

## Electrical properties of "thin" layer polyethylene terephthalate by the DPS method

### Propriétés électriques du polyéthylène téréphtalate en couche "mince" par la méthode de DPS

Mohamed Laid Zenina<sup>\*1</sup> & Lazhar Herous<sup>2</sup>,

<sup>1</sup> Laboratoire de Génie Electromécanique, Université Badji Mokhtar, B.P 12, 23000 Annaba, Algérie.

<sup>2</sup> Laboratoire de Génie électrique, Université du 8 Mai45, B.P 401, 24000, Guelma, Algérie.

Soumis le : 18/09/2017

Révisé le : 28/02/2018

Accepté le : 01/03/2018

#### ملخص

ركز هذا العمل على تحليل تدفق الأيونات السالبة التي تترسب على سطح لوحات polyéthylène-téréphtalate (PET) سمك 100 ميكرومتر و 1 مم. في هذا العمل نستخدم جهاز مجهزة بغرفة بيئية لمراقبة وتنظيم درجة الحرارة والرطوبة النسبية ونظام التحكم والقياس تسيطر عليها الكمبيوتر. سمح لنا هذا البحث إظهار أهمية ودور درجة الحرارة وإيداع التوتر الأولي في تطور الأحمال عملية تدفق على سطح PET. الهدف من هذا العمل هو إظهار فعالية منهجية التجريبية لتقييم تأثيرات هذه العوامل. وأظهر التحقيق أن تراجع القدرة على سطح لوحات (PET) يتأثر بشدة بدرجات الحرارة و كثافة الأيونات الثابتة في البداية على هذه المادة. ويبدو أن عملية الاستقطاب في حجم المواد تكون الفرضية الأكثر احتمالا لتطور الأيونات على سطح PET.

**الكلمات المفتاحية:** حقن الأيونات, كورونا التفريغ, تدفق الأيونات السطحية PET

#### Résumé

Ce travail a porté sur l'analyse de l'écoulement d'ions négatifs déposés en surface sur des plaques de polyéthylène-téréphtalate (PET) d'épaisseur 100 µm et 1 mm. Nous utilisons un dispositif muni d'une enceinte climatique permettant le contrôle et la régulation de la température et de l'humidité relative et d'un système de commande et de mesure piloté par ordinateur. Les résultats nous ont permis de montrer l'importance et le rôle de la température et de la tension initiale de dépôt dans l'évolution du processus d'écoulement de charges à la surface du PET. L'objectif de ce travail est de démontrer l'efficacité de la méthodologie expérimentale pour évaluer les effets de ces facteurs. Cette investigation a montré que le déclin du potentiel de surface est fortement conditionné par la température et la densité de charge initialement fixée sur le matériau. Le processus de polarisation dans le volume du matériau semble être l'hypothèse la plus probable pour expliquer l'évolution des charges sur la surface du PET.

**Mots Clés :** déclin de potentiel de surface, décharge couronne, PET, injection de charge, polarisation.

#### Abstract

We present, in this work, the results of a study carried out on the flow analysis of negative ions layed down on surface of polyethylene-terephthalate (PET) for 100 µm and 1 mm thick material. We used a rig equipped with a climatic (air conditioned) enclosure allowing the control of temperature and relative humidity and of measuring system piloted by computer. This work allowed us to show the importance and the role of the temperature and the initial potential in charge flow process evolution at PET surface. The aim of the present work is to demonstrate the effectiveness of the Experimental methodology for evaluating the effects of these factors. This investigation has showed that the surface potential decay is highly conditioned by temperature and charge density initially lay down on the material. Polarization process in material seems to be the more probable hypothesis to explain charge flow in PET.

**Keywords:** surface potential decay, corona discharge, PET, charge injection, polarization.

\*Auteur correspondant : zeninamedlaid98@gmail.com

## 1. INTRODUCTION

Il est connu que les propriétés diélectriques des matériaux utilisés dans l'industrie électrique évoluent avec le temps sous l'action du champ électrique, des contraintes électrothermiques parfois couplées à des contraintes climatiques ( pluie, brouillard salin, rayonnement UV...). Ces contraintes entraînent un vieillissement prématuré du matériau pouvant altérer ses propriétés isolantes. Les études du potentiel de surface et leur modélisation ont été menées principalement en lien avec plusieurs domaines de recherches appliquées. C'est essentiellement au cours des études des condensateurs et des électrets que les problèmes de déclin de potentiel sont abordés [1]. Par la suite, des résultats publiés par Ieda et al [2] sur des films de polyéthylène chargés par décharge couronne ont amené un renouvellement d'intérêt pour les expériences de déclin de potentiel.

Différents processus peuvent contribuer au déclin de potentiel de surface. Le champ dû aux charges déposées en surface crée un phénomène de polarisation dipolaire par l'orientation des dipôles déjà existants, ou crée des dipôles dans le volume qui provoquent une charge en surface de signe opposé [3,4]. La charge déposée en surface peut être neutralisée par les charges libres provenant du gaz qui entourent l'isolant [5]. La charge peut aussi traverser l'interface et pénétrer dans le volume, c'est ce qui est connu comme l'injection de charge [6,7]. La conduction de surface est une autre cause du déclin de potentiel, comme le cas des polymères vieillis par traitement couronne. Elle peut être de nature ohmique ou par sauts entre pièges [8,9].

Notre travail porte sur l'exploitation approfondie des mesures de potentiel de surface. L'intérêt de ce type de mesure est sa simplicité et sa facilité de mise en oeuvre. L'investissement matériel est réduit et l'extraction des mesures directe (pour les méthodes de mesure de distribution de charge on a généralement besoin de déconvolutions lourdes en calculs mathématiques pour extraire les résultats). Par ailleurs, l'originalité de ce travail et que cette technique qui ne peut pas permettre d'obtenir les distributions de charge avec la précision des autres techniques, est capable de fournir des données sur cette distribution: mobilité des charges, centroïde de la charge et nature de la réponse diélectrique. En réalisant des mesures simples où on fait varier des paramètres expérimentaux (type de métallisation, type de charge, tension de polarisation, température) on peut obtenir des informations assez précises sur le matériau comme nous le montrerons dans notre travail.

En plus, toutes les techniques de mesure de distribution de charge sont limitées quant à l'épaisseur des échantillons étudiés alors que la technique de mesure du potentiel de surface ne l'est pas.

Les nombreux travaux de recherche concernant les propriétés de conduction dans les polymères ont principalement été menés sur des films [10,11,12,13]. Des phénomènes d'injection et de polarisation en volume ont été mis en évidence ainsi que l'influence de la température et du champ électrique sur ces phénomènes.

## 2. DISPOSITIF EXPERIMENTAL

Le principe de la technique du déclin de potentiel en surface (DPS) est de suivre en fonction du temps l'évolution du potentiel de surface d'un échantillon préalablement chargé par décharge couronne. La mesure du potentiel en surface de l'échantillon au cours du temps à partir d'une sonde électrostatique à condensateur vibrant de type TREK permet de fournir des informations sur le mode d'écoulement (surfactive et / ou volumique) des charges déposées et sur la mobilité de ces charges. Si on prend deux matériaux **A** et **B** (Figure 1) mis en contact directement ou par l'intermédiaire d'un autre matériau, ils se chargent d'électricité de polarité opposée.

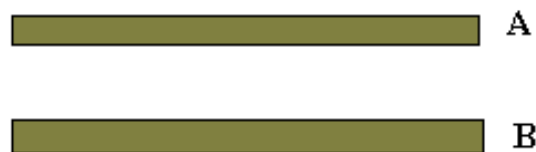


Figure 1 Deux matériaux A et B

Si on déplace **A** par rapport à **B** la capacité du condensateur diminue et une charge électrique apparaît dans le circuit extérieur du condensateur.

$$Q = C \times V$$

$$C = \frac{\varepsilon \times S}{l}$$

$$\frac{dQ}{dt} = I(t) = V \times \frac{dC}{dt}$$

Le voltmètre électrostatique possède un petit volet à l'intérieur de la sonde vibrant sinusoidalement fait varier la capacité entre ce volet et la surface chargée.

$$C(t) = \frac{\varepsilon \times S}{D_0 + D_1 \sin(\omega t)}$$

Un courant électrique  $I(t)$  étant induit. Ce courant est proportionnel à la valeur du potentiel électrique présent sur la surface mesurée.

Le signal du courant est amplifié et démodulé en utilisant un circuit démodulateur sensible à la phase (figure 2), pour produire un potentiel  $V_p$  directement proportionnel à l'amplitude du courant.

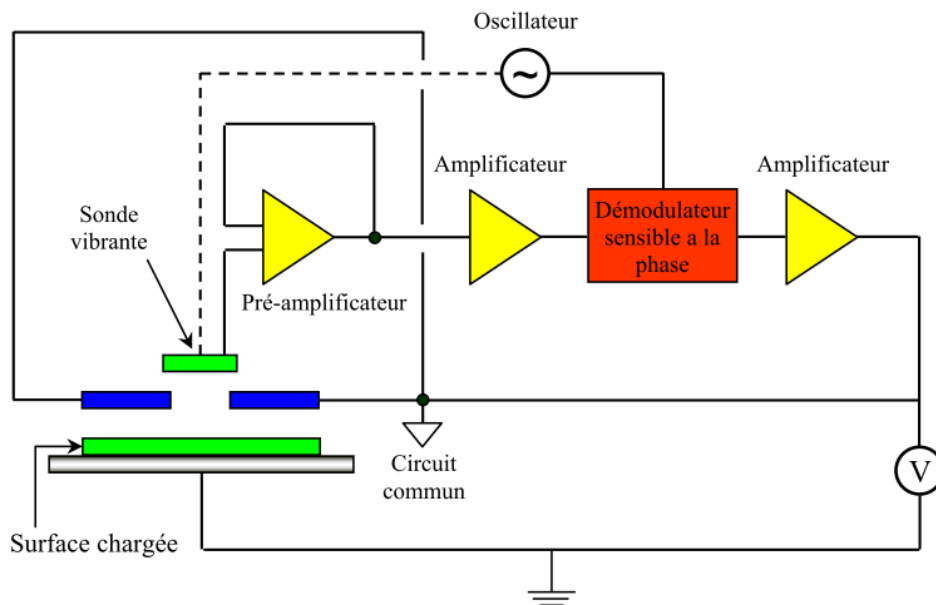


Figure 2 Principe du voltmètre électrostatique

Le principe de la mesure est d'annuler en permanence ce courant en faisant varier le potentiel de la sonde. Par conséquent, ce système asservit le potentiel de la surface. Il suffit donc de mesurer le potentiel appliqué à la sonde pour connaître celui de la surface.

La technique du déclin du potentiel en surface comprend pour son fonctionnement deux phases, une phase de charge par décharge couronne, en utilisant une configuration pointe-plan et l'autre de mesure de potentiel en surface sans avoir aucun contact avec le matériau. Le dispositif expérimental est constitué d'un plateau circulaire tournant. Il comporte un porte-échantillon en cuivre permettant d'assurer un bon contact entre la face arrière de l'échantillon et la terre. L'ensemble de dispositif est installé dans une enceinte fermée (Figure 3).

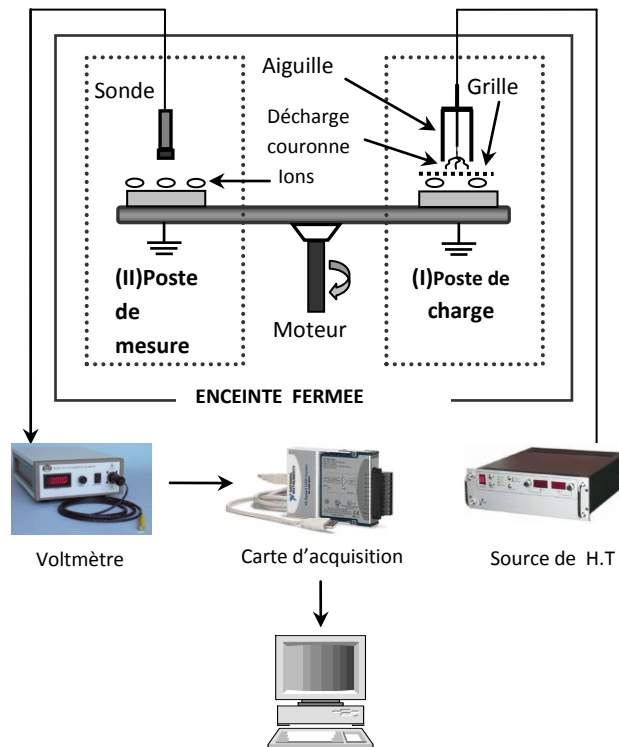


Figure 3 : dispositif expérimental

### 3. MATERIAU

Le polyéthylène téréphtalate est un thermoplastique appartenant à la famille des polyesters. Il est largement connu sous le nom commercial Mylar, Mélinex ou Hostaplan. Le PET est souvent utilisé comme diélectrique dans les condensateurs, câbles électriques et l'isolation de bobinage des moteurs électriques. Les échantillons utilisés dans cette étude se présentent sous forme de plaques d'épaisseur 100 µm et 1 mm, la face arrière est métallisée avec la laque d'argent (contre-électrode).

### 4. RESULTATS EXPERIMENTAUX

Sur la figure 4, on a représenté l'influence de la température sur le déclin de potentiel en surface.

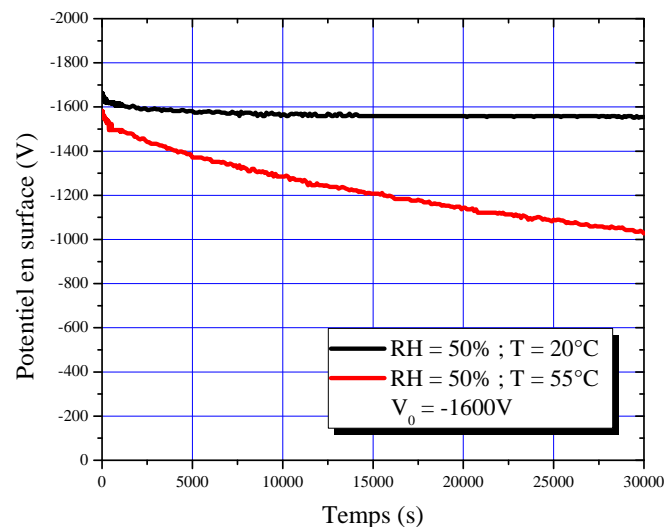


Figure 4 DPS en fonction de la température

On observe que le déclin de potentiel de surface reste modéré pour une température d'essai de 20°C et une tension de dépôt de l'ordre de -1600V. Ce déclin s'accroît et devient plus important pour une température de 55°C. Il faut remarquer aussi l'existence d'une charge résiduelle qui persiste après une longue durée d'acquisition. La linéarité de la première courbe suggère aussi que la barrière de potentiel n'a pas été surmontée et que le phénomène de l'injection de charge ne peut pas expliquer le déclin de potentiel observé. De plus, une conduction purement surfacique ne peut être supposée. En effet, l'allure des caractéristiques obtenues ne peut être approchée par une simple loi exponentielle. L'allure quasi linéaire des courbes peut supposer une relaxation dipolaire du PET. En effet, la quasi-totalité des polymères présente une composante à très basse fréquence, liée à la fois aux restructurations moléculaires internes (mouvement lent des chaînes de polymères) et à des phénomènes de polarisation inter faciale complexe. De plus, les polymères sont connus posséder des pièges pour les charges électriques qui peuvent exister à partir des défauts dans la structure des polymères et souvent dans les frontières entre les régions amorphes et cristallines [14]. Sur la (figure 5), nous avons relevé l'effet de la tension de dépôt.

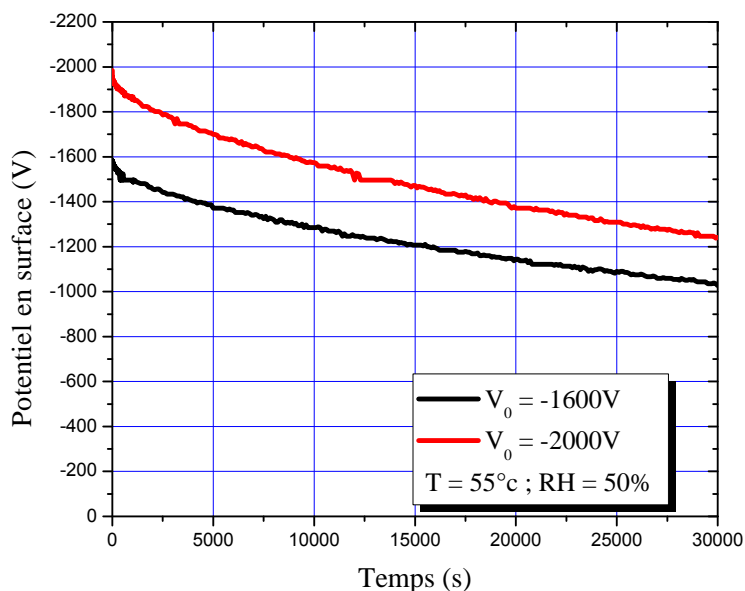


Figure 5 Effet de la tension de dépôt

La première observation qu'on peut relever à partir de ses courbes est que leur évolution est quasi parallèle d'où l'absence de l'effet du champ électrique sur l'évolution de l'écoulement des charges sur la surface du PET. De plus, en tenant compte de l'absence du phénomène de croisement des courbes « cross-over » dans la représentation temporelle du déclin en fonction du potentiel initial, on peut supposer l'hypothèse d'une réponse dipolaire prédominante. Le cross-over est généralement attribué à une injection de charge, plus exactement au mouvement de la charge dans le matériau. Ces résultats sont en bon agrément avec l'effet de la température. Il est aussi invraisemblable que le PET soit dépourvu de porteurs de charges (électroniques ou ioniques) en excès. De plus, le PET est un matériau semi cristallin possédant ainsi une partie amorphe et une partie cristalline. Par conséquent, il est possible qu'une polarisation inter faciale ou par charge d'espace provient de l'accumulation de ces charges aux interfaces entre deux phases qui ont des permittivités et des conductivités différentes. Ce mécanisme induit un moment dipolaire macroscopique faible. L'hypothèse de la polarisation lente peut donc permettre d'interpréter la compensation des charges déposées en surface même si la nature de cette polarisation (dipolaire ou inter faciale) reste encore à discuter.

Pour étudier le vieillissement du PET sous l'effet de la température, nous avons introduit les échantillons dans une étuve à une température de 55°C et une humidité de 50% pendant 11 jours. La

mesure du DPS est effectuée immédiatement dans les mêmes conditions climatiques pour une tension de dépôt de  $-1600\text{V}$  (figure 6).

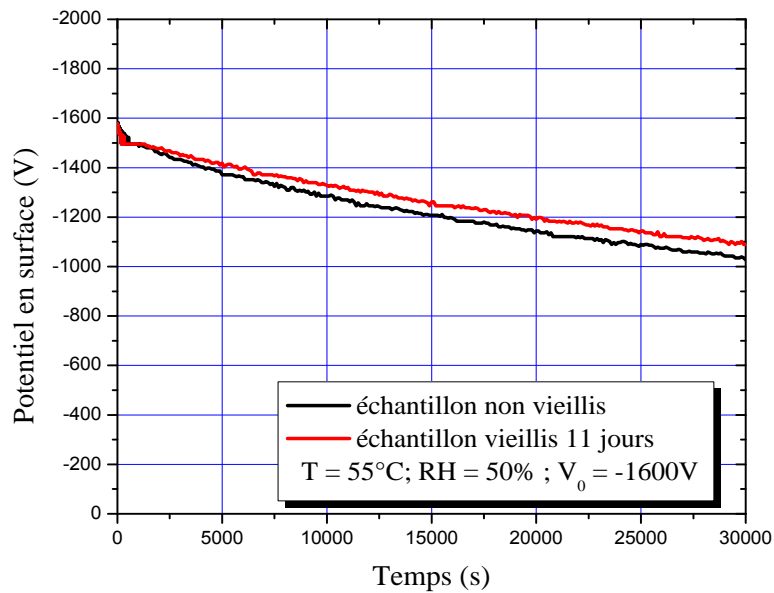


Figure 6 Effet du vieillissement thermique

On voit clairement que l'effet n'est pas très important. Une différence légère est observée pour des temps de mesure très long. Ce résultat suppose donc que le vieillissement thermique ne modifie pas la conductivité des charges. Cependant, ce résultat est à prendre avec beaucoup de prudence du fait que la durée de vieillissement n'est pas importante.

Pour montrer l'influence de l'épaisseur sur le DPS, Nous avons donc réalisé des mesures de déclin dans les mêmes conditions expérimentales pour deux échantillons en PET d'épaisseur égale à  $100\ \mu\text{m}$  et  $1\ \text{mm}$  (figure 6).

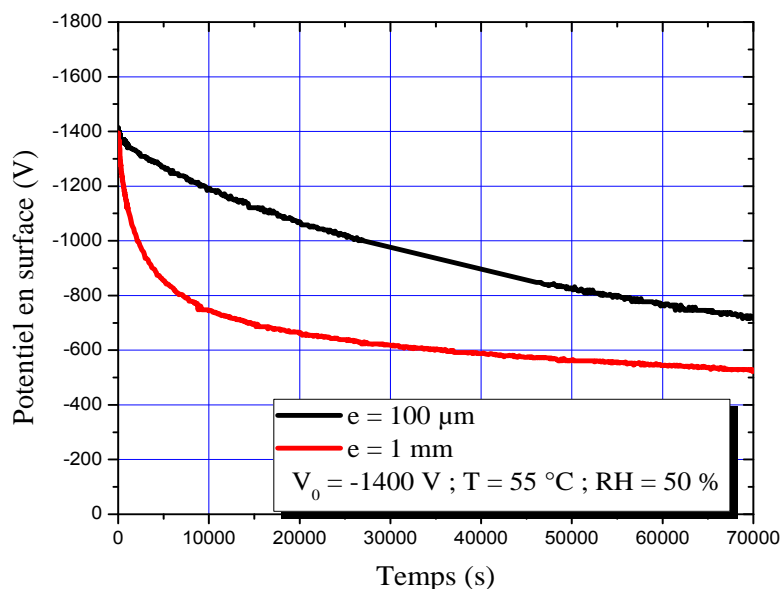


Figure 6 : Effet de l'épaisseur sur le DPS.

On observe que la différence est très claire, la comparaison entre les deux courbes est remarquable, on observe une forte dépendance de l'épaisseur. Le déclin observé pour une épaisseur de  $1\ \text{mm}$  est très rapide.

En effet, pour une période de temps allant de 0s à 5000s l'échantillon d'épaisseur 100 $\mu$ m présente un taux de déclin égale à 7% tandis que celui d'épaisseur 1mm a un taux de 39% et pour une période de temps allant de 5000s à 50000s l'échantillon épais a un taux égale à 29% et l'échantillon possédant un épaisseur de 100 $\mu$ m a un taux de déclin de l'ordre de 35%.

On remarque aussi que la forme de la courbe présente deux phases et confirme ainsi que la nature du phénomène de transport de charges dans le matériau isolant est différente. L'apparition d'un DPS présentant deux asymptotes différentes est généralement significative d'une injection de charges dans le volume du matériau. Ce résultat inattendu est remarquable nous permet de supposer que l'effet de l'épaisseur peut modifier la nature du processus prédominant de l'évolution des charges déposées sur la surface des polymères.

## 5. CONCLUSION

Dans notre travail, nous avons montré l'efficacité de la technique de déclin de potentiel en surface pour l'investigation des propriétés électriques des matériaux isolants.

Nos résultats ne font que confirmer l'intérêt d'une technique simple mais riche en résultats et les possibilités encore à exploiter des mesures de potentiel de surface.

L'effet de l'épaisseur ou du vieillissement thermique sur le déclin de potentiel en surface ont été à la fois surprenants et inattendus. La comparaison des courbes est remarquable, plus l'échantillon est épais, plus le déclin est rapide

Par ailleurs, nos résultats expérimentaux ne sont que qualitatifs, une étude quantitative nécessite une parfaite connaissance de l'évolution de la structure du matériau, de ses propriétés physico chimiques ainsi que son historique.

## REFERENCES

- [1] Gross. B. « On discharge voltage and return curves for absorptive capacitors » *Physical. Review*, Vol. 62, pp 383-387, 1942.
- [2] M. Idea et al., "Decay of electric charges on polymeric films", *El. Eng. Japan*, 88, p. 67, 1968.
- [3] M. C. Ploeanu, P. V. Notingher, L. M. Dumitran, B. Tabti, A. Antoniu, L. Dascalescu, " Surface Potential Decay Characterization of Non-woven Electret Filter Media", *IEEE Trans. Diel. El. Insul.*, Vol. 18, pp. 1393-1400, 2011.
- [4] K.Rougdia, L.Herous, A.Fatihou, B.Tabti, M.Nemamcha, L.Dascalescu "Experimental Modelling of the electric potential decay at the surface of polypropylene" *Journal of Electrostatics* Vol: 76, pp: 262-26, 2015.
- [5] K.Rougdia, M.Nemamcha, L.Herous, L.Dascalescu, H.Mellouki "Surface Potential Decay of DC-corona-charged PET Films on Humid Electrodes" *journal of Electrostatics* Vol. 78, pp:17-21, 2015.
- [6] L.Herous ; M.Nemamcha ; M.Remadnia ; L.Dascalescu «Factors that Influence the Surface Potential Decay on the thin film of Polyethylene Terephthalate" *J. Of. Electrostatics* 67, Issue 2+3, pp198-202 , 2009.
- [7] Z. Ziari, S. Sahli, A. Bellel, B. Y. Segui, P. Raynaud, "Simulation of Surface Potential Decay of Corona Charged Polyimide", *IEEE Trans. Diel. Electr. Insul.*, Vol. 18, No. 5, pp. 1408-1415, 2011.
- [8] Z. Xu, L. Zhang, and G. Chen, "Decay of electric charge on corona charged polyethylene", *J. Phys. D: Appl. Phys.*, Vol. 40, pp. 7085-7089, 2007.
- [9] K. Rouagdia, M. Nemamcha, L. Herous, H. Mellouki and L. Dascalescu «Factors that Influence the Surface Potential Decay on Polypropylene Film" 10eme conferece National sur la haute tension CNHT 26 mai Alger 2016.
- [10] N. Liu, C. Zhou, G. Chen, L. Zhong, "Determination of threshold electric field for charge injection in polymeric materials", *Appl. Phys. Lett.*, Vol. 106, pp. 192901-192905, 2015.
- [11] H. Mellouki, L. Herous ; K. Rouagdia and M. Nemamcha « Corona Charging and Charge Decay on Polyethylene Terephthalate Films (PET)" 10eme conferece National sur la haute tension CNHT Alger 26 mai 2016.
- [12] P. Llovera, "Etude des mécanismes d'injection de charge dans les matériaux isolants au moyen de mesures électrostatiques de déclin et retour du potentiel. Nouveaux outils d'analyse", thèse PhD Université Paris XI Orsay, 2002.
- [13] N. Liu, M. He, H. Alghamdi, G. Chen, M. Fu, R. Li, S. Hou, "An improved model to estimate trapping parameters in polymeric materials and its application on normal and aged low-density polyethylenes", *J. Appl. Phys.*, Vol. 118, pp.064102-064112, 2015.
- [14] R.M.Faria., A. Jorge., Jr. O.N.Oliveira. «A novel space-charge effect in thermally stimulated current measurement on  $\beta$ -PVDF » *J .phys. D .Appl .Phys*, Vol. 23. pp.334-337, 1990.