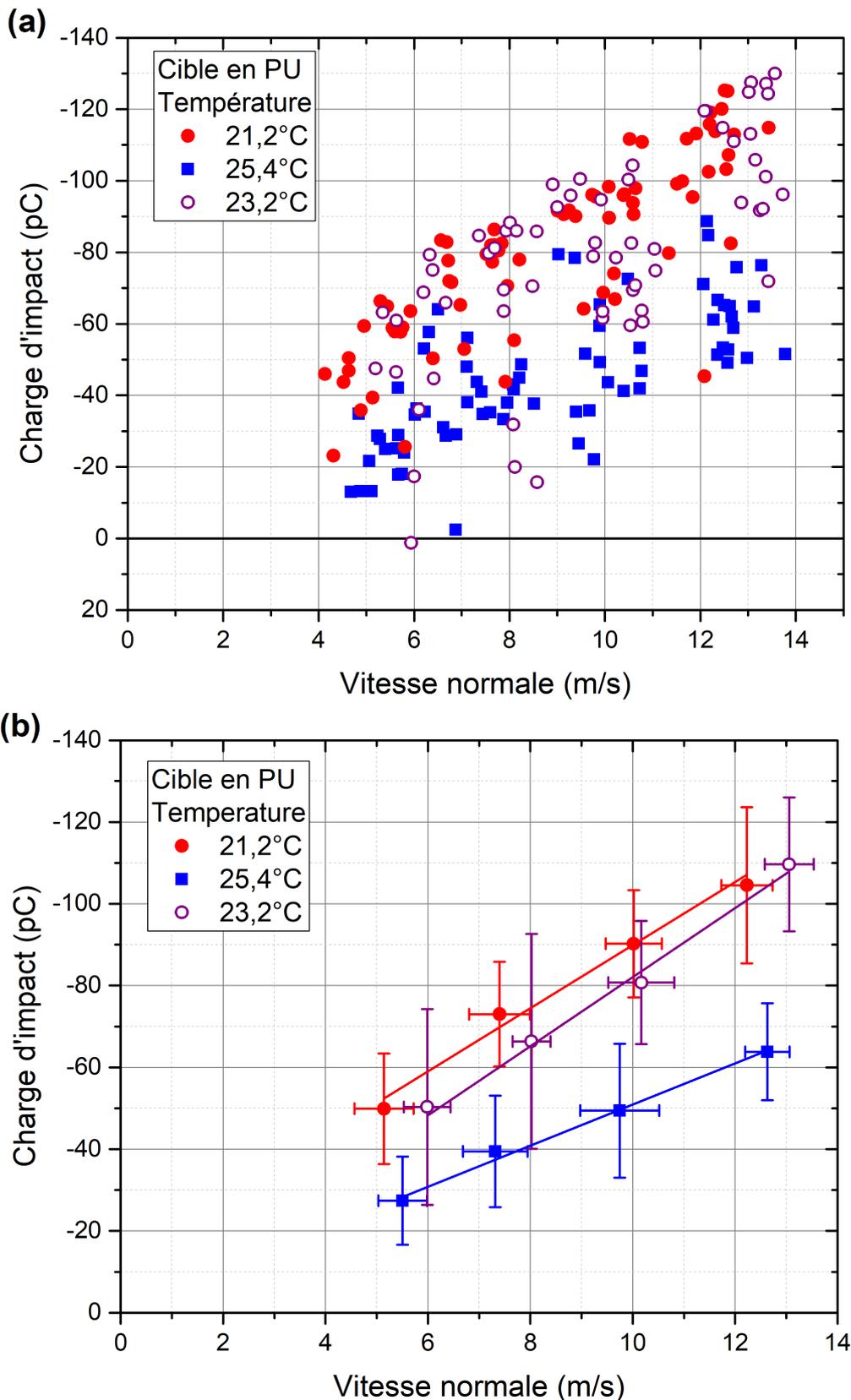
L'absence d'effet de l'humidité sur le PU est intéressante du point de vue des résultats sur le PTFE car les deux matériaux montrent un caractère hydrophobe, observé lors de mesures d'angles de contact présentées dans l'annexe D. La conductivité de surface du PTFE et du PU n'évolue pas considérablement entre 1% et 50% d'humidité relative, et il est peu probable que cet effet montre une variation significative de la charge d'impact dans le cas du PTFE sans montrer de variation similaire sur le PU. Ce constat suggère que les effets de l'humidité sur la charge d'impact contre le PTFE sont dus au mécanisme de transfert de charge, qui est amplifié par la présence d'eau en surface. Étant donnée l'échelle des variations de charges d'impact mesurées sur le PTFE entre 1% et 30% d'humidité, il est peu probable que la limite maximale de charge soit responsable de l'absence d'effet observé sur la cible en PU.

Pour finir, il est important de noter que les effets de diminution du chargement triboélectrique habituellement associés à l'humidité relative ne sont pas observés (voir partie I.2.2.5). En effet, les résultats ne montrent aucune diminution de la charge d'impact lorsque l'humidité augmente. Il est possible que les échelles de valeur d'humidité relative étudiées ne permettent pas de voir un tel phénomène. Les conditions de contact très court pourrait potentiellement réduire les effets de l'humidité sur la charge d'impact en minimisant les effets de relaxation de charge après séparation des deux surfaces (seule la recombinaison des charges par conductivité de surface ou par décharge électrique peut se produire dans le cadre de l'expérience). Les publications présentées dans le chapitre I montre que des effets peuvent déjà apparaître pour les valeurs d'humidité étudiées. Les études réalisées sur de nombreuses particules semble observer une diminution significative de la charge dès 20-40% d'humidité relative, pour des configurations où le nombre de contacts avec les parois et les autres particules est élevé [58, 59, 76, 77]. D'autres dispositifs d'étude traitant le cas d'un contact unique entre deux solides montrent un effet à partir de 40-50% d'humidité relative [31, 79], ce qui supporte l'idée que les effets de l'humidité sur le chargement triboélectrique sont amplifiés dans les configurations comprenant de nombreuses particules.

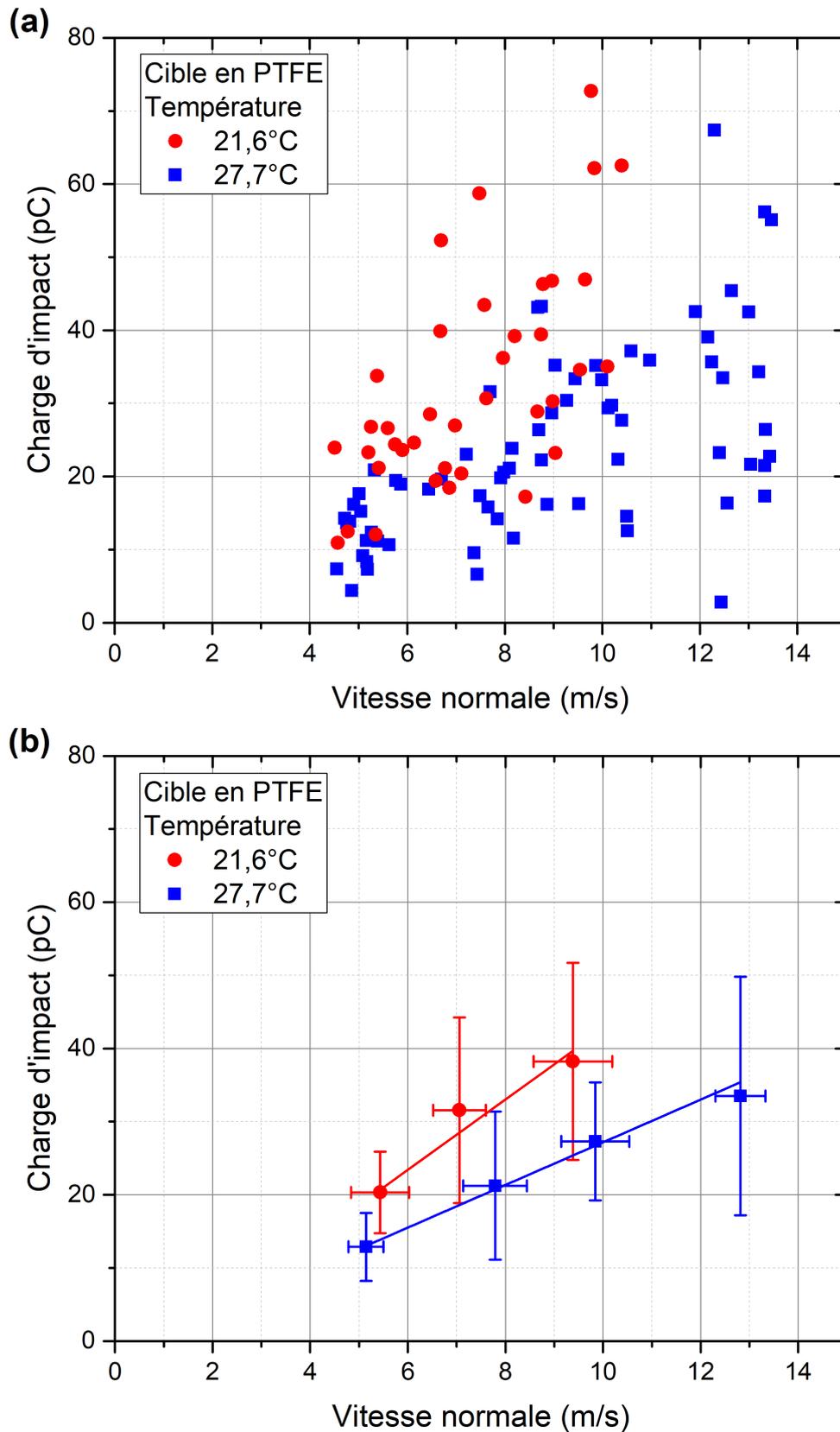
## IV.2.2 Effets de la température

Contrairement à l'humidité, la température est un paramètre très peu étudié dans la littérature sur le chargement triboélectrique. Certaines études mettent en avant des effets de diminution ou d'augmentation du chargement triboélectrique avec une augmentation de la température (voir partie I.2.2.6), mais peu de résultats peuvent être trouvés sur le sujet, en particulier pour les expériences de chargement triboélectrique par impact.

Dans le cadre du dispositif expérimental de cette thèse, il n'est pas possible de réguler la température de la pièce dans laquelle les expériences sont réalisées. Cette température varie suffisamment peu au cours d'une période de l'année pour assurer des conditions fixes de température au cours d'une campagne d'essais à quelques degrés près, mais les variations importantes de température extérieure peuvent mener à des différences significatives de température. Des valeurs minimales et maximales de 19°C et 28°C ont pu être mesurés dans la salle où les essais sont réalisés en hiver et en été respectivement. L'effet de la température sur la charge d'impact a été observé initialement sur le PU involontairement, lorsque la température des essais a augmenté pendant la période estivale. Les figures IV.8 et IV.9 montrent les effets de l'augmentation de la température sur la charge d'impact pour le PU et le PTFE respectivement.



**Figure IV.8** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale de la bille contre une cible en PU à des températures moyennes de la pièce de 21,6°C, 23,2°C et 25,4°C, (a) représentée par la distribution des valeurs de chaque test individuel et (b) représentée sous la forme des valeurs moyennes mesurées pour chaque réglage de pression. Pour ces essais, l'humidité relative est de 37% en moyenne pour les séries à 21,6°C et 25,4°C et de 43% pour la série à 23,2°C.



**Figure IV.9** – Charge d'impact en fonction de la vitesse normale de la bille contre une cible en PTFE à 21,2°C et 27,7°C de température moyenne de la pièce pendant les essais, (a) représentée par la distribution des valeurs de chaque test individuel et (b) représentée sous la forme des valeurs moyennes mesurées pour chaque réglage de pression. Pour ces essais, l'humidité relative est de 32% en moyenne.

La variation des valeurs de charge d'impact est plus importante en valeur absolue sur le PU, et observable dès une augmentation de quelques degrés, ce qui explique que les effets de la température ont d'abord été observés sur le PU. La charge d'impact diminue significativement lorsque la température de la pièce augmente de 21,2°C à 25,4°C (figure IV.8). La courbe à 23,2°C, obtenue chronologiquement en dernier, a permis de confirmer que l'effet observé est bien lié à la température et pas à un autre paramètre non identifié. De plus, la limite de charge maximale n'apparaît pas pour la série d'essais à 25,4°C lorsque la valeur de la charge d'impact diminue largement, en-dessous de la limite de Pauthenier<sup>1</sup>. Les résultats sur le PTFE présentés sur la figure IV.9 montrent également une diminution de la charge d'impact à température plus élevée. Cette diminution évaluée proportionnellement à la valeur de la charge d'impact à 21°C est moins importante que pour le PU malgré la température plus élevée.

Tous les essais présentés sur cette série sont réalisés à humidité relative fixe, qui représente une quantité d'eau vapeur contenue dans l'air ambiant dépendante de la température. Une température plus élevée implique une humidité absolue plus élevée, qui est le paramètre pertinent pour discuter des quantités d'eau adsorbées en surface. Dans la partie IV.2.1, les résultats ont montré que l'augmentation de l'humidité conduisait à une augmentation de la charge. Dans les essais des figures IV.8 et IV.9, l'effet de la température conduit à une diminution de la charge d'impact, alors que l'humidité absolue est plus élevée, ce qui montre que la quantité de vapeur d'eau et la température agissent sur le chargement triboélectrique par l'intermédiaire de mécanismes physiques distincts. Pour illustrer cela avec des valeurs quantitatives, une variation d'humidité relative entre 5 et 45 % pour une température de 21°C en moyenne correspond à une variation de vapeur d'eau de 0,97 à 8,73 g/m<sup>3</sup> d'air. Ces conditions correspondent à la variation étudiée dans la partie IV.2.1 qui provoque une augmentation de la charge d'impact. L'augmentation de température présentée sur la figure IV.9 résulte en une augmentation de vapeur d'eau de 6,14 à 8,64 g/m<sup>3</sup> d'air, variation ne montrant pas d'effet significatif sur la charge d'impact mesurée contre le PTFE. De manière similaire pour le PU, la vapeur d'eau contenue dans l'air entre les deux séries à 21,2°C et 25,4°C varie de 2 g/m<sup>3</sup>, correspondant à des quantités de vapeur d'eau testées dans la partie IV.2.1.

Le mécanisme responsable de la diminution de la charge d'impact sur le PTFE et le PU avec l'augmentation de la température du laboratoire n'est donc pas directement lié à l'humidité. C'est un mécanisme différent qui de la même manière agit soit sur la production et le transfert de charges entre les deux surfaces mises en contact, ou sur la relaxation des charges pendant et après la séparation. Plusieurs hypothèses peuvent être formulées :

- Les propriétés mécaniques des polymères peuvent évoluer de manière significative avec un changement de température, même autour des conditions ordinaires de température et de pression. Dans le cadre de cette étude cependant, la variation de température reste limitée, et les effets sur les propriétés mécaniques sont probablement limités également. De plus, une augmentation de la température provoque une diminution de la rigidité mécanique du polymère. Pour une plus faible rigidité, la surface de contact augmente, ce qui devrait causer une augmentation de la charge totale mesurée. Ceci exclut un effet lié à la déformation de la cible.

---

<sup>1</sup>Les effets de la température sur la limite de Pauthenier ne sont pas pris en compte dans cette analyse mais ils sont relativement faibles sur une variation de quelques degrés.

- Une augmentation de la température pourrait amplifier les mécanismes de transfert de charge. Cependant, il serait attendu qu'au premier ordre, une augmentation de l'énergie thermique disponible provoquerait plutôt une augmentation de la quantité de charges transférées, or l'inverse est observé dans ces résultats.
- L'augmentation de la température pourrait favoriser certains mécanismes de relaxation des charges, ce qui serait en accord avec la diminution de la charge observée. Des résultats similaires ont été observés sur une sphère métallique d'une part par Greason [82] et sur des particules de verre par Jantac et al. [49]. Cependant, d'après les résultats de Jantac, l'effet de la température sur le chargement triboélectrique apparaît comme dépendant du matériau étudié car une tendance contraire est observée sur le PE. Ces deux publications arrivent à la conclusion que la température a pour effet d'augmenter la relaxation des charges. La conductivité d'un matériau augmente avec la température, ce qui pourrait favoriser la recombinaison des charges lors de la séparation par exemple.

### IV.3 Étude sur des additifs chimiques antistatiques

Le chargement triboélectrique étant fortement affecté par les conditions physico-chimiques locales des surfaces mises en contact, il est possible de modifier considérablement les quantités de charge générées par effet triboélectrique en déposant des additifs chimiques en surface d'un solide. Certains additifs sont utilisés pour favoriser le transfert de charges et générer une charge plus importante lors du frottement, alors que d'autres additifs ont pour objectif de diminuer les quantités de charge. Le dispositif expérimental a été utilisé pour réaliser une étude de l'effet du dépôt d'additifs chimiques au comportement antistatique en surface des billes de verre sur la charge d'impact. En raison du nombre importants de tests à réaliser, ces essais ont uniquement été menés contre une cible en PU qui montre une plus grande sensibilité aux changements de paramètres chimiques sur le verre (voir la partie IV.1.2 sur la stabilisation des billes).

Deux types d'additifs chimiques communément utilisés de manière combinée pour leurs effets antistatiques ont été testés :

- A, une huile organique
- B, un sel d'ammonium quaternaire

Trois configurations d'additifs ont été testées :

- Configuration I : Additif A
- Configuration II : Additif B
- Configuration III : Mélange d'additif A et d'additif B

Les additifs sont déposés à la surface des billes sodocalciques de 4 mm de diamètre à l'aide d'un mixeur. La solution d'additif est versée sous forme liquide sur les billes dans le mixeur, puis le système est mis en rotation jusqu'à qu'il n'y ait plus de liquide visible dans le mixeur. Trois quantités d'additifs à 0,01%, 0,02% et 0,05% de la masse totale de la bille ont été testées dans les trois configurations mentionnées auparavant, et comparées à un lot de billes témoins sur lequel aucun additif n'a été ajouté.

Pour les essais présentés dans cette partie, les additifs ont été déposés en surface de billes neuves, après lavage à l'éthanol uniquement et sans traitement de flamme. Aucun

traitement chimique n'est appliqué avant les essais pour ne pas interagir avec les additifs ajoutés en surface. Le lot de billes témoins est testé dans les mêmes conditions, car il n'est pas possible de garantir un état stabilisé sur les autres lots de billes sans détériorer la couche d'additifs. Il est donc important de garder en tête les résultats montrés dans la partie IV.1.2 sur la dispersion des billes neuves contre le PU pour les résultats suivants, qui prédisent une dispersion plus importante du fait de l'utilisation de billes non stabilisées lors de l'interaction avec le PU.

La pose d'additif a été réalisée dans un autre laboratoire, plusieurs semaines avant les essais. Le nombre de billes disponibles dans chaque configuration d'additifs était assez limité, ce qui explique le nombre inférieur d'essais réalisés pour chaque réglage de pression est inférieur par rapport à la moyenne des résultats effectués dans d'autres campagnes d'essais de ce travail de thèse. Ceci explique pourquoi les régressions linéaires réalisées sur les valeurs moyennes présentées dans la suite montrent une erreur plus importante comparativement aux autres campagnes d'essais. Le nombre moyen de tests utilisés dans les résultats par réglage de pression est de 9 pour les configurations I et II et de 5 pour la configuration III.

Pour toutes les configurations étudiées, les essais ont été réalisés d'une part en environnement très sec régulé par injection d'air sec, et d'autre part en environnement d'humidité relative moyenne d'environ 40% régulé par une solution saturée en carbonate de potassium. Le dispositif est placé sous humidité contrôlée pour un minimum de 8 heures. Pour éviter des modifications significatives des résultats liées à une usure ou perturbation de la couche d'additifs au fil des essais, les billes ne sont utilisées que deux fois dans le dispositif, pour chacune des deux configurations d'humidité.

### IV.3.1 Configuration I

Les résultats obtenus pour la configuration I sont présentés sur la figure IV.10 pour 0,8 et 44,2% d'humidité relative. Les essais en environnement sec ne montrent pas de diminution significative de la charge d'impact avec l'augmentation de la quantité d'additifs, les effets antistatiques ne sont donc pas apparents. Au contraire, les tests à 44,2% d'humidité relative montrent un effet antistatique qui commence à apparaître pour la série à 0,01% de masse d'additif et qui est particulièrement performant à 0,05% de masse d'additif, avec une réduction entre 85% et 99% de la valeur de la charge d'impact comparativement à la série témoin<sup>2</sup>.

Les effets antistatiques de l'additif A sont donc très fortement impactés par l'humidité ambiante. La présence de vapeur d'eau dans l'air affecte d'une part les propriétés diélectriques de l'air ambiant, et d'autre part la quantité d'eau adsorbée en surface. Ce deuxième effet est le plus souvent associé au caractère inhibiteur des additifs antistatiques sur le chargement triboélectrique à cause de l'augmentation de la conductivité de surface des matériaux traités liée à une adsorption plus importante d'eau en surface. Pour les essais en environnement sec, la série à 0,02% d'additif est placée sous humidité contrôlée pour un temps de 8 heures plus court par rapport à la série à 0,05% de masse d'additif (15 heures). Ce constat peut être relié aux valeurs moyennes de charge d'impact mesurées sur la série à 0,02% qui sont plus faibles que pour la série à 0,05%. Cette différence de charge d'impact pourrait indiquer que la dynamique de désorption de l'eau en surface des matériaux traités avec l'additif A se produit après un temps proche de 8 heures, et que les billes de la série à 0,02% ont légèrement plus d'eau adsorbée en surface. Ceci pourrait expliquer la valeur moyenne de charge d'impact plus faible.

L'additif de type A cause par ailleurs une augmentation de la dispersion des valeurs de

---

<sup>2</sup>La série à 0,02% de masse d'additif n'a pas pu être réalisée dans la configuration I à cause de difficultés expérimentales et de contraintes de temps.

charges par rapport à la série témoin. Le tableau IV.1 permet d'illustrer cette observation en présentant la déviation standard de la charge d'impact pour les différents réglages de pression d'une série ainsi que la dispersion relative calculée comme le rapport entre cette déviation standard et la charge d'impact moyenne mesurée pour un même réglage de pression. La dispersion relative de la charge d'impact montre une augmentation très importante pour toutes les séries de billes traitées avec l'additif de type A, malgré une variabilité très forte de cette valeur due au petit nombre d'essais réalisés dans chaque configuration. L'observation de la distribution des valeurs de charges de chaque test individuel visible sur la figure IV.11 révèle également que plusieurs tests sur des billes traitées avec l'additif A montrent une charge d'impact de polarité opposée, très fréquents pour les séries de billes avec 0,02% et 0,05% d'additifs. Ces charges d'impact de polarité opposée n'apparaissent pas pour les billes de la série témoin. Dans le cas où l'humidité est la plus élevée, la valeur moyenne de la charge d'impact de la série à 0,05% de masse d'additif devient même quasiment nulle, avec des valeurs de charge d'impact des deux polarités opposées en proportions égales. Cette valeur de charge très faible explique la dispersion relative très élevée sur cette série d'essais.

**Tableau IV.1** – Dispersion de la charge d'impact pour la configuration I pour chaque série d'essais réalisée.

Humidité relative (%)	Quantité d'additif A (%)	Déviatoin standard de la charge d'impact (pC)	Dispersion relative (%)
0,8	0	21,8	43,7
	0,01	31,5	62,7
	0,02	32,3	191,2
	0,05	27,2	61,3
44	0	14	25,6
	0,01	26,9	63,1
	0,05	12	2171,3

**Tableau IV.2** – Dispersion de la charge d'impact pour la configuration II pour chaque série d'essais réalisée.

Humidité relative (%)	Quantité d'additif B (%)	Déviatoin standard de la charge d'impact (pC)	Dispersion relative (%)
0,8	0	13,3	11,6
	0,01	11,5	14,6
	0,02	11,9	17,6
	0,05	3,6	20,6
44	0	13,9	25,2
	0,01	19,2	31,1
	0,02	18,8	40,4
	0,05	2,15	40

La série intermédiaire à 0,01 % en humidité ambiante montre une valeur moyenne de charge intermédiaire entre la série témoin et la série à 0,05% d'additif, mais la distribution des valeurs pour chaque test individuel montre deux comportements distincts :

la charge d'impact mesurée pour certains tests se confond avec les charges mesurées sur la série témoin, alors que d'autres tests montrent une charge nettement plus faible plus proche des résultats de la série à 0,05% de masse d'additif. Ce résultat suggère que pour 0,01% de masse d'additif A, la répartition de l'additif en surface n'est pas homogène et le comportement triboélectrique de la bille varie significativement lorsque la zone d'impact recouvre une quantité plus ou moins importante d'additif. La régularité des résultats à 0,05% d'additif avec de très rares tests générant une charge d'impact plus élevée soutient ce raisonnement, en suggérant une couverture homogène de l'additif.

### IV.3.2 Configuration II

Les résultats de la configuration II sont représentés sur la figure IV.12. L'impact de la présence de l'additif B seul sur la charge d'impact est considérable, indifféremment de l'humidité relative à laquelle l'expérience est réalisée. L'additif B produit un effet antistatique important dès lors qu'il est présent en quantité supérieure à 0,05%. Les résultats à 0,02% révèlent un effet intermédiaire avec un niveau de charge inférieur à celui de la série témoin et de la série à 0,01% d'additif.

L'additif de type B est un sel d'ammonium quaternaire qui permet de diminuer la charge accumulée sur la surface traitée en favorisant l'adsorption d'eau en surface. L'augmentation de conductivité de surface résultante permet aux charges de se recombinaison au moment de la séparation, réduisant la charge d'impact mesurée au cours de l'expérience. L'absence d'effet de l'humidité sur ces résultats semble suggérer que le temps de désorption de l'eau d'une surface traitée avec l'additif B est supérieure aux 15 heures de mises à l'équilibre. L'additif B permet donc probablement l'adsorption de l'humidité en surface pour une durée supérieure à celle de l'additif A, pour lequel un placement sous régulation à humidité très faible durant 8 heures est suffisant pour voir disparaître les effets antistatiques dans leur grande majorité.

Comparativement aux résultats de l'additif A, la dispersion des résultats ne varie pas significativement avec la présence de l'additif B, et aucune charge d'impact de polarité opposée n'est mesurée à l'exception d'un essai de charge d'impact très faible en environnement sec sur la série à 0,05% de masse d'additif. La dispersion des valeurs de charge d'impact pour les billes traitées avec 0,05% de masse d'additif B est très faible comparativement à ce qui est obtenu avec l'additif A : les effets antistatiques sont donc plus efficaces et plus stables en terme de dispersion des résultats.

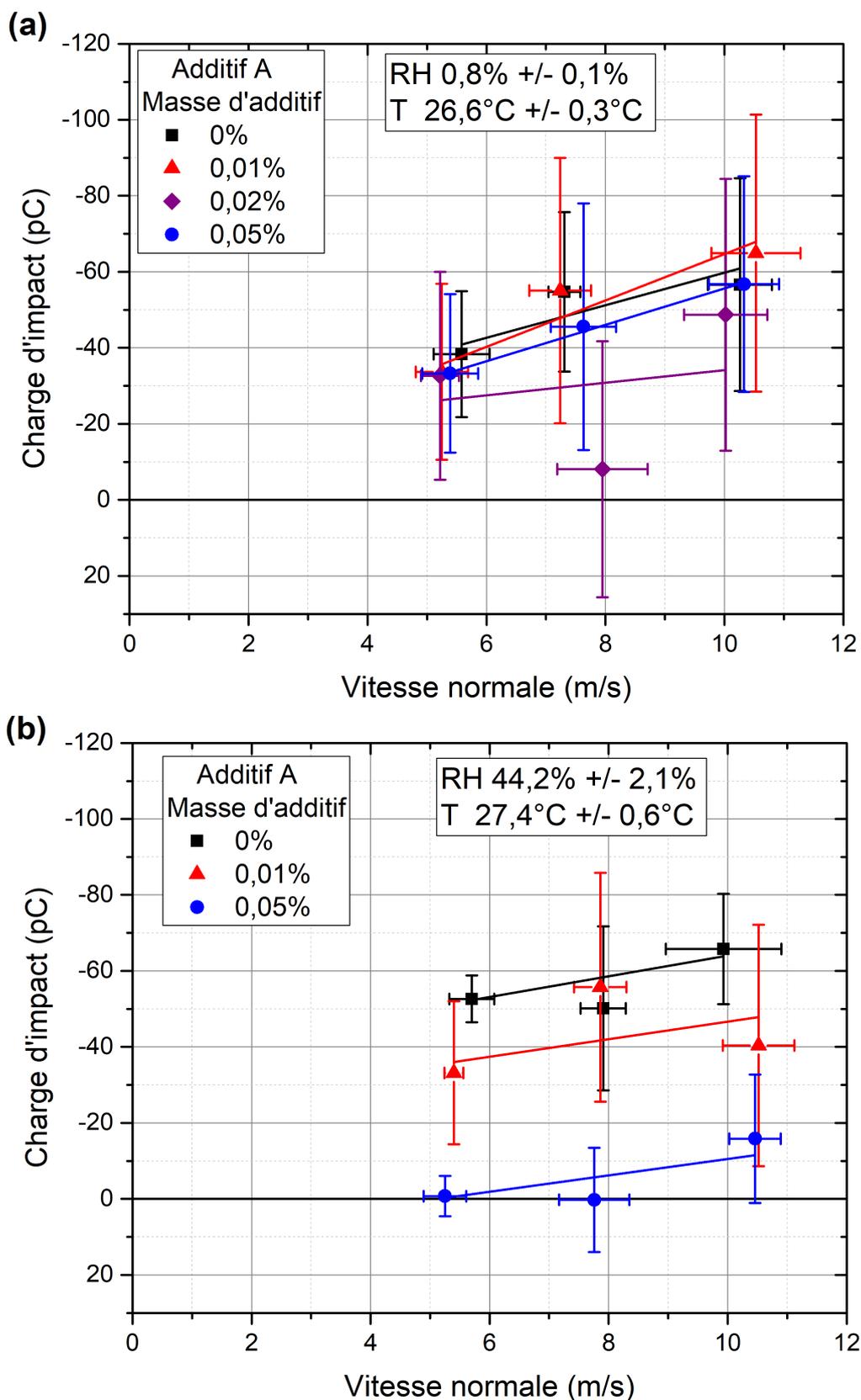


Figure IV.10 – Évolution de la charge d'impact moyenne mesurée en fonction de la vitesse normale moyenne pour chaque réglage de pression avec différentes quantités d'additif de type A, (a) en environnement sec et (b) en environnement humide.

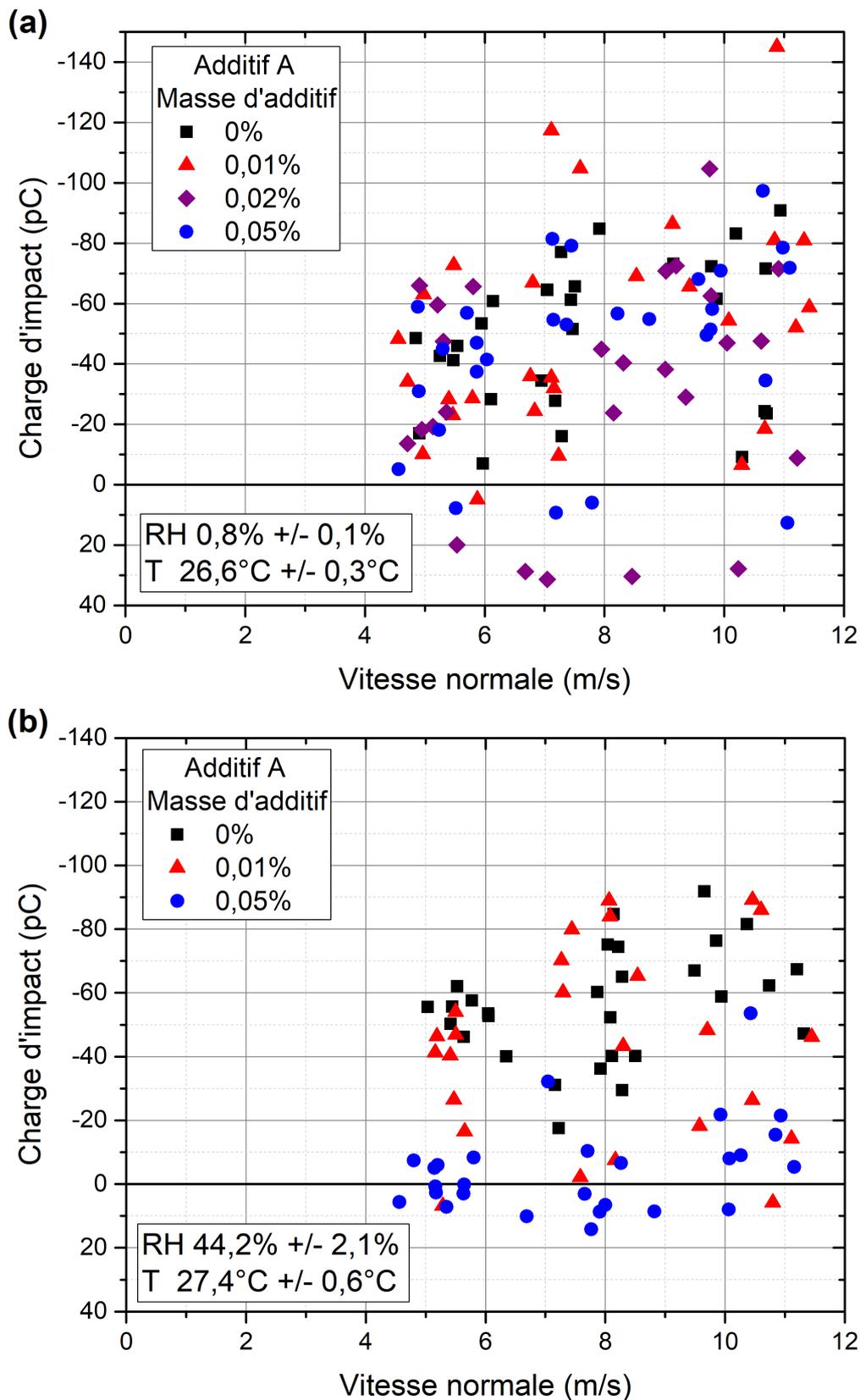


Figure IV.11 – Distribution des valeurs de charge d'impact mesurées pour chaque test individuel en fonction de la vitesse normale pour différentes quantités d'additif de type A, (a) en environnement sec et (b) en environnement humide.

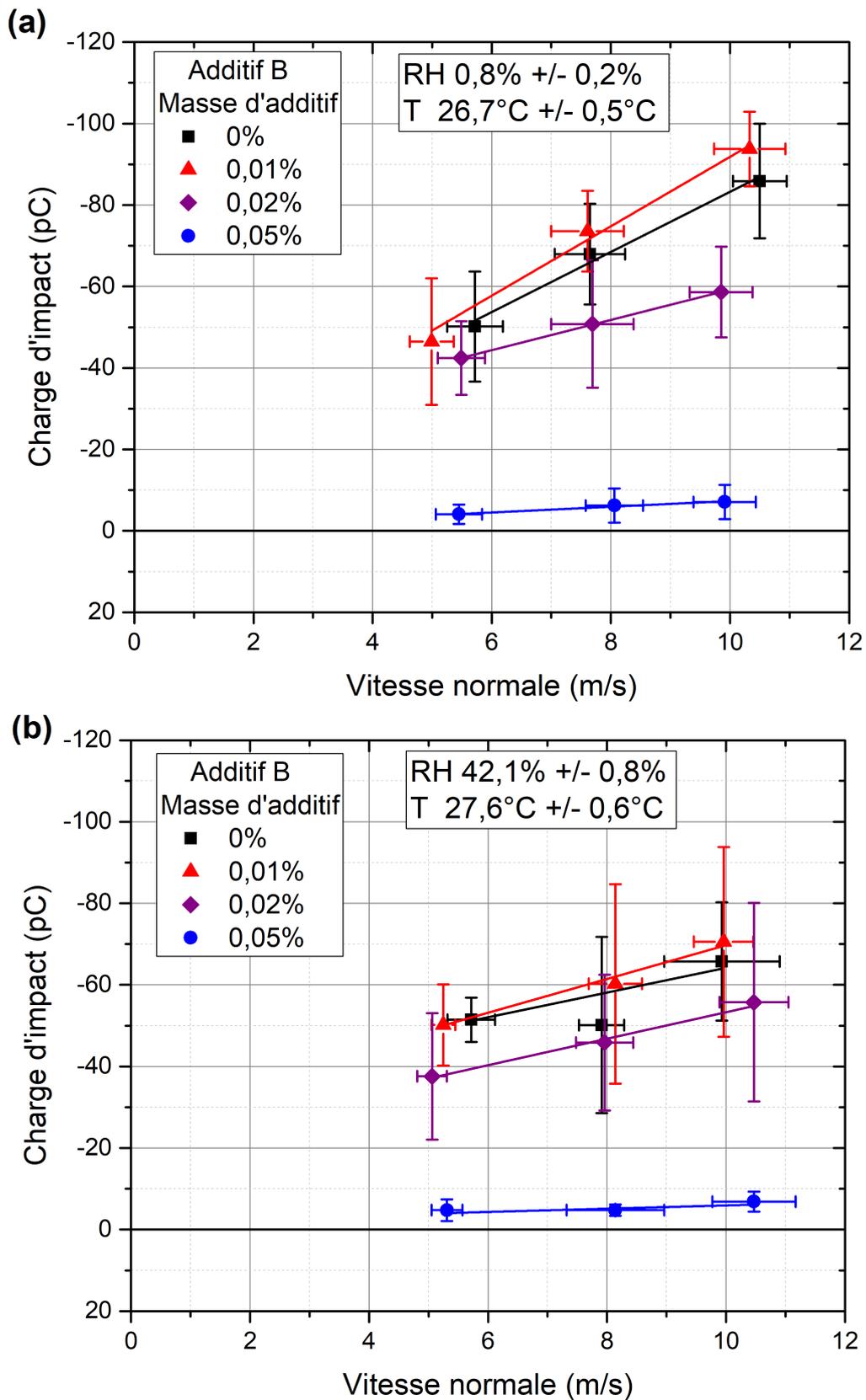
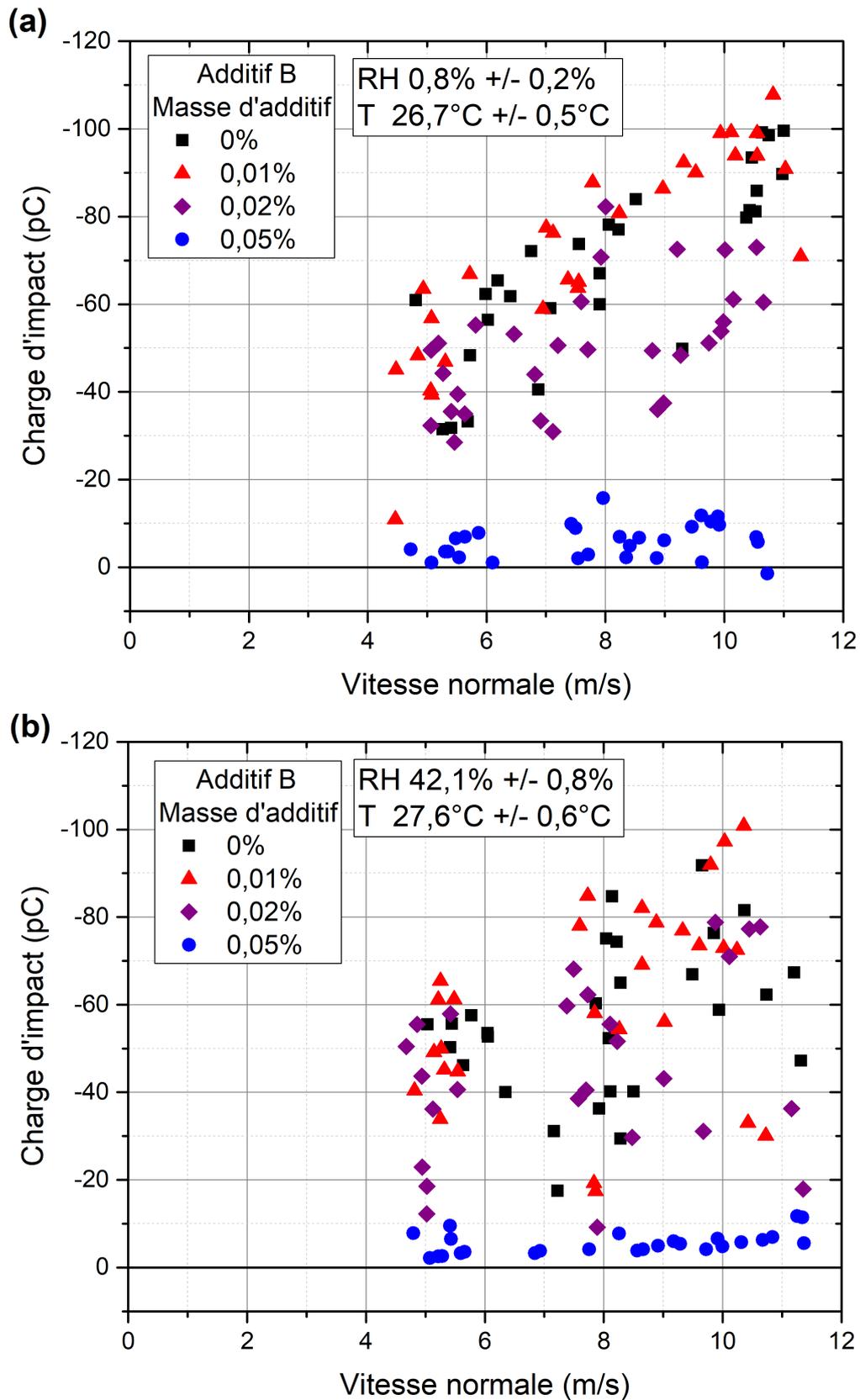


Figure IV.12 – Évolution de la charge d'impact moyenne mesurée en fonction de la vitesse normale moyenne pour chaque réglage de pression avec différentes quantités d'additif de type B, (a) en environnement sec et (b) en environnement humide.



**Figure IV.13** – Distribution des valeurs de charge d'impact mesurées pour chaque test individuel en fonction de la vitesse normale pour différentes quantités d'additif de type B, (a) en environnement sec et (b) en environnement humide.

Contrairement au cas de l'additif A où la série à 0,01% d'additif montre deux types de comportements équivalents d'une part à la série témoin sans additif et d'autre part à la série avec 0,05% de masse d'additif, les séries intermédiaires pour l'additif B (0,01 et 0,02%) prennent en général des valeurs de charge d'impact intermédiaires. Ceci est particulièrement visible en observant la charge d'impact pour la série à 0,02% de masse d'additif en environnement sec (voir figure IV.13). Ce résultat pourrait indiquer que la répartition de l'additif est toujours assez homogène pour tous les cas, mais qu'une quantité d'additif supérieure est nécessaire pour obtenir un effet antistatique satisfaisant.

### IV.3.3 Configuration III

Les résultats concernant la configuration III avec le mélange des deux additifs sont présentés sur la figure IV.14. Le mélange des deux additifs montre une diminution très importante de la charge d'impact lorsque le mélange est présent en quantité supérieure à 0,02% de la masse totale de la bille. La charge d'impact se trouve à des niveaux encore plus faibles qu'avec l'additif B seul, faisant de la configuration III la configuration la plus efficace en terme d'effets antistatiques. De la même manière que pour la configuration II, les effets de l'humidité sur la charge d'impact sont peu significatifs. Ce résultat peut être attribué à la présence de l'additif de type B dans le mélange qui stabilise l'adsorption d'eau en surface pendant des durées supérieures au temps de mise à l'équilibre du dispositif expérimental en humidité.

Il est intéressant de noter que les effets antistatiques apparaissent pour une quantité d'additif plus faible que pour les deux configurations où les additifs sont ajoutés individuellement. Le niveau de charge devient très faible pour 0,02% de la masse de la bille du mélange d'additifs, par rapport à 0,05% dans le cas de l'additif B seul. L'apparition des effets pour une quantité plus faible d'additif B pourrait indiquer que la présence de l'additif de type A augmente les effets de l'additif B, ou que cette présence améliore la répartition de l'additif B. Le commentaire sur les valeurs intermédiaires de charge d'impact de la série à 0,02% de l'additif B supporte plutôt la première explication.

Les séries réalisées à 0,02% et 0,05% de la masse de la bille pour le mélange montrent également une inversion de la polarité de la charge d'impact pour la quasi-totalité des tests, ce qui semble être caractéristique de la présence de l'additif de type A en surface. Cet effet n'est pas visible lorsque l'humidité est plus élevée.

Des essais additionnels ont été réalisés pour étudier l'usure de la couche d'additifs à la surface des billes du fait des impacts mécaniques contre la cible provoqués lors de l'utilisation du système expérimental (voir figure IV.16). La première série d'essais réalisés est comparée à une série d'essais avec le quatrième tir de chaque bille dans le dispositif. Les effets antistatiques sont toujours apparents, mais avec moins d'efficacité en terme de charge d'impact moyenne mesurée sur les différents tirs. Le niveau de charge pour les séries à 0,02% et 0,05% de la masse totale de la bille montrent des valeurs de charge d'impact plus importantes avec une dispersion accrue et la série à 0,01% ne montre plus de différence significative avec la série témoin, ce qui suggère que la couche d'additifs a été usée par les essais répétés diminuant ainsi l'efficacité des additifs dans leur action antistatique.

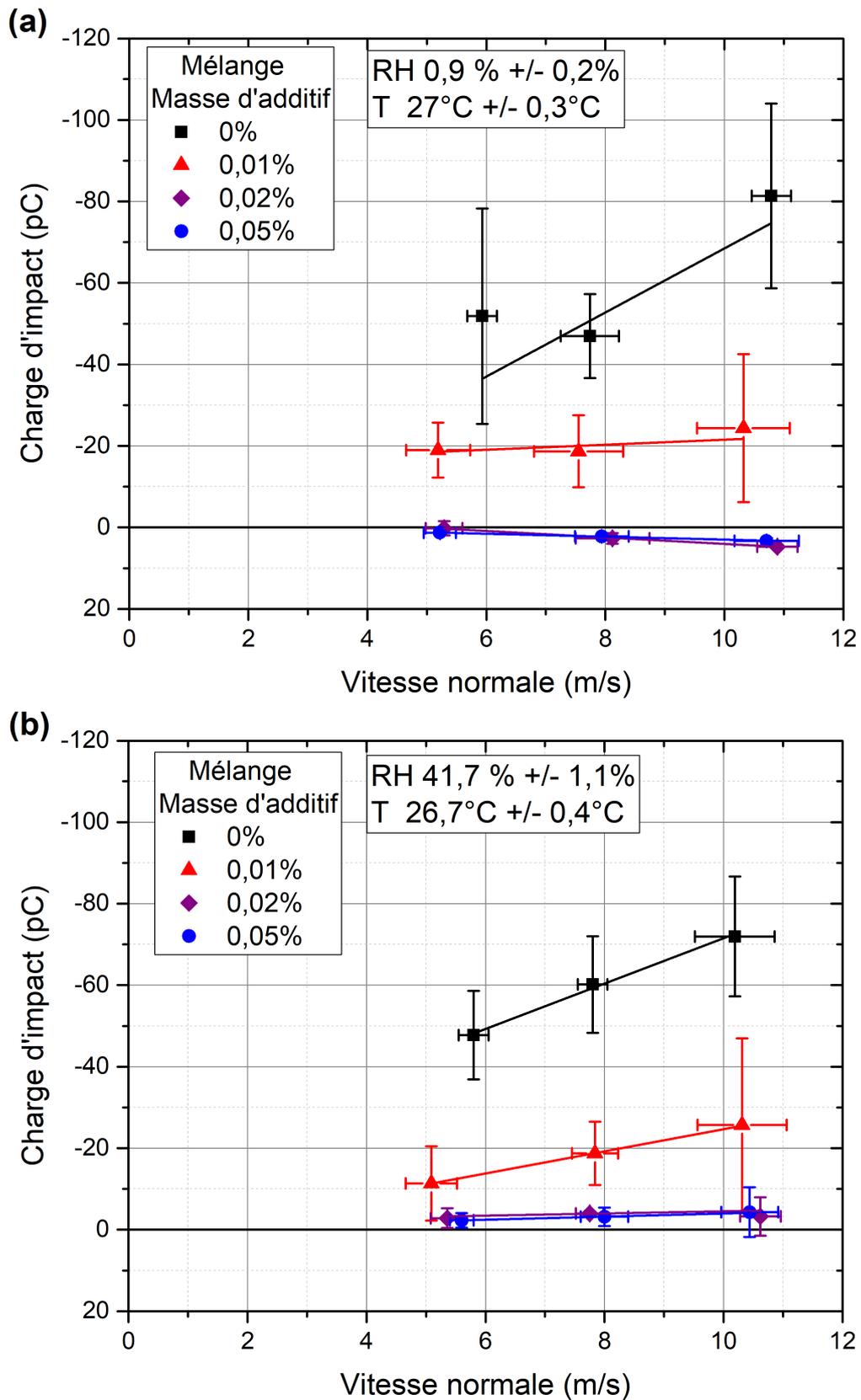
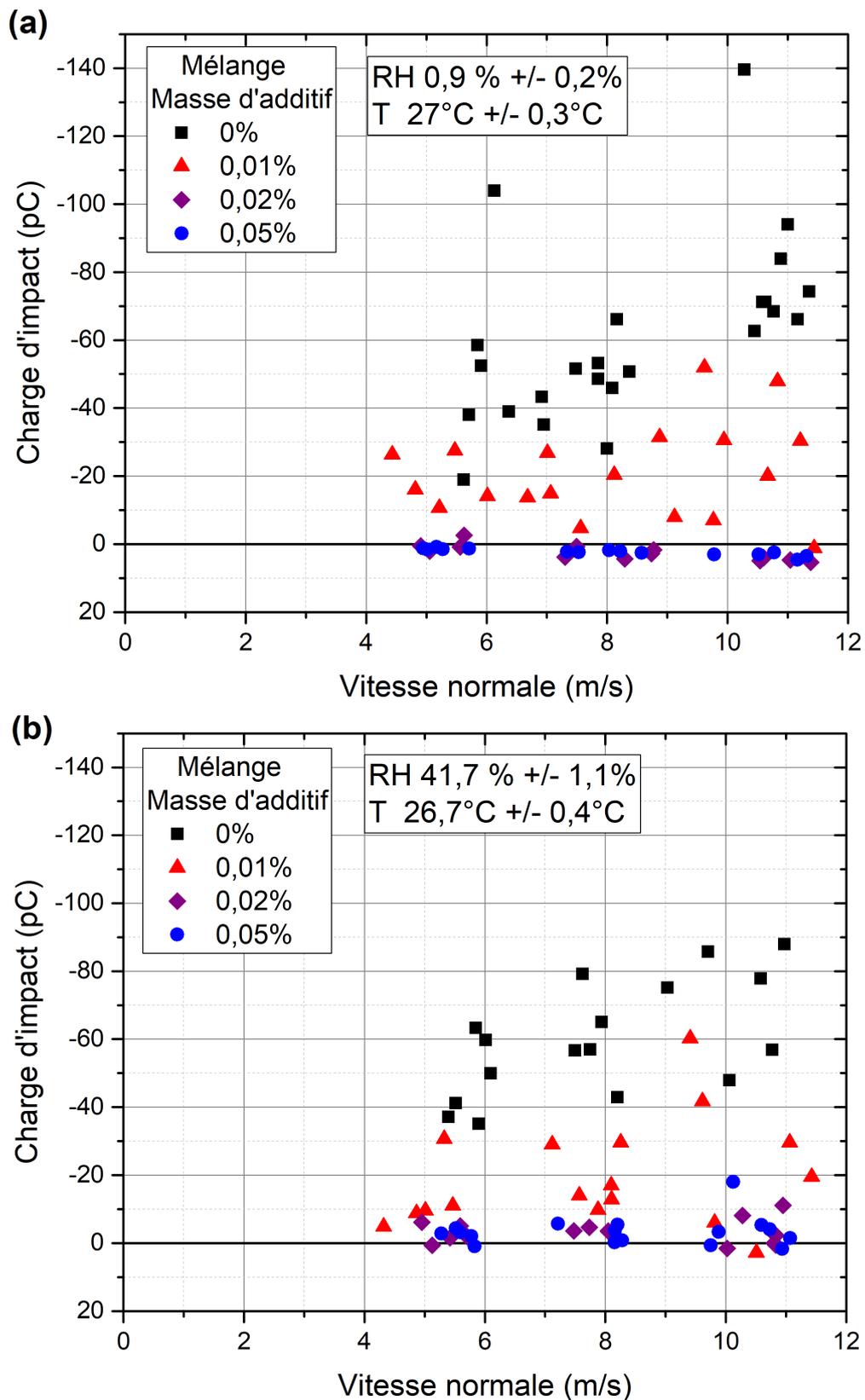
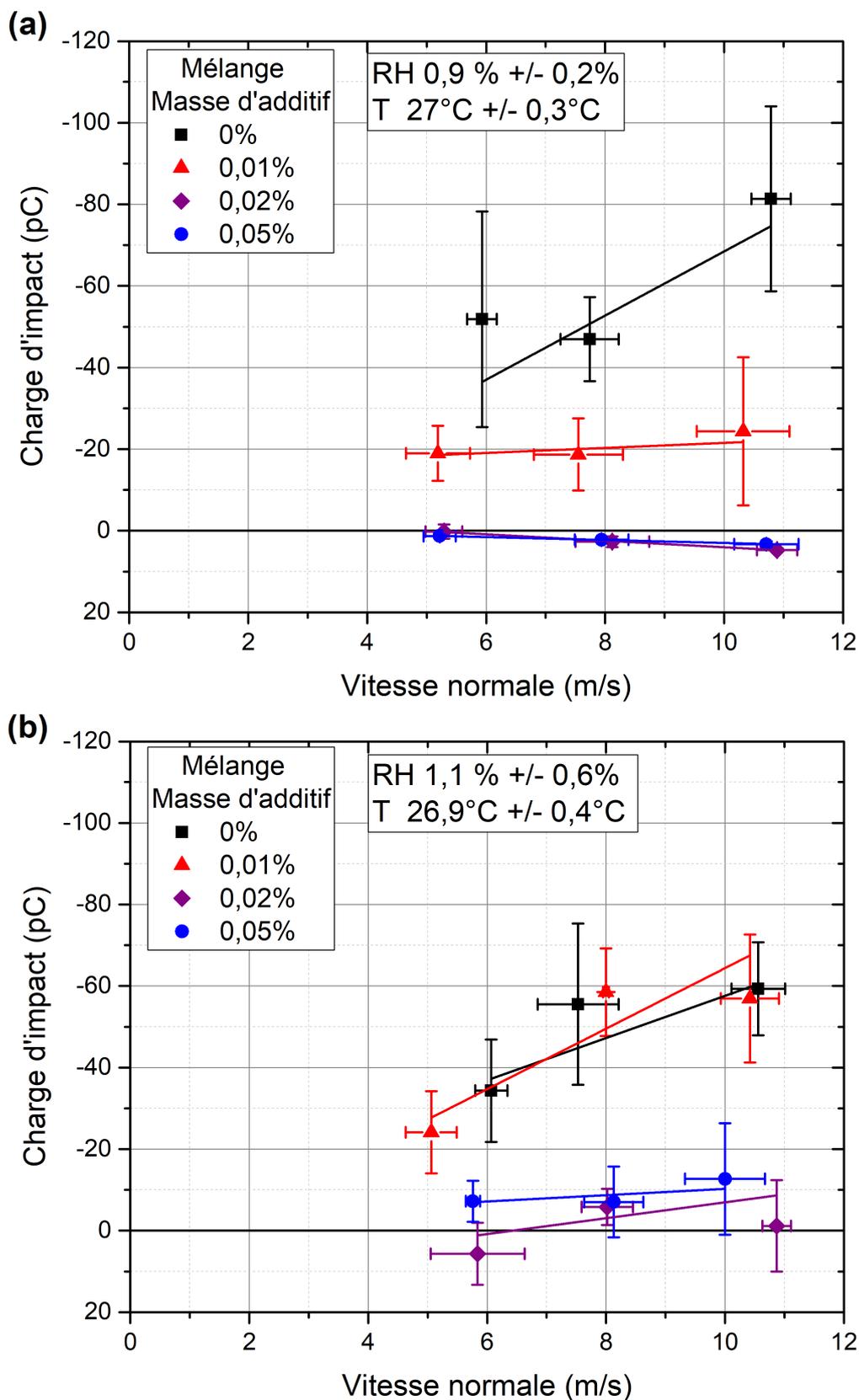


Figure IV.14 – Évolution de la charge d'impact moyenne mesurée en fonction de la vitesse normale moyenne pour chaque réglage de pression avec différentes quantités de mélange des deux additifs, (a) en environnement sec et (b) en environnement humide.



**Figure IV.15** – Distribution des valeurs de charge d'impact mesurées pour chaque test individuel en fonction de la vitesse normale pour différentes quantités de mélange des deux additifs, (a) en environnement sec et (b) en environnement humide.



**Figure IV.16** – Comparaison entre les effets sur la charge d'impact du mélange des deux additifs pour deux cas différents, (a) lors d'une première utilisation dans le dispositif expérimental et (b) lors du quatrième tir effectué dans le dispositif expérimental avec le même lot de billes.

## IV.4 Conclusion

Les conditions chimiques et environnementales ayant un rôle essentiel dans les phénomènes de chargement triboélectrique, plusieurs campagnes d'essais ont été menées et analysées dans cette partie pour caractériser de manière plus approfondie le chargement triboélectrique du verre contre des surfaces en polymères.

Les effets de l'état de surface des billes ont été étudiés dans un premier temps, à travers le pré-conditionnement chimique appliqué avant chaque série d'essais et la composition chimique des billes. Le pré-conditionnement chimique de la bille, sous la forme d'un traitement à l'éthanol et à la flamme, a montré un effet considérable sur le comportement triboélectrique des billes de verre. Le premier nettoyage à l'éthanol provoque en particulier une inversion de la polarité de la charge acquise par la bille contre le PU. Le comportement triboélectrique des billes au cours des premiers traitements chimiques initiaux montre également une évolution de l'état de surface des billes. L'état initial est marqué par une dispersion très importante des valeurs de charge d'impact au cours d'une série d'essais qui rend inexploitable les résultats pour analyser le chargement triboélectrique des billes. L'état final stabilisé des billes résulte en une diminution importante de la dispersion de la charge d'impact, qui correspond à l'état utilisé pour les campagnes d'essais réalisées dans le reste du document. Le comportement triboélectrique de deux types de verre a été comparé : un verre sodocalcique et un verre borosilicate. Une charge d'impact moyenne équivalente a été mesurée sur les deux types de billes de verre, ce qui suggère que les effets de surface sont potentiellement plus importants que la composition fine du verre.

Les effets des conditions d'humidité et de température ont ensuite été étudiés sur les deux matériaux de cible. L'humidité montre un effet significatif d'augmentation de la charge d'impact des billes de verre contre une cible en PTFE entre 1% et 30% puis une saturation au-delà jusqu'à 55%. L'humidité ne semble par contre pas affecter de manière significative la charge d'impact mesurée contre une cible en PU sur une gamme de valeurs similaire. Ce comportement pourrait être expliqué par la limite de charge maximale ou par des mécanismes physiques de transfert de charge différents. Le comportement très stable de la distribution des charges d'impact sur le PU ainsi que des tests réalisés sur une cible de PU générant des niveaux de charges plus faibles en annexe E suggèrent que cette deuxième explication est plus probable. Aucun des deux matériaux n'a montré d'effet de diminution de la charge d'impact avec l'humidité relative qui est généralement associé à l'humidité en raison des conditions de relaxation de charge. Ce résultat peut être attribué aux conditions de relaxation de charge réduites au minimum dans la configuration étudiée, et des effets de diminution de la charge d'impact pourraient être observés pour des valeurs d'humidité plus élevées que la gamme de valeurs étudiées. La température a montré par ailleurs un effet de diminution de la charge d'impact sur les deux types de cibles, distinct du mécanisme observé sur l'humidité. Cet effet est plus important pour le PU que pour le PTFE, et montre une diminution significative de la charge d'impact pour des variations de températures de quelques degrés seulement.

Enfin, les effets de deux additifs antistatiques, une huile organique et un sel d'ammonium quaternaire ont été étudiés sur le chargement triboélectrique contre le PU dans trois configurations. Les conclusions suivantes ont été obtenues sur leur mode d'action :

- L'effet antistatique de l'additif A n'est pas visible en environnement sec, pour une humidité relative inférieure à 1%. Ce résultat suggère que la vitesse de désorption d'eau de la surface de la bille lorsqu'elle est traitée avec l'additif A est plus rapide que le temps de mise à l'équilibre sous régulation du dispositif expérimental ( $\sim 15$  heures). L'effet antistatique de l'additif B ou du mélange d'additif ne dépend pas significativement de l'humidité de l'environnement dans lequel l'expérience est réalisée. Ce résultat implique que l'additif B permet de stabiliser la présence d'eau en surface de la bille pour des durées supérieures au temps de mise à l'équilibre du

dispositif expérimental.

- L'additif A provoque une augmentation de la dispersion de la valeur de charge d'impact par rapport aux lots de billes témoins et à l'additif B. La présence de l'additif A est également fortement corrélée avec la mesure de charge d'impact de polarité opposée par rapport à la charge d'impact sur une bille témoin.
- L'additif B est le plus efficace d'un point de vue antistatique, permettant d'atteindre des valeurs de charge d'impact plus faible, mais son efficacité est augmentée lorsqu'il est ajouté en présence de l'additif de type A. La quantité d'additifs nécessaire à ajouter pour observer des niveaux de charges très faibles est également moins importante lorsque les deux additifs sont utilisés conjointement, ce qui suggère que l'huile organique stabilise l'action du sel d'ammonium quaternaire en améliorant sa répartition.
- La couche d'additifs est endommagée par les impacts dans le dispositif expérimental, ce qui diminue sa capacité de réduire la charge accumulée par la bille au cours de l'impact.

# Conclusion

Au cours de cette thèse, un dispositif expérimental a été développé depuis sa phase de conception jusqu'à la mise en place d'un protocole expérimental. Son objectif principal est la caractérisation du chargement triboélectrique entre le verre et divers matériaux polymères, à l'aide d'une mesure de l'électrisation par impact d'une bille de verre contre une cible.

L'étude bibliographique réalisée pour assister la conception du dispositif et l'analyse des résultats obtenus a été présentée dans le premier chapitre. Cette revue de la littérature scientifique sur le chargement triboélectrique a mis en évidence les controverses concernant la compréhension théorique de ce phénomène. Les théories principales considérées dans la littérature ont été décrites à travers la nature des charges échangées : des électrons, des ions ou des fragments de la surface des matériaux. La métrologie déployée dans la littérature pour étudier le sujet a ensuite été introduite, à travers certains dispositifs expérimentaux issus de la littérature. Ces résultats ont permis d'établir un bilan des paramètres principaux affectant l'électrisation par impact. Les modèles de condensateur et de relaxation de charge établis pour décrire le chargement triboélectrique par impact ont été introduits à la fin de ce chapitre.

Dans le second chapitre, le dispositif expérimental principal de cette thèse a été présenté en détail. Cette présentation a mis en valeur les choix de conception qui ont été réalisés pour permettre la mise en place d'une mesure quantitative robuste. Les différentes mesures de courant utilisées pour déterminer la charge d'impact ont été décrites successivement : la mesure de charge initiale de la bille, la mesure de charge finale de la bille et la mesure de la charge résiduelle sur la cible après impact. Les tests de caractérisation du dispositif ont montré que les trois mesures vérifiaient l'équation de conservation de la charge avec une bonne précision relativement à la charge d'impact mesurée, soulignant la robustesse du montage expérimental. Les informations concernant le système d'acquisition et de contrôle du dispositif reposant sur une carte d'acquisition et un boîtier électrique couplés avec les électromètres et le montage optique ont été données. L'étude de la trajectoire de la bille a également permis de mettre en place des modifications sur le dispositif qui ont amélioré considérablement le taux de réussite d'un essai jusqu'à 90%, pour obtenir les conditions expérimentales dans lesquelles les campagnes d'essais principales de cette thèse ont été effectuées.

La première campagne d'étude principale de cette thèse portant sur l'influence des propriétés mécaniques de l'impact sur le chargement triboélectrique a été analysée dans le chapitre III. Cette étude statistique se concentre sur une configuration de chargement triboélectrique de billes de verre contre le PTFE et le PU. Une variation de la vitesse d'impact de la bille a permis de confirmer le lien entre la composante normale de la vitesse et la surface de contact apparente de la bille, qui provoque une augmentation de la charge d'impact de la bille à vitesse d'impact plus élevée. Cette relation entre la charge d'impact et la surface de contact est supportée par des résultats obtenus dans le cadre d'une étude de l'influence du diamètre de la bille sur l'électrisation par impact. La charge d'impact mesurée sur les billes de différents diamètres montre une dépendance linéaire par rapport à la surface de contact estimée.

Une différence de comportement significative a par ailleurs été mise en évidence dans l'électrisation par impact contre le PU. La distribution des charges d'impact mesurées sur les essais révèle une limite de charge maximale dépendante de la vitesse normale. Cette limite pourrait être liée à des phénomènes de décharges électriques dans l'air. En effet, la densité surfacique de charge calculée au cours de ces essais est du même ordre de grandeur que la valeur maximale que peut porter une bille de verre isolée prédite par l'équation de Pauthenier. Ainsi, la charge acquise au cours du contact entre la bille de verre et la cible en PU est suffisamment importante pour causer une décharge électrique lors de la séparation, de manière analogue au mécanisme décrit dans le modèle de relaxation de charges introduit par Matsuyama et Yamamoto. La charge d'impact mesurée contre le PTFE ne montre pas de comportement similaire.

Dans le cadre des campagnes de variation de la vitesse d'impact, il n'était pas possible de différencier les effets de la composante normale et tangentielle de la vitesse de la bille car les deux composantes étaient fortement corrélées. Pour étudier les effets de la vitesse tangentielle indépendamment de la vitesse normale, des essais ont été effectués en modifiant l'angle de réglage de la cible. Deux comportements différents ont été observés entre le PTFE et le PU. Dans le cas du PTFE, la charge d'impact augmente de manière significative avec la vitesse tangentielle, qui cause des variations de charges plus importantes que la vitesse normale. Deux hypothèses ont été retenues pour expliquer ce résultat. D'une part, l'augmentation de la charge d'impact pourrait être causée par une augmentation de la surface de contact réelle entre les deux solides. Cette surface de contact réelle est inférieure à la surface de contact apparente à cause de la rugosité de surface du PTFE. La composante tangentielle de la vitesse et le frottement occasionné pourraient augmenter la surface de contact réelle en amplifiant par exemple la déformation des aspérités de la surface du polymère. D'autre part, le frottement plus important implique une plus grande quantité d'énergie disponible pour les mécanismes de transfert de charge impliqués dans le chargement triboélectrique du PTFE. Les théories de transfert de matière où une partie entière de la surface d'un des solides est arrachée et transférée sur la surface du second, ou les théories de mécano-radicaux qui sont construites sur la rupture de liaisons chimiques en surface sont deux exemples de mécanismes de transfert de charge qui pourraient expliquer ce comportement. En revanche, dans le cas du PU, aucun effet de la vitesse tangentielle n'est observé sur la charge d'impact. Ce résultat apparaît comme une conséquence de la limite de densité de surface de charge maximale identifiée auparavant, qui masquerait toute augmentation de la charge avec la vitesse tangentielle.

Dans la dernière partie du chapitre III, des essais supplémentaires réalisés sur des PU de dureté variable et du PE haute densité montrent que la charge d'impact mesurée est d'autant plus importante que le module d'Young du matériau est élevé. La nature chimique diffère cependant entre ces différents matériaux et d'autres paramètres jouent un rôle significatif dans la détermination de la charge d'impact. Ce résultat est observé sur les trois PU de dureté différente, qui ont à priori des propriétés chimiques similaires, ce qui pourrait suggérer une corrélation entre l'intensité des contraintes à l'impact et la charge générée.

Dans le dernier chapitre de cette thèse, l'influence des paramètres environnementaux et chimiques sur le chargement triboélectrique par impact a été étudiée. L'état de surface des billes a été étudié dans un premier temps. Le traitement chimique de pré-conditionnement de l'état de surface des billes a montré une évolution significative du comportement triboélectrique du verre. Le premier lavage à l'éthanol cause une inversion de la polarité de la charge d'impact mesurée, ce qui pourrait être expliqué par la présence d'un contaminant à la surface des billes dû à la fabrication des billes qui serait dissous par l'éthanol. Après ce premier lavage, la charge d'impact mesurée montre une très forte dispersion par rapport à la vitesse normale, avec quelques valeurs de polarité opposée. Cette observation rappelle les configurations de mosaïques bipolaires observées par Baytekin et al., qui soulignent l'importance des conditions locales de surface du PU à travers la rugosité et/ou les inhomogénéités chimiques. L'application du traitement chimique au

cours de plusieurs séries d'essais montre une diminution progressive de la dispersion des valeurs de charges d'impact, vers un comportement plus homogène des billes, nécessaire pour étudier les effets d'autres paramètres sur le chargement triboélectrique verre/PU. Deux types de compositions verrières ont ensuite été testées en comparant des billes de verre sodocalcique à des billes de verre borosilicate. Aucune différence significative n'a été mesurée entre les deux lots de billes, ce qui semble indiquer que la composition fine du verre est moins importante que l'état de surface des billes dans la détermination de la charge d'impact de la bille. Les différences de composition chimique pourraient être gommées par le procédé de fabrication et le traitement chimique qui conditionnent fortement l'état de surface des billes.

Une étude des effets de l'humidité et de la température sur l'électrisation par impact a été réalisée. L'humidité montre un effet significatif sur le chargement triboélectrique des billes de verre contre le PTFE qui n'est pas observé sur le PU. La charge d'impact augmente entre 1% et 30% d'humidité relative, puis aucune variation significative n'est observée au-delà jusqu'à 55%. Un mécanisme de transfert de charge favorisé par la présence d'eau adsorbée en surface pourrait expliquer un tel résultat, hypothèse évoquée dans plusieurs publications scientifiques. Ce type de comportement est plus fortement associé aux transferts de charge ioniques ou radicalaires. A contrario, la charge d'impact mesurée contre le PU ne montre aucune variation avec l'humidité, ce qui suggère que les mécanismes physiques de transfert de charge pour le couple verre-PU sont différents. D'autre part, la température provoque une diminution de la charge d'impact mesurée sur les deux matériaux cibles, plus importante sur le PU que sur le PTFE. Une première analyse semble lier cette diminution à des mécanismes de relaxation de charge, mais de plus amples études doivent être menées pour identifier l'origine physique de ce résultat.

Enfin, deux types d'additifs généralement utilisés en tant qu'antistatiques ont été déposés à la surface des billes de verre dans trois configurations différentes pour étudier leurs effets sur le chargement triboélectrique par impact : l'additif A seul, l'additif B seul et un mélange des deux additifs. L'additif A, une huile organique, a montré un effet de diminution de la charge d'impact des billes très dépendant de l'humidité. Pour les essais placés à faible humidité relative pendant un temps de 8 heures minimum, aucun effet antistatique n'est observé, ce qui suggère que le mécanisme de réduction de la charge d'impact est lié à la présence d'eau adsorbée en surface qui est désorbée sur une dynamique de plusieurs heures. La charge d'impact mesurée montre également une dispersion accrue avec la présence de l'additif A. Pour l'additif B en revanche, qui est un sel d'ammonium quaternaire, la charge d'impact mesurée ne dépend que de la quantité d'additif déposée en surface et n'est pas affectée par l'humidité. Ce constat suggère soit un mécanisme de relaxation qui n'est pas basé sur la présence d'eau en surface, soit un temps de stabilisation de l'eau adsorbée sur des durées importantes. Le mélange des deux additifs montre une efficacité plus importante de la diminution de la charge d'impact des billes indépendante de l'humidité relative. Cette efficacité se traduit d'une part par une valeur absolue de charge finale plus faible, et d'autre part par une quantité d'additifs minimale déposée en surface plus faible pour voir apparaître les effets antistatiques. Ce comportement à faible humidité implique que l'additif A permet d'améliorer l'action de l'additif B, potentiellement en homogénéisant la répartition de l'additif B à la surface de la bille.

Outre la validation des mesures effectuées dans le montage expérimental, ce travail a ouvert plusieurs pistes d'études qui doivent être approfondies pour améliorer la compréhension du chargement triboélectrique. Concernant le dispositif expérimental, plusieurs améliorations pourraient être apportées pour faciliter toute campagne d'essais ultérieure. En particulier, les instabilités de trajectoire n'ont pas pu être éliminées entièrement, et 10% des tirs de bille enclenchés résultent en un tir raté. Il serait intéressant d'approfondir l'étude de ce phénomène et de vérifier s'il est possible de faire disparaître ces instabilités, en modifiant par exemple le guide secondaire de la bille et le bac de réception. De plus, aucun essai n'a pu être réalisé avec un angle de la cible supérieur à 50°, ce qui limite les capacités du dispositif dans l'étude des effets de la vitesse tangentielle. Certains résultats

scientifiques évoquent une diminution de la charge lorsque l'angle d'impact dépasse  $60^\circ$ , et il serait crucial de trouver une solution permettant d'utiliser le dispositif dans ces conditions sans perdre la robustesse de la mesure. De la même manière, il est important de tester la fiabilité des mesures pour des humidités relatives supérieures à 60% pour tester des conditions plus extrêmes. Une automatisation du système de tir serait précieuse, permettant ainsi de réaliser un nombre d'essais largement supérieur, bien que des modifications considérables soient nécessaires pour cela.

Pour prolonger l'étude des propriétés mécaniques de l'impact réalisée dans le chapitre III, il serait pertinent de réaliser une mesure précise de la surface de contact entre la bille et la cible afin de quantifier exactement les effets de la vitesse normale lors de l'impact. Il serait de plus intéressant de poursuivre l'étude des effets de la vitesse tangentielle pour déterminer les causes physiques de l'augmentation de la charge sur le PTFE. Une étude plus poussée des propriétés de rugosité de la surface du PTFE pourrait apporter des informations essentielles sur ce sujet. Il serait intéressant pour ce faire de modifier et/ou de contrôler les conditions de rugosité de la cible pour déterminer comment la charge d'impact et sa dispersion évoluent au cours des essais. L'origine de la limite de charge maximale du chargement triboélectrique contre le PU doit être confirmée, par la détection d'une décharge électrique potentielle (photomultiplicateur), ou en modifiant le gaz ambiant dans l'atmosphère confinée du dispositif expérimental pour abaisser la rigidité diélectrique du milieu par exemple. Les effets de la vitesse tangentielle pourrait être à nouveau étudiés dans une configuration où la limite de charge maximale n'est pas observée, à une température plus élevée par exemple. Une caractérisation physico-chimique des différents PU permettrait pour finir de valider la relation entre l'intensité des contraintes et la charge d'impact.

Pour les études des paramètres chimiques et environnementaux, il est important d'accompagner les mesures réalisées dans le dispositif expérimental d'autres outils métrologiques. En particulier, la caractérisation physico-chimique fine des surfaces des billes et des cibles par spectroscopie pourrait apporter des informations complémentaires précieuses pour confirmer les interprétations réalisées. Pour le phénomène de stabilisation de l'état de surface des billes, des analyses de spectroscopie permettraient d'identifier l'origine de l'évolution de la dispersion au cours des premiers traitements chimiques. Il serait intéressant d'étudier de manière approfondie les paramètres expliquant la distribution de la charge d'impact, notamment lorsque des polarités opposées sont également observées. En particulier, ces résultats pourraient être la cause de la variabilité importante des résultats concernant le verre dans la littérature sur le chargement triboélectrique.

Les études réalisées sur les effets de l'humidité et de la température sur le chargement triboélectrique des billes doivent être complétés en réalisant des essais dans des gammes d'humidité relative et de température plus larges. Une détermination de la quantité d'eau adsorbée en surface de la bille et la cible serait cruciale pour interpréter le mécanisme d'interaction entre l'humidité et la charge générée. La dynamique de l'adsorption en surface dans le temps pourrait de plus être plus complexe et il serait intéressant de faire varier le temps d'équilibre du système en humidité contrôlée pour mettre en évidence le rapport entre la charge d'impact et la présence d'eau en surface. Des études à plus haute humidité permettrait de vérifier si des effets de diminution de la charge apparaissent également sur les deux matériaux cibles, de manière analogue aux expériences impliquant de multiples impacts de particules. Des mesures de charge d'impact à température significativement plus faibles et plus élevées pourraient apporter d'autres informations sur ce mécanisme, en identifiant plus clairement la variation de la charge d'impact avec la température. De plus, une étude à très faible température permettrait potentiellement de discriminer les mécanismes de transfert de charge potentiels. Pour finir, les résultats observés sur les additifs chimiques doivent être accompagnés d'une part de méthode de caractérisation de la répartition de l'additif à la surface des billes, et d'autre part de mesures de conductivité selon l'humidité sur des billes traitées avec les additifs pour vérifier les hypothèses proposées.

# Annexe A

## Complément matériel et méthodes

Cette annexe contient des informations supplémentaires concernant le matériel utilisé au cours de cette thèse, en particulier concernant les échantillons et les méthodes de régulation d'humidité.

### A.1 Billes de verre

Les billes de verre utilisées majoritairement dans cette thèse sont des billes de verre de 4 mm avec une tolérance de  $0,2 \mu\text{m}$  sur la sphéricité, de nature sodocalcique, obtenues auprès du fournisseur Preciball (voir figure A.1). D'après le fournisseur, les billes sont fabriquées à partir de barres cylindriques chauffées, coupées puis refroidies. Les billes récupérées sont ensuite polies jusqu'à atteindre la sphéricité spécifiée. Les billes subissent donc un traitement mécanique de surface important pendant le procédé de fabrication.



**Figure A.1** – Photographie des billes sodocalciques Preciball de 4 mm de diamètre.

La composition chimique donnée par le fournisseur est la suivante :

Cette composition verrière n'est pas très restrictive mais elle donne une idée générale de la nature du verre utilisé. Les billes de verre borosilicate utilisées pour les études sur plusieurs diamètres de bille et sur la composition verrière sont des billes de la marque Assistent, de références 1401/4, 1401/3 et 1401/2 respectivement pour les billes de 4, 3 et

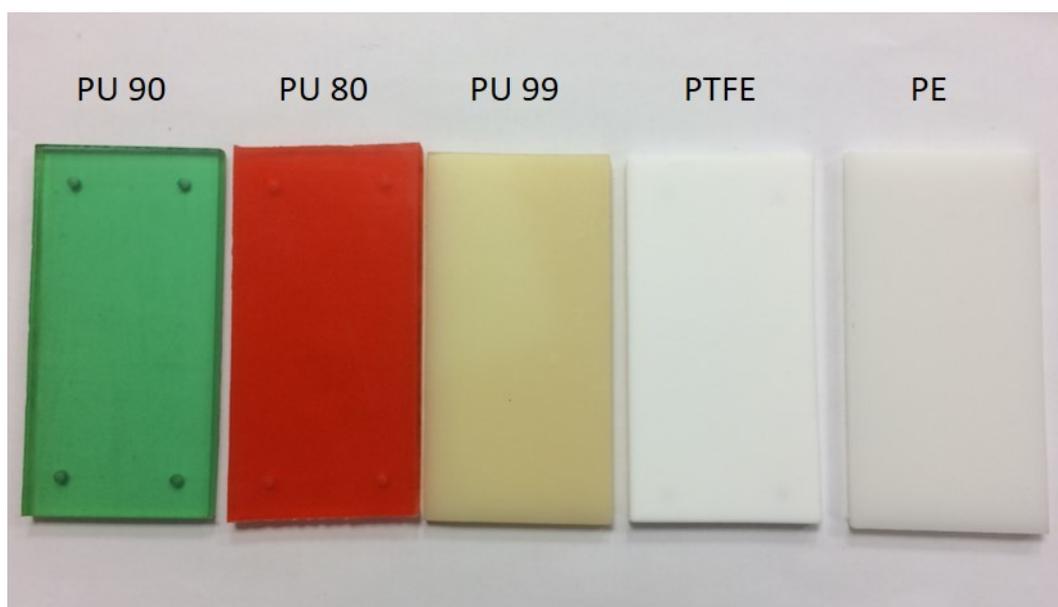
**Tableau A.1** – Composition chimique des billes de verre sodocalcique Preciball

Monox (SiO <sub>2</sub> )	70-72%
Sodium oxide (NaOH)	16-18%
Calcium oxide (CaO)	4-16%
Magnesia (MgO)	0,3-2%
Ferric oxide (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	0,1-0,5%
Alumina (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	2-3%
Barium oxide (BaO)	0,3-2,5%
Potassium oxide (K <sub>2</sub> O)	0,2-1,5%
Zinc oxide (ZnO)	0,1-0,5%

2 mm de diamètre. Aucune information sur le procédé de fabrication ou la composition verrière n'a pu être obtenue.

## A.2 Matériaux cibles

Les cibles en polymères ont toutes été fabriquées à partir de plaque de 5 mm d'épaisseur de divers matériaux polymères achetées chez le même fournisseur, Solutions Elastomères. La plaque de polytétrafluoroéthylène PTFE correspond au type de plaque PTFE vierge blanc, et la plaque de polyéthylène (PE) correspond à la plaque PEHD. Les plaques de polyuréthane (PU) sont des plaques de dureté Shore A 80, 90 et 99. La plaque de PTFE est fabriquée par moulage par compression puis avec un frittage en haute température dans un four. Le PE est fabriqué par polymérisation coordinative. Les différents PU sont fabriqués par moulage. Aucune information de composition des différents matériaux n'a pu être obtenue. La dureté Shore A est l'échelle utilisée par le fournisseur pour différencier les différents PU considérés, elle est donc utilisée dans la dénomination des trois matériaux dans ce document (PU80, PU90 et PU99). Des cibles de chaque matériau utilisé sont représentées sur la photographie de la figure A.2.

**Figure A.2** – Photographie de cibles fabriquées à partir de chaque matériau étudié.

Les propriétés mécaniques de ces différents matériaux ont été mesurées au cours d'essais

en laboratoire dans le cadre d'un stage d'un étudiant de Licence 3 à l'institut Pprime, Rémi Denoué, encadré par Pascal Doumalin. L'étudiant a réalisé un travail de recherche bibliographique et de mise en place d'essais mécaniques pour déterminer en deux étapes, le module d'Young et la dureté des matériaux considérés. Il était prévu de mesurer la limite d'élasticité également mais cela n'a pas pu être fait dans le temps imparti et des données issues de base de données de la littérature ont dû être utilisées à la place.

En ce qui concerne le module d'Young, des recherches ont montré que le module de traction et le module de compression étaient identiques pour tous les matériaux. Il a été décidé de s'en tenir à un essai de traction plus simple à mettre en place. Les essais sont réalisés selon la norme NF-EN-ISO-527. Pour ce faire, une éprouvette est fabriquée avec la géométrie appropriée (voir figure A.3 (a)). Des éprouvettes perpendiculaires ont été découpées dans la plaque pour vérifier si des effets d'anisotropie étaient détectables dans le plan de la plaque. L'éprouvette est ensuite sollicitée en traction dans sa direction axiale dans une machine d'essais de traction (voir figure A.3 (b)). L'essai de traction est réalisé avec une grille de points dessinés sur la surface de l'éprouvette et une caméra pour mesurer le champ de déplacement au cours de l'essai. Aucun effet lié à la direction de découpe de l'éprouvette n'a été observé.

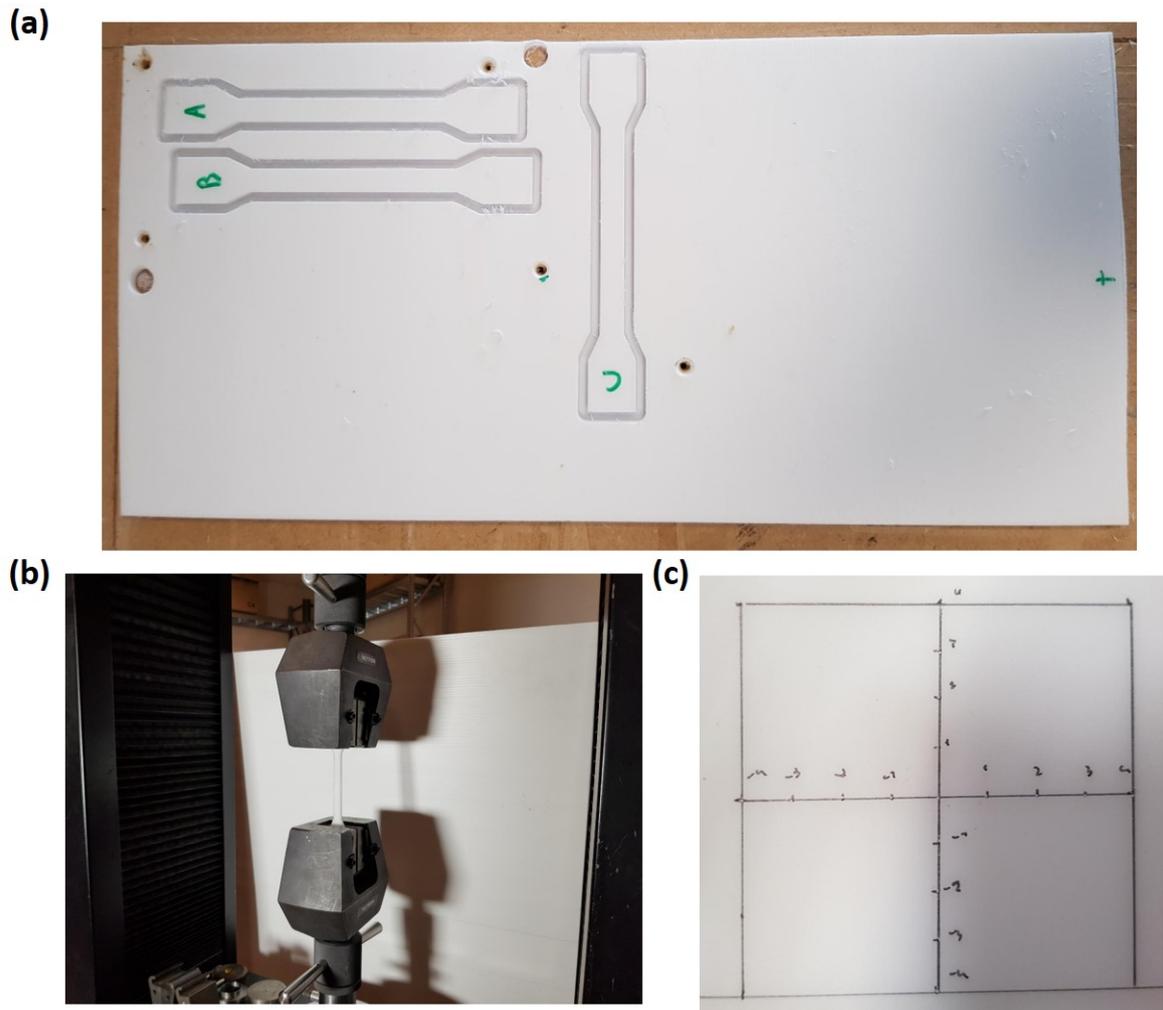
Pour la dureté, des mesures de dureté selon les échelles de dureté Shore A et Shore D avec des duromètres commerciaux PCE-DD-A et PCE-DD-D respectivement. La valeur de dureté est mesurée après 15 secondes d'application de l'indenteur lorsque la valeur se stabilise. La dureté a été mesurée pour un total de 17 points différents par plaque réparties sur toute la surface pour tester des potentielles inhomogénéités (voir figure A.3 (c)). Peu d'inhomogénéités sont observées au final, avec un écart type des valeurs mesurées inférieur à 1 en moyenne, d'autant plus faible que le matériau est rigide.

Les résultats obtenus sont répertoriés dans le tableau A.2, les matériaux étant ordonnés par rigidité mécanique décroissante :

**Tableau A.2** – Propriétés mécaniques des matériaux

Matériau	Masse volumique (kg/m <sup>3</sup> )	Module d'Young (MPa)	Dureté Shore D	Dureté Shore A
PE	950	2420	71	99.2
PU 99	1150	720	73,4	98.7
PTFE	2235	441	61,8	99.2
PU 90	1120	48	39,2	89.9
PU 80	1110	27	31,5	83.4

Le PE est significativement plus rigide que les autres matériaux utilisés. Le PU99 et le PTFE montrent des rigidités plus comparables, et les deux PU plus mous ont un module d'Young plus faible d'un ordre de grandeur. La mesure de dureté Shore A n'apparaît pas comme appropriée pour différencier les matériaux rigides considérés, l'échelle de dureté Shore D permettant une meilleure différenciation des matériaux. La dureté ne montre pas de corrélation avec la rigidité mécanique globale des matériaux, étant donné que la dureté Shore D du PE est très proche de celle du PU 99, alors que leur module d'Young diffèrent d'un facteur 3 environ. Ainsi, ces résultats suggèrent que malgré la rigidité mécanique largement supérieure du PE, la réponse locale du matériau à une indentation plastique est beaucoup plus faible.



**Figure A.3** – (a) Forme des éprouvettes utilisées pour la mesure du module d'Young. (b) Test de traction pour la mesure du module d'Young des différents matériaux. (c) Mesure de dureté réalisée en chaque point marqué sur les deux axes tracés afin de tester l'homogénéité des résultats.

### A.3 Solutions de sels saturés

Pour réguler l'humidité de l'enceinte confinée du dispositif expérimental autour de valeurs précises, des solutions de sels saturés ont été utilisées. Les solutions sont préparées à l'aide d'une plaque chauffante et d'un ballon de 2L de volume. Le ballon est rempli d'eau déminéralisée à hauteur d'un demi-litre environ, qui est ensuite chauffée à 70°C. Le sel utilisé est incorporé progressivement en mélangeant avec un barreau magnétique. Lorsque la solution est saturée, elle est refroidie jusqu'à température ambiante en la laissant reposer, puis la solution est placée dans un cristalliseur qui permet une surface d'échange importante, afin d'accélérer la régulation d'humidité. Le cristalliseur est placé dans l'enceinte confinée et un ventilateur peut être actionné pour assurer que la régulation est bien réalisée de manière homogène. Les solutions permettent une bonne régulation pendant deux semaines environ, elles sont ensuite changées pour assurer un fonctionnement efficace.

Les différents types de sels utilisés ainsi que l'humidité relative de régulation associée à température ambiante sont répertoriées dans le tableau suivant :

**Tableau A.3** – Liste des sels inorganiques utilisés pour la régulation

Sel inorganique	Humidité relative de régulation (%)
Acétate de potassium	22
Chlorure de magnésium	33
Carbonate de potassium	44
Nitrate de magnésium	55

# Annexe B

## Interface LabView, post-traitement des résultats et boîtier électrique

### B.1 Interface LabView

L'interface LabView a été entièrement développée au cours de la thèse spécifiquement pour le dispositif expérimental. Elle consiste en deux parties, un bandeau général contenant des informations sur l'état du système expérimental (verrouillage des appareils de mesure, chargement d'une bille dans le dispositif, indicateur de présence d'une bille dans le dispositif et arrêt général du de l'instrument virtuel (VI)) et une partie principale de plusieurs onglets qui permet de gérer les différentes étapes d'utilisation du système (voir figure B.1) :

- L'onglet "Propriétés" est utilisé pour enregistrer toutes les données concernant un essai. Les informations sont saisies manuellement et sont intégrées en entête du fichier de données final de manière à pouvoir être extraites automatiquement lors du traitement des données. Le chemin d'enregistrement du fichier ainsi que son nom sont également indiqués dans cet onglet. Un Sous-VI est utilisé pour la récupération de toutes les données d'un essai. Il les transforme en une chaîne de caractère mise en forme pour être lue directement par le programme de post-traitement en Python.
- L'onglet "Essai tir" permet de réaliser un tir de bille sans déclencher l'acquisition des différentes mesures de courant. Cet onglet a principalement été utilisé lors de la mise en place du protocole expérimental, pour optimiser le déplacement du vérin et l'ouverture de l'électrovanne pour le tir. Il permet d'ajuster la durée d'ouverture de l'électrovanne pour générer le jet d'air comprimé et de réaliser une synchronisation avec la caméra pour effectuer un enregistrement du mouvement de la bille si nécessaire.
- L'onglet "Configuration mesure" permet de lancer une acquisition avec les trois appareils de mesures en dehors d'un tir de bille, avec une fréquence d'acquisition modifiable rapidement. Cet onglet a été utilisé lors de la mise en place du protocole, ainsi que pendant les campagnes d'essais pour vérifier qu'aucune perturbation ne se produisait sur la terre du laboratoire. Il peut aussi être utilisé pour vérifier que toutes les mesures fonctionnent adéquatement.
- L'onglet "Mesure" est utilisé pour réaliser la mesure principale d'un essai. L'onglet contient un graphique déroulant qui montre l'évolution des trois courants de mesure en temps réel. Un bouton de lancement général de l'expérience est utilisé pour synchroniser les différents événements nécessaires. Ce bouton est généralement grisé

lorsque les conditions pour le lancement de l'expérience ne sont pas réunies (présence d'une bille dans le lanceur et déverrouillage des appareils de mesure), ainsi que lorsqu'un tir vient d'être réalisé afin d'empêcher un second tir avant l'enregistrement des données du tir précédent. Il est possible de rendre ce bouton actif en mettant les conditions d'utilisation en place et en appuyant sur le petit bouton d'actualisation à côté. Un bouton d'arrêt permet de stopper l'acquisition des données et de finaliser l'enregistrement des données.

- L'onglet "Contrôle TTL" permet d'envoyer un signal au boîtier électrique pour provoquer l'un des trois événements extérieurs contrôlés par l'ordinateur : ouverture de l'électrovanne de tir, déplacement du vérin et envoi d'un trigger à la caméra.



**Figure B.1** – Photographie d'écran de l'interface LabVIEW permettant de faire fonctionner le dispositif expérimental.

Pour déclencher les différents événements, l'ordinateur envoie des signaux TTL grâce à la carte NI vers le boîtier électrique, qui permet d'actionner l'alimentation des différents composants du système par l'intermédiaire d'une carte de relais. Les événements gérés au cours d'un essai sont au nombre de trois :

- Le chargement de la bille en position de tir. Ceci est réalisé par un déplacement du vérin constituant le lanceur pneumatique pour placer l'échantillon en position de tir, dans l'alignement de l'axe de tir du système.
- Le tir de la bille. Le déclenchement du tir est réalisé par un signal TTL qui met l'électrovanne sous alimentation, produisant le jet d'air comprimé avec une durée d'ouverture programmée initialement. Après optimisation, la temporisation des tirs utilisée est de 50 millisecondes.

- Le déclenchement de l'acquisition de la caméra rapide. L'ordinateur envoie un signal TTL à travers la carte NI directement à la caméra pour déclencher l'acquisition d'images.

L'interface LabView est codée à partir d'une structure événement principale, qui tourne en boucle et permet de gérer toutes les interactions avec l'utilisateur. La boucle d'acquisition principale est gérée en parallèle afin de permettre l'acquisition d'avoir lieu en même temps que le lancement du tir de la bille et que le trigger de la caméra. Les principaux événements de la boucle événement sont les différentes configurations d'utilisation du système sur les trois actions susmentionnées pilotées par l'ordinateur, ainsi que différentes désactivations d'actions pour empêcher un dysfonctionnement de l'interface liée au déclenchement simultané de procédures non prévues pour être utilisées en même temps. De manière générale, il est recommandé d'arrêter et de relancer le VI avant toute mesure pour être certain que les actions de la mesure ne soient pas entravées par une interaction non désirée.

## B.2 Post-traitement des données

Le traitement numérique des données après enregistrement est géré par un programme Python développé au cours de la thèse. Un code principal appelé "traitement.py" permet de gérer le traitement successif de plusieurs fichiers de données, alors que le module de traitement de données "traitement-general.py" contient le code de la classe d'objet développé afin de déterminer toutes les valeurs pertinentes à partir des fichiers sources. Deux fichiers sources correspondent à un unique test : le fichier de données de mesure électrique obtenu sur le Keithley, et le fichier de données caméra issu d'une exportation des données extraites des images de la caméra avec le logiciel Davis.

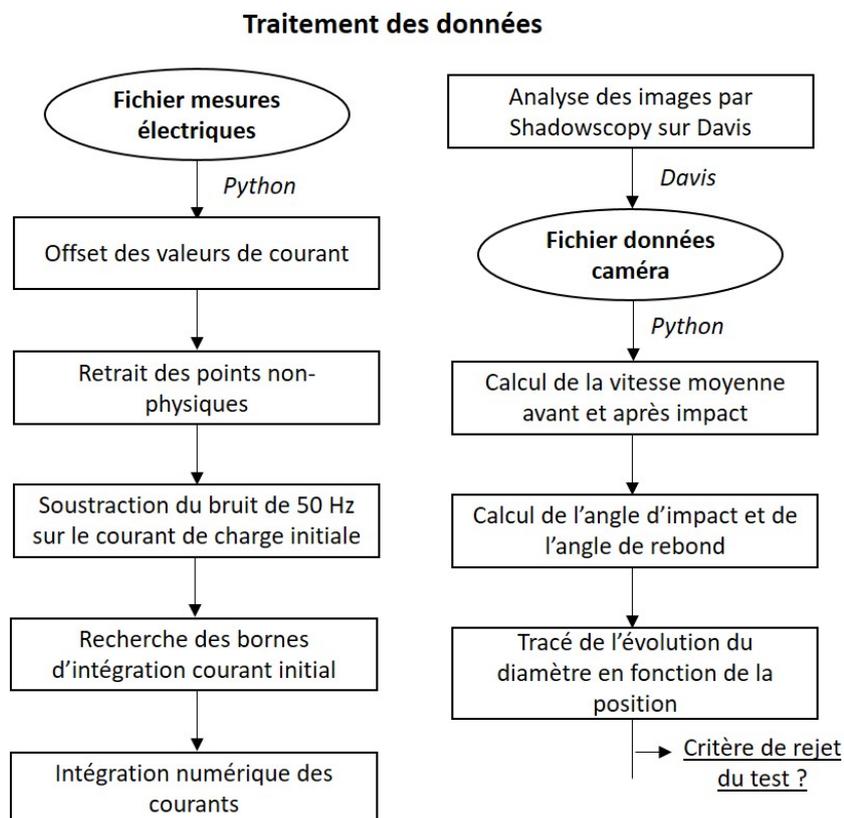


Figure B.2 – Schéma récapitulatif du post-traitement numérique des données.

Les différentes étapes du post-traitement sont récapitulées à nouveau dans le schéma B.2. Le détail du fonctionnement de l'algorithme développé dans le traitement des résultats électriques est le suivant :

- Extraction du vecteur temps et des trois vecteurs de courant.
- Offset des données de courant pour placer la moyenne du bruit de 50 Hz sur une valeur nulle. La valeur moyenne du bruit est calculée pour chaque signal puis soustraite au signal total.
- Retrait des points non-physiques causés par le rayonnement de la bobine de l'électrovanne. L'algorithme opère sur les données correspondant à la période de temps où le rayonnement peut causer un point non-physique. Les points pour lesquels l'écart aux deux points adjacents est le plus important sont détectés, puis un test sur le signe de la dérivée avant et après permet de vérifier si les points identifiés ont une réalité physique ou doivent être retirés. La dérivée est estimée linéairement à partir de la méthode d'Euler.
- Soustraction du bruit de 50 Hz, pour la mesure de charge initiale uniquement. Le bruit de 50 Hz étant problématique lors de l'intégration de la charge initiale, en raison d'une part de la faible valeur de la charge initiale et d'autre part du mauvais rapport signal/bruit de cette mesure, le bruit doit être soustrait pour obtenir des résultats satisfaisants. Pour ce faire, l'algorithme réalise une interpolation de la sinusoïdale correspondant au bruit, qui est ensuite soustraite à l'ensemble du signal. L'amplitude du bruit est déterminée en premier, puis le déphasage est trouvé en testant plusieurs valeurs.
- Recherche des bornes d'intégration du courant de charge initial. L'intégration numérique du courant de charge initiale est très sensible aux bornes d'intégration utilisées. L'algorithme procède à une identification des deux pics de courant, puis détermine l'intersection du courant avec 0 pour identifier les deux indices correspondant aux bornes d'intégration.
- Intégration numérique des courants. L'intégration est réalisée avec une méthode de Simpson, implémentée dans la librairie Python `scipy.integrate`, avec les bornes d'intégration déterminées auparavant. Pour la mesure de charge finale et la mesure de l'électrode cible, des bornes d'intégrations fixes sont utilisées, car la variation temporelle du signal montre toujours la même configuration. Le choix des valeurs de début et de fin d'intégration importe peu tant que la totalité de la variation de courant est dans l'intervalle, une modification des bornes d'intégration étant au maximum responsable d'une variation de 1% de la valeur de charge mesurée.

**Tableau B.1** – Récapitulatif des données collectées au cours d'un essai

Données issues du fichier électrique	Données de l'enregistrement de la caméra
Temps	Coordonnées X et Y de la bille
Courant de charge initiale	Composantes Vx et Vy de la vitesse de la bille
Courant de charge finale	Diamètre de la bille
Courant de l'électrode cible	Module de vitesse avant impact
Température	Module de vitesse après impact
Humidité relative	Angle d'impact
Pression de tir	Angle de rebond
Nature de la cible	Composantes normale et tangentielle
Type de bille	à la cible de la bille
Diamètre de la bille	Position (Xi, Yi) de l'impact
Angle de réglage de la cible	
Calibres de mesure	

Le détail du traitement des données caméras est le suivant :

- Extraction des coordonnées de la position et des composantes de la vitesse dans le plan xy de la bille, ainsi que du diamètre de la bille estimé pour chaque position.
- Détermination des composantes de la vitesse avant et après impact en prenant la valeur moyenne des vitesses calculées par le logiciel sur les 10 images précédant l'impact d'une part et suivant l'impact d'autre part. Davis enregistre parfois des valeurs de vitesses erronées ou nulles, qui doivent être retirées au préalable pour déterminer la vitesse d'un essai. La vitesse est quasi constante sur les 10 images avant et après l'impact, cette moyenne étant utilisée principalement pour compenser toute fluctuation de l'algorithme de calcul de la vitesse de Davis qui peuvent se produire.
- Calcul des angles d'impact et de rebond de la bille à partir des composantes de la vitesse avant et après l'impact par l'intermédiaire de calculs géométriques basée sur un vecteur normal à la cible aboutissant aux formules B.1 et B.2 introduites ci-dessous.

$$\theta_i = \text{acos} \left( \frac{-V_x^{av} \sin(\theta_S) + V_y^{av} \cos(\theta_S)}{\|V^{av}\|} \right) \quad (\text{B.1})$$

$$\theta_r = \text{acos} \left( \frac{V_x^{ap} \sin(\theta_S) - V_y^{ap} \cos(\theta_S)}{\|V^{ap}\|} \right) \quad (\text{B.2})$$

avec  $V^{av}$  et  $V^{ap}$  respectivement la vitesse avant et après l'impact, et  $\theta_S$  l'angle de réglage de la cible.

- Projection de la vitesse d'impact dans le repère de la cible pour obtenir la vitesse normale et la vitesse tangentielle à la cible. Le calcul correspond à la multiplication du module de la vitesse par le cosinus de l'angle d'impact.
- Tracé de l'évolution du diamètre estimé de la bille par l'algorithme de Davis afin d'appliquer le critère de sélection sur la variation du diamètre pour éliminer les essais ayant une variation trop importante (voir partie III.1.4). Ce critère de sélection n'a

pas pu être automatisé et est appliqué directement par l'utilisateur, car les valeurs de diamètre estimé ne sont pas stables et montrent des variations trop importantes qui ne permettent pas un traitement global approprié. Si le critère de sélection n'est pas vérifié, le test est exclu des données analysées.

## B.3 Boîtier électrique

Le boîtier électrique représenté sur la photographie B.3 a été fabriqué pour les besoins du dispositif expérimental. Il permet de centraliser l'arrivée de tous les signaux TTL permettant le déclenchement des opérations de manière synchronisée pendant la mesure.

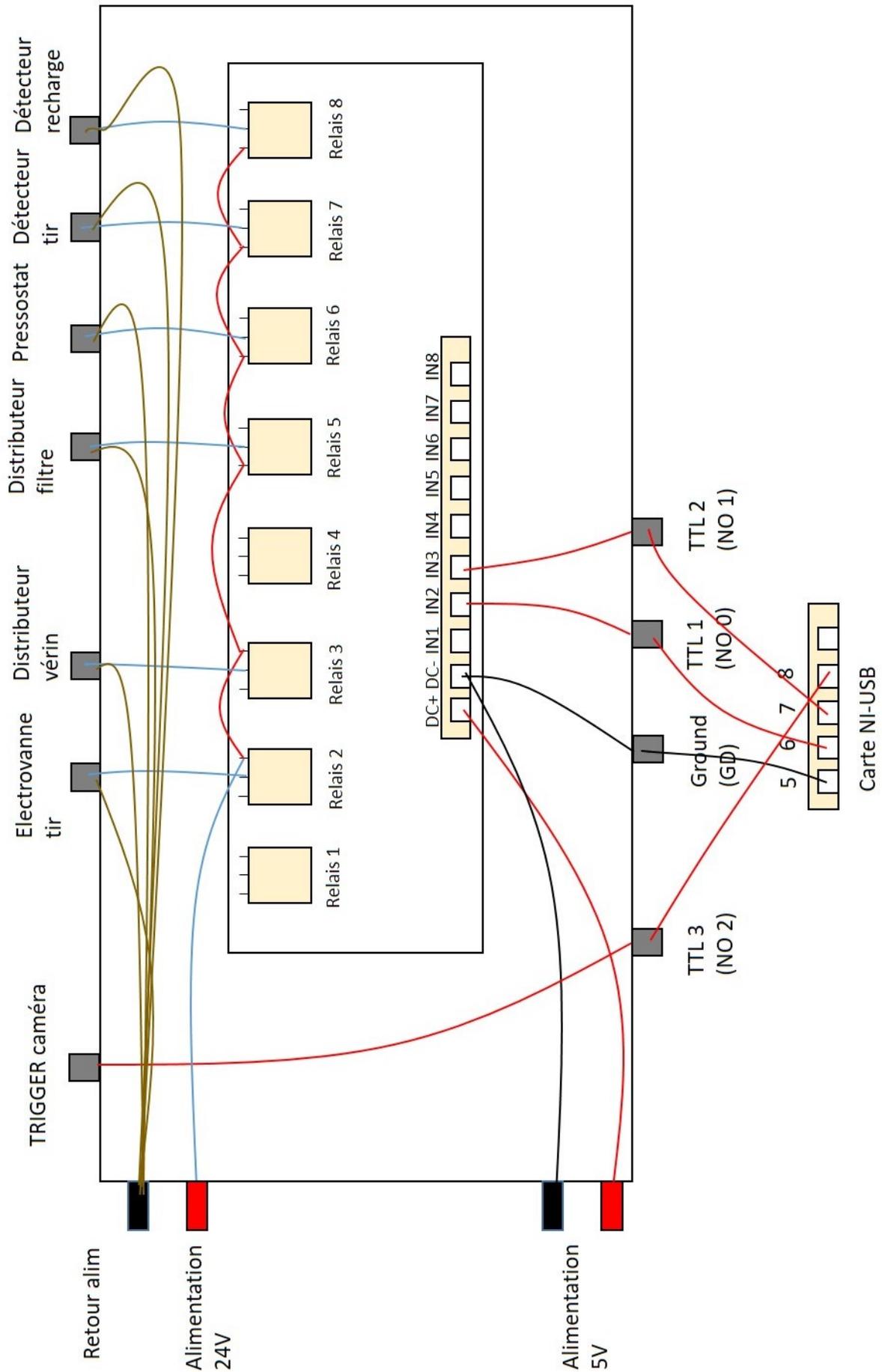


**Figure B.3** – Photographie du boîtier électrique fabriqué pour le dispositif expérimental

Son composant principal est une carte de relais électriques qui permettent l'alimentation de l'électrovanne de tir et du vérin de mise en position de la bille lorsqu'ils reçoivent un signal TTL. De manière générale, les autres relais disponibles sont utilisés pour l'alimentation du distributeur général d'air comprimé, du pressostat et de deux détecteurs de position pour le vérin (ces deux détecteurs ne sont pas utilisés au final car leur utilisation n'est pas nécessaire). L'alimentation des différents composants est effectuée avec une alimentation de 24V, et les relais de la carte relais doivent être alimentés avec une alimentation de 5V.

Pour fabriquer le boîtier électrique, la carte de relais a été fixée au fond du boîtier, et des câbles multifils avec un connecteur particulier ont été achetés. Ils ont ensuite été soudés pour permettre un branchement et débranchement facile du dispositif expérimental. Les références des câbles de marque Belden utilisés et de leurs embases correspondantes sont respectivement RKT 4-225/5M et RSF4-07/0.2. L'alimentation des composants du dispositif (électrovanne, vérin, distributeur...) est faite par l'intermédiaire de connecteurs Binder de référence 99 3379 00 03. Le trigger de la caméra transite également par le boîtier électrique depuis la carte NI-USB par l'intermédiaire d'une embase BNC montée sur le boîtier.

Le plan du boîtier électrique est présenté sur la figure B.4.



**Figure B.4** – Schéma électrique du boîtier électrique servant à l'alimentation et au pilotage du dispositif expérimental.

# Annexe C

## Mesure de la durée de contact

Afin de mesurer la durée du contact entre la bille et la cible, une caméra ultra rapide SAZ avec une fréquence d'acquisition d'images de 150 000 Hz a été utilisé à la place de la caméra couramment employée pour les essais normaux. Cette fréquence d'acquisition nécessite de restreindre la taille de la fenêtre observée au strict minimum autour de la cible et d'utiliser un éclairage plus puissant. Des tirs ont ensuite été réalisés dans les conditions habituelles d'utilisation du système avec plusieurs paramètres d'entrées pour mesurer l'influence de ces paramètres sur la durée de contact.

Les deux cibles en PTFE et en PU ont été testées, avec des billes de 2 mm et de 4 mm. Deux orientations de cible ont également été testées sur la cible en PTFE avec les billes de 4 mm, 10° et 30°. Une étude à un angle plus élevé présentait des complications expérimentales à cause du support de la caméra qui ne permettait pas une rotation plus importante du support caméra.

Pour une fréquence de 150 000 images par seconde, la résolution de la mesure de durée de contact est de 6,66  $\mu s$  minimum, inférieure à toutes les durées de contact mesurées par le dispositif. Le calcul de la durée de contact est réalisé à partir des images enregistrées par la caméra, avec un critère utilisé pour déterminer le début et la fin du contact. En raison de la faible luminosité au niveau de la cible et de la difficulté à déterminer exactement le début et la fin du contact, une erreur d'une image de caméra maximum est commise par l'utilisateur, qui correspond à 7  $\mu s$  environ.

Dans ces conditions, les résultats obtenus sont consignés dans le tableau C.1. La durée mesurée moyennée sur dix essais réalisés dans chaque type de configuration est indiquée, en arrondissant la valeur en considération de l'erreur de mesure. Une dernière configuration a été ajoutée avec une valeur moyenne sur 5 mesures, réalisées sur une cible de PTFE avec un angle de réglage de 30°.

**Tableau C.1** – Données collectées au cours d'un essai

Matériau cible	Diamètre de bille (mm)	Pression de tir (bar)	Durée de contact ( $\mu s$ )
PTFE	4	2	60
PTFE	4	4	55
PU99	4	2	55
PU99	4	4	50
PTFE	2	2	30
PTFE 30°	4	2	55

Les résultats montrent que la durée de contact mesurée en moyenne diminue légèrement lorsque la pression d'entrée de l'électrovanne est augmentée à 4 bars. La vitesse d'impact plus importante a donc pour effet de diminuer la durée de contact, résultat en accord le comportement observé par Matsuyama et al. [55]. Cette diminution est cependant trop faible pour être évaluée précisément par rapport à l'erreur commise sur la mesure. La durée de contact mesurée contre le PU est légèrement plus faible que pour le PTFE, même si la différence est peu significative devant l'erreur de la mesure.

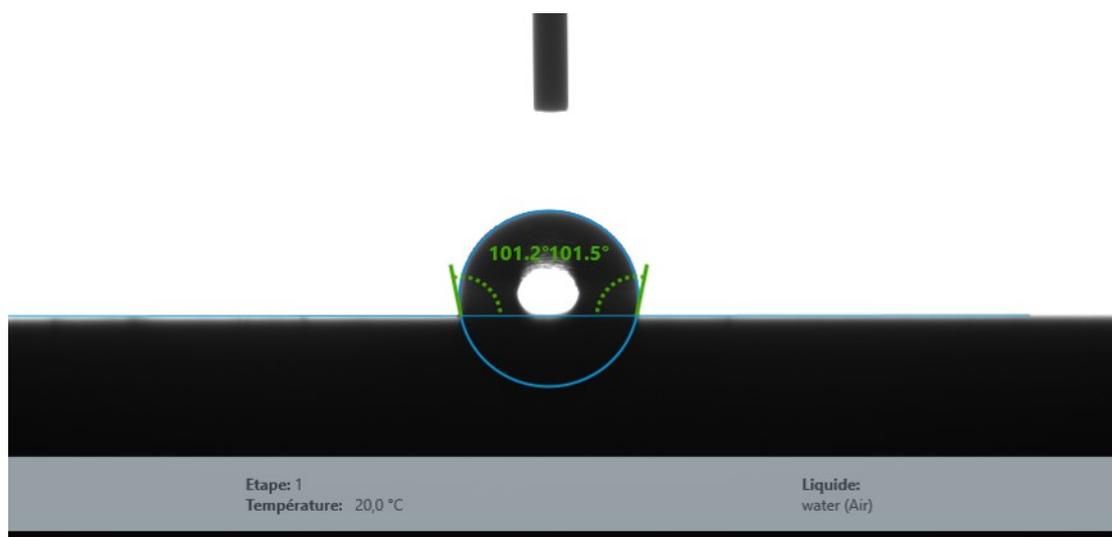
Les tests avec des billes 2 mm montrent une durée de contact significativement plus courte, qui peut potentiellement jouer un rôle dans les phénomènes physiques tels que le chargement triboélectrique. Pour une surface de contact équivalente, la conséquence pourrait être une diminution de la charge d'impact du fait de la durée de contact plus petite, ce qui n'est pas observé dans les résultats. Les effets d'une telle durée de contact dépendent des temps caractéristiques des transferts de charge, et il est possible que ce paramètre ait peu d'effet sur le chargement triboélectrique.

Pour finir, la comparaison de la durée de contact sur le PTFE à 10 et 30° d'angle de réglage de la cible suggère que la durée de contact diminue très légèrement lorsque l'inclinaison est plus importante, mais la différence est encore moins significative devant l'erreur sur la mesure que la diminution liée à la vitesse plus importante. Ce résultat implique qu'il est peu probable que le temps de contact soit un paramètre important dans l'explication du comportement de la charge d'impact avec la vitesse tangentielle, étant donné que la durée de contact est plus faible lorsque l'angle est plus important.

# Annexe D

## Mesure de l'affinité avec l'eau des cibles

Après lavage à l'eau savonneuse, l'affinité des cibles avec l'eau a été mesurée à l'aide d'un dispositif expérimental de mesure d'angle de contact. Une goutte est produite avec une seringue, puis placée à la surface de la cible. Une caméra permet alors de visualiser la goutte, et d'utiliser un algorithme pour déterminer l'angle de contact de la goutte avec la cible (voir figure D.1). Un algorithme basé sur un modèle d'ellipse directement implémenté dans le logiciel de l'appareil a été utilisé pour estimer les angles de contact.



**Figure D.1** – Exemple de mesure de l'angle de contact d'une goutte avec le dispositif expérimental utilisé.

**Tableau D.1** – Angle de contact moyen mesuré pour les différents matériaux de cible.

Matériau	Angle de contact moyen (°)	Déviati on standard (°)
PTFE	101	2,8
PU99	99,6	3,8
PU90	95,6	1,45
PU80	101,8	0,7
PE	71,9	4,5

Un total de 10 gouttes ont été réalisées sur chacun des matériaux étudiés. Les résultats obtenus sont consignés dans le tableau D.1. Les résultats montrent que l'affinité avec l'eau du PTFE et des différents types de PU est similaire, avec des angles de contact indiquant un comportement fortement hydrophobe. Le PE montre des valeurs intermédiaires qui indiquent une plus grande affinité avec l'eau.

# Annexe E

## Cible de PU de comportement différent

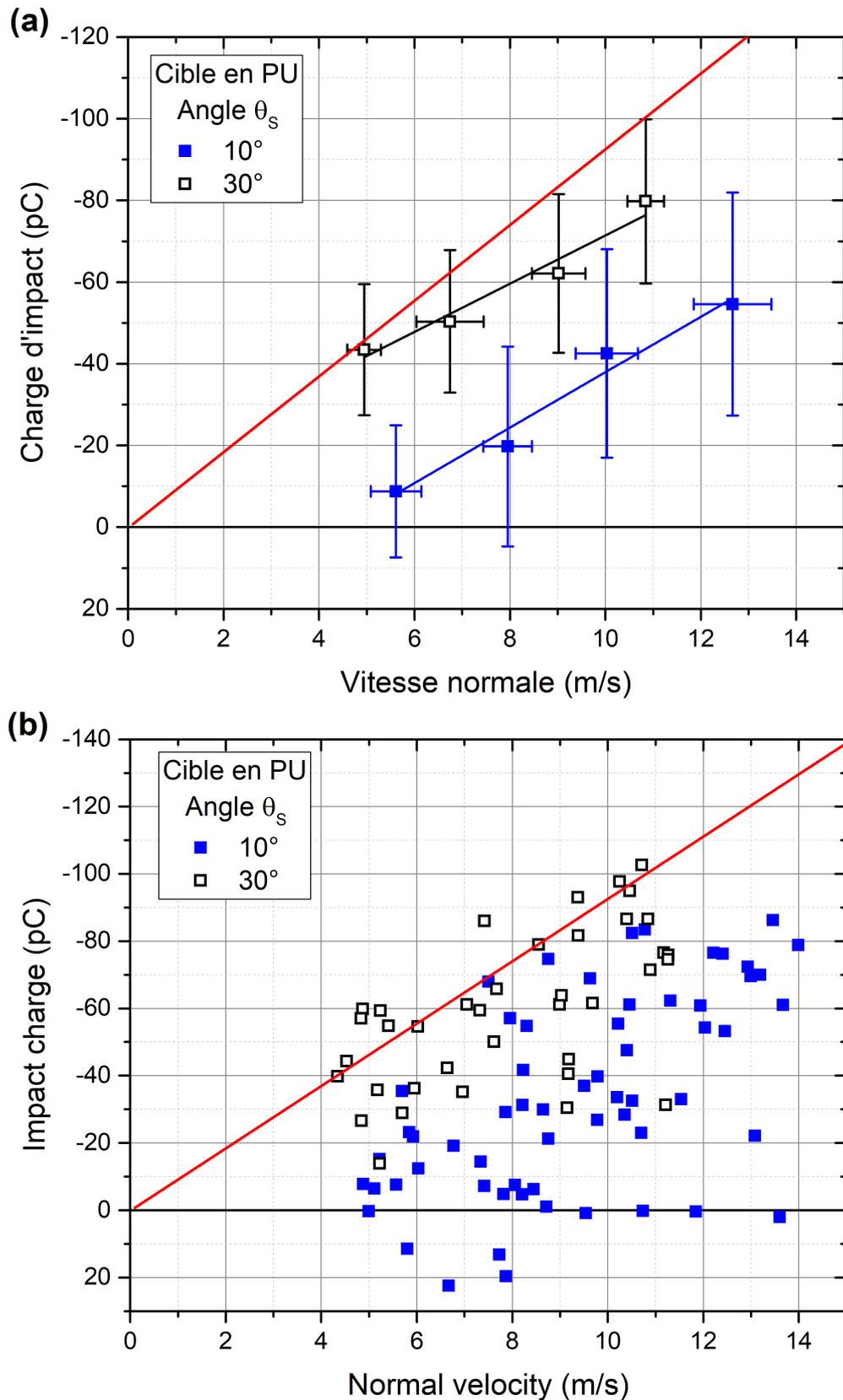
Les cibles ont été testées initialement dans le dispositif pour vérifier l'équivalence du comportement des différentes cibles fabriquées. Aucune différence significative n'a été observée entre les différentes cibles sur les valeurs moyennes de la charge d'impact mesurée pour le PTFE comme pour le PU. Cependant, lorsque d'autres cibles ont été fabriquées par la suite, deux cibles en PU ont montré des niveaux de charges différents des cibles initialement fabriquées. La raison précise de cette différence de comportement n'est pas connue car un temps important s'est écoulé entre les deux phases de fabrication. Entre temps, la plaque de PU 99 a été utilisée pour fabriquer des éprouvettes pour les essais mécaniques, et le matériau a été entreposé dans une réserve avec les différentes plaques posées les unes sur les autres.

Sur ces deux cibles de comportement significativement différent, la charge d'impact mesurée est toujours plus faible en moyenne. De ce fait, les cibles en question ne montrent pas de limite maximale de charge, et des essais ont été réalisés pour vérifier les effets de la composante tangentielle de la vitesse et de l'humidité sur le chargement triboélectrique contre le PU dans une configuration où la limite de charge ne peut pas masquer une variation de charge d'impact.

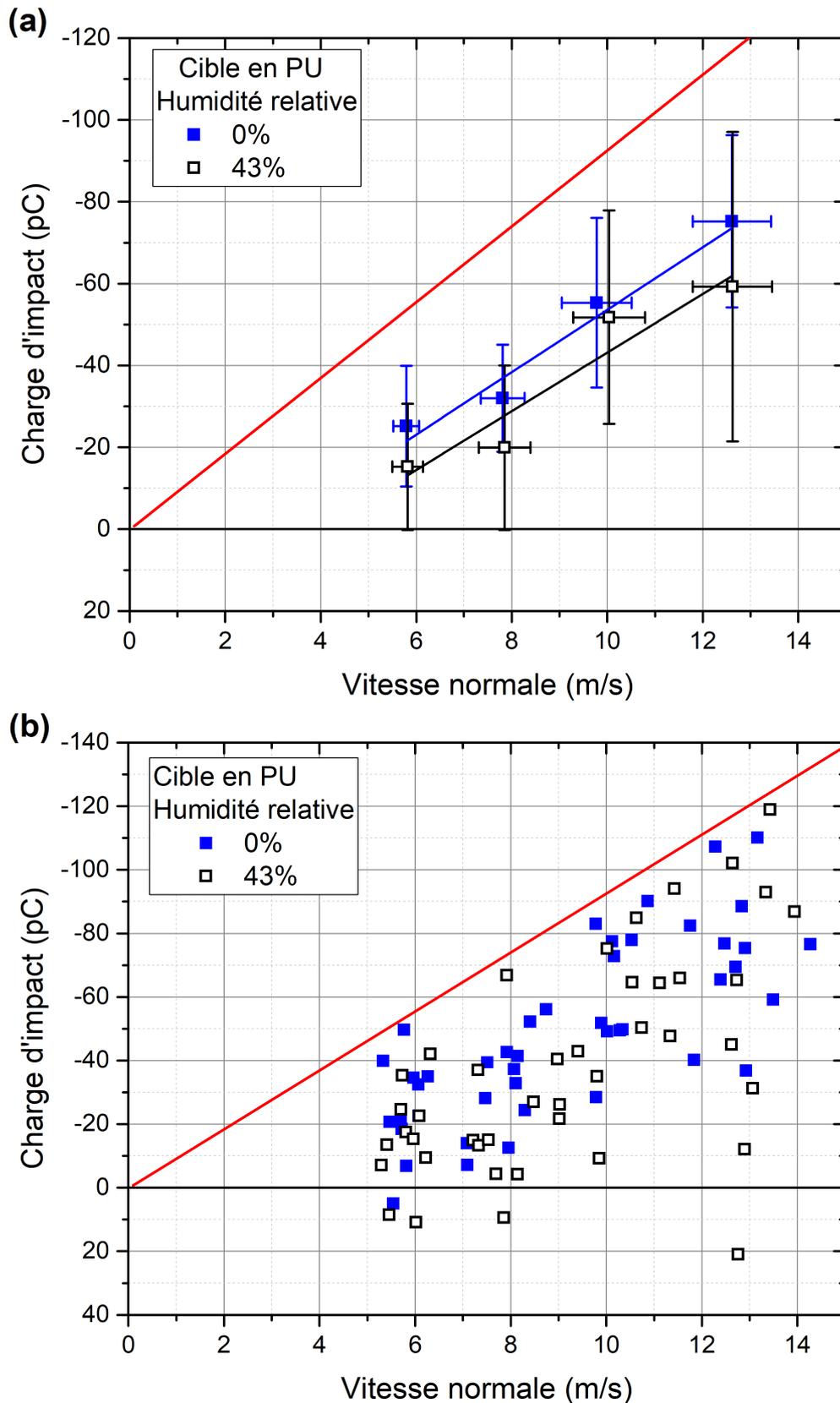
La charge d'impact mesurée sur une cible en PU de comportement différent à deux angles de réglages, 10° et 30°, est représentée sur la figure E.1. La charge d'impact moyenne mesurée montre une augmentation significative pour l'angle de réglage plus élevée, bien que la dispersion des résultats soit très importante également. Ce résultat implique que la limite de charge maximale pourrait effectivement être responsable de l'absence d'effet observé de la composante tangentielle de la vitesse sur le chargement triboélectrique des billes contre le PU dans la partie III.2.2. Il convient cependant de rester prudent car les différences entre les cibles de PU utilisées dans le chapitre III et la cible utilisée dans cet annexe ne sont pas connues. La topographie des cibles de comportement différent a été étudiée par interférométrie et comparée à celles des cibles principales, et aucune différence importante n'est observée au niveau du paramètre  $S_a$  ou de la répartition des aspérités.

La figure E.2 présente par ailleurs la charge d'impact mesurée sur la même cible pour des valeurs d'humidité relative de 0% et de 43% en moyenne (la méthode de régulation est respectivement l'injection d'air comprimé asséché et une solution saturée en carbonate de potassium). Si les valeurs moyennes montrent une légère variation, expliquée en partie par l'augmentation significative de la dispersion des résultats à 43% de RH, les valeurs mesurées sur chaque test individuel (figure E.2 (b)) révèle que la charge d'impact mesurée est globalement indépendante de l'humidité relative. Ce résultat suggère que l'absence d'effet de l'humidité relative sur le chargement triboélectrique contre le PU dans la partie IV.2.1 n'est pas due à la limite de charge maximale et est caractéristique du mécanisme

de chargement triboélectrique verre-PU. De manière analogue aux résultats sur la vitesse tangentielle, il convient de garder à l'esprit que l'origine de la différence de comportement entre les deux PU n'est pas connue et que les résultats pourraient ne pas être généralisables aux travaux réalisés dans les chapitres III et IV.



**Figure E.1** – Évolution de la charge d'impact avec la vitesse normale contre une cible en PU de comportement différent, pour un angle de réglage de  $10^\circ$  et  $30^\circ$ , représentée sous la forme (a) de valeurs moyennes et (b) de la charge d'impact pour chaque test individuel. La limite de Pauthenier en fonction de la vitesse normale est représentée en rouge. Les essais ont été effectués à une température  $23,6^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ .



**Figure E.2** – Évolution de la charge d'impact avec la vitesse normale contre une cible en PU de comportement différent, pour 0 et 43% d'humidité relative, représentée sous la forme (a) de valeurs moyennes et (b) de la charge d'impact pour chaque test individuel. La limite de Pauthenier en fonction de la vitesse normale est représentée en rouge. Les essais ont été effectués à une température de  $20,2^{\circ}\text{C} \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ .

# Bibliographie

- [1] D. J. Lacks and R. M. Sankaran. Contact electrification of insulating materials. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 44(45):453001, 2011.
- [2] L. B. Schein. *Electrophotography and development physics*, volume 14. Springer Science & Business Media, 2013.
- [3] S. Matsusaka, H. Maruyama, T. Matsuyama, and M. Ghadiri. Triboelectric charging of powders: A review. *Chemical Engineering Science*, 65(22):5781–5807, 2010.
- [4] P. Molinié and G. Touchard. Ancient science, current problems: insight into the vitality of electrostatics research today. *IEEE Transactions on Dielectrics and Electrical Insulation*, 16(3):587–595, 2009.
- [5] W. Harper. *Contact and frictional electrification*. Clarendon Press, 1967.
- [6] J. Lowell and A. C. Rose-Innes. Contact electrification. *Advances in Physics*, 29(6):947–1023, 1980.
- [7] L. S. McCarty and G. M. Whitesides. Electrostatic charging due to separation of ions at interfaces: contact electrification of ionic electrets. *Angewandte Chemie International Edition*, 47(12):2188–2207, 2008.
- [8] N. W. Ashcroft and N. D. Mermin. *Solid state physics*. Holt, Rinehart and Winston, 1976.
- [9] G. S. P. Castle and L. B. Schein. General model of sphere-sphere insulator contact electrification. *Journal of Electrostatics*, 36(2):165–173, 1995.
- [10] B. A. Kwetkus, K. Sattler, and H-C Siegmann. Gas breakdown in contact electrification. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 25(2):139–146, 1992.
- [11] R. G. Horn, D. T. Smith, and A. Grabbe. Contact electrification induced by monolayer modification of a surface and relation to acid–base interactions. *Nature*, 366(6454):442–443, 1993.
- [12] T. Matsuyama and H. Yamamoto. Charge relaxation process dominates contact charging of a particle in atmospheric conditions. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 28(12):2418, 1995.
- [13] B. A. Unger. Electrostatic discharge failures of semiconductor devices. In *19th International Reliability Physics Symposium*, pages 193–199. IEEE, 1981.
- [14] H. Zou, Y. Zhang, L. Guo, P. Wang, X. He, G. Dai, H. Zheng, C. Chen, A. C. Wang, C. Xu, and L. Z. Wang. Quantifying the triboelectric series. *Nature communications*, 10(1):1–9, 2019.
- [15] D. K. Davies. Charge generation on dielectric surfaces. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 2(11):1533–1537, 1969.

- 
- [16] P. J. Cressman, G. C. Hartmann, J. E. Kuder, F. D. Saeva, and D. Wychick. Relationship between solid state charge transfer behavior and molecular structure in a series of 1-(p-substituted phenylazo)-2-naphthols. *The Journal of Chemical Physics*, 61(7):2740–2746, 1974.
- [17] O. Knoblauch. Experiments on contact electricity. *Z. Phys. Chem.*, 29:225, 1902.
- [18] V. Lee, N. M. James, S. R. Waitukaitis, and H. M. Jaeger. Collisional charging of individual submillimeter particles: Using ultrasonic levitation to initiate and track charge transfer. *Physical Review Materials*, 2(3):035602, 2018.
- [19] D. M. Taylor and P. E. Secker. *Industrial electrostatics: fundamentals and measurements*, volume 13. Research Studies Press LTD, 1994.
- [20] L. Lee. Dual mechanism for metal-polymer contact electrification. *Journal of electrostatics*, 32(1):1–29, 1994.
- [21] A. G. Bailey. The charging of insulator surfaces. *Journal of Electrostatics*, 51:82–90, 2001.
- [22] J. Lowell and W. S. Truscott. Triboelectrification of identical insulators. ii. theory and further experiments. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 19(7):1273–1281, 1986.
- [23] C. Liu and A. J. Bard. Electrostatic electrochemistry at insulators. *Nature materials*, 7(6):505–509, 2008.
- [24] C. Liu and A. J. Bard. Chemical redox reactions induced by cryptoelectrons on a pmma surface. *Journal of the American Chemical Society*, 131(18):6397–6401, 2009.
- [25] S. Piperno, H. Cohen, T. Bendikov, M. Lahav, and I. Lubomirsky. The absence of redox reactions for palladium (ii) and copper (ii) on electrostatically charged teflon: Relevance to the concept of “cryptoelectrons”. *Angewandte Chemie International Edition*, 50(25):5654–5657, 2011.
- [26] P. S. H. Henry. Survey of generation and dissipation of static electricity. *British Journal of Applied Physics*, 4(S2):S6–S11, 1953.
- [27] F. R. Ruckdeschel and L. P. Hunter. Thermionic return currents in contact electrification. *Journal of Applied Physics*, 48(12):4898–4902, 1977.
- [28] M. I. Kornfeld. Frictional electrification. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 9(8):1183–1192, 1976.
- [29] M. D. Hogue, C. R. Buhler, C. I. Calle, T. Matsuyama, W. Luo, and E. E. Groop. Insulator–insulator contact charging and its relationship to atmospheric pressure. *Journal of electrostatics*, 61(3-4):259–268, 2004.
- [30] A. F. Diaz and J. Guay. Contact charging of organic materials: Ion vs. electron transfer. *IBM Journal of Research and Development*, 37(2):249–260, 1993.
- [31] S. Pence, V. J. Novotny, and A. F. Diaz. Effect of surface moisture on contact charge of polymers containing ions. *Langmuir*, 10(2):592–596, 1994.
- [32] A. Berman. Water vapor in vacuum systems. *Vacuum*, 47(4):327–332, 1996.
- [33] W. R. Salaneck, A. Paton, and D. T. Clark. Double mass transfer during polymer-polymer contacts. *Journal of Applied Physics*, 47(1):144–147, 1976.
-

- 
- [34] H. T. Baytekin, B. Baytekin, J. T. Incorvati, and B. A. Grzybowski. Material transfer and polarity reversal in contact charging. *Angewandte Chemie International Edition*, 51(20):4843–4847, 2012.
- [35] M. Sakaguchi, S. Shimada, and H. Kashiwabara. Mechanoions produced by mechanical fracture of solid polymer. 6. a generation mechanism of triboelectricity due to the reaction of mechanoradicals with mechanoanions on the friction surface. *Macromolecules*, 23(23):5038–5040, 1990.
- [36] M. Sakaguchi, Y. Miwa, S. Hara, Y. Sugino, K. Yamamoto, and S. Shimada. Triboelectricity in polymers: effects of the ionic nature of carbon–carbon bonds in the polymer main chain on charge due to yield of mechano-anions produced by heterogeneous scission of the carbon–carbon bond by mechanical fracture. *Journal of electrostatics*, 62(1):35–50, 2004.
- [37] P. S. Gil and D. J. Lacks. Humidity transforms immobile surface charges into mobile charges during triboelectric charging. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 21(25):13821–13825, 2019.
- [38] H. T. Baytekin, B. Baytekin, T. M. Hermans, B. Kowalczyk, and B. A. Grzybowski. Control of surface charges by radicals as a principle of antistatic polymers protecting electronic circuitry. *Science*, 341(6152):1368–1371, 2013.
- [39] K. M. Forward, D. J. Lacks, and R. M. Sankaran. Methodology for studying particle–particle triboelectrification in granular materials. *Journal of Electrostatics*, 67(2-3):178–183, 2009.
- [40] H. T. Baytekin, A. Z. Patashinski, M. Branicki, B. Baytekin, S. Soh, and B. A. Grzybowski. The mosaic of surface charge in contact electrification. *Science*, 333(6040):308–312, 2011.
- [41] P. Llovera, P. Molinié, A. Soria, and A. Quijano. Measurements of electrostatic potentials and electric fields in some industrial applications: Basic principles. *Journal of Electrostatics*, 67(2-3):457–461, 2009.
- [42] M. Sow, R. Widenor, A. Kumar, S. W. Lee, D. J. Lacks, and R. M. Sankaran. Strain-induced reversal of charge transfer in contact electrification. *Angewandte Chemie International Edition*, 51(11):2695–2697, 2012.
- [43] N. Masui and Y. Murata. Mechanisms of charge build-up on a polymer particle by repeated impact. *Japanese journal of applied physics*, 23(5):550–555, 1984.
- [44] W. A. Ducker, T. J. Senden, and R. M. Pashley. Direct measurement of colloidal forces using an atomic force microscope. *Nature*, 353(6341):239–241, 1991.
- [45] B. Gady, R. Reifenberger, and D. S. Rimai. Contact electrification studies using atomic force microscope techniques. *Journal of applied physics*, 84(1):319–322, 1998.
- [46] M. J. Bunker, M. C. Davies, M. B. James, and C. J. Roberts. Direct observation of single particle electrostatic charging by atomic force microscopy. *Pharmaceutical research*, 24(6):1165–1169, 2007.
- [47] J. Yao, F. Zhou, and Y. Zhao. Charge generation and electrostatic equilibrium for single granules during sliding. *Particuology*, 29:126–134, 2016.
- [48] J. Hu, P. Gu, X. Zeng, Q. Zhou, C. Liang, D. Liu, and X. Chen. Triboelectric charging behavior of a rough surface sliding on a flat plane. *Journal of Electrostatics*, 97:85–94, 2019.
-

- 
- [49] S. Jantač, L. Konopka, and J. Kosek. Experimental study of triboelectric charging of polyethylene powders: Effect of humidity, impact velocity and temperature. *Advanced Powder Technology*, 30(1):148–155, 2019.
- [50] J. A. Wiles, M. Fialkowski, M. R. Radowski, G. M. Whitesides, and B. A. Grzybowski. Effects of surface modification and moisture on the rates of charge transfer between metals and organic materials. *The Journal of Physical Chemistry B*, 108(52):20296–20302, 2004.
- [51] S. Matsusaka, M. Ghadiri, and H. Masuda. Electrification of an elastic sphere by repeated impacts on a metal plate. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 33(18):2311, 2000.
- [52] H. Masuda and K. Inoya. Electrification of particles by impact on inclined metal plates. *AIChE Journal*, 24(6):950–956, 1978.
- [53] A. Ema, D. Yasuda, K-I Tanoue, and H. Masuda. Tribo-charge and rebound characteristics of particles impact on inclined or rotating metal target. *Powder technology*, 135:2–13, 2003.
- [54] N. Masui and Y. Murata. Electrification of polymer particles by impact on a metal plate. *Japanese journal of applied physics*, 22(6):1057–1062, 1983.
- [55] T. Matsuyama and H. Yamamoto. Charge transfer between a polymer particle and a metal plate due to impact. *IEEE transactions on industry applications*, 30(3):602–607, 1994.
- [56] H. Watanabe, A. Samimi, Y. L. Ding, M. Ghadiri, T. Matsuyama, and K. G. Pitt. Measurement of charge transfer due to single particle impact. *Particle & Particle Systems Characterization*, 23(2):133–137, 2006.
- [57] G. Touchard, A. Zerghouni, S. Watanabe, and J. Borzeix. évolution de la charge électrique d’une particule heurtant une paroi solide. *Journal de Physique III*, 1(7):1233–1241, 1991.
- [58] J. Peltonen, O. Alanen, E. Mäkilä, M. Murtomaa, and J. Salonen. Influence of relative humidity on the electrostatic charging of lactose powder mixed with salbutamol sulphate. *Journal of Electrostatics*, 88:201–206, 2017.
- [59] K. Saleh, A. T. Ndama, and P. Guigon. Relevant parameters involved in tribocharging of powders during dilute phase pneumatic transport. *Chemical Engineering Research and Design*, 89(12):2582–2597, 2011.
- [60] T. Oguchi and M. Tamatani. Contact electrification phenomena and powder surface treatments. *Wear*, 168(1-2):91–98, 1993.
- [61] Y. Zhao, F. Zhou, J. Yao, and Z. Ji. Electrostatic charging of single granules by repeated sliding along inclined metal plates. *Journal of Electrostatics*, 87:140–149, 2017.
- [62] Y. Higashiyama, Y. Ujiie, and K. Asano. Triboelectrification of plastic particles on a vibrating feeder laminated with a plastic film. *Journal of Electrostatics*, 42(1-2):63–68, 1997.
- [63] D. Boland, Q. A. W. Al-Salim, and D. Geldart. Static electrification in fluidised beds. *Chemical Engineering Science*, 24(8):1389–1390, 1969.
- [64] S. G. L. Escalante, G. Dominquez, and G. Touchard. Electrostatic phenomena in fluidized beds and new method for measuring the minimal fluidization velocity in particulate matter. *Journal of Electrostatics*, 60(1):1–13, 2004.
-

- 
- [65] A. Iuga, L. Calin, V. Neamtu, A. Mihalcioiu, and L. Dascalescu. Tribocharging of plastics granulates in a fluidized bed device. *Journal of Electrostatics*, 63(6-10):937–942, 2005.
- [66] H. Masuda, T. Komatsu, and K. Iinoya. The static electrification of particles in gas-solids pipe flow. *AIChE Journal*, 22(3):558–564, 1976.
- [67] G. Artana, G. Touchard, and M. F. Morin. Contribution to the analysis of the flow electrification process of powders in pneumatic conveyers. *Journal of electrostatics*, 40:277–282, 1997.
- [68] J. Yao, Y. Zhang, C-H Wang, S. Matsusaka, and H. Masuda. Electrostatics of the granular flow in a pneumatic conveying system. *Industrial & engineering chemistry research*, 43(22):7181–7199, 2004.
- [69] S. Matsusaka, M. Oki, and H. Masuda. Control of electrostatic charge on particles by impact charging. *Advanced Powder Technology*, 18(2):229–244, 2007.
- [70] S. Kittaka and Y. Murata. A new system for measuring the charging tendency of solid particles. *Journal of Electrostatics*, 2(2):111–119, 1976.
- [71] G. Rowley. Quantifying electrostatic interactions in pharmaceutical solid systems. *International Journal of Pharmaceutics*, 227(1-2):47–55, 2001.
- [72] P. Bunchatheeravate, J. Curtis, Y. Fujii, and S. Matsusaka. Prediction of particle charging in a dilute pneumatic conveying system. *AIChE Journal*, 59(7):2308–2316, 2013.
- [73] H. Watanabe, M. Ghadiri, T. Matsuyama, Y. L. Ding, K. G. Pitt, H. Maruyama, S. Matsusaka, and H. Masuda. Triboelectrification of pharmaceutical powders by particle impact. *International journal of pharmaceutics*, 334(1-2):149–155, 2007.
- [74] D. J. Montgomery. Static electrification of solids. In *Solid state physics*, volume 9, pages 139–197. Elsevier, 1959.
- [75] G. E. Ewing. Ambient thin film water on insulator surfaces. *Chemical reviews*, 106(4):1511–1526, 2006.
- [76] S. Nieh and T. Nguyen. Effects of humidity, conveying velocity, and particle size on electrostatic charges of glass beads in a gaseous suspension flow. *Journal of Electrostatics*, 21(1):99–114, 1988.
- [77] J. Guardiola, V. Rojo, and G. Ramos. Influence of particle size, fluidization velocity and relative humidity on fluidized bed electrostatics. *Journal of Electrostatics*, 37(1-2):1–20, 1996.
- [78] Jun Yao, Shuo Cong, Yanlin Zhao, Chi-Hwa Wang, and Zhongli Ji. Investigation of granular surface roughness effect on electrostatic charge generation. *Advanced Powder Technology*, 28(9):2003–2014, 2017.
- [79] L. Xie, N. Bao, Y Jiang, and J. Zhou. Effect of humidity on contact electrification due to collision between spherical particles. *AIP Advances*, 6(3):035117, 2016.
- [80] H. T. Baytekin, B. Baytekin, S. Soh, and B. A. Grzybowski. Is water necessary for contact electrification? *Angewandte Chemie International Edition*, 50(30):6766–6770, 2011.
- [81] T. R. D. Ducati, L. H. Simões, and F. Galembeck. Charge partitioning at gas- solid interfaces: Humidity causes electricity buildup on metals. *Langmuir*, 26(17):13763–13766, 2010.
-

- [82] W. D. Greason. Investigation of a test methodology for triboelectrification. *Journal of Electrostatics*, 49(3-4):245–256, 2000.
- [83] T. Matsuyama and H. Yamamoto. Charge-relaxation process dominates contact charging of a particle in atmospheric condition: Ii. the general model. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 30(15):2170, 1997.
- [84] F. Paschen. About the transition to the spark in air, hydrogen and carbon dioxide at various pressures requiring potential difference. *Wied. Ann.*, 37:69–96, 1889.
- [85] T. Matsuyama. A discussion on maximum charge held by a single particle due to gas discharge limitation. In *AIP Conference Proceedings*, volume 1927, page 020001. AIP Publishing LLC, 2018.
- [86] P. M. Ireland. Some comments on contact charge relaxation. *Applied Physics Letters*, 91(9):091501, 2007.
- [87] C. Thornton. Coefficient of restitution for collinear collisions of elastic-perfectly plastic spheres. *Journal of Applied Mechanics*, 64(2):383–386, 1997.
- [88] K. Adamiak. Rate of charging of spherical particles by monopolar ions in electric fields. *IEEE Transactions on Industry Applications*, 38(4):1001–1008, 2002.
- [89] C. Menguy. *Mesure des caractéristiques des matériaux isolants solides*. Ed. Techniques Ingénieur, 1997.