

Etude des problèmes liés aux précipitateurs électrostatiques pour le traitement des cendres volantes

Conception et test d'un dispositif de mesure de la résistivité des couches poreuses



C4H5O2_5 2/ 9/99 THERMC 4H 50 2 0G 300.000 5000.000 1392.000 1
1.64121890E+01 1.20184883E-02-4.40468566E-06 7.30124728E-10-4.42784365E-14 2

**ETUDE DES PROBLEMES LIES AUX PRECIPITATEURS
ELECTROSTATIQUES POUR LE TRAITEMENT
DES CENDRES VOLANTES**

**CONCEPTION ET TEST D'UN DISPOSITIF DE MESURE DE LA
RESISTIVITE DES COUCHES POREUSES**

RAPPORT FINAL

janvier 1999

J.-P. BORRA - SUPELEC - LPGP

Créée en 1989 à l'initiative du Ministère en charge de l'Environnement, l'association RECORD – REseau COopératif de Recherche sur les Déchets et l'Environnement – est le fruit d'une triple coopération entre industriels, pouvoirs publics et chercheurs. L'objectif principal de RECORD est le financement et la réalisation d'études et de recherches dans le domaine des déchets et des pollutions industrielles.

Les membres de ce réseau (groupes industriels et organismes publics) définissent collégalement des programmes d'études et de recherche adaptés à leurs besoins. Ces programmes sont ensuite confiés à des laboratoires publics ou privés.

Avertissement :

Les rapports ont été établis au vu des données scientifiques et techniques et d'un cadre réglementaire et normatif en vigueur à la date de l'édition des documents.

Ces documents comprennent des propositions ou des recommandations qui n'engagent que leurs auteurs. Sauf mention contraire, ils n'ont pas vocation à représenter l'avis des membres de RECORD.

- ✓ Pour toute reprise d'informations contenues dans ce document, l'utilisateur aura l'obligation de citer le rapport sous la référence :
RECORD, Etude des problèmes liés aux précipitateurs électrostatiques pour le traitement des cendres volantes. Conception et test d'un dispositif de mesure de la résistivité des couches poreuses, 1999, 51 p, n°97-0115/1A.
- ✓ Ces travaux ont reçu le soutien de l'ADEME (Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie)
www.ademe.fr

TABLE DES MATIERES

Introduction générale	4
-----------------------------	---

PREMIERE PARTIE : ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

1 Introduction.....	5
2 Principe d'un précipitateur électrostatique.....	5
2.1 La décharge couronne.....	6
2.1.1 Processus élémentaires.....	6
2.1.2 Caractéristique potentiométrique ($I=f(U)$).....	7
2.2 Charge des aérosols	8
2.3 Dérive des particules.....	8
2.4 Collection des particules.....	8
2.5 Nettoyage des plaques collectrices	8
3 Influence de la résistivité des couches de poussières collectées sur l'efficacité de collection	
3.1 Les décharges en retour (back-discharges)	9
3.2 Réduction de l'efficacité de collection causée par les décharges en retour	10
3.3 Réduction de l'efficacité de collection selon la résistivité des poussières	10
3.4 Evolution du potentiel seuil de décharge en retour dans le temps.....	11
4 Définitions et méthodes classiques de mesure de résistivité	12
4.1 Définitions	12
4.2 Principaux paramètres influençant la mesure de résistivité.....	13
4.2.1 Propriétés physique et chimique des particules.....	13
4.2.2 Influence de la température et de la pression.....	14
4.3 Méthodes de mesure de la résistivité d'un matériau	15
4.3.1 Déclin de potentiel de surface.....	15
4.3.2 Application de la loi d'Ohm.....	16
4.4 Choix de l'échantillon pour simuler la couche poreuse.....	17
5 Références bibliographiques	17

DEUXIEME PARTIE : ETUDE EXPERIMENTALE

1 Introduction	18
2 Dispositif expérimental.....	18
3 Caractérisation de la source d'ions négatifs.....	19
3.1 Configuration pointe-plan et pointe-grille	19
3.1.1 Caractéristique potentiométrique	19
3.1.2 Influence du réacteur isolant (PVC)	20
3.2 Configuration pointe-grille-plan	21
3.2.1 Caractéristique potentiométrique pour différentes distances grille-plan....	21
3.3 Conclusions et choix d'une configuration pour les mesures de résistivité....	22
4 Tests de la cellule de mesure de résistivité d'échantillons de référence : papier	23
4.1 Définition des conditions de mesures selon le potentiel de grille	23
4.2 Influence du champ électrique aux bornes de la couche ($I_p=f(E)$)	25
4.3 Influence des décharges en retour sur la résistivité	26
4.4 Influence de la méthode de variation de V_{grille} ($I_p=f(V_g)$).....	27
4.4.1 Variation de la résistance de contrôle	27
4.4.2 Variation de la tension de pointe (courant de décharge).....	27
4.4.3 Conclusions et amélioration	28
4.5 Limitation des courants de fuites	29
4.5.1 Electrode de garde annulaire sous la couche (conf. 3, 4)	29
4.5.2 Electrode de garde annulaire sur la couche (conf. 5)	32
4.6 Limitation de l'influence de la pointe	33
4.6.1 Mesure de référence entre deux plaques.....	33
4.6.2 Influence de la tension de pointe (i.e. du courant de décharge).....	33
4.6.3 Influence de la distance pointe surface.....	35
4.6.3.1 Influence de la distance pointe-grille.....	35
4.6.3.2 Influence de la distance grille-surface	37
4.6.4 Résistivité en fonction de l'épaisseur de la couche	37
4.7 Conclusions et définition du protocole de mesure pour l'application.....	38
5 Mesure de la résistivité de couches poreuses de référence en papier.....	39
5.1 Résistivité en fonction de l'épaisseur de la couche	39
5.2 Influence de l'humidité	40
5.3 Influence de la pression	40
6 Mesure de la résistivité de couches poreuses constituées de poudres dans les CNTP.....	43
6.1 Poudres Rhone-Poulenc.....	43
6.1.1 Sulfate de sodium issu de l'atelier MR	43
6.1.2 Poussières de combustion de charbon.....	44
7 Conclusions	47

ERRATUM du rapport N°97-0115/1A

p 22, p 38 et p 47

Ce système permet donc des mesures de résistivités supérieures à 10^9 Ohm.mètre. Toutefois, en connectant la grille à une surface métallique posée sur la surface sous jacente de l'échantillon à caractériser, i.e. en supprimant la chute de potentiel dans la résistance de l'air compris entre la grille et la surface, ce même système permettrait des mesures de résistivité sans limite basse (comme dans la configuration présentée § 4.6.1 mesure de référence entre deux plaques).

p 33

Outre l'intérêt de disposer d'une mesure de référence, cette configuration sera utilisée avec notre système pointe-grille de production d'ions. On pourra ainsi montrer l'influence de l'inhomogénéité du potentiel de surface qui n'existe plus dans cette configuration. En effet la plaque métallique posée sur la couche permet d'éviter que le flux d'ions (inhomogène radialement) ne vienne se déposer sur la surface isolante de façon inhomogène.

En outre, cette configuration permet de polariser la grille par l'alimentation. Cela nous permettra de faire varier le potentiel de la pointe sans pour autant faire varier celui de la grille et donc de définir l'influence de la tension de pointe i.e. du courant de décharge. La figure 19 montre la variation du courant de conduction (I_{plan}) et la résistivité en fonction du potentiel de la pointe (placée à 35 mm de la grille).

remplacé par

Outre l'intérêt de disposer d'une mesure de référence, la plaque conductrice posée sur la surface sera utilisée avec le système pointe-grille de production d'ions pour montrer l'influence de l'inhomogénéité du potentiel de surface. De plus, cette configuration permet de polariser la grille par l'alimentation. Cela permet de faire varier le potentiel de la pointe sans pour autant faire varier celui de la grille et donc de définir l'influence de la tension de pointe i.e. du courant de décharge. La figure 19 montre la variation du courant de conduction (I_{plan}) et la résistivité en fonction du potentiel de la pointe (placée à 35 mm de la grille).

p46

Ainsi, bien qu'il ne soit pas possible de mesurer la résistivité de ces poudres à température ambiante, une augmentation de la température jusqu'à 40 °C permettrait d'augmenter la résistivité au-delà de 10^9 Ohm.mètre qui constitue notre limite inférieure de mesure.

remplacé par

Ainsi, bien qu'il ne soit pas possible de mesurer la résistivité de ces poudres à température ambiante, une augmentation de la température jusqu'à 40 °C permettrait d'augmenter la résistivité au-delà de 10^9 Ohm.mètre qui constitue notre limite inférieure de mesure. De plus, en connectant la grille à une surface métallique posée sur la surface sous jacente de l'échantillon à caractériser (comme pour la mesure de référence entre deux plaques), ce système permettrait des mesures de résistivité sans limite basse.

p 48

Toutefois, pour les poudres de combustion, la résistivité à température ambiante est forcément de 1 à 3 ordres de grandeur plus faible (10^7 à 10^9 Ohm.m) que la résistivité à 100 °C (de 10^{10} à 10^{12} Ohm.m) selon la nature des poudres. (Ainsi, il semble que nous ayons sous-estimé la variation de résistivité avec la température et donc surestimé la borne basse de l'intervalle de résistivité des poudres de combustion que l'on pensait comprise 10^8 et 10^{12} Ohm.m). Il apparaît en effet, qu'à température ambiante la résistivité de la poudre de combustion varie de 10^6 à 10^8 Ohm.mètre selon sa densité. Ainsi, bien qu'il n'ait pas été possible de mesurer la résistivité de ces poudres à température ambiante avec notre système, une augmentation de la température jusqu'à 40 °C permettrait d'augmenter la résistivités au-delà de 10^9 Ohm.mètre qui constitue notre limite inférieure de mesure.

remplacé par

Toutefois, pour les poudres de combustion, la résistivité à température ambiante est forcément de 1 à 3 ordres de grandeur plus faible (10^7 à 10^9 Ohm.m) que la résistivité à 100 °C (de 10^{10} à 10^{12} Ohm.m) selon la nature des poudres. Il apparaît en effet, qu'à température ambiante la résistivité de la poudre de combustion varie de 10^6 à 10^8 Ohm.mètre selon sa densité. Ainsi, bien qu'il n'ait pas été possible de mesurer la résistivité de ces poudres à température ambiante avec notre système, une augmentation de la température jusqu'à 40 °C permettrait d'augmenter la résistivités au-delà de 10^9 Ohm.mètre qui constitue notre limite inférieure de mesure. De plus, en connectant la grille à une surface métallique posée sur la surface sous-jacente de l'échantillon à caractériser (comme pour la mesure de référence entre deux plaques), ce système permettrait des mesures de résistivité sans limite basse.

Il ressort donc de cette étude que pour envisager de réguler la tension de fonctionnement d'un précipitateur électrostatique, la seule mesure représentative de la résistivité de ces couches dans le précipitateur ne peut se faire que IN-SITU, c'est-à-dire dans le précipitateur en fonctionnement sans étape intermédiaire de prélèvement d'échantillon et de reconditionnement. C'est pourquoi, nous proposons une étude de faisabilité d'un système de mesure de résistivité sous flux continu d'ion, comme c'est le cas dans un précipitateur.

1.Introduction générale

Depuis le début du siècle, les précipitateurs électrostatiques sont utilisés pour collecter les particules fines sub-microniques des effluents industriels, aussi bien en sortie d'usine de production que dans les centrales thermiques. Toutefois, si ce procédé perdure, ce n'est pas sans poser de problèmes aux utilisateurs pour qui le dimensionnement dépend de nombreuses caractéristiques telles que le débit de gaz à traiter, la charge massique des effluents à dépolluer aussi bien que les caractéristiques des poussières (taille, nature chimique, et résistivité).

La résistivité des couches de poussières collectées sur l'électrode est une caractéristique très importante pour contrôler la performance d'un précipitateur. Une haute résistivité causera des décharges en retour (back-discharge), qui créent un arc entre les deux électrodes. Ce changement de régime de décharge (du régime de décharge couronne diffuse au régime d'arc) diminue notablement l'efficacité de la collection. La résistivité des particules ou des couches poreuses de particules est donc un paramètre important pour le dimensionnement d'un précipitateur, notamment pour le choix de la tension de fonctionnement et du courant de décharge pour l'ionisation de l'air.

C'est pourquoi l'objet de ce projet est d'étudier la faisabilité d'un système de mesure de résistivité de couches poreuses, de façon à mesurer la résistivité de couches poreuses constituées de poudres, réellement collectées dans un précipitateur industriel. Pour des raisons évidentes de commodités expérimentales, cette étude est réalisée dans les conditions normales de température et de pression.

Après une première partie bibliographique qui nous permet de définir le principe de mesure, nous présentons la mise au point du système de mesure, les différentes étapes de test et d'optimisation des conditions de mesures réalisées sur des couches de référence en papier pour valider les mesures de résistivité. Nous avons choisi des échantillons de cellulose dont la résistivité est connue ($10^8 < \rho < 10^{12}$ Ohm.m) et dans la gamme de mesure souhaitée ($10^7 < \rho < 10^{11}$ Ohm.m).

Après avoir défini les conditions optimales de mesures, ainsi qu'un système de mesure de référence, nous avons mis en évidence les paramètres, tant environnementaux que propres à la couche, qui influent sur la mesure.

Enfin les résultats des mesures de résistivité de couches poreuses constituées des poudres (poudre de sulfate de sodium et suies de combustion fournies par les tuteurs industriels) sont présentés.

PREMIERE PARTIE : ETUDE BIBLIOGRAGHIQUE

1. Introduction

De façon à faire ressortir la problématique à l'origine du sujet, nous profitons de l'étude bibliographique pour rappeler le principe de fonctionnement d'un précipitateur électrostatique, et les causes de réduction d'efficacité liées à la résistivité des couches poreuses collectées sur la contre-électrode de masse. En outre, les processus élémentaires et la caractéristique potentiométrique ($I=f(V_{\text{pointe}})$) associée aux différents régimes de décharge sont introduits pour discuter du régime de décharge fiable pour appliquer le principe de mesure de résistivité choisi.

2. Principe d'un précipitateur électrostatique

Utilisé comme filtre pour diminuer la pollution de l'air (ou, de manière plus générale, d'un gaz), le précipitateur électrostatique (ESP) fut la première, grande application de l'électrostatique. Le principe de fonctionnement est le suivant : le gaz pollué de particules (aérosol) passe dans un espace compris entre deux électrodes, où règne une décharge électrique. Les particules sont alors chargées, déviées puis collectées sur l'une des électrodes. L'aérosol contient alors moins de particules en suspension.

Un précipitateur de grandes dimensions utilise une tension négative de quelques dizaines de kV parce que cela permet de monter en tension sans créer d'arc. Dans l'industrie, l'espace de décharge est négatif dans les ESP et l'électrode de collection positive.

La géométrie typique des électrodes est fil/cylindre ou fil/plan.
Le processus est résumé sur la figure ci-dessous.

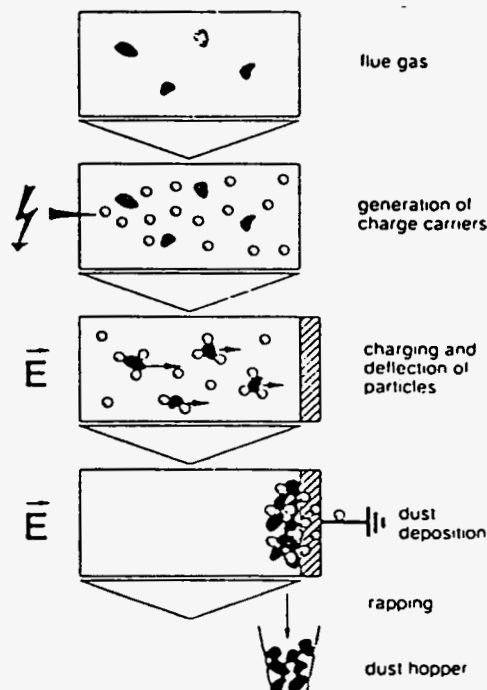


Figure 1 . Le procédé d'électro précipitation (ESP)

2.1 La décharge de couronne

Indispensable au fonctionnement de l'ESP, elle est typiquement créée au moyen de deux électrodes dont l'une a un faible rayon de courbure. Il est nécessaire d'établir une différence de potentiel suffisamment élevée entre ces deux électrodes pour obtenir une décharge-couronne (toutefois inférieure à la tension d'arc).

2.1.1 Processus élémentaires

L'espace inter électrodes comporte deux zones suivant que la valeur du champ électrique est supérieure à une valeur critique ou inférieure. Dans le premier cas, on parle de " zone d'ionisation " et dans le deuxième de " zone de dérive ".

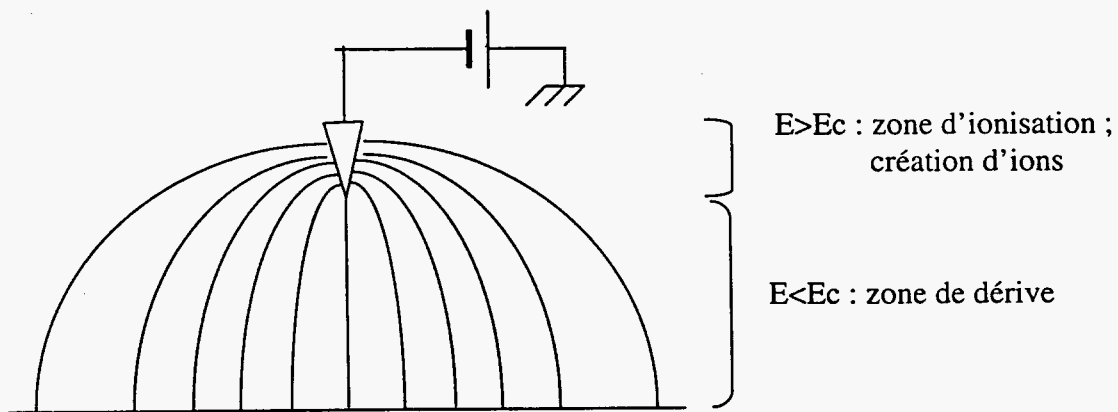


Figure 2. Topographie de la décharge couronne

Lorsque la tension est suffisamment élevée, des électrons libres sont accélérés et entrent en collision avec les molécules neutres du gaz. Suivant la distance à laquelle ils se trouvent de la pointe (ou fil), c'est-à-dire selon le champ électrique, ces collisions inélastiques produisent deux électrons et un ion positif (zone d'ionisation) et une réaction en chaîne augmente considérablement le nombre d'électrons. Ainsi, quand le champ électrique critique d'ionisation ($2.3 \cdot 10^6$ V/m dans les CNTP) est dépassé, un phénomène d'avalanche électronique se produit et se traduit par l'augmentation brutale du courant avec la tension (du fA, pA au μ A).

La zone active ne représente qu'un faible pourcentage de la zone passive. La distribution d'ions est continue dans l'espace de décharge.

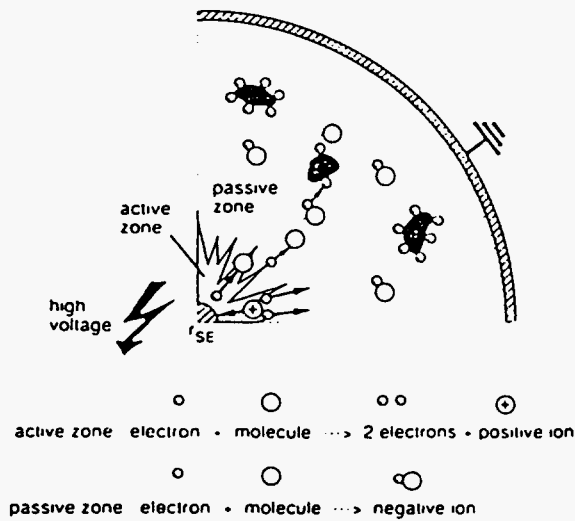


Figure 3. Principe de la décharge couronne

2.1.2 Caractéristique potentiométrique ($I = f(V_{\text{pointe}})$)

Par mesure du courant dans le circuit extérieur, l'existence de la décharge couronne est mise en évidence. Une décharge couronne est souvent décrite par sa caractéristique courant-tension. En augmentant la tension entre les deux électrodes, on constate l'existence d'une tension seuil, à partir de laquelle la décharge couronne commence à apparaître (cad le courant atteint $1\mu\text{A}$). Ensuite, le courant augmente en fonction de la tension, jusqu'à apparition d'un arc électrique, selon l'équation :

$$I = KV(V - V_0)$$

avec : V_0 – tension seuil

K – constante dépendant de la géométrie

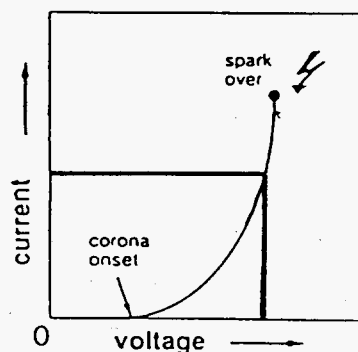


Figure 4. Relation typique courant-tension.

Remarque : Pour obtenir une efficacité de dépoussiérage optimale, il faut que la concentration d'ions dans le gaz soit maximale, c'est-à-dire que le courant soit maximal, sans arc électrique. Par conséquent la tension de fonctionnement est prise légèrement inférieure à la tension d'arc (quelques kV). Ceci est la source des problèmes de pertes d'efficacité de l'ESP.

2.2 Charge des aérosols

Une particule soumise à un champ électrique uniforme se polarise. La concentration du milieu en charges négatives est élevée et les particules polarisées se chargent négativement (consécutivement à l'attachement de ces charges que ce soit par simple agitation thermique ou sous l'effet du champ électrique).

Les particules neutres se retrouvent donc chargées sous l'action de la décharge-couronne.

2.3 dérive des particules

Les ions et particules chargées négativement sont naturellement déviés par le champ électrique vers l'électrode de masse, puis sont collectés par cette dernière.

2.4 collection des particules

Notons qu'une particule isolante ne peut pas perdre de charges facilement quand elle a touchée l'électrode de masse, parce que ces charges doivent traverser la couche de poussière qui a une forte résistivité. Ainsi, les particules collectées adhèrent (par interactions coulombiennes) jusqu'à ce qu'elles soient « nettoyées ».

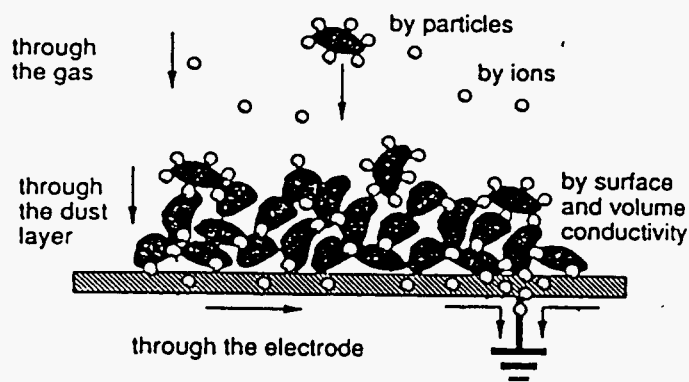


Figure 5. L'opération de collection sur l'électrode de l'ESP

2.5 L'enlèvement des poussières

L'accumulation de poussière nuit à l'efficacité (voir les raisons exposées ci-après), il est donc nécessaire d'enlever régulièrement cette couche de poussière. On notera que le courant qui circule dans la couche de poussière fait effet de glue entre les poussières et l'électrode.

3. Influence de la résistivité des couches de poussières collectées sur l'efficacité de collection

De nombreux facteurs influent sur les performances et l'efficacité de collection d'un ESP. L'humidité, la température, la pression, la géométrie, la tension et le courant de fonctionnement de la décharge, la composition chimique des particules collectées... La résistivité des couches de poussière est l'un des plus importants pour les raisons exposées ci-après.

3.1 Les décharges en retour (back-discharge)

En raison de la résistivité importante des couches de poussières, de l'augmentation de son épaisseur et du flux d'ions qui arrivent en permanence à la surface de la couche, le potentiel de surface de la couche de particules augmente de manière régulière dans le temps.

L'augmentation du potentiel de la surface induit une réduction de la différence de potentiel entre la pointe et le plan.

Ce phénomène atteint sa limite lorsque la tension appliquée à la couche de poussière devient suffisamment élevée pour créer un champ électrique dans la couche supérieur au champ critique d'ionisation de l'air contenu dans les pores ($E > 2 \cdot 10^6$ V/m) et ainsi provoquer des claquages (l'accumulation de charges dans la couche entraîne la charge des capacités contenues dans la couche jusqu'à leur claquage).

Les claquages provoquent la libération d'ions positifs dans l'espace inter-électrodes. En compensation de l'excédent de charges négatives, une décharge se produit et des ions positifs sont émis vers l'électrode négative : c'est une décharge en retour.

La valeur du champ électrique de claquage se situe entre 10^6 et 10^7 Vm⁻¹ pour les couches de poussières. Le champ qui règne dans la couche peut être estimé à partir de la résistivité et la densité de courant selon la loi d'Ohm :

$$E = \rho J$$

ρ -- la résistivité J – la densité de courant

La densité de courant dans un ESP est de l'ordre de 10^{-4} Am⁻². Donc, le claquage se produit pour des résistivités dépassant 10^{10} - 10^{11} Ωm .

En l'absence de décharge en retour, le courant I est proportionnel à V(V - V₀), V₀ la tension seuil de couronne. Avec décharge en retour, il n'y a plus de linéarité (voir Figure 6).

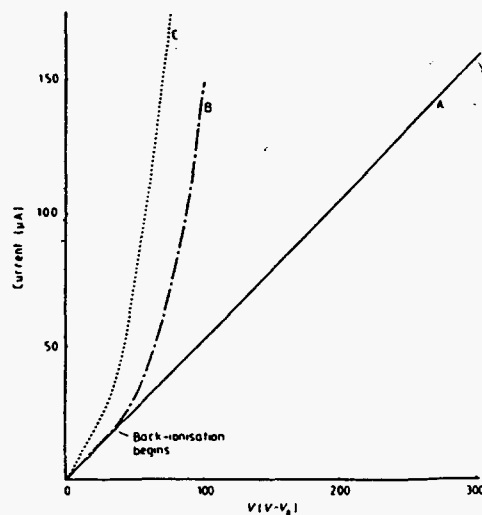


Figure 6. Caractéristique pointe-plan sans et avec décharge en retour.

A : sans décharge en retour; B : basse décharge en retour; C : haute décharge en retour.

3.2 Réduction de l'efficacité de collection causée par les décharges en retour

- Lorsque des ions positifs créés par les décharge dans la couche, attirés par l'électrode négative, circulent dans l'espace inter électrodes, ils rencontrent des particules chargées négativement et des ions négatifs. Les ions positifs neutralisent ces particules. Ainsi, l'efficacité de collection de l'ESP diminue.
- De plus, la décharge en retour provoque la remise en suspension de particules collectées (phénomène inverse à celui de la collection).
- Enfin, le phénomène le plus important, la libération de charges positives au niveau de l'électrode positive augmente la différence de potentiel dans l'ESP et provoque le passage à l'arc (puisque la tension de fonctionnement choisie est légèrement inférieure à la tension d'arc). L'arc correspond à une ionisation filamentaire et localisée qui diminue très nettement l'efficacité de charge des aérosols d'où la baisse du rendement de collection.

3.3 Réduction de l'efficacité de collection selon la résistivité des poussières

Le potentiel de la surface de la couche dépend de la différence entre le flux d'ions et de particules chargées sur la surface de la couche et le flux d'ions s'écoulant à la masse au travers de la résistance que constitue la couche de poussière.

On comprend donc que pour deux couches de même épaisseur mais de résistivités différentes, la couche de plus forte résistivité se charge beaucoup plus vite et atteint ainsi plus rapidement la tension de claquage, ce qui justifie l'allure de la courbe présentée sur la figure suivante.

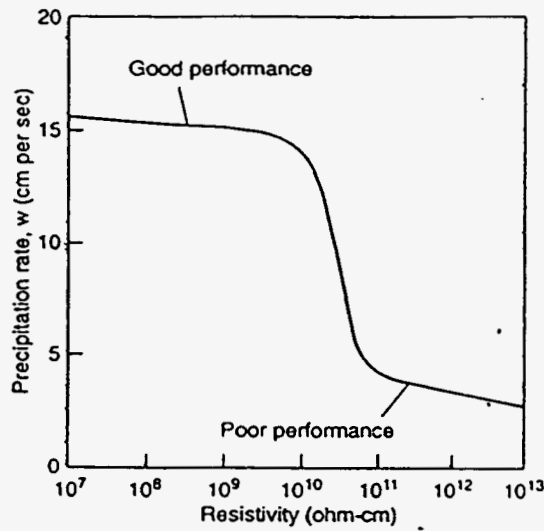


Figure 7 : Relation entre résistivités et performances

3.4 Evolution du potentiel seuil de décharge en retour dans le temps

Selon la tension aux bornes de la couche de poussières, le champ électrique est modifié dans le précipitateur. Cet effet limite la tension et le courant utilisé par le précipitateur.

Sur la Figure 8, V_s est la différence de potentiel dans la couche de poussières. Dès qu'elle dépasse la tension de claquage, une décharge en retour se produit dans la couche et le passage de courant induit une chute de potentiel de la surface (V_s retombe immédiatement à zéro). Il est connu que la tension de claquage augmente un peu plus chaque fois, non seulement en raison de l'augmentation de l'épaisseur de la couche mais aussi en raison de vieillissement des poussières.

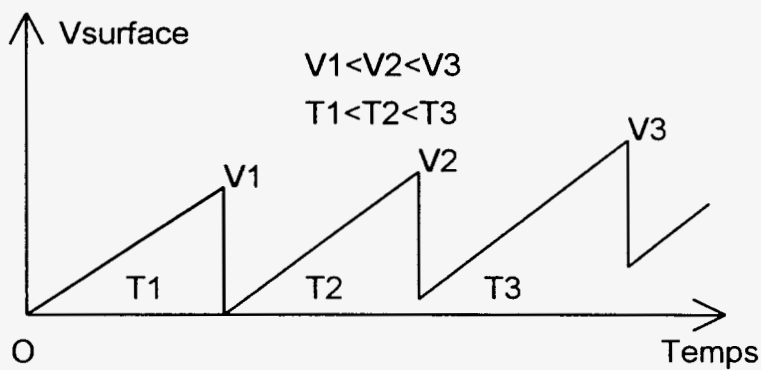


Figure 8. Evolution temporelle du potentiel de surface de la couche

4. Définitions et méthodes classiques de mesure de résistivité

La résistivité des cendres est un paramètre important dans la mesure où il permet de prévoir la réaction d'un électro-filtre et en particulier l'apparition des back-discharges.

4.1 Définitions

La résistivité d'un matériau est déterminée par deux mécanismes : une conduction de volume et une conduction de surface interne. La conduction à travers le matériau s'effectue donc simultanément selon deux chemins différents : le courant peut soit traverser les particules du matériau, soit les contourner en glissant sur leur surface.

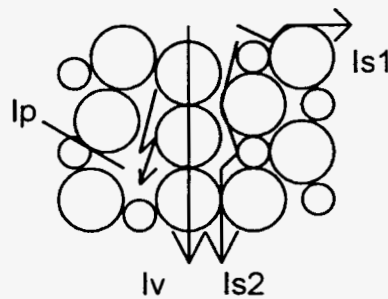


Figure 9. Les différents mécanismes de conduction à travers le matériau par conduction en surface (I_s), en volume (I_v), par décharge en retour (I_d)

Le schéma électrique équivalent à une couche de matériau poreux est donné ci-dessous.

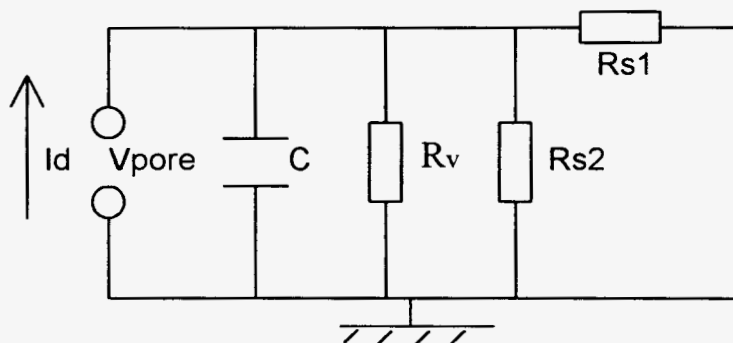


Figure 10. Circuit équivalent

C : capacité équivalente aux pores de la couche de matériau, qui se charge au potentiel de la surface avant de se décharger par décharge en retour quand le potentiel de la surface induit un champ dans la couche supérieur au champ critique d'ionisation

R_v : résistance volumique équivalente des particules, pour le courant circulant dans le volume,

R_{s2} : résistance de surfacique des pores (lorsque le courant traverse le matériau en circulant le long de la surface des particules)

R_{s1} : résistance surfacique (lorsque le courant contourne l'échantillon par sa surface).

4.2 Principaux paramètres influençant la mesure de résistivité

La résistivité d'un dépôt de poussières dépend de nombreux facteurs tels que la composition des cendres, la granulométrie, la compacité du dépôt, l'intensité du champ électrique appliqué, la température, l'humidité et la composition des gaz. Nous allons en détailler les principaux.

4.2.1 Propriétés physiques et chimiques des particules

La taille

La vitesse de migration globale effective des particules est une fonction croissante du diamètre des poussières : elle est d'autant plus faible que la proportion de poussières fines est plus grande. C'est par contre une fonction décroissante de la surface spécifique. Une augmentation de finesse conduira toujours à une baisse de la vitesse de migration et par conséquent à une baisse de l'efficacité de dépolluage.

La concentration

Une augmentation de la concentration en poussières diminue le courant absorbé et augmente la valeur du champ ainsi que la tension disruptive. Pour éviter des amorçages trop fréquents, il faut donc diminuer la tension entre électrodes, ce qui entraîne une diminution de la vitesse de migration et donc du rendement. Il faut donc trouver un compromis. Expérimentalement, on a observé que la concentration moyenne dans la gamme des vitesses de 0.5 à 1.5 m/s, permettant d'obtenir un rendement maximal est comprise entre 12 et 15 g/m³.

La composition chimique

Le soufre est sans doute l'élément le plus important du charbon quant à la précipitation électrostatique. Par combustion, le soufre donne de l'anhydride sulfureux et seule une faible partie de ce dernier est transformée en anhydride sulfurique qui est un agent de conditionnement. On va chercher à diminuer la quantité d'anhydride sulfureux, cependant une certaine teneur en sulfate est nécessaire pour que le filtre fonctionne dans des conditions normales : un charbon de faible teneur en soufre sera donc difficile à précipiter.

L'oxyde de calcium et l'oxyde de magnésium ont la faculté d'absorber l'anhydride sulfureux et sont donc utilisés dans les installations de désulfuration. Lorsqu'il s'agit de charbon de faible teneur en soufre, la présence d'une faible quantité d'oxyde de sodium permet, par conduction ionique, de réduire de façon notable les résistivités des poussières. Enfin une forte teneur en fer est également favorable à une réduction de la résistivité.

4.2.2 Influence de la température et de la pression

Une élévation de température produit un accroissement de la mobilité des ions. On obtient alors une intensité d'ionisation plus importante dans l'espace de la couronne et un accroissement du courant dans la zone extérieure. La tension d'apparition de l'effet couronne devient plus faible ainsi que la tension d'apparition de back-dicharges.

Par ailleurs, la viscosité des gaz augmente en même temps que la température. Ainsi la vitesse de migration, inversement proportionnelle à la viscosité, et le rendement du dépoussièrage diminuent quand la température augmente.

Enfin une augmentation de température diminue la turbulence des gaz et augmente la résistivité des poussières.

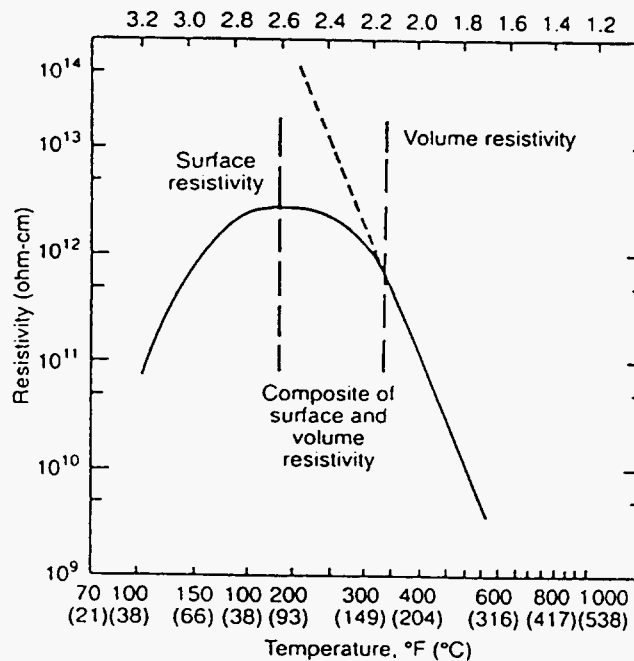


Figure 11 : résistivité en fonction de la température

4.3 Méthodes de mesure de la résistivité d'un matériau

4.3.1 Le déclin de potentiel de surface

Pour réaliser ces mesures on dispose un porte échantillon sous une électrode reliée à une alimentation haute tension. On effectue une décharge couronne sur le matériau à un potentiel fixé pour la grille. L'échantillon est alors transféré sous une sonde de mesure sans contact qui nous donne le potentiel en fonction du temps.

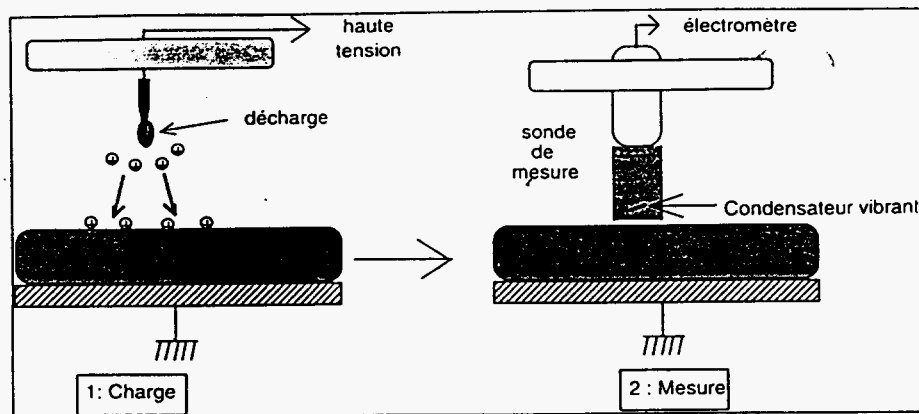


Figure 12 : dispositif expérimental

La mesure de résistivité se fait selon un modèle type RC. Pour cela, on considère le matériau (de permittivité ϵ) comme un disque d'épaisseur e et de surface S sur lequel on dépose des charges jusqu'à le porter au potentiel V .

Le matériau forme alors un condensateur de capacité C , donnée par la formule : $C = \frac{\epsilon S}{e}$

La charge totale est : $q = CV = \frac{\epsilon S}{e} V$

Le déclin de potentiel peut être relié à un courant dans le matériau : $\frac{dV}{dt} = \frac{e}{\epsilon S} \frac{dq}{dt} = \frac{e}{\epsilon S} i = \frac{e}{\epsilon} j$

où i est le courant total et j la densité de courant

Si le déclin de potentiel est attribuable à une résistivité ρ dans le matériau, on a :

$$j = \frac{E}{\rho} = \frac{V}{e\rho} \Rightarrow \frac{dV}{dt} = \frac{1}{\epsilon\rho} V \Rightarrow \epsilon\rho = \frac{V}{\frac{dV}{dt}} = \frac{1}{\frac{d(\ln(V/V_0))}{dt}}$$

où V_0 est un potentiel de référence et $\epsilon\rho$ la constante de temps de la couche. Le produit $\epsilon\rho$ est donc l'inverse de la pente de la courbe $\text{Log}(V/V_0)$ en fonction du temps.

Si $\epsilon\rho$ ne dépend pas du temps, ni du potentiel, alors ces courbes sont des droites, ce qui correspond à un déclin de potentiel exponentiel donné par la relation : $\ln\left(\frac{V}{V_0}\right) = -\frac{t}{\epsilon\rho}$

4.3.2 Application de la loi d'Ohm

La plupart des méthodes de mesure de résistivité utilisent la loi d'Ohm. On mesure expérimentalement le courant traversant un échantillon porté à un potentiel connu ; connaissant l'épaisseur et la surface de l'échantillon, on en déduit sa résistivité.

La méthode standard IEEE.

La méthode standard IEEE consiste à déposer une couche de poussières dans une cellule placée entre deux électrodes parallèles, ensuite une tension de quelques kilovolts est appliquée entre les deux électrodes et puis le courant traversant la couche est mesuré pour calculer la résistivité ρ grâce à la formule suivante :

$$\rho = \frac{AV}{Id}$$

A -- la surface de l'électrode d -- la distance entre deux électrodes

V -- le potentiel entre deux électrodes I -- le courant par l'échantillon

Méthodes de mesure in-situ sous décharges

Le principe in-situ consiste à mesurer la résistivité du matériau pendant une décharge dans un dispositif pointe-plan. La difficulté est de déterminer précisément le potentiel de surface auquel on

porte le matériau. On applique alors la loi d'ohm : $\rho = \frac{V_s}{dJ}$

avec V_s : potentiel de surface, d : épaisseur de l'échantillon et J : densité de courant le traversant

Dans la méthode de J.A. CROSS, on relève le courant en fonction de la tension du plan en l'absence puis en présence de la couche de matériau (isolant) à étudier. L'écart de potentiel entre les deux courbes au moment de l'apparition du phénomène de back-décharges est le potentiel de surface de la couche étudiée .

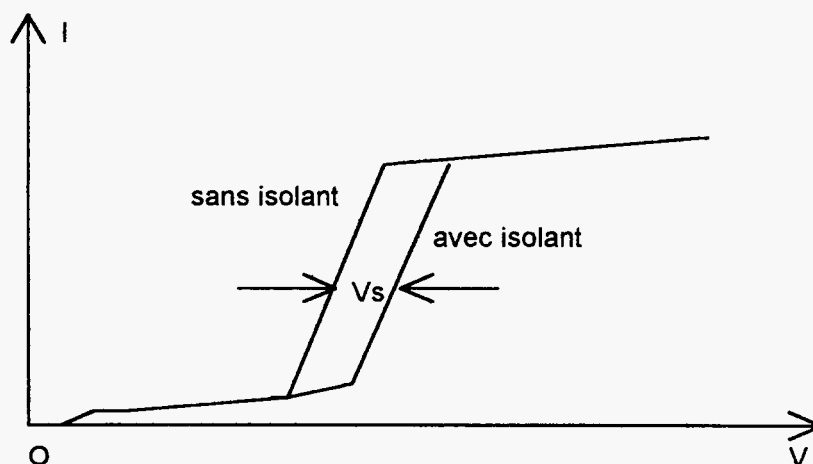


Figure 12. Estimation du potentiel de surface

4.4 Choix de l'échantillon pour simuler la couche poreuse

L'essai sera fait en environnement ambiant. Il faut donc choisir un matériau dont la résistivité ait le même comportement que celle des poussières. Pour simuler le comportement d'une couche de poussières vis à vis des back-discharges, on utilise habituellement une matière solide poreuse telle que le papier ou le mica.

En plus de leurs caractéristiques communes au papier, les cendres possèdent un mode d'ionisation retour au cours duquel le phénomène d'impulsions influence directement l'intégrale temporelle du courant externe. Pour une certaine valeur de la tension, le courant traversant l'espace inter-électrodes devient soudain visible sous la forme d'un serpent rougeoyant. Il a été montré que ce sont les points lumineux de l'ionisation retour qui sont à l'origine de ce phénomène. Les ions ainsi formés abaissent la tension de back-discharges. Ce mode est stable et n'évolue pas en arc tant que l'on n'augmente pas la tension.

Le papier à température ambiante possède des caractéristiques similaires à celles d'une couche de poussières à haute température. Il sera donc retenu pour simuler une couche de poussières.

5. Références

- J.A. Cross *Electrostatics : Principles, Problems and Applications*
- K.R. Parker *Applied Electrostatic Precipitation*
- Phil A. Lawless *Negative Corona in Wire-Plate Electrostatic Precipitators, Journal of Electrostatics*, 18(1986), 199-217, 219-231
- Todd R. Snyder, P. Vann Bush and Duane H. Pontius *Laboratory Analysis of Back-Corona Discharge, Journal of Electrostatics*, 19(1987), 101-114
- L. Cohen and R.W. Dickinson *The Measurement of the Resistivity of Power Station Flue Dust, J.SCI. INSTRUM.* 1963, Vol.40
- J.A. Cross *Back Ionisation in a Negative Point-to-Plane Corona Discharge, Journal of Electrostatics*, 18(1986), 327-344
- M. Goldman, A. Goldman and *Gaseous Electronics Vol. I, Chapter 4, Corona Discharges*
- P. Dancer, M. Goldman and D. Le Fur *Non-destructive breakdowns in non-impregnated papers, J.Phys. D : Appl. Phys.*, 13(1980), 449-454.
- IEEE *Standard Criteria and Guidelines for the Laboratory Measurement and Reporting of Fly Ash Resistivity, IEEE Std.* 548-1984
- J.A. Cross *An analysis of the current in a point-to-plane corona discharge and the effect of a back-ionising layer on the plane, J.Phys. D : Appl. Phys.* 18(1985)2463-2471.

1 Introduction

Le principe de mesure de résistivité est basé sur la loi d'ohm. Il repose donc sur le contrôle du potentiel de la surface de la couche poreuse et sur la mesure du courant induit à travers ces couches par conduction au travers de l'échantillon aussi bien en surface des pores que dans le volume des particules ou des fibres de cellulose. La résistivité peut alors être calculée à partir de la résistance mesurée (égale au rapport du potentiel de surface sur le courant de conduction au travers de l'échantillon).

Avant toute mesure de résistivité, il a fallu caractériser la source d'ions gazeux, qui permet de contrôler le potentiel de surface. Enfin, pour valider les mesures de résistivité, l'étude a commencé par la mesure sur des couches poreuses de référence tel que le papier dont la résistivité est connue ($10^8 < \rho < 10^{12}$ ohm.m) et dans la gamme de mesure souhaitée ($10^7 < \rho < 10^{11}$ ohm.m).

Après avoir défini les conditions optimales de mesures, ainsi qu'un système de mesures de référence, nous avons mis en évidence les paramètres, tant environnementaux que propres à la couche, qui influent sur la mesure.

Enfin les résultats des mesures de résistivité de couches poreuses constituées des poudres (poudre de sulfate de sodium et suies de combustion fournies par les tuteurs industriels) sont présentés.

2 Dispositif expérimental

Ce système représenté sur la figure 1 est constitué :

- 1- d'une source d'ions (décharge couronne) pour la charge de couches modèles,
- 2- d'une grille de collection des ions créés permettant de contrôler le potentiel de la grille et de la surface ($V_{grille} = V_{surface} = I_{grille} \cdot R$), selon le courant de décharge et la résistance R ,
- 3- d'une électrode de mesure (plan métallique) placée au centre et sous la couche à étudier.
- 4- d'un système de mesures électriques, un oscilloscope.

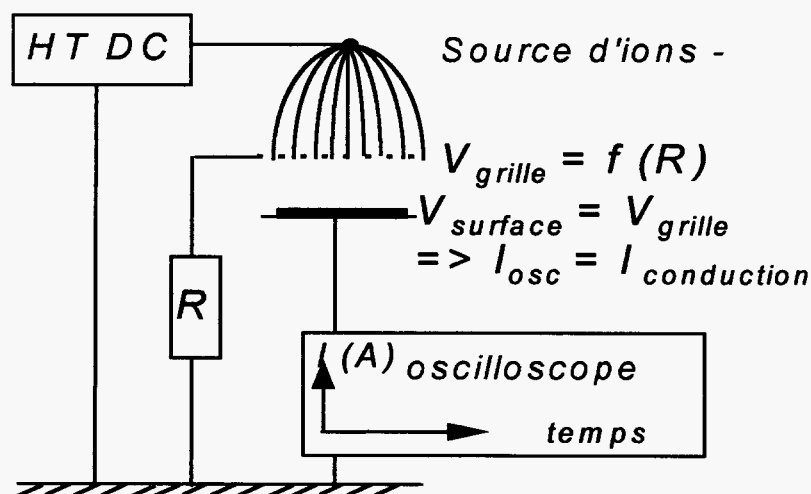


Figure 1 : Dispositif expérimental de mesure de la résistivité des couches poreuses isolantes

3 Caractérisation électrique de la source d'ions négatifs

Pour la production d'ions gazeux, nous avons opté pour l'utilisation d'une décharge électrique (décharge couronne). Avant d'entamer la caractérisation de la source d'ions, il a fallu caractériser les phénomènes d'ionisation par décharge électrique dans une configuration de référence, en l'occurrence en configuration pointe-plan à pression atmosphérique.

3.1 Configuration pointe-plan et pointe-grille

3.1.1 Caractéristique potentiométrique

Dans cette configuration, la distance entre la pointe et le plan (ou la grille utilisée pour laisser « passer » une partie des ions=source) doit être défini pour l'application.

Sur la figure 2 est représentée la caractéristique potentiométrique (courant collecté au plan en fonction de la tension appliquée à la pointe) pour différentes distances inter-électrodes.

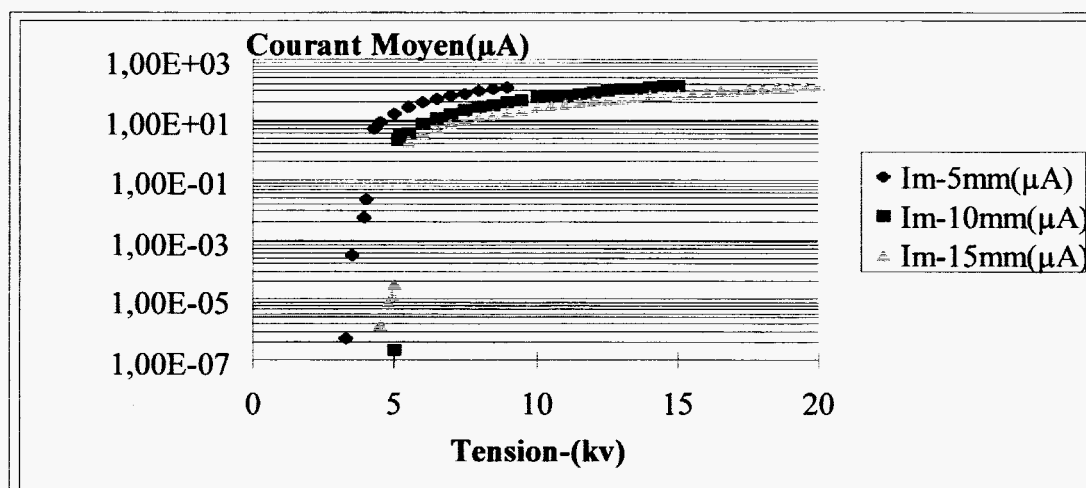


Figure 2 : Caractéristiques potentiométriques en pointe-plan (ou pointe-grille) à pression atmosphérique selon la distance inter-électrodes (courant limité à 150 µA).

Cette première étude a permis de confirmer la succession des régimes de décharges électriques négatives à tension croissante appliquée à la pointe, quelle que soit la contre électrode (plan ou grille), avec :

- 1- le régime de simple collecte des ions,
- 2- le régime de décharges non auto-entretenues qui correspond aux premiers phénomènes d'ionisation i.e. premières impulsions de courant séparées par un laps de temps plus ou moins long qui indique la probabilité de présence d'un électron germe dans la zone de champ fort (pointe),
- 3- puis le régime de Trichel (caractérisé par un courant continu sur lequel se superpose un courant impulsionnel). Dans ce régime, la fréquence des impulsions varie de quelques Hertz au Méga-Hertz selon la distance inter-électrodes.
- 4- enfin, pour des tensions plus élevées, le régime de décharge couronne continue ou glow apparaît. Ce régime pour lequel le courant continu est compris entre 150 et 300 µA présente toutefois un sérieux inconvénient qui réside dans le vent électrique induit par ces forts courants.

En effet, dans ce régime, les processus de collisions entre les ions gazeux et les molécules de gaz neutres, se traduisent par l'accélération du milieu gazeux jusqu'à atteindre des vitesses de gaz de l'ordre du mètre par seconde. Ce vent pourrait causer la resuspension des échantillons pulvérulents, dont on cherche à déterminer la résistivité.

Il a ainsi été possible de définir le régime de décharge optimal pour la source d'ions gazeux, c'est-à-dire, le régime de Trichel produisant le plus fort courant de l'ordre de 150 μA (flux maximal d'ions sur la surface) sans risque de claquage ou de resuspension (par le vent électrique) des particules constituant les couches poreuses à caractériser.

3.1.2 Influence du réacteur isolant (PVC)

La décharge constitue la source d'ions gazeux. Il est donc essentiel que les conditions environnementales au voisinage de la zone d'ionisation soient constantes dans le temps. C'est pourquoi, nous avons décidé de stabiliser la source d'ions en la plaçant dans un système fermé (tube de PVC de 3,5 cm de diamètre). L'axe de la pointe est centré et la contre-électrode de masse est alors une grille, qui permet de « laisser passer » une partie des ions créés à la pointe vers la surface sous-jacente (transparence de la grille), quand le potentiel de la grille varie selon le niveau de courant (V_{pointe}) et la valeur de la résistance. Toutefois, la proximité des parois isolantes peut induire un artefact. En effet, la figure 3 montre que la tension seuil des phénomènes d'ionisation varie avec la distance inter-électrodes.

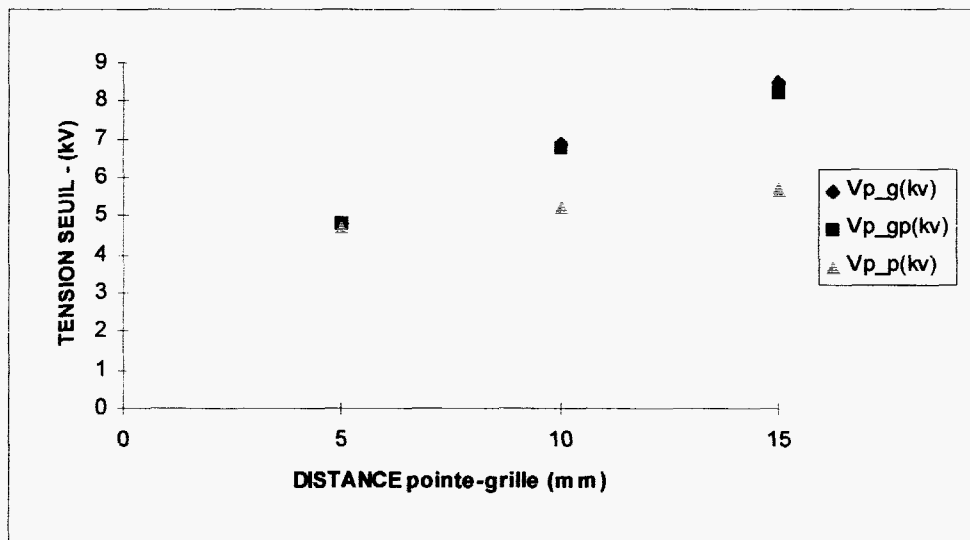


Figure 3 : Influence de la distance inter-électrodes sur les tensions seuils d'allumage en configurations pointe-grille et pointe-grille-plan (V_{p-g} et V_{p-gp}) dans le tube de PVC, et en configuration pointe-plan dans l'air ambiant sans murs isolants (V_{p-p}).

Sur cette figure, il apparaît que, quelle que soit la distance inter-électrodes et la nature du plan, les deux systèmes inclus dans le tube de PVC ont les mêmes tensions seuils. L'influence de la contre-électrode, plan ou grille, est donc négligeable.

Toutefois, pour la même distance inter-électrodes, il existe une différence de ces tensions seuils avec (V_{p-g} et V_{p-gp}) et sans le tube isolant (V_{p-p}). Il semble que la présence de murs isolants au voisinage de la zone d'ionisation implique des tensions d'allumage de la décharge plus élevées. Cela s'explique par le fait que ces murs isolants se chargent de la même polarité que les ions gazeux transitant dans l'espace inter-électrodes, ce qui justifierait l'influence croissante des murs à mesure que la distance inter-électrodes s'accroît.

En conclusion, la distance pointe-grille est fixée à 5 mm pour éviter les artefacts liés à la polarisation des murs isolants de l'enceinte contenant la source d'ions gazeux.

3.2 Configuration pointe-grille-plan

Caractéristique potentiométrique pour différentes distances grille-plan

Dans le but de produire des ions susceptibles de charger la surface isolante sous-jacente, le système pointe-grille qui nous sert de source d'ions gazeux doit être placé à une distance optimale qu'il s'agit de définir empiriquement de telle sorte que le flux d'ions sur la contre-électrode soit maximal. La figure 4 montre le courant collecté au plan en fonction de la distance grille-plan (de 1 à 25 mm), pour une distance pointe-grille constante et égale à 5 mm (cf. paragraphe précédent) et pour différentes tensions appliquées à la pointe (5, 6, 7 kV).

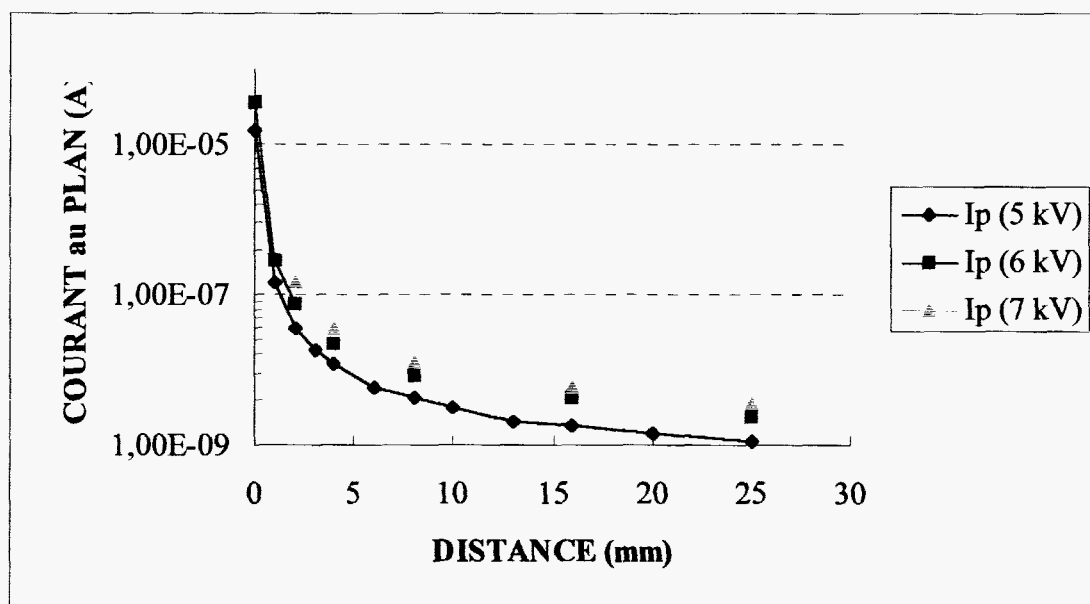


Figure 4 : Courant collecté au plan en fonction de la distance grille-plan pour différentes distances pointe-grille ($V_{\text{pointe}} = 5, 6 \text{ et } 7 \text{ kV}$).

Quelle que soit la tension appliquée à la pointe, à mesure que la distance grille-plan augmente, la transparence de la grille i.e. le courant collecté au plan diminue alors que le courant total de décharge est constant. Cela s'explique par la fuite des ions gazeux issus du système pointe-grille vers les masses environnantes plutôt que vers le plan.

Ainsi, la distance grille-plan est fixée à 1 mm de façon à limiter les pertes d'ions gazeux issus de la source par contournement de la couche poreuse isolante, et de façon à produire un flux maximal d'ions vers le plan ou plus tard vers la surface à polariser.

3.3 Conclusions et choix d'une configuration pour les mesures de résistivité

Aux vues des résultats présentés ci-dessus, la distance pointe-grille est fixée à 5 mm pour éviter les artefacts liés à la polarisation des murs isolants de l'enceinte contenant la source d'ions gazeux, et la distance grille-plan à 1 mm, de façon à limiter les pertes d'ions gazeux issus de la source par contournement de la couche poreuse isolante. Dans cette configuration, il est donc possible d'étudier des couches d'épaisseur inférieure à 1 mm.

Le régime de décharge choisi pour la production d'ions nécessaires pour charger la surface sous la grille et pour polariser la grille, est directement relié au potentiel de la pointe, c'est-à-dire au niveau de courant de décharge. Il conviendra donc de vérifier que la mesure de courant de conduction volumique est indépendante du courant délivré par la pointe.

- Il faut donc que le courant de décharge soit supérieur au courant de conduction volumique. Toutefois, notons dès à présent qu'à mesure que le courant croît, l'augmentation du nombre de collisions ions/neutres induit une accélération du gaz ambiant. Ce « vent électrique » varie de 0 à quelques mètres par seconde pour des courants de l'ordre de 100 μA .
- Il faut que la résistance de l'espace gazeux entre la grille et la surface soit négligeable devant la résistance en série de conduction volumique à mesurer. En effet, d'une part le courant mesuré après ces deux résistances en série ne doit pas être limité par la résistance de la couche d'air au dessus de la couche poreuse à caractériser. D'autre part, il est nécessaire de limiter la chute de potentiel dans la résistance de cette couche de gaz, de telle sorte que $V_{\text{grille}} = V_{\text{surface}}$. Cette résistance variable selon la densité d'ions par m^3 de gaz est maximale en l'absence d'ionisation par décharge et dépend de la géométrie de la couche (distance grille-surface et surface de la grille).
 - (i) Pour des distances millimétriques et des surfaces de 10 à 63 cm^2 , qui correspondent à nos conditions de mesure, la résistance de cette couche d'air varie de 10^{13} Ohm en l'absence d'ionisation, à 10^{5-7} Ohm pour un courant de conduction de 0.1 à 10 nA. Ainsi, la chute de potentiel dans la résistance du gaz est au maximum de 0.1 Volt et V_{grille} tend vers V_{surface} .
 - (ii) En outre, la géométrie de ce système permet des mesures de résistivité de couches (de 40 μm à 1 mm sur quelques centimètres carrés) pour des résistances équivalentes plus grandes que 10^8 Ohm (erreur liée à l'additivité des résistances en série inférieure à 10 %), soient des résistivités minimales de $1,7 \cdot 10^{10}$ Ohm.mètre pour une couche de 40 μm et de $0,7 \cdot 10^9$ Ohm.mètre pour des couches de 1 mm.

Ce système permet donc des mesures de résistivités supérieures à 10^9 Ohm.mètre.

4 Test de la cellule de mesure de résistivité de feuilles de papier

La mise au point du système de mesures implique tout d'abord des mesures de résistivité d'une surface isolante de référence (propriétés connues et proches des résistivités des couches de poussières, $10^7 < \rho < 10^{12}$ Ohm.m). Tous les résultats présentés dans ce paragraphe ont été obtenus avec des feuilles de papier de 40,5 μm d'épaisseur.

4.1 Définition des conditions de mesures selon le potentiel de grille

Avant d'entrer dans les calculs de résistivité, il convient de présenter les résultats bruts de mesures obtenus. Cela nous permet de distinguer les variations des courants de décharge collectés sur la grille et de conduction collectés au plan sous la couche poreuse testée, en l'occurrence trois feuilles de papier, avec le potentiel de grille i.e. le potentiel de surface. Le potentiel de grille est contrôlé par la modification de la résistance connectée à la grille, qui permet, à courant presque constant de contrôler le potentiel de la grille et donc de la surface sous-jacente. La tension de la pointe est égale à 6 kV.

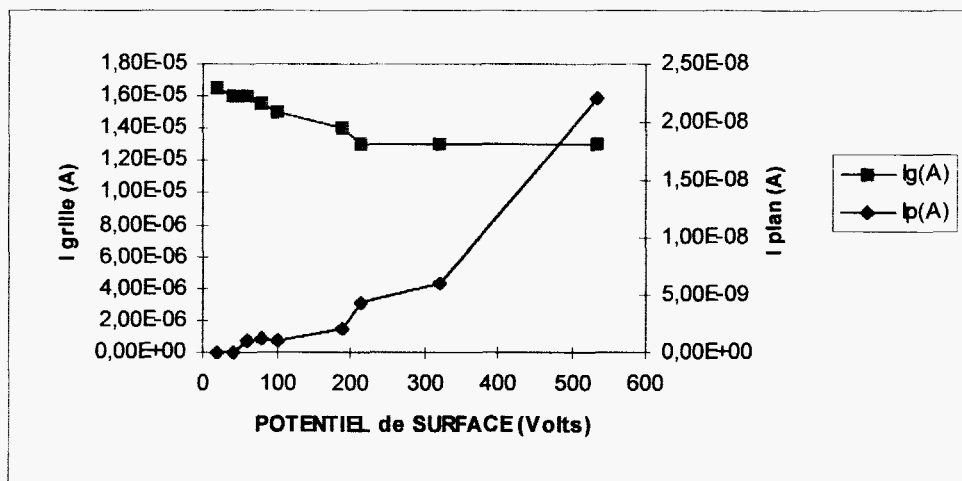


Figure 5 : Courant de décharge (I_{grille}) et courant collecté au plan sous 3 épaisseurs de papier en fonction du potentiel de surface.

Sur la figure 5, il apparaît que le courant de décharge varie avec le potentiel de grille. Cette diminution du courant de décharge à mesure que le potentiel de surface croît s'explique par la diminution du champ électrique au voisinage de la pointe dans la zone d'ionisation qui est induit par la diminution de la différence de potentiel entre la pointe et la grille avec l'augmentation du potentiel de surface.

Par ailleurs, le courant collecté sous l'échantillon ne varie pas toujours linéairement avec le potentiel de surface. Cette observation est importante car elle permet de confirmer que pour des potentiels de surface faible (de 0 à 50 Volts, en l'occurrence), le courant au plan est très faible et l'incertitude de mesure est donc importante (voir § 3-3 sur la chute de potentiel dans la résistance que constitue la couche d'air comprise entre la grille et la surface).

Quand le potentiel de surface est compris entre 50 et 200 Volts (dans nos conditions), le courant varie à peu près linéairement avec le potentiel de surface. Cette gamme de tensions est

donc caractéristique des phénomènes de conduction ; l'échantillon se comporte alors comme un élément purement résistif et permet alors la mesure de la résistivité.

Enfin, au-delà de 200 Volts pour les trois épaisseurs de papier, le courant collecté au plan augmente beaucoup plus vite avec le potentiel de surface que dans la gamme précédente de tension où la couche poreuse était purement résistive. Cette augmentation de courant est liée à l'apparition d'un phénomène de création de charges au sein de la couche et reflète très probablement les phénomènes déjà décrits par ailleurs de décharge en retour dans les pores du papier. Dans cette gamme de tension, la loi d'ohm ne s'applique plus car il existe un générateur de charge au sein de la partie résistive.

La figure 6 représente la variation de la résistivité calculée à partir des données précédentes, pour des potentiels de surface variant avec la résistance de contrôle pour un courant de décharge presque constant.

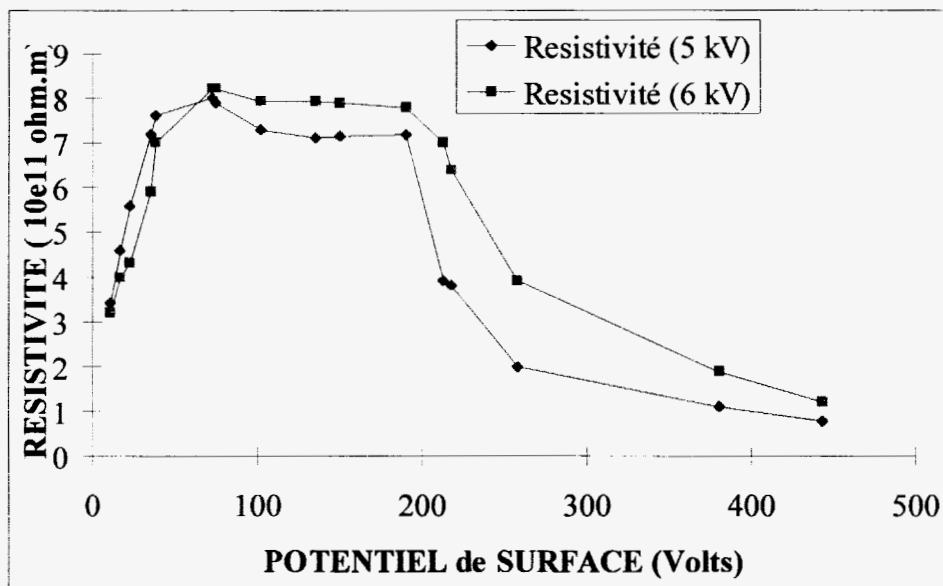


Figure 6 : Résistivité de trois feuilles de papier selon le potentiel de la surface, pour deux tensions de pointe différentes.

La figure 6 permet de confirmer les hypothèses émises ci-dessus quant aux différents phénomènes de conduction dans ces trois gammes de potentiel de surface :

- de 0 à 70 Volts, les résistivités calculées sont plus petites car le courant collecté sur la grille est surestimé. Cette erreur vient de la très faible intensité mesurée et donc de l'incertitude de mesure plus grande,
- de 70 à 200 Volts, la résistivité est constante. Cela confirme le comportement purement résistif de la couche et permet donc de calculer la résistivité. Avec trois feuilles, la résistivité reste comprise entre 7 et 8.10^{11} Ohm.m, ce qui est cohérent avec les valeurs de la littérature pour le papier (cellulose). L'erreur faite sur la mesure est alors de l'ordre de 15 % quelle que soit V_{pointe} .
- au-delà de 200 Volts, la résistivité chute brutalement à mesure que le potentiel de surface augmente. Le fait de trouver le même potentiel de surface seuil pour cette décroissance, quelle que soit la tension de pointe, démontre que ce seuil est relatif au champ électrique dans la couche et non aux conditions de mesures. En effet, les décharges en retour créent des charges au sein de la couche poreuse (voir § 4.2).

4.2 Influence du champ électrique aux bornes de la couche ($I_p=f(E)$)

Afin de tester la validité du principe de mesure, nous avons ensuite modifié l'épaisseur de la couche en changeant le nombre de feuilles posées sur la contre-électrode. Les gammes de tension sont décalées vers les potentiels de surface plus élevés à mesure que l'épaisseur augmente. C'est pourquoi nous avons représenté la résistivité d'échantillons d'épaisseur différente en fonction du champ électrique dans la couche (Vgrille/épaisseur en Volt/mètre, voir figure 7).

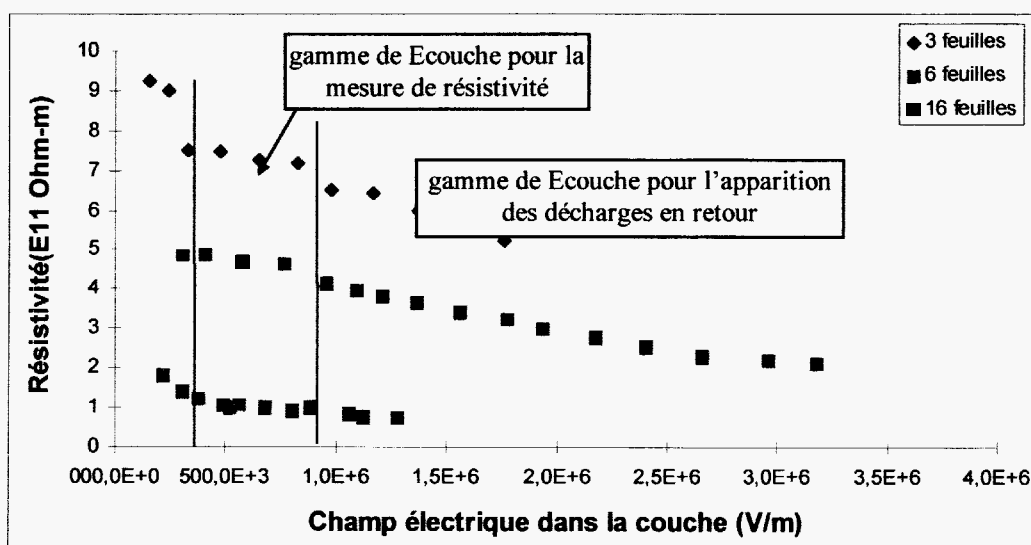


Figure 7 : Résistivité en fonction du champ électrique pour différentes épaisseurs de papier ($R_c = 8.2 \text{ Mohm}$ et V_g varie avec la tension de la pointe).

La résistivité est bien du même ordre de grandeur quelle que soit le nombre de feuilles. Toutefois, il apparaît que la résistivité, i.e. le courant mesuré au plan, semble dépendre du nombre de feuilles.

Comme on pouvait s'y attendre, la figure 7 montre la même allure générale que la figure 6 avec trois gammes de champ électrique, ce qui valide l'hypothèse selon laquelle les phénomènes de conduction au travers de la couche dépendent du champ électrique dans la couche.

On retrouve l'existence d'un champ électrique seuil de mesure de résistivité. Pour la suite de l'étude, nous comparerons donc les valeurs de résistivités mesurées sur différentes épaisseurs à raison de 30 Volt / feuille (750000 V/m).

De même, il existe un champ électrique seuil de décharge en retour, indépendant de l'épaisseur de papier. Cela prouve qu'il s'agit de décharges en retour dont le champ seuil est de l'ordre de $2 \cdot 10^6 \text{ V/m}$ dans les CNTP pour l'ionisation de l'air et d'environ 10^6 V/m pour l'ionisation de l'air contenu dans les pores.

Aux vues des résultats présentés, la résistivité dépend du champ électrique aux bornes de la couche. Toutefois, dans la gamme de champ électrique pour la mesure de résistivité, il semble exister un artefact variable avec le nombre de feuilles c'est-à-dire avec le potentiel de grille i.e. avec le courant de décharge qui augmentent avec le nombre de feuilles. Il s'agit donc maintenant d'identifier les causes de variation de la résistivité en fonction de l'épaisseur de la couche mesurée à 30V/feuille, pour des champs inférieurs au champ de décharge en retour.

4.3 Influence des décharges en retour sur la résistivité

Après avoir validé le principe de mesure et observé une variation importante avec le nombre de feuilles, il convient de vérifier l'influence des décharges en retour sur la résistivité avant de mettre en cause la méthode de variation du potentiel de la grille. En effet, dans l'expérience précédente, après avoir balayé la gamme de champ électrique pour un échantillon de 3 feuilles, nous n'avons pas changé les feuilles qui avaient subi des décharges en retour, au cours de l'essai précédant. Autrement dit, l'échantillon de 6 feuilles contenait trois feuilles ayant subi des décharges en retour.

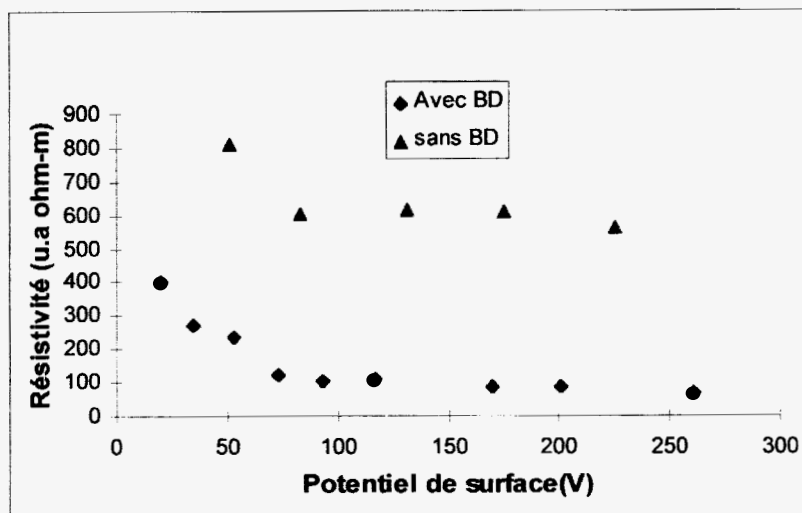


Figure 8 : Comparaison de la résistivité de la même couche de papier avant (sans BD) et après décharge en retour (subi BD)

La figure 8 montre que la gamme de potentiel de surface pour la mesure de la résistivité de la couche (4 feuilles) se situe entre 90 et 150 Volts (plateau de résistivité). Dans cette gamme de mesure, on observe une réduction de résistivité d'une couche ayant déjà subi des décharges en retour. Il est donc important de mesurer la résistivité d'échantillon de papier n'ayant pas subi de décharges en retour.

Cette remarque est importante car le critère de validation de la technique de mesure repose sur l'indépendance de la résistivité mesurée et de la géométrie de la couche (épaisseur). Il faudra donc renouveler toutes les feuilles pour étudier une épaisseur plus importante et non pas seulement ajouter des feuilles neuves aux feuilles déjà modifiées pour faire varier l'épaisseur.

En outre, des mesures complémentaires nous ont permis de séparer la composante du courant par conduction volumique au travers de la couche de la composante du courant qui contourne l'échantillon par sa surface (voir § 4.5 limitation des courants de fuite). Il a ainsi été démontré qu'après avoir subi des décharges en retour, le courant volumique augmente et le courant de contournement par la surface diminue. Il semble donc que la réactivité des espèces produites par la décharge (source d'ions mais aussi d'ozone et NOx) modifie la nature chimique de la surface et augmente la résistance surfacique alors que les décharges en retour dans les pores modifient la structure poreuse (densité, porosité) et diminuent la résistivité volumique.

4.4 Influence de la méthode de variation de V_{grille} ($I_p=f(V_g)$)

Il s'agit maintenant d'identifier les causes de variation de la résistivité en fonction du nombre de feuilles selon la méthode de variation du potentiel de la grille.

4.4.1 Variation de la résistance de contrôle

La figure 9 représente la variation de la résistivité en fonction du nombre de feuilles (à 30 V/feuille) pour des potentiels de surface variant avec la résistance de contrôle pour trois tensions de pointe différentes, i.e. pour un courant de décharge presque constant.

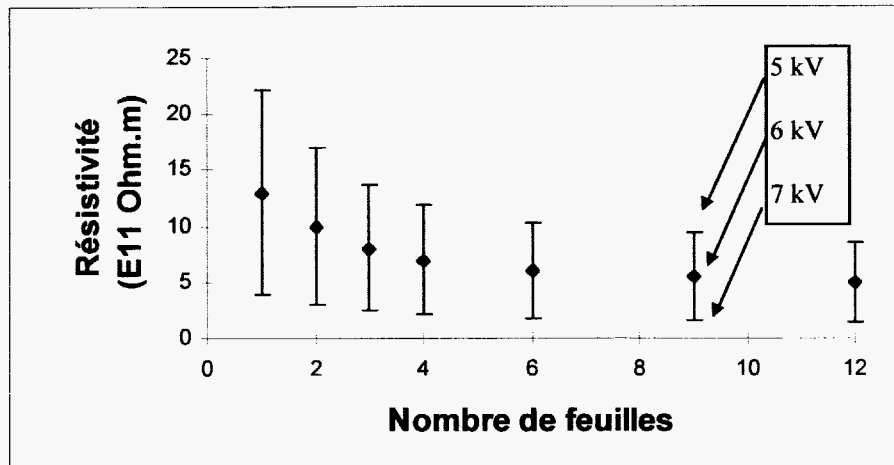


Figure 9 : Variation de la résistivité en fonction du nombre de feuilles (à 30 V/feuille) contrôlée par variation de la résistance de contrôle, avec $V_{pointe} = 5, 6$ ou 7 kV

La résistivité diminue de 13 à 6.10^{11} Ohm.m avec une erreur de 140 % selon la valeur du potentiel de la pointe.

4.4.2 Variation de la tension de pointe (courant de décharge)

La figure 10 représente la variation de la résistivité en fonction du nombre de feuilles (à 30 V/feuille) pour des potentiels de surface variant avec le potentiel de la pointe, i.e. avec un courant de décharge pour trois résistances de contrôle différentes.

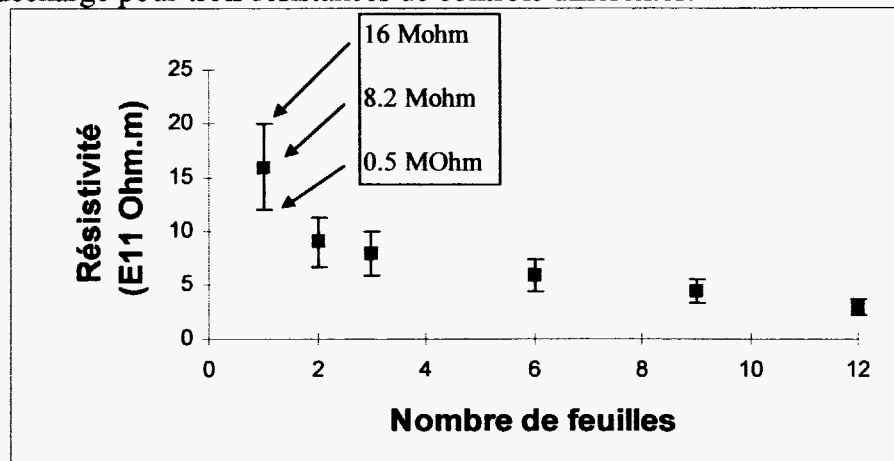


Figure 10 : Variation de la résistivité en fonction du nombre de feuilles (à 30 V/feuille) contrôlée par variation de la tension de pointe, avec $R_c = 0.5, 8.2$ ou 16 MOhm

La résistivité diminue de $16 \text{ à } 3.10^{11} \text{ Ohm.m}$ avec une erreur relative de l'ordre de 50 % selon la valeur de la résistance de contrôle.

4.4.3 Conclusions

La variation du potentiel de grille nécessaire au contrôle du champ dans les échantillons d'épaisseur différente (fixé à 30 V/feuille pour la mesure de résistivité), induit une diminution de la résistivité mesurée avec l'augmentation du nombre de feuilles et du potentiel de grille.

On remarque que l'écart entre les résistivités calculées pour 1 et 12 feuilles est plus faible quand le potentiel de grille est contrôlé par variation de la résistance que par variation du potentiel de la pointe. De même, l'erreur relative est plus faible quand elle correspond à une variation de résistance de contrôle (voir fig. 10) qu'à une variation de la tension de pointe (voir fig. 9). Il existe donc une variation de la résistivité, i.e. de courant de conduction plus importante liée à l'augmentation du courant de pointe (V_{pointe}) qu'à l'augmentation du potentiel de grille sans variation du courant de pointe.

Cette augmentation des courants mesurés au plan avec l'épaisseur de l'échantillon semble donc liée à l'augmentation, d'une part du courant de pointe, et d'autre part dans une moindre mesure du potentiel de grille i.e. de sa transparence par rapport aux ions.

Une première hypothèse qui pourrait expliquer ce résultat repose sur le fait que la pointe induit un flux d'ions plus important au centre de la couche que sur les bords. Bien que le potentiel de la grille soit contrôlé et nécessairement égal au potentiel moyen de la surface, cette différence de flux d'ions induit probablement une inhomogénéité du potentiel de surface, qui serait donc plus grande au centre que sur les bords. Cette différence de potentiel sur la surface serait à l'origine d'un courant de fuite, c'est-à-dire d'un courant de contournement de l'échantillon par la surface qui serait d'autant plus important que le courant de pointe est grand et que la grille laisse passer plus d'ions quand son potentiel est élevé.

Une seconde hypothèse repose sur le vent électrique qui augmente avec le courant de décharge mais aussi avec la transparence de la grille pour les ions i.e. avec le potentiel de la grille (cf. § 3.1.1 p 19). Ainsi, l'augmentation du courant collecté au plan et la réduction de la résistivité calculée avec le nombre de feuilles pourrait résulter de la pression croissante sur l'échantillon qui, à défaut de comprimer le papier et d'augmenter le champ électrique dans la couche, peut améliorer le contact (voir § 5.3).

4.5 Limitation des courants de fuites

Dans la configuration expérimentale précédente, les feuilles de papier sont posées sur un plan métallique de diamètre plus grand que celui des feuilles. Ainsi, si la résistance de surface est faible devant la résistance volumique, il est tout à fait probable que les charges déposées en surface s'écoulent jusqu'au plan de mesure par contournement de l'échantillon par sa surface.

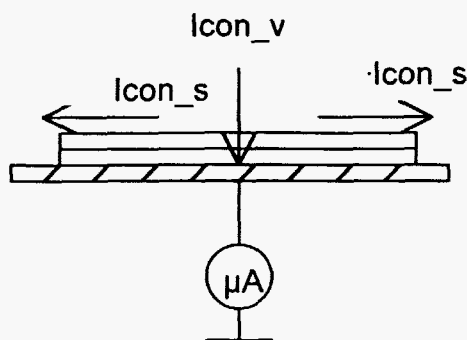


Figure 11. schéma des différentes composantes de courant collecté au plan

Le courant total, mesuré par l'ampèremètre entre le plan métallique et la masse, correspond à une somme de courant de conduction et de courant de fuite. Ainsi, le courant collecté au plan peut s'écrire:

$$I_p = I_{c-v} + I_{c-s}$$

I_{c-v} : courant de conduction volumique

I_{c-s} : courant de conduction surfacique

4.5.1 Electrode de garde annulaire sous la couche (conf. 3, 4)

Pour pallier ce problème de fuite, nous avons utilisé une électrode de garde annulaire placée sous la couche de papier comme indiquée sur la figure 12.

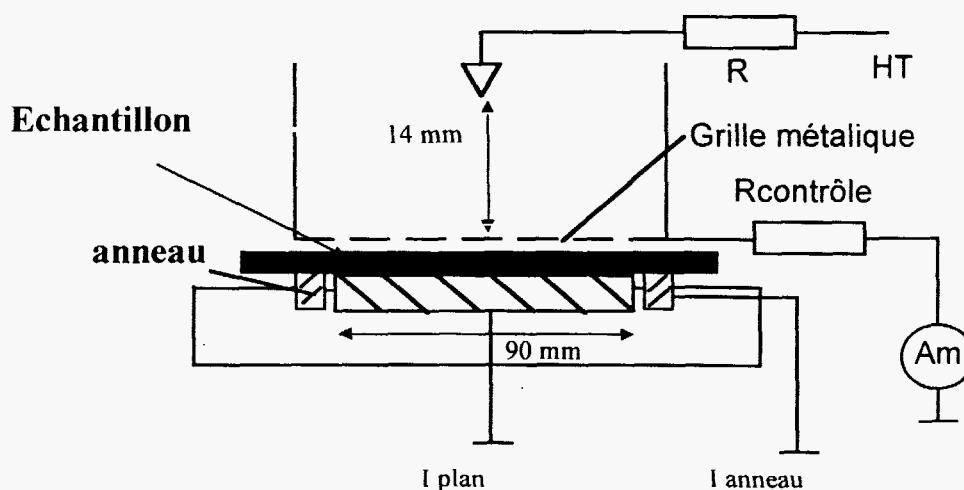


Figure 12 : dispositif de mesure pour limiter l'influence des fuites par contournement de l'échantillon

Dans cette configuration, un anneau métallique connecté à la masse est utilisé pour séparer le courant de conduction surfacique du courant de conduction volumique.

Le diamètre de la source d'ions est plus grand que dans la configuration précédente, pour permettre d'augmenter l'écart entre la pointe et la grille ($d=14$ mm) et ainsi limiter l'influence de la pointe sur l'homogénéité du potentiel de surface (réduction de $dV_{\text{surf.}}/dr$ à l'origine du courant de fuite). Par contre, la distance entre la grille et la surface est toujours d'un millimètre. Le diamètre de l'échantillon de papier est égale au diamètre de la grille, soit 9 cm. Cela représente une augmentation de la surface de l'échantillon d'un facteur 6.3.

En effet, dans la configuration précédente, le courant au plan était de l'ordre de 1 à 10 nA. Ainsi, avec des surfaces d'échantillon identiques à la configuration précédente et en excluant le courant de fuite, le courant au plan est divisé par environ un facteur variant de 5 à 10. Cela démontre que dans les mesures précédentes, le courant mesuré au plan était surestimé et faussait donc les calcul de résistivité volumique en incluant le courant de contournement. La résistivité calculée précédemment correspondait donc à une résistivité de conduction volumique et surfacique. C'est pourquoi, dans cette nouvelle configuration, où le courant au plan n'inclut plus le courant de contournement surfacique, il a fallu augmenter la surface de l'échantillon pour mesurer des courants au plan de l'ordre de nA (voir § 3.3 p22)

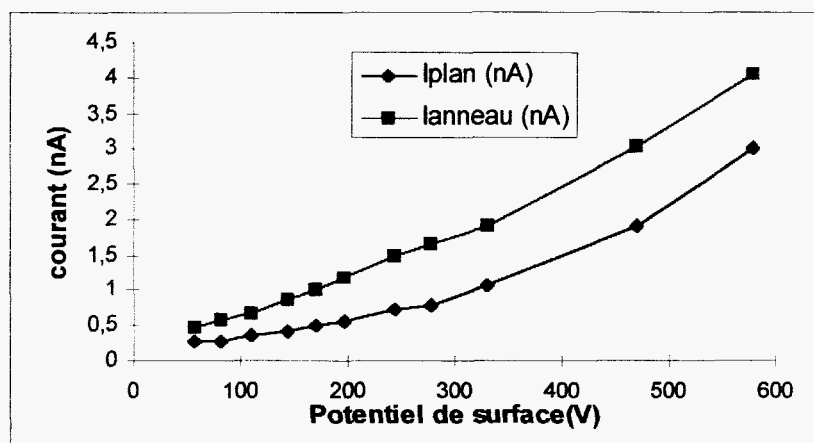


Figure 13 : Comparaison de I_{plan} et I_{anneau} pour 6 feuilles

Si le courant atteint la même valeur que dans la configuration précédente tout en excluant le courant de contournement, la résistivité exclusivement volumique cette fois, calculée pour des dimensions plus grandes est donc logiquement plus importante (voir figure 14).

Nous avons par ailleurs remarqué que le courant d'anneau augmente avec le nombre de feuilles, i.e. avec le potentiel de la grille contrôlé en l'occurrence par une variation de la tension de la pointe. Cela confirme l'hypothèse selon laquelle le courant de fuite est au moins partiellement relatif à l'inhomogénéité du potentiel de surface directement relié au potentiel de la pointe, i.e. au courant de décharge.

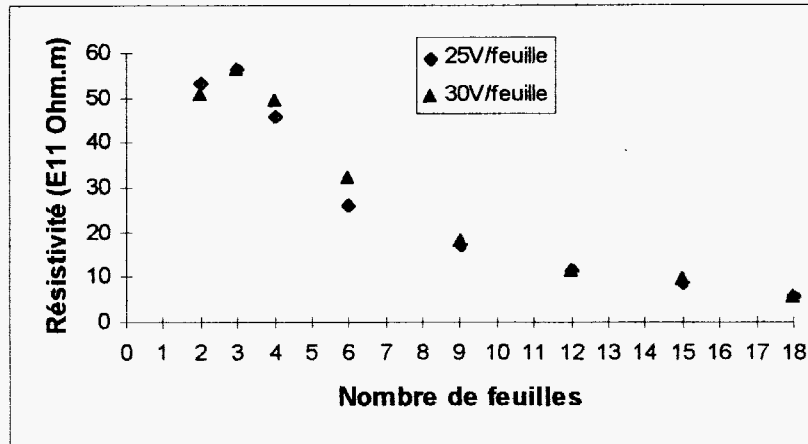


Figure 14 : Résistivité en fonction de l'épaisseur de la couche (anneau sous la couche)

Malgré les améliorations apportées dans cette deuxième configuration avec une électrode de collection des fuites sous la surface de papier, le courant collecté au plan augmente toujours avec le nombre de feuilles.

Avant d'étudier l'influence éventuelle du vent électrique, il convient de vérifier que cet artefact ne vient pas du fait qu'une couche composée de plusieurs feuilles superposées n'est pas équivalente à une feuille plus épaisse. En effet, en collectant le courant sous la couche de feuille, si on évite de prendre ce courant de fuite en compte de la mesure, on n'évite pas la fuite et le contournement jusqu'à l'anneau de garde (voir figure 15).

Une hypothèse qui pourrait expliquer l'augmentation du courant avec le nombre de feuilles repose sur la réinjection sur les surfaces consécutives d'une partie du courant de contournement (voir figure 15).

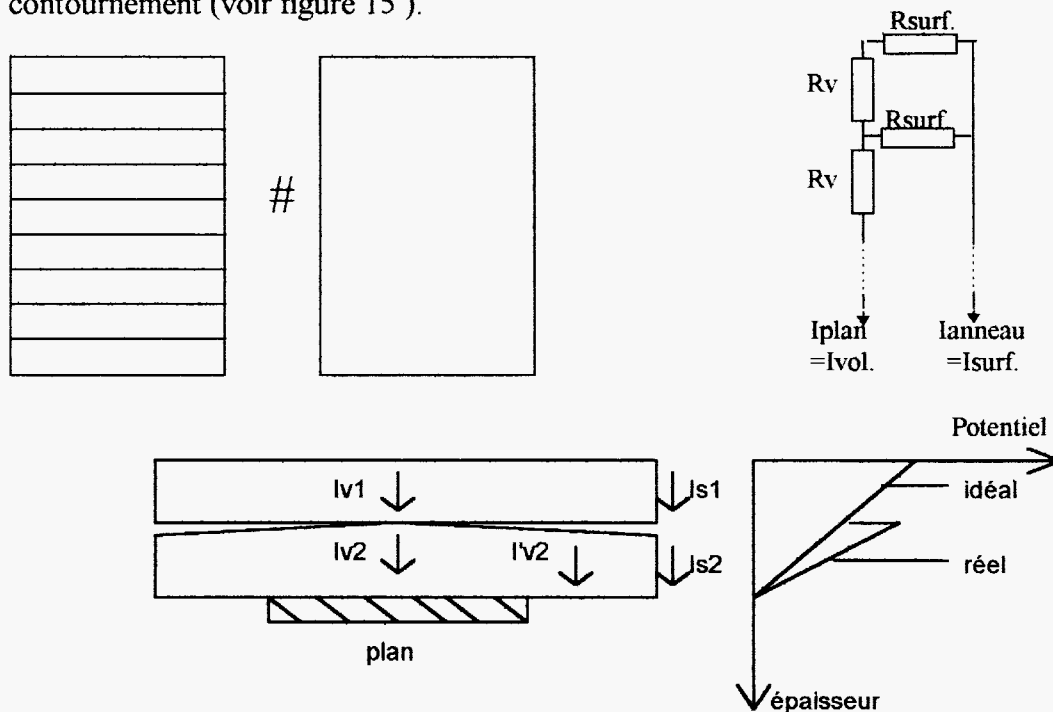


Figure 15 : Circuit équivalent de plusieurs feuilles dans une couche

4.5.2 Electrode de garde annulaire sur la couche (conf. 5)

Pour tester cette hypothèse, nous avons ajouté un second anneau de garde posé sur la couche de papier (voir figure 16). Il a pour fonction de collecter le courant de contournement sur la surface pour éviter cette réinjection de charge sur les surfaces sous-jacentes.

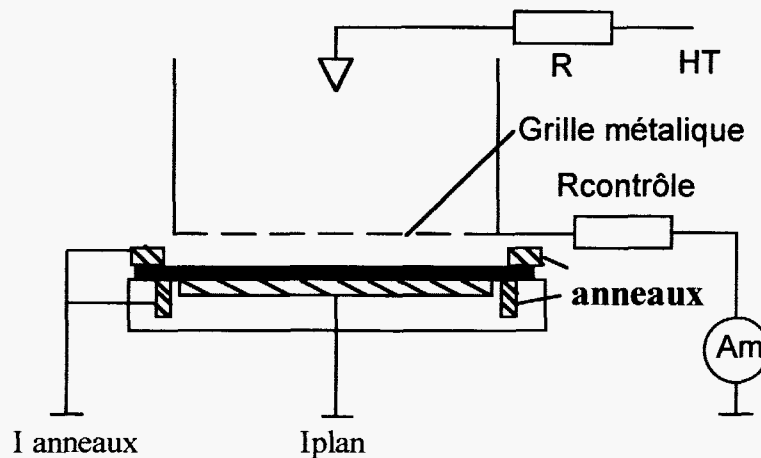


Figure 16 : Nouvelle configuration avec les mêmes dimensions et un anneau sur la couche

Dans cette nouvelle configuration, le courant du plan diminue d'autant plus que le nombre de feuilles augmente. Cela confirme l'hypothèse émise quant à la réinjection de charges dans les surfaces sous-jacentes. Toutefois, ce courant de conduction volumique collecté au plan reste dans la gamme de 0.1 à 10 nA.

La figure 17 montre l'évolution de la résistivité des couches en fonction du nombre de feuilles.

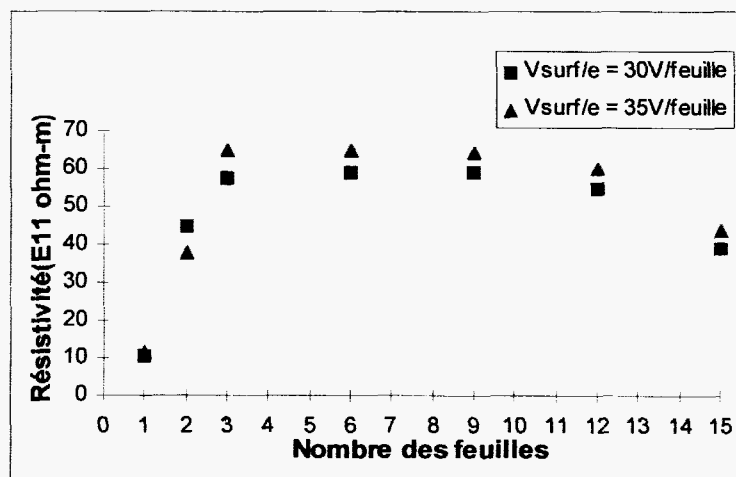


Figure 17 : Résistivité en fonction de l'épaisseur de couche (anneaux sous et sur la couche)

Pour la première fois, la résistivité devient constante pour des échantillons d'épaisseur variable, comprise entre 3 et 12 feuilles. Cela démontre que la mesure devient représentative de la résistivité de l'échantillon, indépendamment de sa géométrie. Toutefois, pour des épaisseurs en dehors de cette gamme, il existe toujours une variation qu'il s'agit de corriger.

4.6 Limitation de l'influence de la pointe

4.6.1 Mesure de référence entre deux plaques

L'influence de la pointe sur la mesure a été clairement mise en évidence (voir § 4.4 p 27). De façon à obtenir une mesure de référence sans décharge, nous avons fait varier le potentiel (de 0 à 1000 Volts) d'une plaque posée sur la surface et polarisée par une alimentation supplémentaire. La figure 18 représente cette nouvelle configuration.

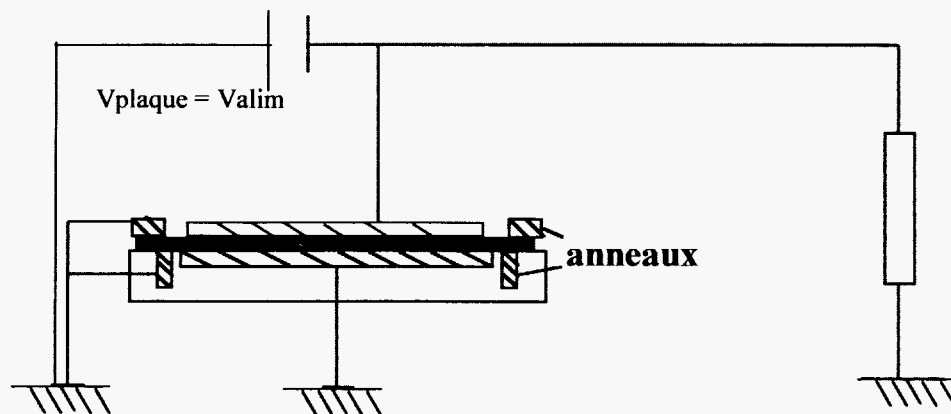
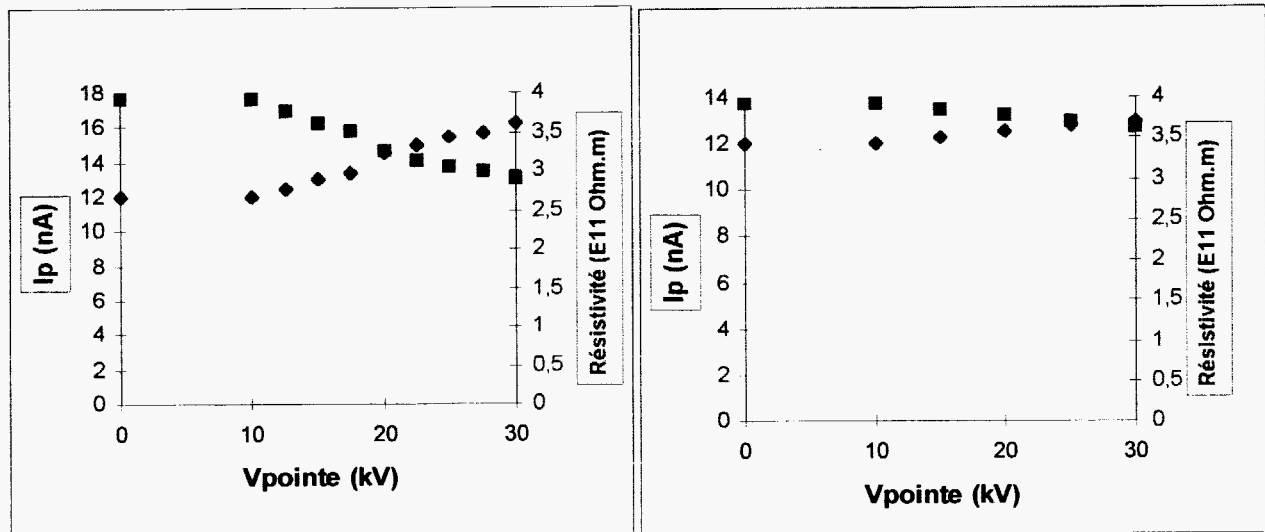


Figure 18 : Dispositif de mesure de référence entre deux plaques

4.6.2 Influence de la tension de pointe (i.e. du courant de décharge)

Outre l'intérêt de disposer d'une mesure de référence, cette configuration sera utilisée avec notre système pointe-grille de production d'ions. On pourra ainsi montrer l'influence de l'inhomogénéité du potentiel de surface qui n'existe plus dans cette configuration. En effet la plaque métallique posée sur la couche permet d'éviter que le flux d'ions (inhomogène radialement) ne vienne se déposer sur la surface isolante de façon inhomogène.

En outre, cette configuration permet de polariser la grille par l'alimentation. Cela nous permettra de faire varier le potentiel de la pointe sans pour autant faire varier celui de la grille et donc de définir l'influence de la tension de pointe i.e. du courant de décharge. La figure 19 montre la variation du courant de conduction (I_{plan}) et la résistivité en fonction du potentiel de la pointe (placée à 35 mm de la grille).



3 feuilles $V_{\text{plaque}} = 90 \text{ V}$

11 Feuilles $V_{\text{plaque}} = 330 \text{ V}$

Figure 19 : Résistivité mesurée entre deux plaques ($V_{\text{pointe}} = 0 \text{ kV}$ et $V_{\text{surf}} = 30 \text{ V/feuille}$) en fonction de V_{pointe} ($V_{\text{surface}} = V_{\text{plaque}} = V_{\text{grille}} = V_{\text{alim}}$ à 30 V/feuille)

Cette figure montre que le courant au plan est le même avec le système de référence qu'avec le système pointe-grille quand le potentiel de la pointe est minimal, c'est-à-dire pour des courants de décharge de l'ordre du micro-Ampère (juste au-dessus du potentiel de décharge). Cette expérience démontre la faisabilité et la fiabilité d'un système de mesure de résistivité sous une grille polarisée par le courant de décharge.

La deuxième remarque concerne la valeur de courant mesuré et donc de résistivité calculée dans les mêmes conditions géométriques que la configuration précédente. Le courant (la résistivité) est en effet 15 fois plus grand (petite) avec la plaque que sans. Cette différence ne peut provenir que de l'application de la plaque sur le papier. Il semble donc que la pression exercée par la plaque de 400 grammes améliore le contact et éventuellement comprime la couche. Cela a pour effet d'améliorer le contact entre les surfaces successives et avec le plan de mesure et donc à diminuer la valeur des résistances de contact entre les couches liées à la non planéité des surfaces de cellulose. En outre, la compression de la couche fait augmenter le champ dans l'échantillon d'épaisseur réduite. Ces résultats apportent donc une explication des variations du courant observées lorsque le potentiel de la grille est contrôlé par le courant de décharge, i.e. par le potentiel de pointe et confirment les hypothèses émises précédemment quant à l'influence de la pression exercée par le vent électrique (voir § 4.4.3 p28).

La troisième remarque concerne l'augmentation du courant avec le potentiel de pointe, déjà décrite (voir § 4.4 Influence de la méthode de variation de V_{grille} , p 26). Pour comprendre l'origine de cette variation nous nous sommes ensuite intéressés à l'amplitude de l'écart entre les valeurs de courant pour deux V_{pointe} différentes ($V_{\text{pointe}} = 0$ ou 10 kV et $V_{\text{pointe}} = 23 \text{ kV}$) selon le nombre de feuilles et selon la distance pointe-surface.

Quand le nombre de feuilles augmente, l'amplitude de l'écart diminue de 38% pour 2 feuilles à 3% pour 11 feuilles, quand l'écart relatif de courant est calculé entre $V_{\text{pointe}} = 0 \text{ kV}$ et $V_{\text{pointe}} = 23 \text{ kV}$. Le tableau suivant montre l'évolution de la résistivité en fonction du nombre de feuilles et l'écart relatif de courant entre 0 et 23 kV.

Nombre de feuilles	Résistivité	écart relatif de I(0kV) et I(23kV)
1	3,925	
2	3,8	38%
3	3,925	29%
4	3,7	27%
6	4,09	13%
11	3,925	6%
20	3,9	3%

Tableau 1 : Evolution de la résistivité en fonction du nombre de feuilles et écart relatif de courant entre 0 et 23 kV

Ce tableau montre que l'écart de courant mesuré pour deux tensions (0 kV, pour la mesure de référence et 23 kV) et donc l'erreur de mesure sur la résistivité diminue à mesure que le nombre de feuilles augmente. Cela est cohérent avec l'hypothèse de l'influence de la pression sur le courant. En effet, en augmentant la tension de pointe, le courant de décharge et le vent électrique (vent électrique en m/s $\sim (I_{\text{décharge}})^{0.5}$) augmentent (voir fig. 19). En effet, à mesure que le nombre de feuille s'accroît, la rigidité mécanique de la couche augmente, ce qui la rend forcément moins sensible à la variation de pression (constante de 0 à 23 kV et indépendante du nombre de feuilles).

4.6.3 Influence de la distance pointe-surface

4.6.3.1 Influence de la distance pointe-grille

Pour confirmer le rôle déterminant du vent électrique, il a fallu faire varier la distance pointe-grille de façon à induire des niveaux de courant très différents dans la même gamme de tension de pointe. La figure 20 montre la variation du courant collecté au plan en fonction de la tension de pointe pour trois distances inter-électrodes, alors que le potentiel de la grille est contrôlé par l'alimentation. Cela nous permet de faire varier le potentiel de la pointe sans pour autant modifier le potentiel de la grille.

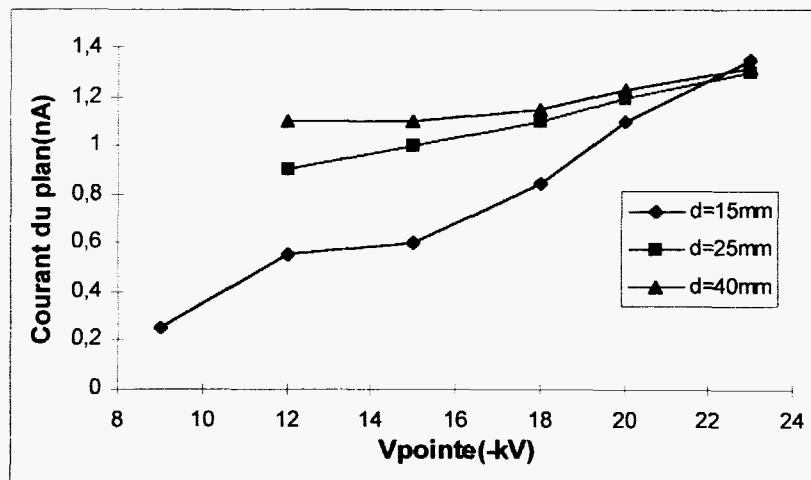


Figure 20 : Variation du courant collecté au plan en fonction de la tension de pointe pour trois distances inter-électrodes (potentiel de la grille contrôlé par l'alimentation)

Avant toute analyse de tendance, il convient de remarquer que le courant est plus faible qu'avec la plaque posée sur la surface. Cela s'explique tout simplement parce qu'en l'occurrence, il n'y a pas de plaque sur la surface et les dimensions du plan de mesure sont un peu plus petites ($d = 8$ cm au lieu de 9 cm dans la configuration actuelle). Cette différence d'intensité n'est pas très importante car nous nous intéressons aux variations relatives de ce courant.

Cette figure montre que pour la distance la plus petite ($d = 15$ mm), pour laquelle le courant varie de 10 à 250 μA quand la pointe passe de 9 à 23 kV, le courant varie d'un facteur 4,4. Toutefois quand la distance est supérieure à 25 mm, cette gamme de tension (de 10 à 23 kV) permet de faire varier le courant de 3 à 30 μA pour $d = 25$ mm et de 1 à 15 μA pour $d = 40$ mm. L'influence sur la mesure de courant de conduction et donc sur la résistivité calculée est reportée dans le tableau 2.

d(pointe-grille) en mm	écart relatif de $I(0\text{kV})$ et $I(23\text{kV})$
15	450%
25	44%
40	18%

Tableau 2 : Evolution de l'écart relatif de courant entre 0 et 23 kV pour 3 distances pointe-grille, avec 30 V/feuille et sans plaque.

L'analyse de ces résultats montre que plus la pointe est proche de la surface plus l'erreur sur la mesure est importante. Notamment pour $d = 15$ mm, l'amplitude de la variation de courant et donc l'écart relatif sont très importants. S'il est vrai que l'influence du vent électrique est d'autant plus marquée que la variation de courant est importante, il n'en reste pas moins que le facteur 25 sur le courant de décharge n'est probablement pas la seule explication. En effet, cette erreur peut être reliée au fait que le flux d'ions produit par la décharge touche une surface de la grille et de l'échantillon sous-jacent d'autant plus importante que le courant de décharge et la distance inter-électrodes augmente. Il semble donc possible que cette erreur résulte aussi de la surface croissante de l'échantillon soumis au flux d'ions à mesure que le courant de décharge augmente. Cela semble être confirmé par la similitude des courbes obtenues pour des distances plus importantes à 25 et 40 mm.

En outre, si l'erreur est plus faible à 40 mm qu'à 25 mm, elle reste du même ordre de grandeur comme les courants de décharge associés et est d'autant plus importante que l'écart de courant de décharge est importante (27 μA à 25 mm contre 14 μA à 40 mm).

Tous ces résultats tendent à démontrer le rôle de la pression exercée sur l'échantillon par le vent électrique. Pour mesurer la résistivité d'un échantillon poreux, il conviendra donc de travailler dans des conditions de courants minimum pour limiter la modification de pression sur la couche à caractériser. Toutefois, cela implique de ne pas avoir à conditionner des poudres, dont la résistivité dépendra de la pression exercée pendant le conditionnement de la couche.

4.6.3.2 Influence de la distance grille-surface

Nous avons fait varier la distance grille-surface de 1 à 12 mm et si la mesure de résistivité est la même qu'avec le système de référence quand le courant de décharge est minimum (i.e. la tension de pointe minimum), la variation du courant de conduction, qui correspond à l'erreur sur la résistivité pour la tension de pointe maximale, est de l'ordre de 15%. Cette variation n'altère ni le courant ni la vitesse du vent électrique. Toutefois, en s'écartant de la source de vent, il est évident que la pression sur la surface sous-jacente et donc le courant collecté diminuent.

Cela confirme la nécessité de travailler à des tensions de pointe minimum pour limiter l'influence du vent électrique.

4.6.4 Résistivité en fonction de l'épaisseur de la couche

Après avoir démontré la fiabilité des mesures de résistivités réalisées avec notre source d'ions, il s'agit maintenant de valider ce système en vérifiant que la résistivité calculée est indépendante de la géométrie de l'échantillon (voir figure 21).

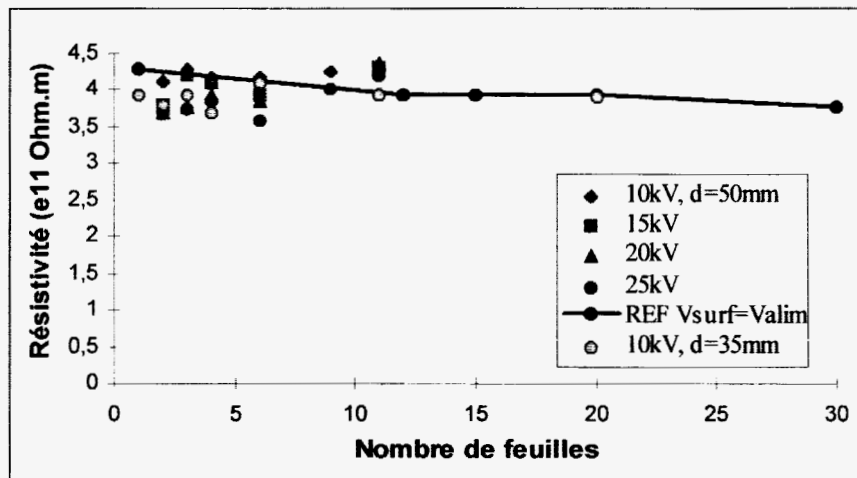


Figure 21 : Résistivité en fonction de l'épaisseur de la couche exprimée en nombre de feuilles (30 V/feuille)

La figure 21 montre que la résistivité est indépendante de la géométrie de la couche à caractériser et valide donc le protocole de mesure avec ou sans décharge. Toutefois il faut remarquer que la distance pointe-grille doit être supérieure à 35 mm pour assurer un flux d'ions sur toute la surface de l'échantillon.

Par ailleurs, quelles que soient les conditions de tension de pointe et de distance pointe-grille, l'erreur relative ne dépasse pas 15,1 %.

Il faut en outre souligner que dans les conditions optimales de mesure, c'est-à-dire à V_{pointe} minimum, l'erreur sur la mesure à 10 kV est de 3,5% et cela quelle que soit la distance pointe-grille. Ainsi, la résistivité de ce papier est de l'ordre de $4 \cdot 10^{11}$ Ohm.m.

4.7 Conclusions et définition du protocole de mesure pour l'application

La première série d'expériences a permis de valider le principe de mesure de la résistivité qui dépend du champ électrique aux bornes de la couche. Ainsi, pour définir la résistivité d'un matériau, il convient de commencer par définir la gamme de champ électrique aux bornes de l'échantillon pour laquelle l'échantillon a un comportement résistif ce qui permet d'appliquer la loi d'Ohm (courant de conduction proportionnel au champ et résistivité indépendante du champ).

Pour ensuite tester et optimiser le système de mesure mis en place, il faut comparer les résistivités calculées (en conditions de champ constant dans la gamme de champ adéquate pour la mesure définie par l'expérience précédente) de couches d'épaisseur différentes, n'ayant pas été soumises à la décharge. En effet, on observe une réduction de résistivité d'une couche ayant déjà subi des décharges en retour. Il est donc important de mesurer la résistivité d'échantillon de papier n'ayant pas subi de décharges en retour.

Nous avons ainsi pu montrer l'importance des courants de fuite par contournement sur la surface des échantillon très résistifs étudiés. Cet artefact est au moins partiellement relatif à l'inhomogénéité du potentiel de surface directement relié au potentiel de la pointe (i.e. au courant de décharge) et à la distance pointe-surface.

Pour pallier ce problème de fuite lié à l'empilement de couches, nous avons utilisé deux électrodes de garde annulaires, isolées du plan de mesure et posées sous et sur la surface de l'échantillon, dont la fonction est de collecter le courant de contournement sur la surface pour éviter la réinjection de charge sur les surfaces sous-jacentes mise en évidence dans cette étude.

Dans ces conditions, il a fallu augmenter la surface de l'échantillon de telle sorte que le courant de conduction mesuré varie de 0.1 à 10 nA. Il a aussi fallu ajuster la distance pointe-grille au delà de 35 mm pour assurer un flux d'ions sur toute la surface de l'échantillon.

De façon à obtenir une mesure de référence sans décharge, nous avons fait varier le potentiel (de 0 à 1000 Volts) d'une plaque posée sur la surface et polarisée par une alimentation supplémentaire.

Il semble que la pression exercée par la plaque de 400 grammes améliore le contact entre les couches (dû à la non planéité des surfaces de cellulose) et éventuellement comprime la couche. En outre, la compression de la couche fait augmenter le champ dans l'échantillon d'épaisseur réduite.

La comparaison des mesures de référence (plaque-plaque) et des mesures sous décharge a montré que pour mesurer la résistivité d'un échantillon poreux, il faut travailler dans des conditions de courant de décharge de l'ordre du micro-Ampère (juste au-dessus du potentiel de décharge) pour limiter la modification de pression sur la couche à caractériser.

Dans ces conditions, nous avons donc démontré la faisabilité et la fiabilité d'un système de mesure de résistivité sous une grille polarisée par le courant de décharge. Nous avons vérifié que la résistivité calculée est indépendante de la géométrie de l'échantillon. Ce système permet des mesures de résistivités supérieures à 10^9 Ohm.mètre, comme dans le cas du papier étudié dont la résistivité a pu être mesurée par notre système avec moins de 3.5 % d'erreur à 4.10^{11} Ohm.m.

5 Mesure de la résistivité de couches poreuses en papier

Après avoir défini les conditions de mesures de résistivité, nous avons étudié un nouveau type de papier, qui existe en deux épaisseurs (230 et 300 μm , à densité constante et donc de grammage différent 180 et 224 g/m^2) pour tester notre système sans l'artefact lié à l'empilement de feuilles. Nous avons ainsi pu étudier l'influence de la pression sur la couche de papier indépendamment du problème de résistance de contact entre les surfaces successives.

5.1 Résistivité en fonction de l'épaisseur de la couche

Avant d'étudier l'influence de la pression sur la couche de papier, nous avons commencé par définir la gamme de champ électrique aux bornes de l'échantillon pour laquelle l'échantillon a un comportement résistif, ce qui permet d'appliquer la loi d'Ohm (courant de conduction proportionnel au champ et résistivité indépendante du champ). La figure 22 montre la résistivité calculée selon le champ électrique dans la couche.

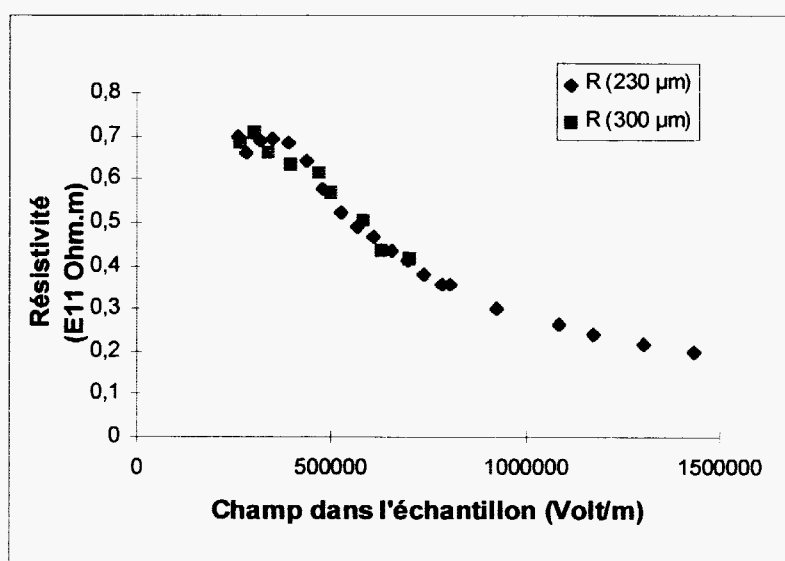


Figure 22 : Résistivité en fonction du champ dans l'échantillon pour deux épaisseurs ($d_{\text{pointe-grille}} = 50 \text{ mm}$, $V_{\text{pointe}} = 10 \text{ kV}$, $V_{\text{grille}} = V_{\text{alim}}$)

La figure 22 montre que la résistivité est indépendante de la géométrie de la couche à caractériser et valide donc le protocole de mesure avec décharge, dans les conditions optimales définies précédemment.

Il faut en outre souligner que dans ces conditions optimales de mesures (V_{pointe} minimum), l'erreur sur la mesure à 10 kV est inférieure à 2 % par rapport à la valeur mesurée par le système de référence (voir figure 23). Ainsi, la résistivité de ce papier est de $0,7 \cdot 10^{11}$ Ohm.m.

5.2 Influence de l'humidité

Du fait des nombreux tests nécessaires à l'optimisation des conditions de mesure, l'influence de l'humidité n'a été étudiée que très qualitativement. Toutefois, il est important de souligner que comme on pouvait s'y attendre, la mesure de résistivité dépend du niveau d'humidité absolue (en gramme par mètre cube d'air) dans l'air ambiant. En faisant varier l'humidité relative de 30 à 100% (à la même température), nous avons observé des variations d'un ordre de grandeur du courant et donc de la résistivité.

Toutefois dans la configuration de mesure retenue, c'est-à-dire avec la plaque métallique posée sur toute la surface de mesure, les mesures effectuées dans des conditions d'humidité variable sont reproductibles. En effet, dans cette configuration, la surface est protégée de l'environnement gazeux.

5.3 Influence de la pression

Pour définir l'influence de la pression sur la couche de papier indépendamment du problème de résistance de contact entre les surfaces successives, nous avons comparé la mesure de référence entre deux plaques polarisées sans décharge (voir figures 23 à $V_{\text{pointe}} = 0$ kV) et les valeurs mesurées avec la décharge en fonction de V_{pointe} , dans les mêmes conditions de potentiel de surface qui est fixé à 60 V pour la feuille de 300 μm (soit 200 000 V/m).

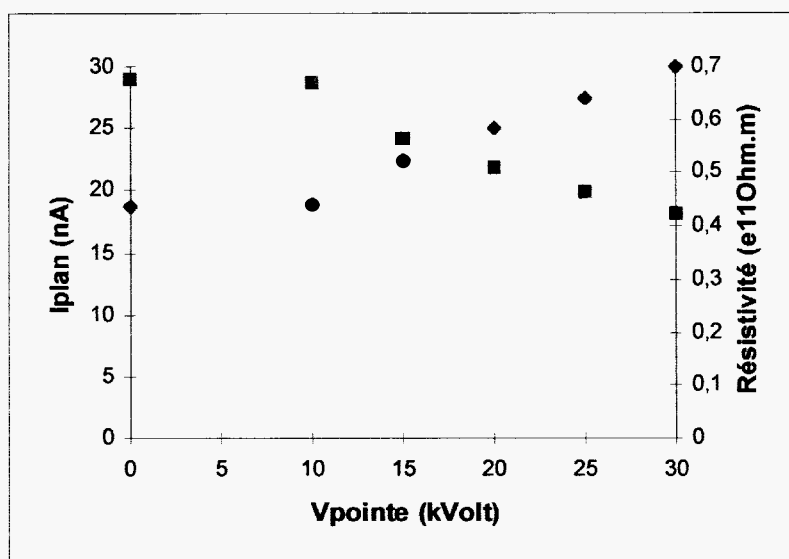


Figure 23 : Mesure de référence (à $V_{\text{pointe}} = 0$ kV) du courant de conduction et de la résistivité en fonction du potentiel de la pointe, pour $E = 200\,000$ V/m

Cette figure montre que le courant au plan est le même avec le système de référence qu'avec le système pointe-grille quand le potentiel de la pointe est minimale, ce qui confirme la valeur de résistivité mesurée avec notre source d'ions.

Comme dans le cas précédent, on retrouve l'augmentation du courant avec le potentiel de pointe qui est attribué à l'augmentation de pression (avec le courant de décharge) sur la plaque posée sur la surface de l'échantillon. Dans ce cas, seul le contact entre les surfaces supérieure et inférieure de la couche avec les plaques peut s'améliorer et donc justifier la diminution des résistances de contact liées à la non planéité des surfaces de cellulose. En outre, la compression

de la couche fait augmenter le champ dans l'échantillon d'épaisseur réduite et peut aussi contribuer à l'augmentation de courant observée.

Pour tenter de discerner l'importance relative de ces deux causes de variation de la résistivité de l'échantillon, nous avons réalisé une série d'expériences complémentaires avec le système de référence sans décharge, de façon à pouvoir modifier l'épaisseur de la couche pendant la mesure, à $V_{\text{plaque}} = 60 \text{ V}$ (voir figure 24).

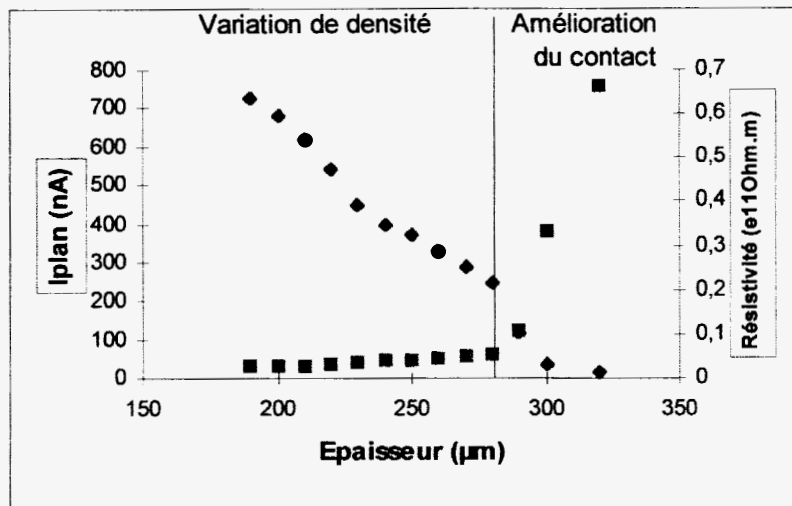


Figure 24 : Courant de conduction et résistivité de la couche de 300 μm en fonction de l'épaisseur réelle de la feuille i.e. avec la pression, à $E = 200\,000 \text{ V/m}$.

Cette figure montre que l'épaisseur moyenne réelle de la feuille posée sous la plaque est de 320 μm au lieu de 300 μm d'épaisseur mesurée en plusieurs points de la même feuille. Cela confirme la non planéité de la surface et justifie les variations de courant de conduction et de résistivité observées à mesure que la tension de pointe et le vent électrique augmentent (voir ci-dessus). On peut maintenant affirmer que ces variations observées avec la tension de pointe ne sont pas liées à un artefact de mesure mais bien à la réduction des résistances de contact entre la couche à étudier et les plaques, par compression liée au vent électrique.

Par ailleurs, cette courbe montre qu'il existe deux gammes de pression (d'épaisseur), pour lesquelles, les pentes sont tout à fait différentes. La pente représente la variation de courant par unité d'épaisseur en moins, i.e. la variation de courant par unité de pression. Aux vues de ces résultats reproductibles avec les deux épaisseurs de papier, il semble exister deux causes physiques bien distinctes de variation du courant.

- Pour des compressions de l'ordre de 10 % de l'épaisseur, il semble que le contact entre la couche et les plaques s'améliore.
- Pour des compressions plus importantes, jusqu'à 33 % de l'épaisseur initiale, la variation de courant et donc de résistivité par unité de pression est beaucoup plus faible et semble correspondre non pas à l'augmentation du champ dans l'échantillon dont on tient compte pour le calcul de la résistivité, mais plutôt à l'augmentation de densité de la couche poreuse.

6 Mesures de la résistivité de poudres dans les CNTP

6.1 Poudres Rhone-Poulenc

Conscient de l'influence du conditionnement de la couche poreuse et notamment de la pression, nous avons commencé l'étude des poudres avec le système de mesures de référence sans décharge, pour deux couches de densité différente.

Pour faire varier la densité de couche, nous avons saupoudré la même épaisseur de poudre (5 mm) que l'on a ensuite comprimée sous deux plaques de masse différentes ($m = 30$ g et $m = 400$ g), après avoir rasé la surface pour s'assurer de sa planéité.

6.1.1 Sulfate de sodium issu de l'atelier MR

Les résultats sont présentés sur les figures 25 et 26 pour la poudre de Sulfate de sodium avec une densité de 394 et 92 kg/m^3 avec respectivement la plaque de 400 g et la plaque de 30 g.

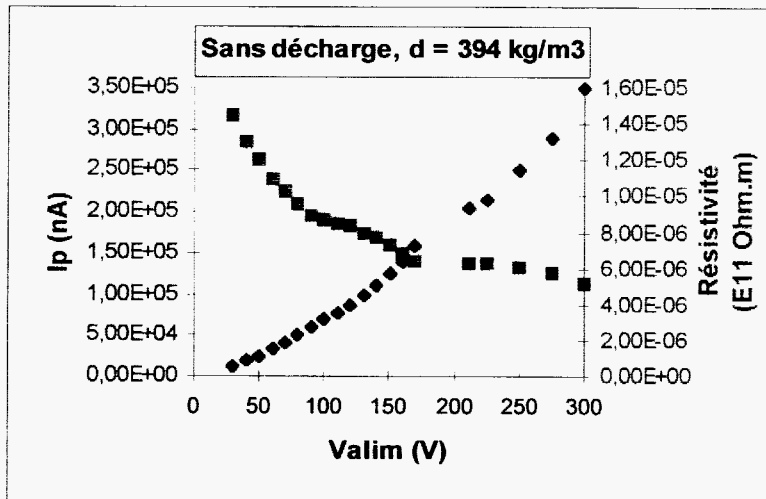


Figure 25 : Influence du potentiel de la surface sur le courant et sur la résistivité ($d = 394 \text{ kg/m}^3$, $e = 1.055 \text{ mm}$)

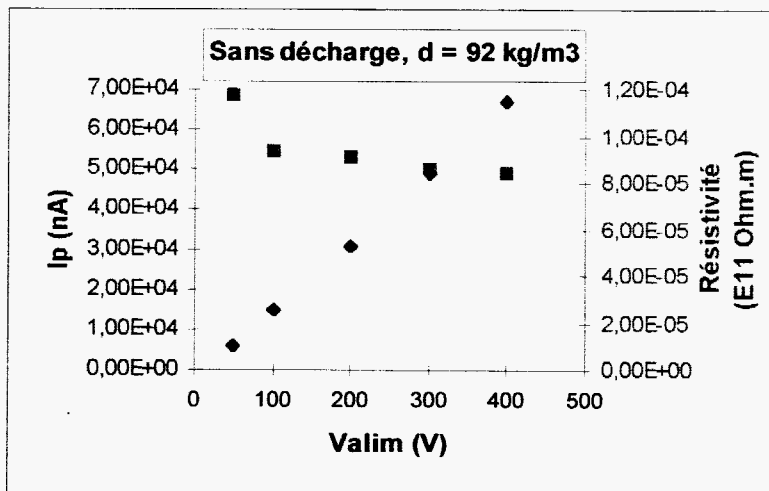


Figure 26 : Influence du potentiel de la surface sur le courant et sur la résistivité ($d=92 \text{ kg/m}^3$, $e = 4.5 \text{ mm}$)

La première remarque concerne l'intensité des courants mesurés qui varient de 10 μA à 500 μA . Ces intensités sont très supérieures aux intensités mesurées précédemment.

La gamme de potentiel de surface pour la mesure de la résistivité est différente pour ces deux couches de densité et donc d'épaisseur variable (4.5 mm pour la couche de faible densité et 1.055 mm pour la couche de haute densité). Pour la couche la plus fine (figure 25) et donc la plus compacte, le potentiel seuil pour la mesure de résistivité est de l'ordre de 170 Volt / 1.055 mm ($E_{\text{seuil}} = 161137 \text{ V/m}$) alors qu'il est de l'ordre de 100 V/ 4.5 mm ($E_{\text{seuil}} = 22222 \text{ V/m}$). Ce résultat montre que pour des couches de poudre de densités différentes, le champ seuil pour la mesure de résistivité est plus faible quand la densité de la poudre est faible.

Toutefois, comme pour les couches poreuses de cellulose, le courant de conduction augmente avec la densité de la poudre. La résistivité passe en effet de $8-9 \cdot 10^6 \text{ Ohm.mètre}$ pour une densité de 92 kg/m^3 à $6 \cdot 10^5 \text{ Ohm.mètre}$ pour une densité de 394 kg/m^3 .

Quelque soit la densité de la poudre, la résistivité de cette poudre est beaucoup plus faible que la gamme de résistivité accessible par la mesure avec notre système, dont le minimum se situe environ à 10^9 Ohm.m (voir § 3.3 p22). En effet, même pour des couches de quelques millimètres d'épaisseur, la résistance équivalente de la couche est négligeable devant la résistance de l'air compris entre la grille et la surface. Ainsi le courant mesuré au plan est limité par la résistance de l'air et non par la résistance de la couche de poudre, comme le montre la figure 27, où aucun plateau de résistivité n'apparaît dans la gamme de potentiel de surface définie ci-dessus pour la mesure de résistivité de la couche dans la configuration de référence.

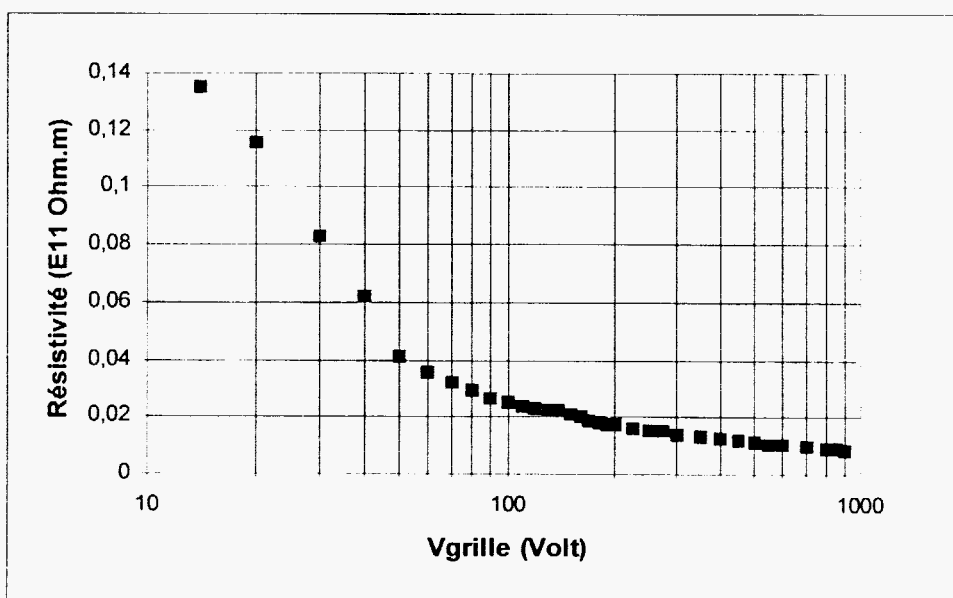


Figure 27 : Résistivité équivalente de la couche d'air et de la couche de poussière en série, en fonction du potentiel de grille, mesurée avec décharge

De plus, l'intensité élevée du courant induit une importante chute de potentiel dans la résistance du gaz entre la grille et la surface, si bien que le potentiel de la surface est différent du potentiel de grille. Ces limites excluent toutes mesures représentatives d'une résistivité de cette poudre minérale bien trop conductrice (voir figure 27).

6.1.2 Poussières de combustion de charbon

Les résultats sont présentés sur les figures 28 et 29 pour la poudre collectée en sortie d'une centrale de combustion au charbon, avec une densité de 334 et 411 kg/m³ avec respectivement la plaque de 400 g et la plaque de 30 g.

On peut d'ores et déjà souligner que, dans les mêmes conditions de pression, la poudre de combustion se comprime beaucoup moins que la poudre de sulfate de sodium. Cela peut s'expliquer par la différence de taille de ces poudres. En effet, plus la poudre est fine et plus elle est compacte en l'absence de pression. Ainsi, pour la même pression, la poudre la plus fine se compactera moins que la poudre composée de grains plus gros. Il semble donc que la poudre minérale soit constituée de grains plus gros que la poudre de combustion, ce qui justifierait la plus grande différence de compacité mesurée avec la poudre minérale (de 80 kg/m³ sans pression à 92 kg/m³ avec 30 g et 394 kg/m³ avec 400 g) qu'avec la poudre de combustion (de 315 kg/m³ sans pression à 334 kg/m³ avec 30 g et 411 kg/m³ avec 400 g) pour la même variation de pression.

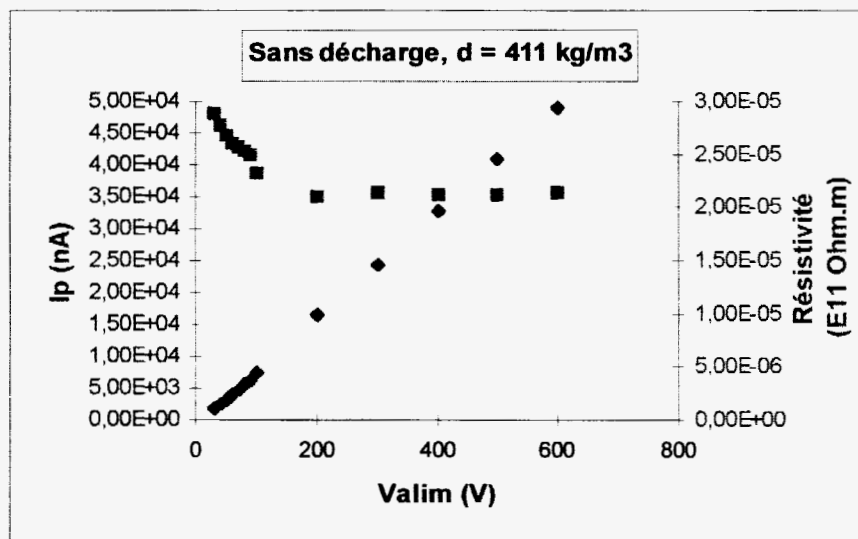


Figure 28 : Influence du potentiel de la surface sur le courant et sur la résistivité (d = 411 kg/m³, e = 3.66 mm)

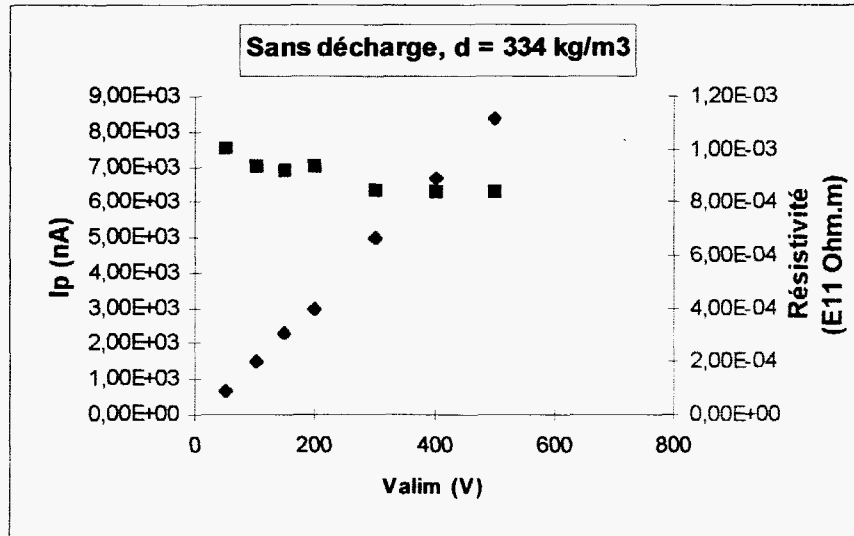


Figure 29 : Influence du potentiel de la surface sur le courant et sur la résistivité ($d = 334 \text{ kg/m}^3$, $e = 4.55 \text{ mm}$)

La gamme de potentiel de surface pour la mesure de la résistivité est différente pour ces deux couches d'épaisseur variable (3.6 mm pour la couche de haute densité et 4.5 mm pour la couche de faible densité). Pour la couche la plus fine (figure 28), le potentiel seuil pour la mesure de résistivité est de l'ordre de 200 Volts / 3.6 mm ($E_{\text{seuil}} = 55555 \text{ V/m}$) alors qu'il est de l'ordre de 250 V / 4.5mm ($E_{\text{seuil}} = 55555 \text{ V/m}$). A l'inverse de ce que nous avons observé pour la poudre minérale, le champ seuil pour la mesure de résistivité de couches de poudre de combustion est le même pour les deux densités étudiées.

Outre la nature différente des poudres, on peut penser que cette différence d'évolution du champ seuil pour la mesure de résistivité de poudre de densité variable provient de la taille des grains de chacune des poudres. En effet, la plus grande différence de compacité mesurée avec la poudre minérale qu'avec la poudre de combustion pour la même variation de pression pourrait, au moins partiellement, expliquer la différence de champ seuil observée avec la poudre minérale (qui passe de 394 à 92 kg/m^3) et la similitude de champ seuil observée avec la poudre de combustion (qui passe de 411 à 334 kg/m^3).

Toutefois, comme pour les couches poreuses de cellulose et la couche de poudre minérale, le courant de conduction augmente avec la densité de la poudre. La résistivité passe en effet de $8 \cdot 10^7 \text{ Ohm.mètre}$ pour une densité de 334 kg/m^3 à $2,2\text{-}2,3 \cdot 10^6 \text{ Ohm.mètre}$ pour une densité de 411 kg/m^3 .

Comme dans le cas de la poudre minérale, quelque soit la densité de la poudre de combustion, la résistivité mesurée est beaucoup plus faible que la gamme de résistivité accessible par la mesure avec notre système, dont le minimum se situe environ à 10^9 Ohm.m (voir § 3.3 p22). Cela exclue toute mesure représentative d'une résistivité de cette poudre de combustion à température ambiante. De plus, même sans compression de la poudre sa densité minimale est 315 kg/m^3 , ce qui n'est pas très différent de 334 kg/m^3 . Ainsi, même sans comprimer la poudre de combustion, il paraît peut probable que la résistivité de la poudre dépasse la valeur minimale mesurable avec notre système à température ambiante.

Toutefois, pour les poudres de combustion, la résistivité à température ambiante est forcément de 1 à 3 ordres de grandeur plus faible (10^7 à 10^9 Ohm.m) que la résistivité à 100 °C (de 10^{10} à

10^{12} Ohm.m) selon la nature des poudres. Ainsi, il semble que nous ayons sous-estimé la variation de résistivité avec la température et donc surestimé la borne basse de l'intervalle de résistivité des poudres de combustion que l'on pensait comprise 10^8 et 10^{12} Ohm.m. Il apparaît en effet, qu'à température ambiante la résistivité de la poudre de combustion varie de 10^6 à 10^8 Ohm.mètre selon sa densité.

Ainsi, bien qu'il ne soit pas possible de mesurer la résistivité de ces poudres à température ambiante, une augmentation de la température jusqu'à $40\text{ }^\circ\text{C}$ permettrait d'augmenter la résistivité au-delà de 10^9 Ohm.mètre qui constitue notre limite inférieure de mesure.

7 Conclusions

La première série d'expériences a permis de valider le principe de mesure de la résistivité qui dépend du champ électrique aux bornes de la couche. Ainsi, pour définir la résistivité d'un matériau, il convient de commencer par définir la gamme de champ électrique aux bornes de l'échantillon pour laquelle l'échantillon a un comportement résistif ce qui permet d'appliquer la loi d'Ohm (courant de conduction proportionnel au champ et résistivité indépendante du champ).

Pour ensuite tester et optimiser le système de mesure mis en place, il faut comparer les résistivités calculées (en condition de champ constant dans la gamme de champ adéquate pour la mesure définie par l'expérience précédente) de couches d'épaisseur différente, n'ayant pas été soumises à la décharge. En effet, on observe une réduction de résistivité d'une couche ayant déjà subi des décharges en retour. Il est donc important de mesurer la résistivité d'échantillon de papier n'ayant pas subi de décharges en retour.

Nous avons ainsi pu montrer l'importance des courants de fuite par contournement sur la surface des échantillons très résistifs étudiés. Cet artefact est au moins partiellement relatif à l'inhomogénéité du potentiel de surface directement relié au potentiel de la pointe (i.e. au courant de décharge) et à la distance pointe-surface.

Pour pallier ce problème de fuite liée à l'empilement de couches, nous avons utilisé deux électrodes de garde annulaires, isolées du plan de mesure et posées sous et sur la surface de l'échantillon, dont la fonction est de collecter le courant de contournement sur la surface pour éviter la réinjection de charge sur les surfaces sous-jacentes mise en évidence dans cette étude. Dans ces conditions, il a fallu augmenter la surface de l'échantillon (de 10 à 63 cm²) de telle sorte que le courant de conduction mesuré varie de 0.1 à 10 nA. Il a aussi fallu ajuster la distance pointe-grille au delà de 35 mm pour assurer un flux d'ions sur toute la surface de l'échantillon.

La comparaison des mesures de référence (plaque-plaque) et des mesures sous décharge a montré que pour mesurer la résistivité d'un échantillon poreux, il faut travailler dans des conditions de courant de décharge de l'ordre du micro-Ampère (juste au-dessus du potentiel de décharge) pour limiter la modification de pression sur la couche à caractériser.

Dans ces conditions, nous avons donc démontré la faisabilité et la fiabilité d'un système de mesure de résistivité sous une grille polarisée par le courant de décharge. Nous avons vérifié que la résistivité calculée est indépendante de la géométrie de l'échantillon. Ce système permet des mesures de résistivités supérieures à 10⁹ Ohm.mètre, comme dans le cas du papier étudié dont la résistivité a pu être mesurée par notre système avec moins de 3.5 % d'erreur à 4.10¹¹ Ohm.m.

Nous avons ensuite identifié plusieurs paramètres physiques qui modifient directement la résistivité de la couche :

- d'une part, l'influence de l'humidité ambiante qui peut être atténuée par l'utilisation d'une plaque posée sur la surface de l'échantillon. Cette plaque permet en outre de supprimer l'influence de l'inhomogénéité de potentiel de surface qu'induit notre source d'ions en configuration pointe-plan.
- d'autre part, nous avons observé qu'il existe deux gammes de pression (d'épaisseur), pour lesquelles, il semble exister deux causes physiques bien distinctes de variation de résistivité.
 - (i) Pour des compressions de l'ordre de 10 % de l'épaisseur, le contact entre la couche et

les plaques s'améliore. (ii) Pour des compressions plus importantes, jusqu'à 33 % de l'épaisseur initiale, la variation de courant et donc de résistivité par unité de pression est beaucoup plus faible et semble correspondre non pas à l'augmentation du champ dans l'échantillon dont on tient compte pour le calcul de la résistivité, mais plutôt à l'augmentation de densité de la couche poreuse.

- Enfin, après avoir subi des décharges en retour, le courant volumique augmente et le courant de contournement par la surface diminue. Il semble donc que la réactivité des espèces produites par la décharge (source d'ions mais aussi d'ozone et NO_x) modifie la nature chimique de la surface et augmente la résistance surfacique alors que les décharges en retour dans les pores modifient la structure poreuse (densité, porosité) et diminuent la résistivité volumique.

Par ailleurs, nous avons mesuré la résistivité des poudres fournies par les tuteurs industriels du projet.

Comme pour les couches poreuses de cellulose, le courant de conduction augmente avec la densité de la poudre i.e avec la pression exercée sur la surface de la couche. (i) La résistivité de la poudre de sulfate de sodium (Na_2SO_4) passe en effet de $8-9 \cdot 10^6$ Ohm.mètre pour une densité de 92 kg/m^3 à $6 \cdot 10^5$ Ohm.mètre pour une densité de 394 kg/m^3 . (ii) La résistivité de la poudre de combustion de charbon passe en effet de $8-9 \cdot 10^7$ Ohm.mètre pour une densité de 334 kg/m^3 à $2,2-2,3 \cdot 10^6$ Ohm.mètre pour une densité de 411 kg/m^3 .

Quelque soit la densité de la poudre de combustion, la résistivité mesurée est beaucoup plus faible que la gamme de résistivité accessible par la mesure avec notre système, dont le minimum se situe environ à 10^9 Ohm.m (voir § 3.3 p22). Cela exclut toute mesure représentative d'une résistivité de cette poudre de combustion à température ambiante. De plus, même sans compression de la poudre sa densité minimale est 315 kg/m^3 , ce qui n'est pas très différent de 334 kg/m^3 . Ainsi, même sans comprimer la poudre de combustion, il paraît probable que la résistivité de la poudre dépasse la valeur minimale mesurable avec notre système à température ambiante.

Toutefois, pour les poudres de combustion, la résistivité à température ambiante est forcément de 1 à 3 ordres de grandeur plus faible (10^7 à 10^9 Ohm.m) que la résistivité à 100°C (de 10^{10} à 10^{12} Ohm.m) selon la nature des poudres. Ainsi, il semble que nous ayons sous-estimé la variation de résistivité avec la température et donc surestimé la borne basse de l'intervalle de résistivité des poudres de combustion que l'on pensait comprise 10^8 et 10^{12} Ohm.m. Il apparaît en effet, qu'à température ambiante la résistivité de la poudre de combustion varie de 10^6 à 10^8 Ohm.mètre selon sa densité.

Ainsi, bien qu'il n'ait pas été possible de mesurer la résistivité de ces poudres à température ambiante avec notre système, une augmentation de la température jusqu'à 40°C permettrait d'augmenter la résistivité au-delà de 10^9 Ohm.mètre qui constitue notre limite inférieure de mesure.