



Université
de Toulouse

THÈSE

En vue de l'obtention du

DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par l'Université Toulouse III – Paul Sabatier
Discipline ou spécialité : Génie Electrique

Présentée et soutenue par *Tung TRAN ANH*
Le **09 novembre 2011**

Titre : *Corrélation entre les charges d'espace accumulées et les déformations mécaniques induites dans des isolants organiques solides soumis à un champ électrique*

JURY

S. AGNEL, Professeur à l'Université Montpellier II, rapporteur
B. GUIFFARD, Professeur à l'Université de Nantes, rapporteur
J. MARTINEZ-VEGA, Professeur à l'Université Paul Sabatier, Toulouse III, directeur de thèse
L. BERQUEZ, Professeur à l'Université Paul Sabatier, Toulouse III, co-directeur de thèse
L. BOUDOU, Maître de Conférences à l'Université Paul Sabatier, Toulouse III, co-directeur de thèse
A. BEROUAL, Professeur à l'École Centrale de Lyon

Ecole doctorale : *Génie électrique, Electronique, Télécommunications: du système au nanosystème*
Unité de recherche : *Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie (UMR 5213)*
Directeur(s) de Thèse : *Juan MARTINEZ-VEGA, Laurent BERQUEZ, Laurent BOUDOU*
Rapporteurs : *Serge AGNEL, Benoît GUIFFARD*

À mes parents, à mes grandes mères, à ma famille

À Linh

Remerciements

Les travaux présentés dans ce mémoire ont été réalisés pendant ces trois années passées au Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie (LAPLACE) UMR 5213 à Toulouse au sein de l'équipe « Diélectriques Solides et Fiabilité ». Pendant cette période, j'ai eu la chance d'être accueilli et de rencontrer des personnes envers lesquelles je voudrais exprimer ma gratitude pour leur soutien.

Mes premiers remerciements vont d'abord à mes directeurs de thèse, Monsieur Juan Martinez-Vega, Monsieur Laurent Berquez et Monsieur Laurent Boudou. Je les remercie particulièrement de m'avoir fait confiance, guidé, encouragé, conseillé tout au long de trois années de thèse. Leur disponibilité et leur générosité m'ont permis d'évoluer dans les meilleures conditions en me laissant une grande liberté et en me faisant l'honneur de me déléguer plusieurs responsabilités. Merci infiniment Monsieur Juan Martinez-Vega, Monsieur Laurent Berquez, Monsieur Laurent Boudou.

Je tiens ensuite à remercier Virginie Griseri, pour les discussions que nous avons échangées ainsi que son aide pour l'irradiation des échantillons.

Je remercie sincèrement Monsieur Abderrahmane Bérroual, Professeur à l'École Centrale de Lyon, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

J'adresse également ma profonde reconnaissance à Monsieur Serge Agnel, Professeur à l'Université Montpellier II et à Monsieur Benoît Guiffard, Professeur à l'Université de Nantes, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon travail et pour les discussions scientifiques qu'ils ont apportées afin d'améliorer ce mémoire, et je leur en suis très reconnaissant.

Je remercie Monsieur Christian Laurent, Directeur du LAPLACE, ainsi que Monsieur Gilbert Teyssedre, Responsable de l'équipe DSF, Madame Séverine Le Roy, Monsieur Fulbert Baudoin, pour m'avoir accueilli au sein de cette équipe et pour les conseils stimulants que j'ai eu l'honneur de recevoir de leur part.

Je tiens ensuite à remercier l'ensemble du personnel du laboratoire, à ceux qui m'ont beaucoup aidé dans mon travail et à tous les autres qui ont contribué à la bonne ambiance du laboratoire.

Un grand remerciement s'adresse à Madame Catherine Stasiulis, qui m'a aidé avec enthousiasme dans les procédures administratives.

Je remercie bien évidemment mes collègues de bureau : Duc, Truong, Sihem pour leur aide, leur soutien quotidien et pour des bons moments passés ensemble. Je pense aussi aux « anciens » : Nadine, Mustapha, Mandana. Merci pour l'amitié que vous m'avez témoignée. Un grand merci à mes collègues Laplaciens : Bertrand, Xiaolin, Mohamad, Mireille, Rabih, Michaël, Alexandre, Édouard, Lucie, Rahim, ...

Je ne pourrais pas poursuivre cette page sans dire un grand merci à ma famille au Vietnam. Leur encouragement et leur assistance morale m'ont permis de passer les moments difficiles.

Tout naturellement, je pense à mon épouse Linh Pham qui m'accompagne et qui me soutient tout le temps par la force et l'énergie qui lui sont disponibles. Je te remercie infiniment ma chérie.

Enfin, je profite de l'occasion pour remercier tous mes amis vietnamiens à Toulouse : aHung, aQuan, aDoanh, aHoan, cNgoan, aVan Hai, eHuong, aLiem, cHuong, Linh, aTrung, aDuy, cNga, Quyen, Ngoc Anh, ainsi que d'autres amis dans l'Association des Étudiants Vietnamiens à Toulouse qui m'ont permis de sentir que la distance géographique France-Vietnam est réduite en partageant ensemble des moments agréables.

Table des matières

Table des figures	X
Liste des tableaux.....	XIII
Introduction Générale.....	1
Chapitre 1 État de l'Art.....	5
1.1 Introduction.....	6
1.2 Isolants polymères en génie électrique	6
1.2.1 Problématique	8
1.2.2 Structure et morphologie des polymères	10
1.2.2.1 <i>Structure chimique</i>	10
1.2.2.2 <i>Structure physique</i>	12
1.3 Facteurs essentiels du vieillissement électrique des isolants polymères	14
1.3.1 Vieillessement électrique d'un isolant polymère.....	14
1.3.1.1 <i>Scénario du vieillissement électrique</i>	14
1.3.1.2 <i>Impact des contraintes électriques</i>	16
1.3.2 Comportement des isolants polymères sous contrainte électromécanique.....	18
1.3.2.1 <i>Effet d'une contrainte électromécanique à l'échelle moléculaire</i>	19
1.3.2.2 <i>Déformation électromécanique induite</i>	22
1.3.3 Charges d'espace.....	24
1.3.3.1 <i>Charge d'espace et champ électrique</i>	25
1.3.3.2 <i>Effet de la charge d'espace sur le vieillissement électrique</i>	27
1.4 Position du sujet	29
Chapitre 2 Développements expérimentaux	31
2.1 Introduction.....	32
2.2 Méthodes de mesure de charges d'espace	32
2.2.1 Méthodes thermiques	33
2.2.2 Méthodes acoustiques.....	35
2.2.2.1 <i>Perturbation électrique</i>	35
2.2.2.2 <i>Perturbation mécanique</i>	36
2.3 Méthodes de mesures du champ de déformations mécaniques de surface....	37

2.3.1	Méthodes interférométriques	38
2.3.1.1	<i>Interférométrie holographique</i>	38
2.3.1.2	<i>Moiré interférométrique</i>	39
2.3.1.3	<i>Interférométrie de speckle</i>	40
2.3.2	Méthodes non-interférométriques	42
2.3.2.1	<i>Méthode de grilles</i>	42
2.3.2.2	<i>Méthode de corrélation d'images</i>	43
2.4	Description du banc de mesure	45
2.5	La technique FLIMM	48
2.5.1	Principe de la méthode FLIMM.....	48
2.5.2	Eléments de la chaîne de mesure	49
2.5.3	Génération du signal.....	51
2.5.4	Modélisation de la température.....	52
2.5.5	Déconvolution mathématique	53
2.6	La technique DIC (Digital Image Correlation)	55
2.6.1	Eléments de la chaîne de mesure	55
2.6.2	Principe de la technique de corrélation d'images	56
2.6.3	Estimation du champ de déplacement	58
2.6.3.1	<i>Estimation des déplacements en nombre entier de pixels</i>	58
2.6.3.2	<i>Estimation des déplacements sous-pixel</i>	61
2.7	Conclusion	65
Chapitre 3 Evaluation et amélioration de la précision de la DIC		67
3.1	Introduction	68
3.2	Sources d'erreurs dans la mesure de déplacement	68
3.2.1	Erreurs liées aux conditions expérimentales.....	69
3.2.1.1	<i>Texture de la surface de l'échantillon testé</i>	69
3.2.1.2	<i>Défaut de parallélisme entre le capteur de la caméra CCD et la surface de l'échantillon et les déplacements hors plans</i>	69
3.2.1.3	<i>Distorsion des images enregistrées</i>	70
3.2.1.4	<i>Bruits pendant l'enregistrement d'images</i>	70
3.2.2	Erreurs liées au calcul numérique	71
3.2.2.1	<i>Dimension des blocs-images</i>	71
3.2.2.2	<i>Critères de corrélation</i>	71
3.2.2.3	<i>Schéma d'interpolation</i>	71
3.2.2.4	<i>Fonction de forme</i>	71
3.3	Analyse de la performance de détection des déplacements sous-pixel	72
3.3.1	Images granulaires simulées	72
3.3.2	Critère d'estimation de l'incertitude de mesure.....	74
3.3.3	Effet d'interpolation des niveaux de gris.....	74
3.3.4	Influence de la dimension des blocs-images	77
3.3.5	Effet du changement de l'éclairage.....	79
3.3.6	Influence de la dimension de « speckle ».....	82

3.3.7	Influence du nombre des « speckle »	84
3.4	Estimation du champ de déformation	85
3.4.1	Lissage du champ de déplacement	86
3.4.2	Sensibilité de la méthode pour un champ de déformation homogène	90
3.4.3	Sensibilité de la technique dans le cas d'une déformation inhomogène	91
3.5	Conclusion	93
Chapitre 4 Résultats expérimentaux		95
4.1	Introduction.....	96
4.2	Validation de la méthode de corrélation d'images.....	96
4.2.1	Contexte de l'étude.....	96
4.2.2	Mesure des coefficients de dilatation thermique	97
4.2.2.1	<i>Banc de mesure</i>	<i>97</i>
4.2.2.2	<i>Procédure expérimentale.....</i>	<i>97</i>
4.2.2.3	<i>Résultats expérimentaux</i>	<i>98</i>
4.3	Etude du PEN polarisé sous champ électrique.....	101
4.3.1	Matériau étudié	102
4.3.2	Procédure de mesure	103
4.3.3	Résultats expérimentaux.....	105
4.4	Etude du PU polarisé sous champ électrique	117
4.5	Etude du PTFE irradié par faisceau d'électrons	119
4.5.1	Contexte de l'étude.....	119
4.5.2	Matériau étudié	120
4.5.3	Préparation des échantillons	121
4.5.4	Cartographies de déformation mécanique induite et de charges d'espace	122
4.6	Conclusion	129
Conclusion générale		131
Références Bibliographiques Personnelles.....		134
Références Bibliographies.....		135

Table des figures

Figure 1-1. Représentation schématique de différents types de macromolécules ^[EHR 00]	11
Figure 1-2. Représentation de la disposition spatiale d'une macromolécule du PE	12
Figure 1-3. Morphologie du PE montrant des sphérolites composés de rubans cristallins – amorphes ^[JON 05]	13
Figure 1-4. Schéma représentant le scénario standard de vieillissement ^[TEY 10]	15
Figure 1-5. Les trois sous catégories de l'arborescence électrique ^[DIS 92]	17
Figure 1-6. Élément morphologique du PE ^[JON 05]	20
Figure 1-7. Réponse des molécules ponts sous contrainte de traction T; (i) sous faible contrainte, (ii) et (iii) extension progressive ductile sous plus grande contrainte, (iv) et (v) interruption de tie molecules et lamelles cristallines sous la plus haute contrainte ^[JON 05]	20
Figure 1-8. Effet de l'orientation de la contrainte générée par l'application d'un champ électrique E par rapport aux molécules ponts: section AA fortement affectée et section BB peu affectée ^[JON 05]	21
Figure 1-9. Diminution de l'épaisseur du film polymère par l'application d'un champ électrique	22
Figure 1-10. Différents mécanismes de génération des charges d'espace ^[LAU 98, GAL 04]	24
Figure 1-11. Charge d'espace et champ électrique ^[LAU 98]	26
Figure 1-12. Diagramme d'énergie libre des sites réactionnels ^[DIS 97]	28
Figure 1-13. Image d'un film PTFE par Microscopie Electronique à Balayage (MEB). (a) Après l'injection de charge; (b) Dégradation des chaînes lors du dépiégeage des charges injectées ^[BLA 95]	29
Figure 2-1. Schéma du principe des méthodes thermiques couramment utilisées	34
Figure 2-2. Schéma du principe de la méthode PEA	36
Figure 2-3. Schéma du principe de la méthode LIPP	37
Figure 2-4. Schéma expérimental de l'interférométrie holographie	39
Figure 2-5. Schéma de principe du moiré interférométrique	40
Figure 2-6. Configuration de l'interférométrie de speckle pour mesurer des déplacements plans	41
Figure 2-7. Différents motifs de grilles	42
Figure 2-8. Motif repéré après la déformation par corrélation d'images	44
Figure 2-9. Banc de mesure	47
Figure 2-10. Schéma de mesure en FLIMM et en DIC	48
Figure 2-11. Schéma de principe de la FLIMM ^[PHA 09]	49
Figure 2-12. Schéma du banc de mesure de la FLIMM	50
Figure 2-13. Modèle unidimensionnel quatre couches	53
Figure 2-14. Schéma du banc de mesure de la DIC	56
Figure 2-15. (a) Image de référence, le carré rouge est le bloc-image servant pour le suivi des déplacements de son point central, les points d'intersection de la maille bleu déterminent les centres des blocs-images ou marqueurs; (b) Vecteurs de déplacement des marqueurs calculés par corrélation d'images	57
Figure 2-16. Illustration d'un bloc-image de référence et d'un bloc-image déformé	57
Figure 2-17. Schéma de recherche d'un marqueur	58
Figure 2-18. Distribution des coefficients de corrélation dans le domaine de recherche; la position du pic correspondante à celle du centre du bloc-image déformé	61

Figure 2-19. Illustration de la matrice discrète des coefficients de corrélation de 3×3 points, C(x,y) est le point avec un coefficient de corrélation maximal obtenu après la recherche des déplacements d'un nombre entier de pixel	63
Figure 3-1. (a) Image réelle d'une surface texturée ^[WAT 01] ; (b) Image simulée de 576 ×576 pixels.....	73
Figure 3-2. Schémas d'interpolation utilisés; (a) Interpolation bi-cubique; (b) Interpolation bilinéaire	74
Figure 3-3. Image simulée utilisée pour l'estimation de l'effet d'interpolation	75
Figure 3-4. Erreur systématique et écart type en utilisant des différents types d'interpolation (cas des translations du corps rigide).....	76
Figure 3-5. Histogrammes des déplacements estimés de 1764 points (cas d'une translation du corps rigide de 0.05 pixels).....	77
Figure 3-6. Courbes des valeurs minimales, moyennes et maximales des déplacements estimés correspondants aux blocs-images utilisés	78
Figure 3-7. Erreur systématique et écart type des déplacements estimés utilisant différentes tailles de blocs-images.....	79
Figure 3-8. (a) Image de la surface d'un échantillon PTFE; (b) Distribution des niveaux de gris	80
Figure 3-9. (a) Image de PTFE ajustée (augmentation de 20% contraste et luminosité); (b) Distribution des niveaux de gris.....	80
Figure 3-10. Histogramme des déplacements estimés au cas d'une translation du corps rigide de 0.5 pixels avec une fluctuation de l'éclairage de 20%.....	81
Figure 3-11. Influence de la dimension des « speckle ».....	83
Figure 3-12. Influence de la densité des « speckle » par unité de surface.....	84
Figure 3-13. Champ de déformation calculé directement du champ de déplacement ayant une déformation homogène pré-imposée de 0.002	86
Figure 3-14. Fenêtre locale contient $(2m+1) \times (2m+1)$ des déplacements discrets utilisée pour l'estimation des déformations	87
Figure 3-15. Champ de déformation obtenu par l'utilisation d'une fenêtre de lissage de 11 × 11 points (a) et 21 × 21 points (b)	89
Figure 3-16. Champ de déformation homogène calculé avec plusieurs fenêtres de lissage.....	89
Figure 3-17. Estimation du champ de déformation homogène avec plusieurs pas d'intermarqueurs.....	91
Figure 3-18. Image déformée avec deux barreaux déformés de $3 \cdot 10^{-4}$	92
Figure 3-19. (a) Périodicité des régions déformées; (b) Cartographies 3D de déformation.....	92
Figure 3-20. Déformation sur le plan x-déformation	93
Figure 4-1. Schéma du banc expérimental de mesure des coefficients de dilatation thermique	97
Figure 4-2. Protocole de température pour la mesure du coefficient de dilatation thermique	98
Figure 4-3. Image de la surface de l'échantillon de cuivre.....	98
Figure 4-4. Champ de déplacement par expansion thermique de la surface de l'échantillon de cuivre à 40°C: (a) Champ de déplacement x, (b) Champ de déplacement y, (c) Champ des vecteurs de déplacement	99
Figure 4-5. Champ de déplacement par expansion thermique de la surface de l'échantillon de cuivre à 100°C: (a) Champ de déplacement x, (b) Champ de déplacement y, (c) Champ des vecteurs de déplacement	99
Figure 4-6. Courbes déformation-température dans la gamme de 20 à 100°C de l'échantillon de cuivre.....	100
Figure 4-7. Structure chimique du PEN	102

Figure 4-8. Processus de mesure de charges d'espace et de déformation mécanique des échantillons PEN.....	103
Figure 4-9. Protocole de champ électrique pour la mesure de déformation mécanique	104
Figure 4-10. Image de la surface d'un échantillon PEN.....	105
Figure 4-11. Profils de charges d'espace injectées (cas du PEN préalablement polarisé 200kV/mm).....	106
Figure 4-12. Courbes déformation-champ électrique (cas du PEN préalablement polarisé 200kV/mm).....	106
Figure 4-13. Profils de charges d'espace injectées (cas du PEN préalablement polarisé - 200kV/mm).....	107
Figure 4-14. Courbes déformation-champ électrique (cas du PEN préalablement polarisé - 200kV/mm).....	108
Figure 4-15. Distribution des charges d'influence en présence des charges internes au sein de l'échantillon	110
Figure 4-16. (a) Courbes théoriques déformation-champ électrique (cas de la polarisation positive); (b) Courbes expérimentales.....	112
Figure 4-17. (a) Courbes théoriques déformation-champ électrique (cas de la polarisation négative); (b) Courbes expérimentales.....	112
Figure 4-18. Courbes $(\epsilon_{\text{totale}+} - \epsilon_{\text{totale-}})/2$ en fonction de E_a	114
Figure 4-19. Courbes $(\epsilon_{\text{totale}+} + \epsilon_{\text{totale-}})/2$ en fonction de E_a^2	114
Figure 4-20. Influence des charges d'espace injectées sur le coefficient A	115
Figure 4-21. Influence des charges d'espace injectées sur le coefficient B	116
Figure 4-22. Influence des charges d'espace injectées sur le coefficient C	117
Figure 4-23. Structure chimique du PU.....	118
Figure 4-24. Profils de charges d'espace des échantillons PU polarisés sous champ électrique; (a) Film 15 μm ; (b) Film 38 μm	118
Figure 4-25. Courbes déformation-champ électrique avant et après polarisation des échantillons PU	119
Figure 4-26. Structure chimique du PTFE.....	120
Figure 4-27. Irradiation d'un échantillon PTFE par faisceau d'électrons	122
Figure 4-28. Balayage suivant X et Y en mesure de FLIMM avec un pas de 5 μm	123
Figure 4-29. Cartographie du champ électrique interne à $z = 1.9 \mu\text{m}$ ($f_{\text{fixe}} = 10 \text{ kHz}$) avec un pas de mesure de 5 μm	123
Figure 4-30. Cartographies 3D du champ électrique interne pour différentes profondeurs ...	124
Figure 4-31. Profil de charges en profondeur avec un point de mesure situé au centre de la zone irradiée.....	125
Figure 4-32. Cartographie de charges d'espace sur le plan $x - z$	125
Figure 4-33. Protocole du champ électrique pour la mesure de déformation mécanique	126
Figure 4-34. Cartographies de la déformation mécanique induite de ϵ_{xx} en fonction du champ électrique appliqué	128
Figure 4-35. Cartographies de la déformation mécanique induite de ϵ_{yy} en fonction du champ électrique appliqué	129

Liste des tableaux

Tableau 1-1. Principales applications des polymères dans le domaine électrique.....	8
Tableau 2-1. Méthodes de mesure du champ de déformation de surface.....	38
Tableau 2-2. Critère de corrélation CC couramment utilisé.....	59
Tableau 2-3. Critère de corrélation SSD couramment utilisé.....	59
Tableau 3-1. Sources d'erreurs de la DIC 2D.....	69
Tableau 3-2. Valeur moyenne des déplacements estimés et écart type en utilisant l'interpolation bi-cubique pour une translation du corps rigide de 0.05 pixels.....	77
Tableau 3-3. Déplacements estimés au cas d'une translation du corps rigide de 0.5 pixels avec une fluctuation de l'éclairage de 20%.....	81
Tableau 3-4. Comparaison des déplacements estimés par critère ZNCC.....	81
Tableau 3-5. Taille des bloc-images en fonction de la taille des « speckle ».....	84
Tableau 4-1. Données expérimentales des coefficients d'expansion thermique mesurés.....	100
Tableau 4-2. Principales caractéristiques du PEN étudié.....	102
Tableau 4-3. Comparaison des données théoriques et expérimentales du coefficient A.....	109
Tableau 4-4. Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques du coefficient $\frac{\sqrt{2}\nu}{Y}$	116
Tableau 4-5. Paramètres d'irradiation du faisceau d'électrons.....	122

Introduction Générale

Les composants et systèmes du génie électrique intègrent nécessairement des éléments d'isolation électrique entre des éléments portés à des potentiels différents. Parmi ces matériaux, les polymères occupent une place très importante grâce à leurs excellentes propriétés électriques, thermiques et mécaniques. Au cours du temps, la conception des systèmes a évolué avec une tendance à l'augmentation des champs électriques appliqués aux isolations ainsi qu'un accroissement de leur température de fonctionnement. Cette évolution exige une amélioration des facteurs limitatifs de l'utilisation des isolants dans les systèmes.

Cependant, les matériaux eux-mêmes ont évolué pour s'adapter aux contraintes du domaine, leurs performances du point de vue de la tenue diélectrique ne sont pas encore parfaitement maîtrisées à l'heure actuelle. La diminution des performances des matériaux polymères après un certain temps de mise en service est due au vieillissement électrique qui regroupe l'ensemble des mécanismes par lesquels les caractéristiques électriques des matériaux se dégradent sous l'action des contraintes de fonctionnement du système.

Parmi les facteurs du vieillissement, les contraintes électromécaniques induites par l'application d'un champ électrique, et l'accumulation de charge d'espace sont prises prioritairement en considération. Les contraintes électromécaniques peuvent conduire au phénomène macroscopique bien connu : la rupture diélectrique de l'isolant qui se conclut par la propagation de canaux conducteurs microscopiques. Ce processus est généralement précédé par une période de croissance de défauts à l'échelle nano et microscopique, telle que la formation ou l'extension de cavités par déformation ou rupture des chaînes macromoléculaires.

La charge électrique piégée dans l'isolant peut, quant à elle, déformer la structure du matériau par force électromécanique et modifier les propriétés conductrices de ce dernier. D'autre part, elle peut aussi modifier la distribution du champ électrique et renforcer celui-ci dans certaines régions. Par conséquent, les contraintes électromécaniques impliquées dans ces régions peuvent augmenter considérablement et accélérer ainsi le processus de dégradation du matériau.

L'objectif de cette étude est donc l'analyse de deux marqueurs que nous considérons très importants dans le processus du vieillissement : les contraintes électromécaniques et la charge d'espace ainsi que l'éventuelle corrélation entre eux.

Dans ce contexte, notre équipe « Diélectrique Solides et Fiabilité » a développé depuis plusieurs années des approches expérimentales qui permettent de visualiser l'effet de contraintes électromécaniques et de charge d'espace. Plus particulièrement, un nouveau concept expérimental a été mis en place dans ce travail qui permet de combiner deux méthodes de mesure : la FLIMM (Focused Laser Intensity Modulation Method) qui possède une excellente résolution près des interfaces et la possibilité d'effectuer des cartographies de charge d'espace en trois dimensions avec une résolution inférieure à la dizaine de microns, et la DIC (Digital Image Correlation) qui permet de quantifier l'effet de contraintes électromécaniques induites par calcul de champs de déformations de surface du matériau avec une très bonne précision de quelques dizaines de microns.

Ce manuscrit est structuré en quatre chapitres :

Le premier chapitre est consacré à une étude bibliographique. Il rappelle tout d'abord le lien étroit entre les sollicitations appliquées et le vieillissement chimique et physique des polymères ; y compris la dégradation des structures et des propriétés des isolants polymères sous contraintes électromécaniques et charges d'espace. Ceci nous permet à la fin du chapitre de bien positionner la problématique de notre étude.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons tout d'abord une synthèse des différentes techniques de mesure de champs de déformations de surface et de charge d'espace. Nous décrivons ensuite le nouveau concept expérimental qui permet de combiner les dispositifs FLIMM et DIC pour bien mettre en évidence la corrélation entre la charge d'espace accumulée et la déformation mécanique induite.

Le troisième chapitre est destiné à la présentation de la DIC : regard global sur le principe de la méthode, simulations de ses performances et limitations. Nous verrons l'importance du choix des paramètres de calcul nécessaires à l'estimation des déplacements et des déformations de la surface de l'échantillon ainsi que leur influence sur les résultats de simulation. Pour terminer, une technique de lissage du champ de déplacement est proposée afin d'obtenir une estimation fiable du champ de déformation.

Le dernier chapitre est consacré à la présentation des résultats expérimentaux concernant la corrélation existante entre la charge d'espace accumulée et la déformation mécanique induite. Nous présentons dans ce chapitre la validation expérimentale de la DIC en utilisant la mesure des coefficients d'expansion thermique de plusieurs types de matériaux. Nous présentons ensuite les résultats obtenus sur des films minces de polyéthylène naphthalène (PEN) qui ont subi des injections de charges de nature différente qui montre le lien entre la présence de charge d'espace et l'accroissement des déformations mécaniques induites par l'application d'un champ électrique. L'influence de la présence de charges d'espace sur la propriété électromécanique de films électrostrictifs polyuréthane (PU) est ensuite évaluée. Il est aussi présenté des cartographies bidimensionnelles de charge d'espace et de déformation mécanique de la surface d'un échantillon de polytétrafluoroéthylène (PTFE) irradié par un faisceau d'électrons.

Enfin, une conclusion générale ainsi que quelques perspectives de recherche clôtureront ce mémoire.

Chapitre 1

État de l'Art

1.1 Introduction

Ce premier chapitre nous permet de positionner notre travail dans le contexte de l'étude : l'effet de contraintes électromécaniques et de charge d'espace sur les propriétés électriques, notamment le vieillissement sous champ électrique des isolants polymères solides.

Dans un premier temps, une étude bibliographique rappellera les bases permettant d'avoir une compréhension globale des polymères et de l'effet de deux facteurs clés du vieillissement de ces derniers : contraintes électromécaniques et charge d'espace. Nous décrirons ensuite les méthodes quantitatives de mesure de charge d'espace et de champs de déformations mécaniques et nous présenterons enfin l'objectif scientifique.

1.2 Isolants polymères en génie électrique

L'histoire de l'homme est témoin de l'apparition et de l'évolution des matériaux polymères ou plastiques depuis environ un siècle et demi. Le terme « polymère » a été inventé par Berzelius en 1833 et la production des matériaux semi-synthétiques comme la cellulose et l'acétate de cellulose par Braconnot dans les années 1830 est peut-être le premier exemple moderne de la science des polymères.

Des avancées significatives dans la synthèse des polymères ont été faites à partir de cette découverte, mais sa nature moléculaire n'a été montrée qu'en 1922 avec les travaux de Staudinger. Il a été le premier à proposer que les polymères soient composés de longues chaînes d'atomes liés par des liens covalents. Ce point de départ du développement scientifique des polymères reste encore aujourd'hui la base de l'étude de ces derniers. Après la deuxième guerre mondiale, la production des polymères de synthèse a littéralement explosé avec un taux de croissance de l'ordre de 10 à 15% par an, autrement dit un doublement de la production environ tous les cinq ans. Actuellement, la production mondiale des polymères de synthèse (thermoplastiques, thermodurs et élastomères) dépasse cent millions de tonnes par an et ne cesse de s'accroître.

Dès leur apparition, les matériaux polymères ont joué un rôle important dans des domaines d'application très vastes. On les retrouve dans presque tous les aspects de la vie

quotidienne : aviation, automobile, train à grande vitesse, construction, secteur pharmaceutique et médical, etc. Dans le domaine électrique, les matériaux polymères (appelés spécialement isolants organiques) servent à isoler des éléments portés à des potentiels différents dans un souci de protection des biens et des personnes [TEY 10]. Au sein de systèmes électriques, les fonctions qu'ils assurent et les contraintes qu'ils doivent endurer sont très variables. Généralement, les applications des matériaux polymères dans le domaine de l'électrotechnique sont classées en trois catégories:

- **Isolation** : le polyéthylène (PE) utilisé comme isolant dans les câbles de transport d'énergie en est un exemple typique [FOT 03, KUB 94, MUC 78, OGA 90]. Il est principalement utilisé pour les câbles moyenne et haute tension en raison de ses excellentes propriétés diélectriques (permittivité et angle de pertes diélectriques faibles). Ce polymère se présente sous plusieurs types : le polyéthylène basse densité (PEBD) est obtenu par un procédé de polymérisation sous haute pression, le polyéthylène haute densité (PEHD), en revanche, est obtenu à partir d'un procédé basse pression, et polyéthylène réticulé (PR) est généré en créant des liaisons chimiques entre les chaînes macromoléculaires dans le but d'améliorer les caractéristiques thermiques et mécaniques du polyéthylène. C'est pour cette raison que ce dernier est utilisé pour les câbles de très hautes tensions. Le premier câble 500 kV du monde isolé au PR a été produit en 1987 et commercialisé en 1988 au Japon [FUK 88, SAT 93]. Pour les câbles basse tension, on trouve le polychlorure de vinyle (PVC) et le caoutchouc essentiellement sous formes copolymères (caoutchoucs éthylène-propylène EPR ou EPDM) [TEY 10]. Quant aux transformateurs et machines tournantes, l'élément le plus important reste le bobinage. Les matériaux couramment utilisés sont à base de polyuréthane (PU), polyester (PES), polyimide (PI) et polyamide (PA). Les polymères sont également utilisés comme revêtement d'isolateurs afin d'éviter un claquage de contournement. On peut citer les caoutchoucs synthétiques (silicones ou EPDM) ou le polytétrafluoroéthylène (PTFE) pour cette application.
- **Stockage d'énergie** : on peut trouver des isolants polymères dans la fabrication des condensateurs type électronique ou de puissance. Les polymères les plus utilisés sont le polystyrène (PS), le polypropylène (PP) dans le cas des condensateurs de puissance ou les polyesters comme le polyéthylène naphtalate (PEN) et le polyéthylène

téréphtalate (PET) pour les applications faibles tensions mais qui exigent une excellente tenue aux contraintes thermiques et mécaniques [WAK 90].

- **Éléments de structure** des systèmes électroniques ou composants de puissance : il s'agit de dispositifs de tailles réduites mais qui possèdent une densité d'énergie élevée. Cela se traduit alors par une augmentation du niveau des contraintes électriques et thermiques imposées à l'ensemble des constituants, y compris des matériaux polymères. Dans ces dispositifs, les polymères assurent parfois le rôle de support mécanique, mais surtout d'isolation. Parmi les polymères, les polyimides (PI) apparaissent comme très intéressants pour les applications d'isolation électrique à haute température [DIA 07]. Pour les circuits électroniques simples fonctionnant à des températures inférieures à 80 °C et non équipés de composants à souder, le PET sous forme de film est utilisé en raison de son prix intéressant.

Les principales applications des matériaux polymères en tant qu'isolants dans le domaine électrique peuvent être résumées dans le Tableau 1-1.

Tableau 1-1. Principales applications des polymères dans le domaine électrique

Applications	Polymère
Câble de transport d'énergie	Haute et très haute tension: PE, PEBD, PEHD, PR Basse tension: PVC, EPR, EPDM
Machine électrique tournante Transformateur de puissance	PU, PES, PI, PA
Condensateur de puissance	PP, PS
Condensateur électronique	PET, PEN
Dispositif et circuit électronique	PI, PET
Revêtements spatiaux	PEBD, PTFE, PI

1.2.1 Problématique

Les quelques exemples précédemment cités montrent l'application très répandue et le rôle des matériaux polymères en tant qu'isolants dans les systèmes électriques. La pérennité de leur fonction est extrêmement importante puisqu'elle conditionne la fiabilité des dispositifs

et des systèmes dans lesquels ils sont intégrés. En effet, les propriétés diélectriques d'un matériau isolant peuvent changer avec le temps sous l'influence des contraintes de fonctionnement (champ électrique, température, contraintes mécaniques, irradiation UV, humidité...). Cela entraîne une baisse de performance d'isolation jusqu'à la défaillance complète des isolants. En génie électrique, la terminologie « vieillissement » est défini comme tout changement des propriétés du matériau qui affecte la fonction d'isolation ^[DIS 92]. Il s'agit d'une altération lente et irréversible qui modifie la nature chimique ou physique en induisant une modification des propriétés électriques des matériaux isolants dans un sens défavorable.

Ce processus du vieillissement est complexe car il fait intervenir plusieurs mécanismes agissant sur l'isolation. On distingue habituellement le vieillissement interne, due à une instabilité propre du matériau, du vieillissement externe. Les vieillissements externes ont des origines très diverses tels que les contraintes classiques bien connues de type électrique, thermique, mécanique, mais encore les contraintes plus difficile à cerner comme l'humidité ou la migration d'impuretés.

La difficulté dans la caractérisation de tels phénomènes de vieillissement réside dans le fait qu'il s'agit de phénomènes habituellement interdépendants et que les matériaux eux-mêmes sont complexes. Les contraintes thermiques, mécaniques et celles liées à l'environnement du matériel électrique n'agissent pas de façon indépendante mais simultanée. Ainsi, l'importance relative de ces contraintes dans le vieillissement des isolants polymères dépend des domaines d'application de l'isolation.

La question de comment caractériser et bien comprendre les mécanismes du vieillissement afin de prédire la fin de vie d'un isolant polymère est donc un problème qui attire énormément l'attention des « diélectriciens ». Un très grand nombre de travaux tant théoriques qu'expérimentaux ont été faits par différents spécialistes du domaine pour la description du processus d'endommagement des isolants polymères. Cependant, plusieurs aspects concernant l'influence sur les propriétés électriques des polymères, de la morphologie, de la déformation des molécules ou des charges d'espace ne sont pas encore très clairs. C'est dans ce contexte que nous avons réalisé ce travail.

Avant d'entrer dans le détail, nous débuterons cette étude par un rappel général de la structure et de la morphologie des polymères en raison de leur relation étroite avec les propriétés électriques.

1.2.2 Structure et morphologie des polymères

Un polymère est une longue chaîne organique constituée par la répétition d'un grand nombre d'unités constitutives appelées monomères. Les propriétés électriques de ces macromolécules dépendent de la nature chimique des unités constitutives de la chaîne, de sa conformation mais aussi des conditions de mise en œuvre. La question qui se pose est de découvrir le lien entre les propriétés électriques des isolants polymères et leur structure microscopique.

1.2.2.1 Structure chimique

Il s'agit de la description d'une macromolécule à partir d'atomes, notamment le type d'atomes et leur disposition le long de la chaîne polymère, la nature des groupements terminaux et des substituants, le type et la longueur des ramifications, la masse molaire, l'arrangement spatial.

En effet, une macromolécule est constituée d'une chaîne principale, appelée également squelette, sur laquelle des atomes d'une nature chimique différente peuvent se substituer latéralement à certaines atomes appartenant au monomère constitutif d'origine ; il s'agit des substituants. Si la structure chimique des substituants disposés latéralement sur le squelette est identique à la structure de la chaîne principale, on parle de ramifications ou de branches. Les caractéristiques de ces substituants ont une influence considérable sur celles de la molécule ou l'ensemble des macromolécules. Ils peuvent soit stabiliser, rigidifier, mais aussi rendre la chaîne principale plus mobile et plus flexible.

L'association des atomes dans une macromolécule est due à des forces de cohésion de type chimique (covalente ou encore liaison primaire) ou physique (liaison secondaire). On parle de macromolécules réticulées lorsque les macromolécules sont associées entre elles chimiquement. En complément des liaisons chimiques, il y a toujours des liaisons physiques (interaction de Van der Waals) qui maintiennent mutuellement les chaînes macromoléculaires dans l'assemblage et qui agissent entre les segments d'une macromolécule. Cependant, il faut noter que les forces de cohésion chimiques sont beaucoup plus élevées que les forces de

cohésion physiques (jusqu'à 10^3 fois). Alors que ces dernières peuvent être détruites sous l'effet de sollicitations mécaniques, de la chaleur de façon réversible, la rupture des liaisons chimiques, plus solide, est plus difficile et irréversible. La Figure 1-1 représente schématiquement différents types de macromolécules: macromolécule linéaire non ramifiée, ramifiée, réticulée et enchevêtrée. La formation préférentielle d'une de ces configurations est liée à l'encombrement du monomère de départ, et/ou à l'ajout de réactifs qui permettent l'accrochage de chaînes latéralement au squelette de la macromolécule.

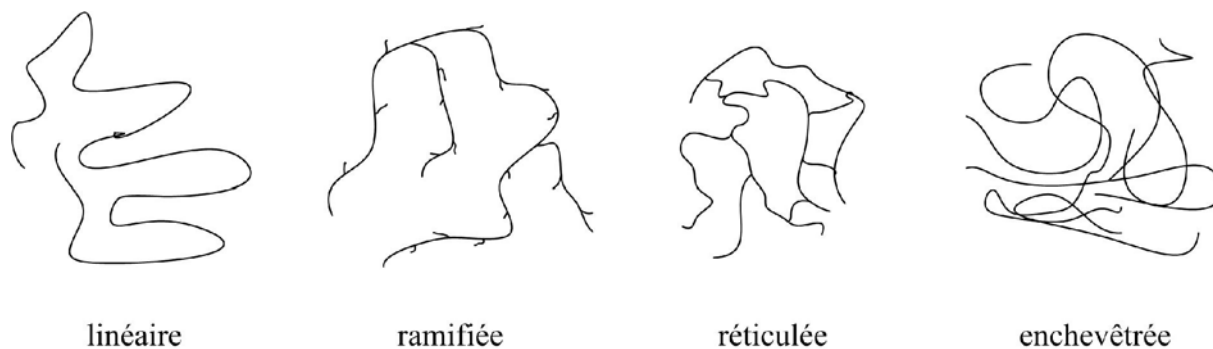


Figure 1-1. Représentation schématique de différents types de macromolécules ^[EHR 00]

La synthèse d'un polymère peut se faire de différentes manières : polymérisation radicalaire, ionique, par polycondensation ou polyaddition ^[EHR 00]. Cependant, les polymères « purs » sont fragiles, et ils peuvent subir, sous l'action de diverses sources (chaleur, humidité, lumière...) des dégradations qui se traduisent par une modification de leur structure chimique, et entraînent une altération des propriétés physiques. Lors de leur élaboration, les fabricants ajoutent donc diverses substances qui modifient et renforcent leurs propriétés : des anti-oxydants, des agents de réticulation ou d'autres additifs comme des plastifiants, des colorants, etc., en fonction des propriétés recherchées. Tous ces additifs, lors de l'élaboration du polymère, peuvent réagir avec d'autres molécules, et on retrouve dans la matrice solide des traces de ces substances, ou des produits de dégradation de celles-ci.

Il est difficile de mettre en évidence tous les types d'impuretés mais il existe bien un certain désordre dans ces matériaux. Ce désordre est purement chimique, car essentiellement dû à des résidus de synthèse du polymère. Ces impuretés peuvent également jouer un rôle important dans l'évolution du phénomène de vieillissement électrique des isolants polymères. Leur présence entraîne une modification de structure chimique, ce qui peut rendre la conduction électrique plus facile.

1.2.2.2 Structure physique

La structure physique d'un polymère définit l'architecture ou l'arrangement spatial des atomes et des groupements d'atomes dans une macromolécule, mais aussi ceux des macromolécules les unes par rapport aux autres. Ces macromolécules peuvent s'arranger en se repliant ou par rotation libre autour des axes de liaison, afin d'adopter la conformation qui demande le moins d'énergie. Le polyéthylène (PE) par exemple, possède l'une des structures les plus simples de tous les polymères. La Figure 1-2 montre la disposition spatiale des atomes dans la macromolécule de PE.

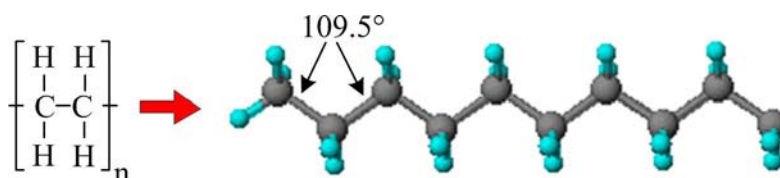


Figure 1-2. Représentation de la disposition spatiale d'une macromolécule du PE

Différents arrangements moléculaires d'un même polymère peuvent en effet conduire à des structures plus ou moins amorphes ou cristallines et mener ainsi à des propriétés différentes du matériau polymère. L'état amorphe des matériaux polymères est caractérisé par l'absence d'ordre à grande distance. L'état cristallin au contraire, se caractérise par un arrangement des macromolécules très ordonné les unes par rapport aux autres. En pratique, le polymère ne cristallise que partiellement. Il est dit semi-cristallin et comportent donc des régions cristallines dispersées au sein du matériau amorphe.

Un des modèles le plus connu qui permet de décrire l'arrangement spatial des chaînes moléculaires est le modèle des chaînes repliées. Il s'agit d'une structure composée de minces rubans de lamelles cristallines de forme régulière, d'épaisseur variant de 10 à 20 nm environ et d'une longueur de quelques 10 μm . Ces rubans, quant à eux, sont constitués de couches multiples. Il a été proposé que les chaînes moléculaires (cas de chaînes souples) de chaque ruban se replient constamment sur elles-mêmes et que les plis se forment à la surface des lamelles cristallines. La plupart des polymères volumineux cristallisent, à partir de l'état fondu, en une structure sphérolitique de diamètre d'environ 10 μm formée de ces rubans. La Figure 1-3 schématise cette structure par l'exemple de la morphologie du PE. Dans cette structure, les rubans lamellaires sont séparés par une zone amorphe où existent des molécules de liaison ou molécule pont assurant un lien entre des lamelles adjacentes. Le rôle de ces

molécules pour la tenue mécanique du matériau sous contrainte électromécanique sera mis en évidence ultérieurement.

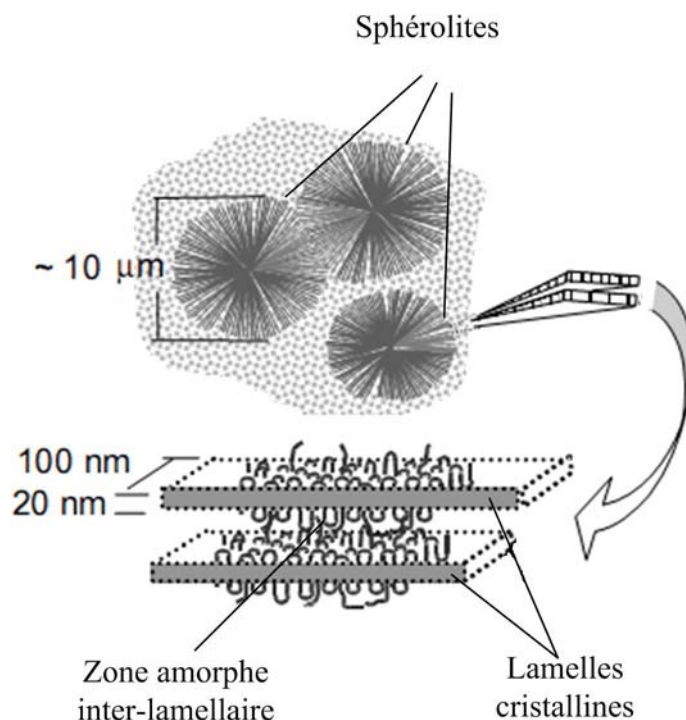


Figure 1-3. Morphologie du PE montrant des sphérolites composés de rubans cristallins – amorphes ^[10] 05]

En ce qui concerne le degré de cristallinité d'un polymère, il est fonction de la vitesse de refroidissement durant la solidification, de la chimie moléculaire et de la configuration des chaînes. Lors de la cristallisation qui suit le refroidissement sous le point de fusion, les chaînes adoptent une configuration ordonnée. La cristallisation des polymères linéaires s'effectue facilement. Les polymères ramifiés ne sont jamais très cristallins puisque les ramifications latérales gênent la cristallisation. Il est intéressant de noter que le degré de cristallinité a une certaine incidence sur les propriétés physiques des polymères. En général, les polymères semi-cristallins sont plus rigides et plus résistants aux contraintes mécanique et thermique appliquées.

La structure physique d'un polymère, comme la structure chimique, subit elle aussi un certain désordre sous les influences extérieures (champ électrique, chaleur, impuretés chimiques...), les conditions de mise en forme et les effets du vieillissement. Ces désordres qui se traduisent par une distorsion de la maille cristallographique, sont appelés désordre physique ou conformationnel.

1.3 Facteurs essentiels du vieillissement électrique des isolants polymères

La structure chimique et physique d'un isolant polymère subit un certain désordre lors de sa mise en service. Ceci est la conséquence du phénomène du vieillissement sous contraintes multiples, qui conduit à la perte de ses propriétés fonctionnelles. Le vieillissement des polymères est donc une notion très large et ce qui nous intéresse dans le cadre de cette étude est tout particulièrement le vieillissement électrique.

Le but de notre travail est donc de comprendre l'effet du vieillissement électrique des isolants polymères, particulièrement sous contraintes électromécaniques et de charge d'espace. Dans la partie qui suit, nous présenterons les différentes étapes d'un scénario de vieillissement électrique d'un isolant polymère et une brève revue des impacts des contraintes électriques. Nous détaillerons ensuite l'effet des contraintes électromécaniques et de la présence de charge d'espace, qui font l'objet de cette étude, sur le processus de vieillissement.

1.3.1 Vieillissement électrique d'un isolant polymère

Contrairement à un cristal idéal, les matériaux polymères ne conservent pas en général les propriétés initiales obtenues à la fabrication. Après un certain temps, leurs compositions chimiques et leur morphologie peuvent être modifiées. Par conséquent, la qualité de leurs propriétés diminue, la conduction électrique et les pertes diélectriques augmentent et la rigidité électrique et mécanique diminue. Le matériau est ainsi appelé vieilli et n'est plus éventuellement capable d'assurer sa fonction d'isolation suivant les standards exigés. Dans ce cas, il atteint la fin de la durée de mise en service malgré l'absence de rupture électrique. Le vieillissement est à l'origine donc d'une limite de temps effective d'exploitation des isolants polymères, même en absence d'application du champ électrique.

1.3.1.1 Scénario du vieillissement électrique

L'hypothèse de vieillissement électrique sert à expliquer la dégradation (arborescence d'eau, arborescence électrique et décharges partielles) susceptible à son tour de conduire l'isolant à sa fin de vie : la rupture diélectrique (rupture thermique, rupture électronique, rupture électromécanique). Depuis des décennies, plusieurs théories ont été développées pour tenter de décrire le vieillissement électrique, parmi lesquelles les théories bien connues de Coelho ^[COE 93], de Rowe ^[ROW 07], de Crine ^[CRI 97], de Zeller ^[ZEL 84, ZEL 88], ou de Dissado ^[DIS 97].

En se basant sur ces théories, le processus allant du vieillissement à la rupture diélectrique peut être résumé par un scénario standard présenté à la Figure 1-4.

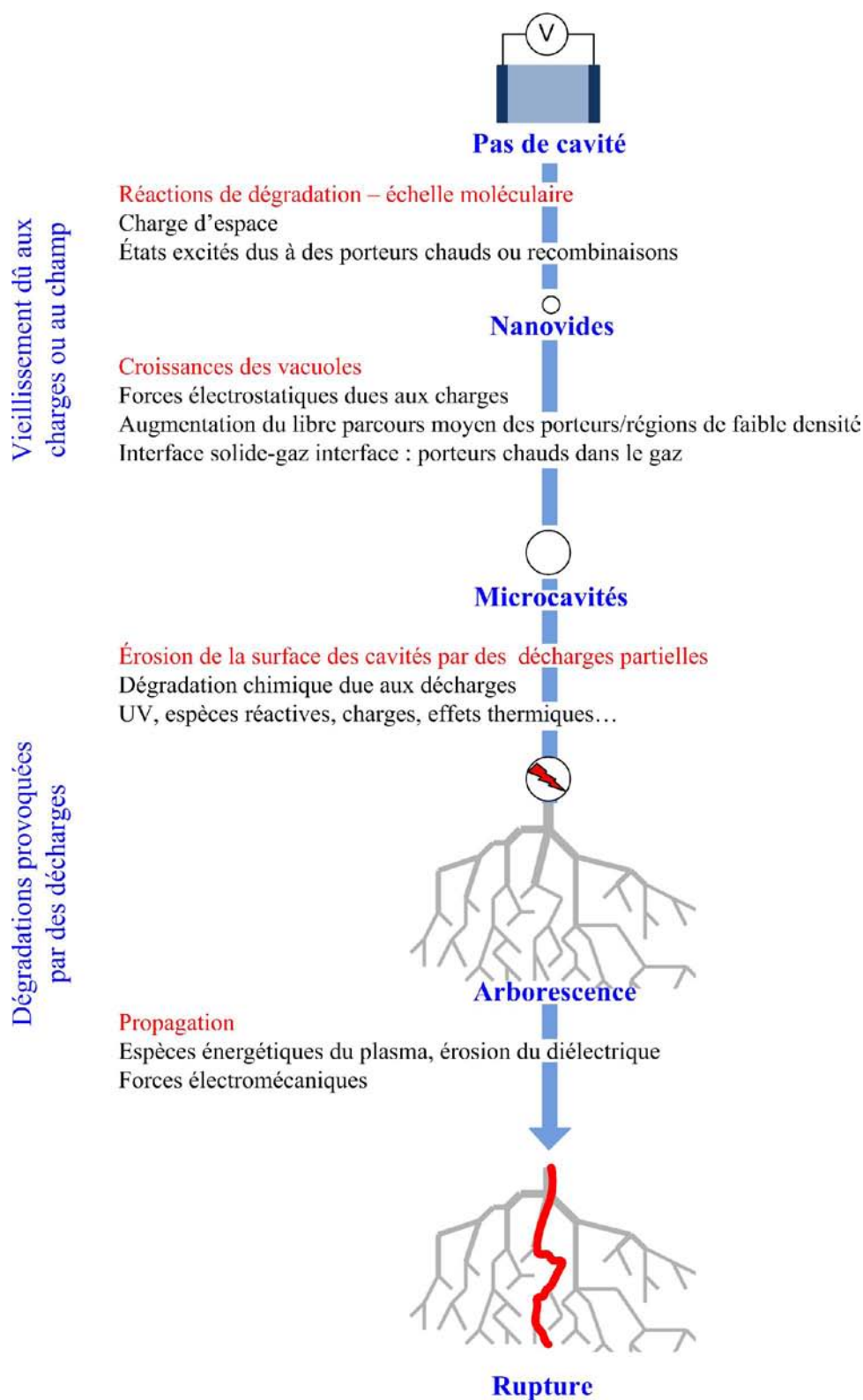


Figure 1-4. Schéma représentant le scénario standard de vieillissement ^[TEY 10]

Si la rupture est sans conteste le phénomène majeur, irréversible et très rapide (10^{-8} à 10^{-9} s pour la rupture électronique, 10^{-4} à 10^{-8} s pour la rupture thermique) qui mettra fin à tous les autres phénomènes électriques, il est tout à fait concevable que l'isolant sous l'effet du vieillissement soit dans plusieurs états que certains états en entraînent d'autres. Ainsi, ce processus à long terme dure typiquement plusieurs mois à plusieurs années. Selon le scénario standard (Figure 1-4), le vieillissement électrique qui aurait pour conséquence la création de vacuoles pourrait entraîner l'apparition de décharges partielles dans un isolant initialement parfait (sans vacuoles ou trop petites). Les électrons générés dans ces décharges ont suffisamment d'énergie pour briser des chaînes macromoléculaires sur les surfaces internes de la vacuole, ($E_e > 15\text{eV}$). Les processus de dégradation s'accompagnent de modifications de structure chimique et physique avec des conséquences sur les propriétés électriques locales. Ces phénomènes vont se cumuler et finir par constituer des segments ionisés préférentiels pour la croissance d'une arborescence électrique (par percolation) qui est la dernière phase du vieillissement électrique. Elle s'achève par une rupture électronique et/ou thermique dès que les conditions défavorables sont remplies (champ fort, instabilité thermique,...).

1.3.1.2 *Impact des contraintes électriques*

Les phénomènes cités ci-dessus sont générés sous l'application d'une contrainte électrique et ils ont une contribution directe au vieillissement électrique. Dans ce qui suit, nous rappelons les caractéristiques principales de chaque mécanisme :

- **Arborescence électrique** : les arborescences électriques sont des structures filamenteuses ramifiées constituées de microcanaux creux susceptibles de se propager sur des distances de plusieurs millimètres en volume et en sub-surface d'isolants [LAU⁹⁸]. Elles apparaissent surtout dans des régions où le champ électrique est élevé (>100 kV/mm) [TEY¹⁰] et ont pour l'origine des cavités, des aspérités métalliques ou des éléments polluants. Dissado et Fothergill [DIS⁹²] dénombrent trois sous catégories d'arborescences électriques : l'arborescence type branche, buisson et le mélange des deux : l'arborescence branche buissonnante. Une image de ces trois types d'arborescence est montrée à la Figure 1-5.

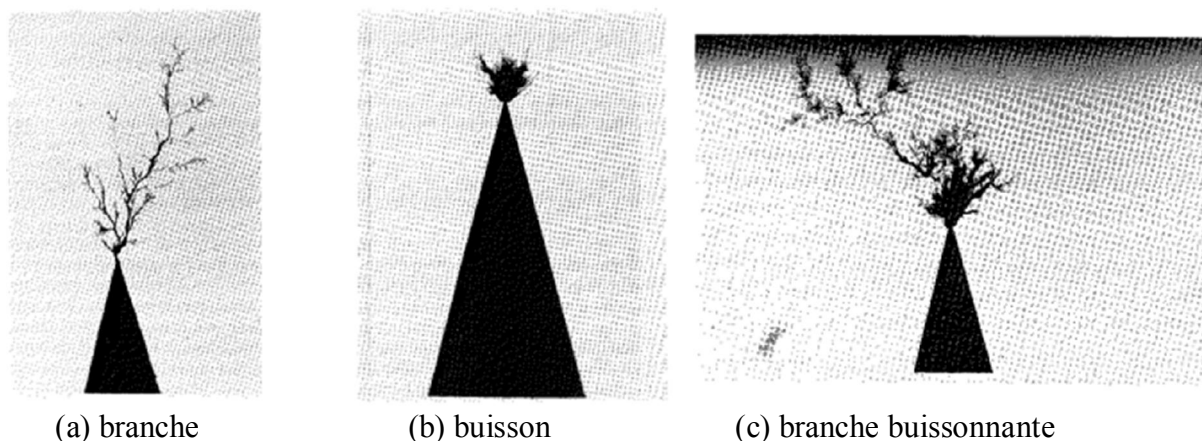


Figure 1-5. Les trois sous catégories de l'arborescence électrique ^[DIS 92]

Le développement de telles arborescences ne constitue pas un mécanisme de rupture par emballement mais participe à la dégradation progressive de l'isolant et à une augmentation de la probabilité de rupture. La propagation des arborescences ainsi que leur modélisation ont fait l'objet de nombreux travaux récents comme ceux de Dissado ^[DIS 02], Champion et al. ^[CHA 01], ou les travaux plus anciens de Laurent ^[LAU 80].

- **Décharges partielles et cavités** : un système d'isolation polymère contient typiquement des microcavités lors de la fabrication. Sous un champ appliqué, une décharge apparaît dans le gaz lorsque la cavité est suffisamment grande (quelques dizaines de micromètres aux champs et températures de service typiques ^[SER 05]). Cette décharge est dite partielle car elle ne court-circuite pas l'ensemble de l'isolation. L'extension de la décharge est limitée, soit parce que le champ électrique n'est pas suffisant pour provoquer une propagation totale, soit parce qu'elle est bloquée par un isolant de champ de claquage plus élevé ^[LEB 05].

En ce qui concerne le mécanisme de la décharge, la différence de permittivité entre le gaz et le polymère peut augmenter le champ dans le gaz, mais un électron initial est nécessaire pour amorcer la décharge. La source préférentielle des charges sont les porteurs (électrons primaires) transportés à l'intérieur du polymère par conduction et piégés comme charge d'espace à l'interface polymère – cavité. Par l'ionisation des molécules de gaz sous champ appliqué, une avalanche électronique apparaît, s'accompagnant de dégradations du matériau à travers des processus thermiques (carbonisation), chimiques (action de l'ozone ou de l'acide nitrique produits dans la décharge) et électrochimiques (bombardement par des particules

chargées). Une telle analyse du phénomène a été élaborée par Montanari, Mazzanti et Serra [MAZ 04, SER 01, SER 05] afin de construire un modèle de vieillissement dû aux décharges partielles. L'activité de décharge partielle à partir de vacuoles produit également une érosion des parois de la cavité, une croissance de la cavité et éventuellement le développement d'arborescence si les contraintes électriques sont suffisantes.

Ainsi pour s'affranchir des arborescences, il faut donc ne pas avoir de vacuoles initiatrices de décharges partielles. La question de l'origine et de la croissance éventuelle des vacuoles est donc posée : préexistence ou formation sous contrainte électromécanique. Ceci sera abordé dans la partie suivante pour souligner le rôle des contraintes électromécaniques sur le vieillissement électrique des isolants polymères.

- **Charge d'espace** : même si l'isolant ne contient pas de cavité, les phénomènes liés à l'accumulation de charges d'espace sont vraisemblablement en jeu dans le vieillissement. Il faut citer la création d'états excités par recombinaison de charges électriquement opposées ou l'impact avec la structure chimique d'une charge qui impliquerait une réactivité menant à une réorganisation de la structure chimique. Ceci pourrait conduire à la croissance et/ou à l'apparition de vacuoles. Dans le même scénario, l'accumulation de charges d'espace pourrait renforcer le champ électrique local et donner lieu à une déformation électromécanique des chaînes moléculaires en provoquant également la croissance et/ou l'apparition de vacuoles [GAL 04]. Nous détaillerons ce dernier point plus loin dans ce manuscrit.
- **Décharges de surface** : en ce qui concerne les phénomènes de surface de l'isolant, les décharges ou les contournements résultant de la pollution de celle-ci provoquent une augmentation de la conductivité de surface, et donc une diminution de la résistance superficielle.

1.3.2 Comportement des isolants polymères sous contrainte électromécanique

Comme nous l'avons vu, la vacuole est un des précurseurs du vieillissement et la majeure partie des scientifiques dans le domaine du génie électrique s'accorde à dire qu'il y a une croissance de celle-ci au cours du processus de vieillissement. Si les vacuoles n'existent pas avant la première utilisation des isolants, leur apparition pourrait résulter de contraintes de

type mécanique induites par l'application d'un champ électrique [SHI 77, STE 88, ZEL 84]. C'est pour cette raison que l'impact de contraintes électromécaniques dans le processus de dégradation des polymères préoccupe les experts depuis plusieurs décennies durant lesquelles ont été faites différentes études. Les résultats ont montré une contribution importante de ces contraintes à la rupture électrique des isolants polymères. Leur effet sur la réponse d'un matériau polymère peut être décrit de deux façons. La première approche consiste à ne considérer que la réponse macroscopique du matériau. Ce type de description concerne uniquement les phénomènes globaux et permet d'établir des lois de comportement macroscopique (tels que rupture électromécanique, par exemple). Cependant, il ne permet pas de comprendre des mécanismes dont les origines proviennent d'une autre échelle où se situent les atomes ou les molécules, éléments constitutifs du matériau. Or le comportement macroscopique résulte de l'ensemble de ces mécanismes microscopiques. D'où la nécessité de faire une étude à l'échelle microscopique de l'effet de contraintes électromécaniques.

1.3.2.1 Effet d'une contrainte électromécanique à l'échelle moléculaire

Il s'agit de la réponse morphologique de la structure du matériau polymère lors de l'application d'une contrainte électromécanique. Par leur étude, Lewis et ses collaborateurs [JON 05] ont montré que cette réponse est l'aspect fondamental du processus de vieillissement électrique qui précède la rupture. Pour ces auteurs, dans un premier temps la présence d'une contrainte électromécanique par l'application d'un champ électrique génère une réponse mécanique du polymère, qui a lieu tout d'abord à l'échelle moléculaire. Au cours du temps, elle conduit à un changement structural du matériau qui pourrait être suivi ensuite par des processus électroniques, tels qu'injection de charge, conduction, excitation ou ionisation [JON 05, CRI 05]. Bien évidemment, il existe une liaison étroite entre la nature d'un isolant polymère et ses propriétés électriques.

La structure d'un isolant semi-cristallin en général et celle du polyéthylène en particulier a été analysée par différents auteurs. Cette structure, illustrée à la Figure 1-6, est constituée de deux phases : cristalline (lamelle) et amorphe.

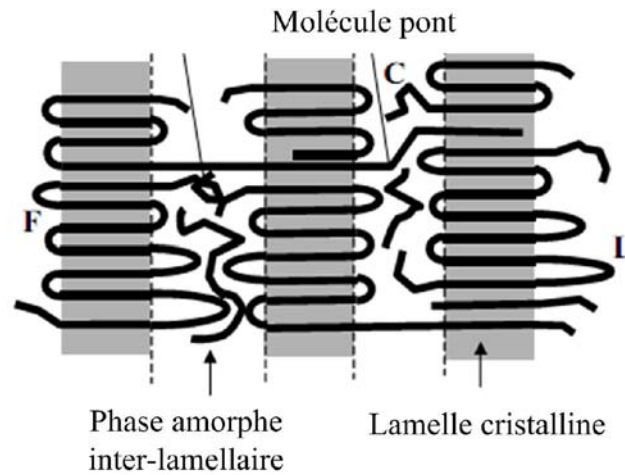


Figure 1-6. Élément morphologique du PE ^[JON 05]

Les chaînes moléculaires dans les lamelles cristallines se lient par des liaisons covalentes intermoléculaires fortes, ce qui détermine les caractéristiques des chaînes et des lamelles cristallines. En revanche, des liaisons secondaires dans la phase amorphe inter-lamellaire sont plus faibles. Par conséquent, les zones amorphes présentent une tenue mécanique relativement faible et une caractéristique ductile.

Dans cette structure, comme mentionné au paragraphe 1.2.2.2 on remarque des molécules de liaison inter-lamellaire ou encore appelées molécules ponts (Figure 1-6) qui jouent un rôle primordial pour la réponse globale du polymère par rapport à la sollicitation mécanique ^[KEI 66]. Elles sont considérées comme des éléments clé de la fracture du polymère par le contrôle de la croissance de volumes libres ou microcavités ^[LUS 83, ISH 96]. Le comportement des molécules ponts sous une contrainte de traction est illustré à la Figure 1-7.

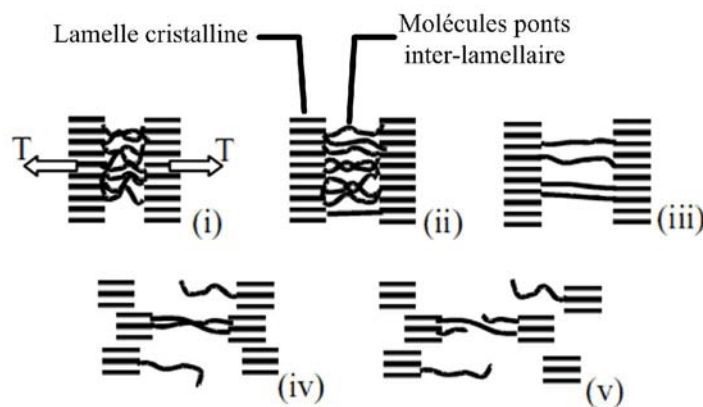


Figure 1-7. Réponse des molécules ponts sous contrainte de traction T ; (i) sous faible contrainte, (ii) et (iii) extension progressive ductile sous plus grande contrainte, (iv) et (v) interruption de tie molécules et lamelles cristallines sous la plus haute contrainte ^[JON 05]

La réponse de ces molécules ponts dépend de plusieurs paramètres : la longueur des chaînes, leur orientation par rapport à la contrainte, le degré d'enchevêtrement et la valeur de la contrainte. Sous faible contrainte mécanique, quelques extensions de molécules ponts apparaissent sous l'effet d'une relaxation β et la déformation de ces molécules est réversible. Cette réponse élastique est ensuite remplacée graduellement par un comportement irréversible pour lequel les molécules ponts ont une déformation de relaxation via un processus α . Il est nécessaire de noter que ces déformations provoquent une augmentation de la mobilité moléculaire [MAR 86, MAR 02]. Sous contrainte mécanique extrême, les molécules ponts sont extraites (la déformation de ces dernières est irréversible ou visqueuse) des lamelles, ce qui permet une augmentation du volume de la phase amorphe accompagnant une interruption et une désorganisation des lamelles. Une telle analyse a été également généralisée par Baljon et Robbins [BAL 99] qui ont montré que la conséquence de tous ces processus est la formation de microcavités.

L'influence de l'orientation de molécules ponts par rapport à la contrainte de type électromécanique a été également mise en évidence. Selon Lewis et ses collaborateurs, l'effet du champ est plus important si ce dernier agit perpendiculairement aux lamelles et aux espaces inter-lamellaires associées à la structure sphérolitique. Cet aspect est illustré sur la Figure 1-8: pour un champ ayant la direction de E, les éléments du sphérolite dans la section AA (perpendiculairement à E) sont les plus affectés par l'application du champ. Les molécules ponts seront étirées et le développement de microcavités et de fissures sera facilité. Pour une autre section comme BB, les chaînes sont peu ou pas affectées du fait que la composante perpendiculaire du champ par rapport aux chaînes est faible ou nulle [JON 05].

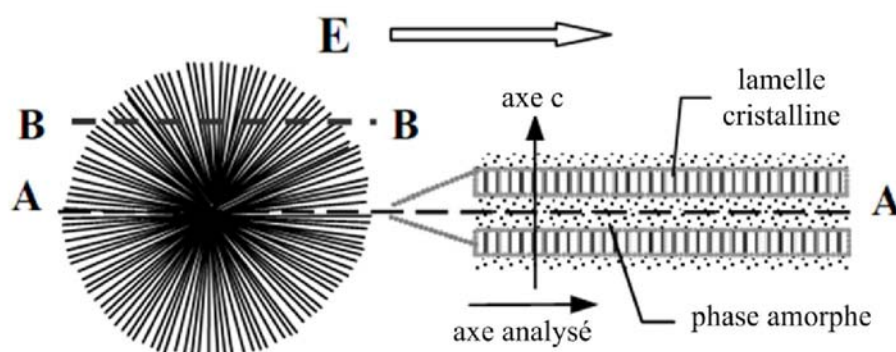


Figure 1-8. Effet de l'orientation de la contrainte générée par l'application d'un champ électrique E par rapport aux molécules ponts: section AA fortement affectée et section BB peu affectée [JON 05]

Dans un tel cas, une morphologie de plus haute cristallinité avec des chaînes plus longues peut présenter moins de tendance de séparation entre les lamelles et de développement de microcavités.

1.3.2.2 Déformation électromécanique induite

A l'échelle macroscopique, lorsqu'un champ électrique est appliqué à un isolant polymère la déformation mécanique de ce dernier apparait comme un des effets de dégradation les plus nuisibles des contraintes électromécaniques. Cette déformation est due à l'apparition d'une force électrostatique de compression impliquant une diminution de l'épaisseur du matériau (voir Figure 1-9).

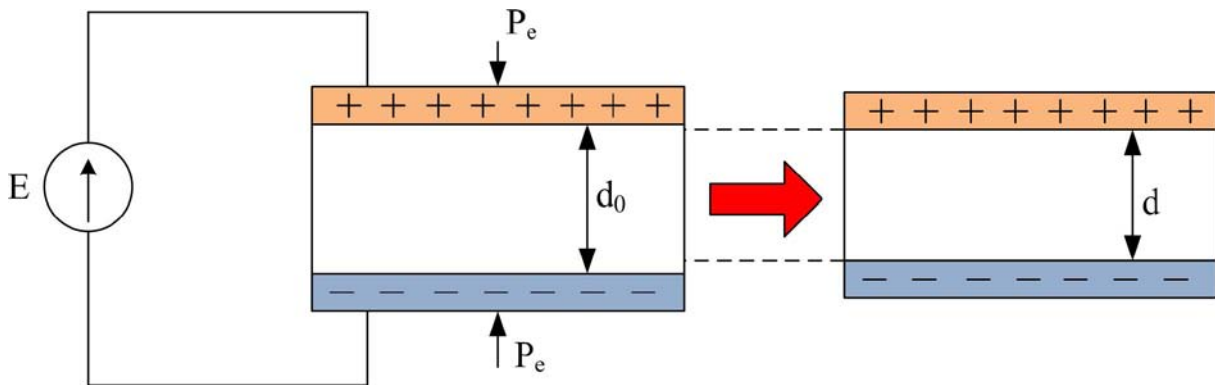


Figure 1-9. Diminution de l'épaisseur du film polymère par l'application d'un champ électrique

Cette force électrostatique est générée par l'attraction mutuelle des électrodes. Par conséquent, le champ électrique appliqué sur celui-ci devient plus important (puisque l'épaisseur est plus faible pour une même tension appliquée à l'échantillon). Il est possible de dresser les équations relatives à la force électrostatique et à la pression électrique d'un système d'électrodes planes de surface S , d'une part, et à la compressibilité du matériau de module de Young (module d'élasticité), d'autre part. A l'équilibre, la pression électrostatique – P_e qui s'exerce sur le diélectrique est compensée par sa rigidité mécanique. La relation à l'équilibre est donc :

$$P_e = P_M \quad \text{Équation (1-1)}$$

$$\frac{\epsilon_0 \epsilon_r E^2}{2} = Y \epsilon_z = Y \frac{d - d_0}{d_0}$$

où: d : épaisseur de l'échantillon

d_0 : épaisseur initiale de l'échantillon

ϵ_0, ϵ_r sont les permittivités du vide et du matériau

E est le champ électrique appliqué

L'augmentation du champ électrique due à la diminution de l'épaisseur de l'échantillon mentionnée dessus peut réduire la rigidité électrique (champ à partir duquel la rupture du matériau se déclenche) et conduire à la rupture aux temps courts. Cette hypothèse est considérée depuis de longues années dans l'étude de la rupture électrique. Les premiers travaux concernant la rigidité électrique intrinsèque des isolants polymères sont attribués à Stark et Garton ^[STA 55]. Ces auteurs ont indiqué que l'instabilité de compression électrique est capable d'entraîner une rupture électromécanique dès que le champ appliqué est suffisamment élevé. Plus tard les travaux expérimentaux de Blok et LeGrand ^[BLO 69] ont permis de mettre en évidence l'effet de la déformation mécanique lorsque des champs électriques de forte intensité sont appliqués à des polymères solides. Pour ces auteurs, les forces électromécaniques induites à champ fort (175 kV/mm pour le Poly(éthylène naphthalène 2,6- dicarboxylate) (PEN) ^[ZEG 08b], ou 160 kV/mm pour le Polyéthylène téréphthalate (PET) ^[MAM 04b]) peuvent causer une déformation locale et entraîner au final la perforation de l'éprouvette.

Etant donné que la déformation mécanique induite par le champ est une réponse macroscopique du matériau polymère, il existe une relation entre celle-ci et la structure microscopique de ce dernier. Les études récentes de Mayoux ^[MAY 01], Mamy ^[MAM 04a, MAM 04b, MAM 04c], Ahmed ^[AHM 07], Zegnini ^[ZEG 08a, ZEG 08b], Lahoud ^[LAH 09a] et Tran Anh ^[TRA 10a, TRA 11a] concernant les polymères solides sous contrainte ont permis de supposer que la formation des microcavités est lié à la déformation mécanique induite. Du point de vue microscopique, la déformation mécanique induite par le champ est perçue comme le résultat des forces électromécaniques sur les chaînes macromoléculaires. Il s'agit d'une déformation moléculaire par étirement, distorsion ou changement de distance entre chaînes voisines. Par conséquent, les propriétés électriques du matériau pourraient être également modifiées ^[CRI 05]. Cet effet est donc un des marqueurs clé de notre étude et dans le chapitre 3 nous présenterons notre technique expérimentale permettant de visualiser et de quantifier la déformation mécanique induite par un champ électrique. Cette étude nous aide à avoir une meilleure compréhension

du comportement des isolants polymères sous champ électrique d'une part et des mécanismes de vieillissement et de rupture d'autre part.

1.3.3 Charges d'espace

Un isolant parfait pourrait être défini comme un matériau présentant une parfaite pureté de telle sorte que les seules sources de charges internes soient les atomes du réseau. En réalité, il n'existe pas d'isolants parfaits. Ainsi, lorsqu'un isolant est soumis à de fortes contraintes (champ électrique élevé, irradiation, rayonnement solaire UV, efforts et frottements mécaniques importants, variation de température), il apparaît dans certaines régions de l'isolant un excès de charges électriques. Ces charges, appelées *charges d'espace*, comportent l'ensemble des charges positives ou négatives, piégées dans un isolant, ce qui inclut les charges de surface et de volume. Selon les mécanismes de génération, les charges d'espace sont classées en plusieurs types comme illustré à la Figure 1-10.

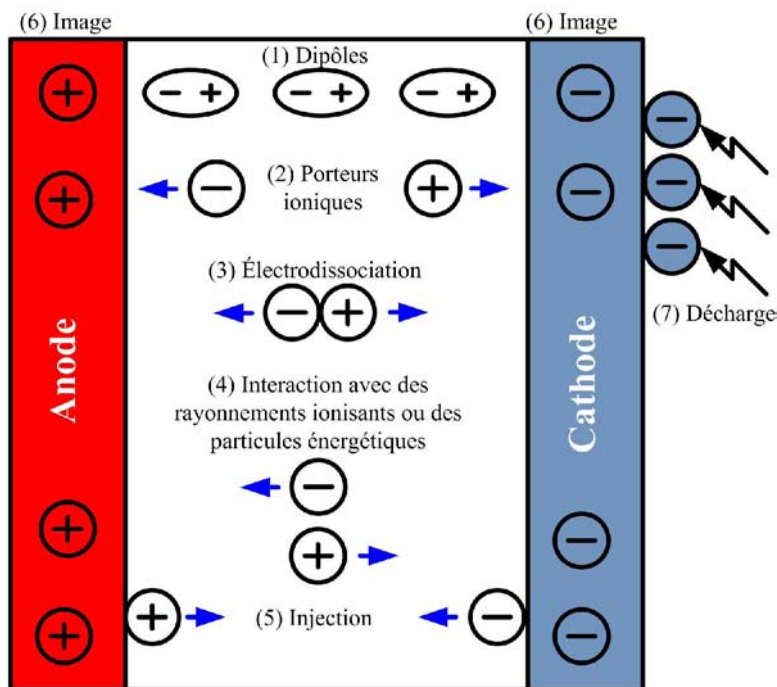


Figure 1-10. Différents mécanismes de génération des charges d'espace ^[LAU 98, GAL 04]

La génération des charges d'espace peut avoir lieu aux interfaces métal – isolant. C'est le cas d'une injection des porteurs électroniques (5) à partir d'un contact métal-isolant où l'injection d'électrons se passe à la cathode et de trous à l'anode. En effet, l'électron peut franchir la barrière métal-isolant (dressée par la différence de potentiel) par deux mécanismes différents : passage « au dessus » de la barrière par effet Schottky ^[DIS 92, SEG 00] par l'activation

thermique tandis que dans l'effet Fowler-Nordheim ^[FOW 28, SIM 71, O'DW 73], l'électron passe « à travers » la barrière de potentiel par effet tunnel. Il faut également noter que les mécanismes cités ci-dessus n'interviennent qu'en présence d'un champ électrique et/ou de la température.

De même que les porteurs électroniques (5), des porteurs ioniques (2) peuvent être générés à partir des électrodes. Ils peuvent résulter, soit de la diffusion vers l'isolant d'impuretés ionisables à partir d'électrodes non métalliques, soit de l'hydrolyse de l'eau présente sous forme de vapeur en surface des électrodes. Notons enfin que les décharges électriques, souvent inévitables dans un grand nombre de dispositifs du génie électrique, sont aussi des sources de particules chargées (7).

Les mécanismes de génération interne peuvent également conduire à l'existence de charges électroniques ou ioniques. Par électrodissociation (3), une espèce initialement neutre d'un point de vue électrique se dissocie en des espèces chargées sous l'action d'un champ électrique. Dans ce cas, les porteurs de charge résultent, soit de la dissociation de la molécule de l'isolant elle-même, soit des additifs et impuretés qui peuvent se dissocier, éventuellement suite à des réactions électrolytiques. L'interaction de l'isolant avec des rayonnements ionisants (UV, X et γ) (4), conduit à la génération des paires de charges. Les dipôles (1) sont également considérés comme les charges générées par mécanisme interne. Enfin, il existe un type de charges en réponse aux autres charges d'espace, on les nomme charges images (6).

Dès la génération, les charges d'espace ont une tendance à s'accumuler et se diriger vers des sites où elles sont susceptibles d'être piégées. La présence des celles-ci dans des zones à pièges, comme l'interface entre les phases amorphe-cristalline, peut produire un champ électrique interne très important pouvant conduire à la rupture diélectrique ou/et au vieillissement prématuré du matériau. Pour cette raison, il est important de comprendre l'effet des charges d'espace sur le champ électrique d'une part, et sur le vieillissement et la dégradation du matériau polymère d'autre part.

1.3.3.1 Charge d'espace et champ électrique

L'effet majeur de la présence de charges dans un diélectrique est la modification de la distribution interne du champ électrique. Cet aspect, illustré à la Figure 1-11, peut être décrit par une situation simple où l'on considère un film isolant d'épaisseur d et ses électrodes en supposant le problème unidimensionnel selon la direction z .

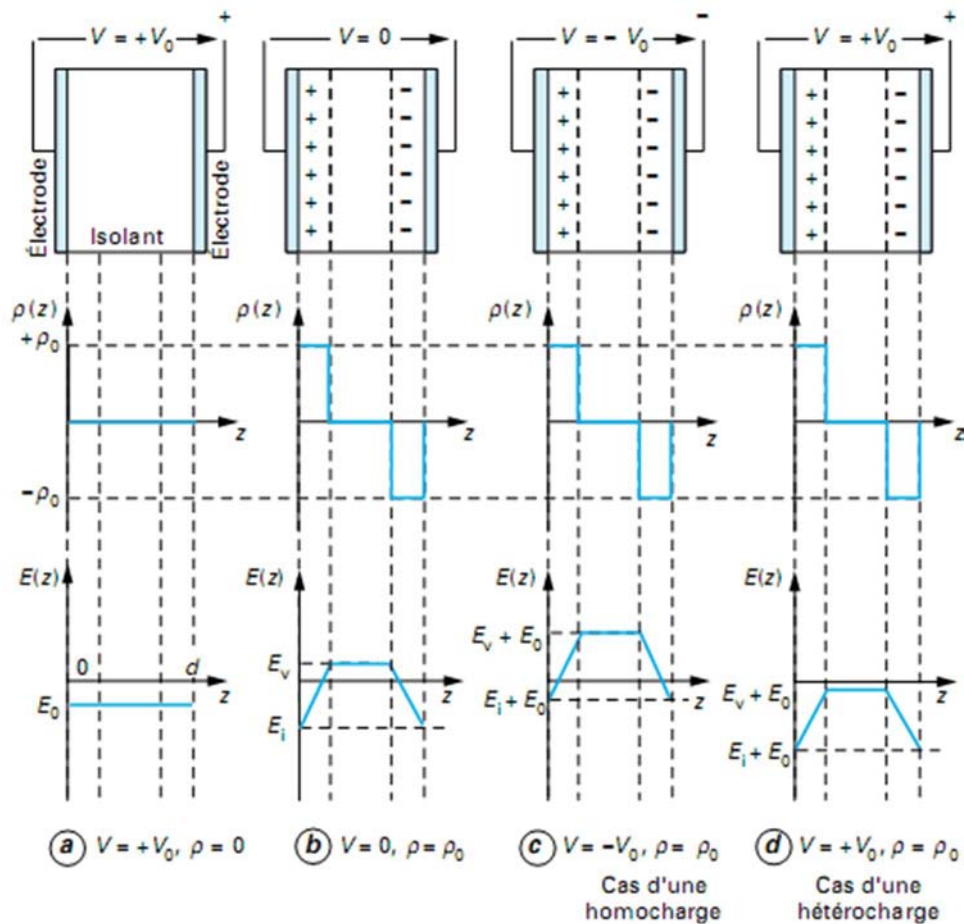


Figure 1-11. Charge d'espace et champ électrique ^[LAU 98]

En l'absence de charge $\rho(z)$ et pour un potentiel appliqué V_0 , le champ est constant en tout point et a pour valeur $E_0 = V_0/d$ (Figure 1-11a). On envisage ensuite l'existence de deux zones de charge d'espace adjacentes aux électrodes, de même épaisseur, de signes opposés et d'égale densité ρ_0 . En l'absence de tout potentiel appliqué, le champ propre de charge d'espace est obtenu comme indiqué à la Figure 1-11b.

Sous l'application d'un potentiel entre deux électrodes, on a deux types de distribution du champ électrique total selon le signe de potentiel. Lorsque l'anode est adjacente à la distribution de charge positive, on parle alors d'homocharge puisque les distributions de charge considérées ont le même signe que les électrodes adjacentes. On constate que la présence d'homocharge diminue le champ interfacial et augmente le champ volumique (Figure 1-11c). Inversement, on applique la même tension en imposant que l'anode soit adjacente à la distribution de charges négatives, on parle d'hétérocharges. La présence d'hétérocharges conduit donc à une augmentation du champ interfacial et à une diminution du

champ volumique (Figure 1-11d). A partir de cet exemple, on conçoit donc que les charges internes et leur répartition spatiale puissent fortement perturber la distribution du champ électrique.

1.3.3.2 Effet de la charge d'espace sur le vieillissement électrique

Comme nous l'avons vu, la conséquence première de la présence de charges d'espace dans le volume d'un isolant électrique est la distorsion du champ électrique appliqué. Les renforcements locaux du champ électrique peuvent être à l'origine des défauts responsables de la dégradation rapide de l'isolant telles que les décharges partielles et les arborescences. Yewen, Lewiner et Alquié ont observé que le champ appliqué peut être multiplié par un facteur 5 à 8 au voisinage des électrodes après de longues polarisations sous contrainte continue [YEW 96]. Or un champ électrique renforcé signifie une plus grande énergie des porteurs mobiles qui peuvent donc endommager la structure chimique de l'isolant.

A partir de ces considérations, il est supposé que les charges d'espace sont les responsables du vieillissement "silencieux" des isolants. Elles sont donc prises en compte dans les récents modèles de vieillissement développés par Dissado, Mazzanti et Montanari [DIS 97] ou Crine [CRI 97]. Pour Dissado et ses collègues, un matériau polymère est considéré comme constitué de sites réactionnels, chimiques ou morphologiques, soumis à une réaction locale, l'isolant arrive en fin de vie lorsqu'une quantité critique de ces sites est passée de l'état initial à l'état final. Ces états sont illustrés à la Figure 1-12. Au début, la quasi-totalité des sites est dans l'état 1 puis l'équilibre thermodynamique tend à s'établir. Si, à l'équilibre, la quantité critique de sites à l'état 2 n'est pas atteinte, l'isolant a une durée de vie qui n'est pas affectée par la contrainte. Lorsque le matériau est soumis à un champ électrique, des charges électriques sont injectées dans le matériau, se dirigent vers des sites surtout aux parois des microcavités (déjà présentes ou non dans l'isolant) formant des centres de charges d'espace. L'effet des charges d'espace dans le modèle de Dissado [DIS 97] est de deux natures :

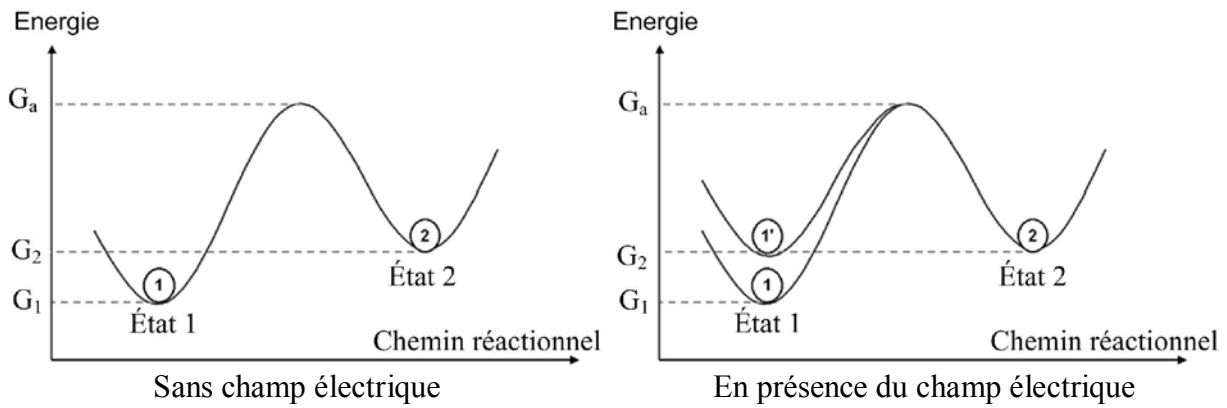


Figure 1-12. Diagramme d'énergie libre des sites réactionnels ^[DIS 97]

- l'énergie électrostatique générée par la présence des charges augmente l'énergie des sites réactionnels. Cependant, l'ensemble des états (1 et 2) est affecté par ce gain en énergie et l'équilibre n'est pas modifié. Un processus de vieillissement peut toutefois intervenir par réaction chimique avec les charges injectées tels que le phénomène des électrons chauds ^[LAU 03].
- La présence des centres de charges d'espace peut induire des énergies électromécaniques autour d'eux responsables des défauts microscopiques (fissures, vacuoles) par l'action des contraintes électromécaniques élémentaires. La dégradation des microstructures d'un isolant polymère due à la libération de cette énergie est présentée à la Figure 1-13. Par l'observation d'un échantillon PolyTétraFluoroEthylène (PTFE) lors du dépiégeage de charges, Blaise ^[BLA 95] a montré que les hautes énergies électromécaniques induites par charges d'espace peuvent endommager les liaisons chimiques des chaînes polymères.

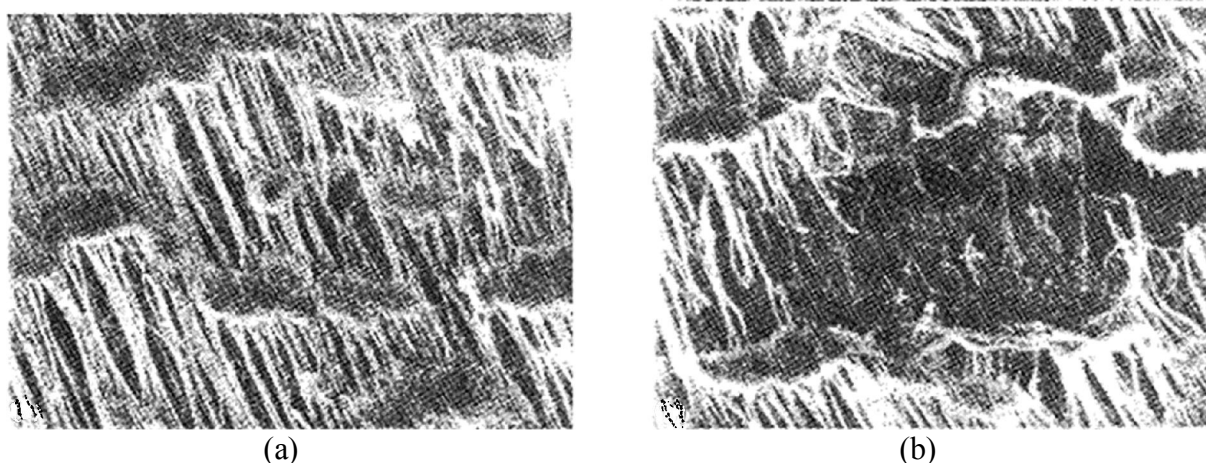


Figure 1-13. Image d'un film PTFE par Microscopie Electronique à Balayage (MEB). (a) Après l'injection de charge; (b) Dégradation des chaînes lors du dépiégeage des charges injectées ^[BLA 93]

L'énergie électromécanique mise en jeu est également un facteur clé dans les modèles de Fothergill ^[FOT 91] et Crine ^[CRI 97]. Pour conclure, les charges d'espace piégées au sein du matériau contribuent considérablement au phénomène de vieillissement du matériau polymère. L'effet des charges d'espace se traduit par la création de champs locaux élevés autour des centres de charge. Cet aspect local génère des contraintes électromécaniques qui modifient les énergies libres du matériau conduisant à l'augmentation de la vitesse de vieillissement.

1.4 Position du sujet

Les polymères ont trouvé de nombreuses applications dans le génie électrique, grâce à leurs performances d'isolation très élevées. Néanmoins, ils sont soumis, de part leur utilisation, à des champs électriques mais aussi à des contraintes thermiques et mécaniques importantes. Ces conditions d'utilisation entraînent un vieillissement du matériau qui diminue les performances d'isolation et peuvent accélérer les mécanismes précurseurs de dégradation et en particulier de la rupture diélectrique.

De nombreuses théories ont été élaborées et tentent d'analyser ce phénomène de vieillissement. Il existe deux écoles différentes : la première souligne le rôle primordial des contraintes électromécaniques qui par interaction avec la structure physique des chaînes macromoléculaires, permet l'apparition de vacuoles. La deuxième souligne le rôle prépondérant des charges d'espace en considérant que dès leur injection, les charges s'accumulent et modifient les caractéristiques physico-mécaniques du matériau.

Néanmoins, il semble que les effets nuisibles de ces deux facteurs, contrainte électromécanique et charge d'espace, n'agissent pas de manière indépendante. En effet, la relaxation de l'énergie électromécanique provoquée par l'accumulation de charges peut renforcer les contraintes appliquées sur le matériau. A l'échelle macroscopique, des premières mesures ont montré qu'il existe en fonction du champ électrique appliqué, une corrélation très intéressante entre l'évolution de la charge d'espace accumulée et les déformations mécaniques induites par le champ électrique ^[TRA 10b, TRA 10c, TRA 11b].

Nous nous proposons donc d'approfondir ces nouvelles pistes en s'intéressant à l'aspect local des phénomènes. Pour cette étude, deux dispositifs ayant une résolution latérale de l'ordre de la dizaine de micromètres, et permettant de mesurer les charges d'espace par la FLIMM (Focused Laser Intensity Modulation Method) et les déformations mécaniques induites par le champ électrique appliqué, seront associés.

L'association de ces deux techniques de mesure permettra de vérifier expérimentalement et de quantifier la corrélation entre l'accumulation locale des charges d'espace et les déformations mécaniques induites. Ceci peut représenter une importante avancée technologique dans le domaine de la maintenance des systèmes électriques, en particulier dans le domaine de la moyenne et de la haute tension. La résolution spatiale du couplage des ces deux techniques permettra aussi des analyses semblables (accumulation des charges et déformations mécaniques induites) dans le domaine de la microélectronique.

Chapitre 2

Développements expérimentaux

2.1 Introduction

Nous débuterons ce chapitre par un rappel des techniques couramment utilisées dans la mesure de charges d'espace et de déformations mécaniques planes, en évoquant les principes de ces méthodes ainsi que les avantages et les inconvénients de chacune. Parmi toutes ces techniques, la méthode FLIMM qui présente une résolution latérale très élevée (10 μm) et en profondeur (environ 1 μm) a été choisie pour la détection de charges d'espace au sein du matériau. Une méthode de corrélation d'images a été sélectionnée pour la mesure des déformations mécaniques de surface de l'échantillon.

Afin d'associer ces deux techniques de mesure, nous avons développé un banc expérimental qui permet d'effectuer à la fois la mesure de charges d'espace et la mesure de déformations mécaniques induites. La particularité de ce système est que les mesures de charge et de déformations mécaniques sont effectuées successivement sans aucune manipulation de l'échantillon. Nous présenterons ensuite en détails la méthode FLIMM et nous terminerons par la présentation du principe de la méthode de corrélation d'images.

2.2 Méthodes de mesure de charges d'espace

L'effet des charges d'espace sur la dégradation du matériau ne sont plus à démontrer et pendant ces trois dernières décennies, de nombreuses techniques non destructives de mesure de charges d'espace ont été développées. Ces techniques permettent de déterminer leur distribution spatiale et de suivre leur évolution dans le temps.

La plupart des méthodes non destructives sont basées sur la perturbation de l'équilibre du matériau. En général, une source d'excitation provoque un déplacement relatif des charges par rapport aux électrodes de mesure par déformation ou par variation de la permittivité de l'échantillon chargé. Les charges d'influence aux électrodes sont ainsi modifiées et le signal proportionnel aux charges internes apparaît sur les électrodes. Ce signal se traduit par l'apparition d'une variation de tension aux bornes de l'échantillon si la mesure est effectuée en circuit ouvert, ou d'une variation de courant si la mesure est effectuée en circuit fermé. Ainsi, la distribution de charges internes peut être obtenue à partir de cette réponse électrique. A ce jour, seule la délicate méthode de Kerr ^[COE 93], basée sur une biréfringence induite dans

l'isolant par le champ électrique des dipôles et de la charge d'espace, permet la mesure de la charge d'espace sans perturbation.

Selon la nature de la perturbation utilisée, les techniques de mesure sont classées en deux catégories :

- Les méthodes thermiques
- Les méthodes acoustiques

L'information électrique obtenue à partir de ces méthodes est similaire ^[HOL 03], et le choix d'une technique par rapport à une autre dépend des propriétés de réponse des matériaux à la contrainte appliquée. Une description détaillée de ces méthodes peut être trouvée dans la publication d'Ahmed et Srinivas ^[AHM 97].

2.2.1 Méthodes thermiques

Pour ces méthodes, la perturbation thermique peut être obtenue par différents sources :

- Un flux de chaleur par un faisceau laser : un faisceau laser pulsé pour la méthode TPM (Thermal Pulse Method ^[COL 75]) ou un laser modulé en intensité (Laser Intensity Modulation Method (LIMM) ^[LAN 81]). Ces faisceaux lasers peuvent être focalisés pour améliorer la résolution latérale, on obtient alors les techniques TPT (Thermal Pulse Tomography ^[MEL 05]) et FLIMM (Focused Laser Intensity Modulation Method ^[FRA 97, FRA 00]).
- Un échelon de température entre les électrodes en utilisant un circuit de chauffage/refroidissement (Thermal Step Method (TSM) ^[TOU 87]).

Le schéma du principe des méthodes thermiques est présenté à la Figure 2-1. En appliquant un flux de chaleur ou une variation de température à une des faces d'un échantillon, un gradient de température se crée sur son épaisseur, ce qui entraîne une dilatation non uniforme du matériau, ainsi qu'une variation locale de la permittivité. Ces modifications déplacent les charges contenues dans le volume, créant ainsi un courant dans un circuit de mesure extérieur de manière à rétablir l'équilibre perturbé entre les charges éventuelles présentes dans le volume du matériau et celles induites sur les électrodes.

Perturbation thermique

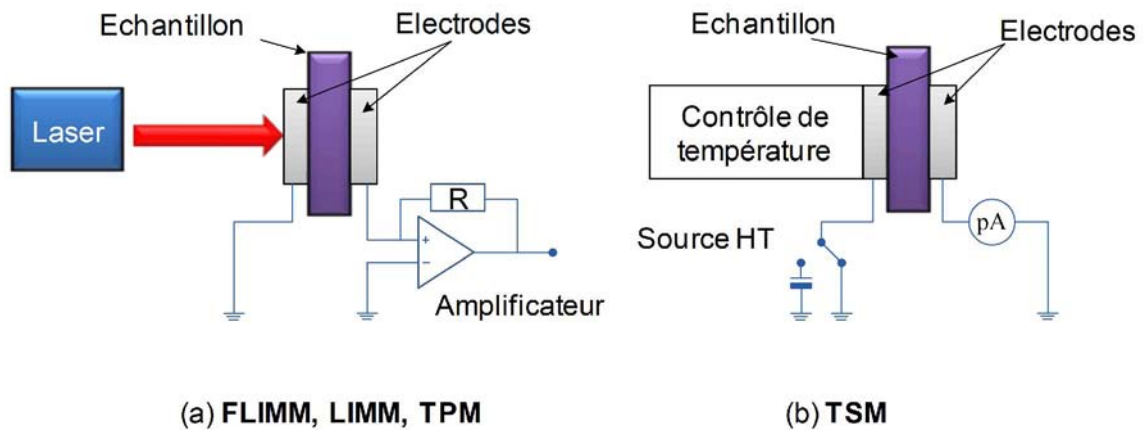


Figure 2-1. Schéma du principe des méthodes thermiques couramment utilisées

Bien que les réponses électriques (courant ou tension) soient très faibles (de l'ordre de 10^{-4} à 10^{-6} V), ces méthodes présentent les meilleures sensibilités (1 mC/m^3) grâce à un rendement du transfert thermique supérieur à ceux des transferts d'énergie d'origine mécanique^[TOU 07]. Ces méthodes présentent également une bonne résolution spatiale ($<1 \mu\text{m}$) mais cette résolution dépend des différentes configurations expérimentales et de la nature diffusive de la chaleur qui n'est pas uniforme. Les études précédentes ont décelé une grande résolution spatiale obtenue proche de la surface excitée mais elle décroît avec l'épaisseur du matériau^[LAN 91, PLO 92, BAU 93, BAU 94].

L'inconvénient de ces méthodes est que le signal mesuré doit être déconvolué par un traitement mathématique complexe pour obtenir la distribution de charges et de champ électrique dans le volume^[COL 77]. Ceci est l'argument majeur contre les méthodes thermiques. Pourtant, en ayant recours à des méthodes mathématiques comme par exemple la régularisation, il a été démontré que la distribution du champ ou le profil de charges d'espace peut être estimée correctement sans aucune équivoque^[PET 04a].

La différence entre les méthodes thermiques réside notamment sur la quantité de chaleur mise en jeu. Elle est très faible (quelques fractions de degré) dans les méthodes TPM, TPT, LIMM et FLIMM en raison de l'utilisation d'un laser de faible puissance comme source excitatrice. Ainsi le signal mesuré dans les régions éloignées de quelques dizaines de microns de l'électrode chauffée devient indétectable. En conséquence, ces méthodes sont utilisées pour l'étude de films minces. Par contre, la TSM utilise un échelon de température beaucoup plus

important ($\Delta T = 25^\circ\text{C}$) entre les électrodes durant toute la durée de la mesure, ce qui lui confère un avantage certain pour l'étude des échantillons épais.

En ce qui concerne la durée de mesure, les méthodes temporelles TPM, TPT et TSM fournissent une réponse rapide de la distribution de charges, de quelques μs pour la TPM et de quelques secondes pour la TSM. Ces techniques conviennent donc à l'étude des phénomènes qui évoluent rapidement avec le temps. En revanche, le balayage en fréquence nécessaire pour la LImm et la FLImm pour avoir une bonne résolution spatiale doit s'effectuer sur une plage importante, ceci est long et ces techniques sont donc relativement lentes et conviennent donc pour étudier des phénomènes qui évoluent peu avec le temps.

2.2.2 Méthodes acoustiques

Ces méthodes sont divisées également en deux sous catégories : celles utilisant une perturbation électrique et celles utilisant une perturbation mécanique.

2.2.2.1 Perturbation électrique

La méthode Electro-Acoustique Pulsée (Pulsed Electro-Acoustic (PEA)) qui a été développée pour la première fois dans les années 1980 par Maeno et Takada^[MAE 85, MAE 88, TAK 87]. Cette technique consiste en la détection des ondes acoustiques générées par la charge d'espace sous l'effet coulombien d'une impulsion de tension appliquée. Ces ondes acoustiques se propagent dans l'échantillon jusqu'aux électrodes et sont converties par un capteur piézoélectrique (en contact avec l'une des électrodes) en signaux électriques. Les signaux ainsi obtenus contiennent la quantité et la position des charges. Le schéma du principe de cette méthode est illustré par la Figure 2-2.

Perturbation électrique

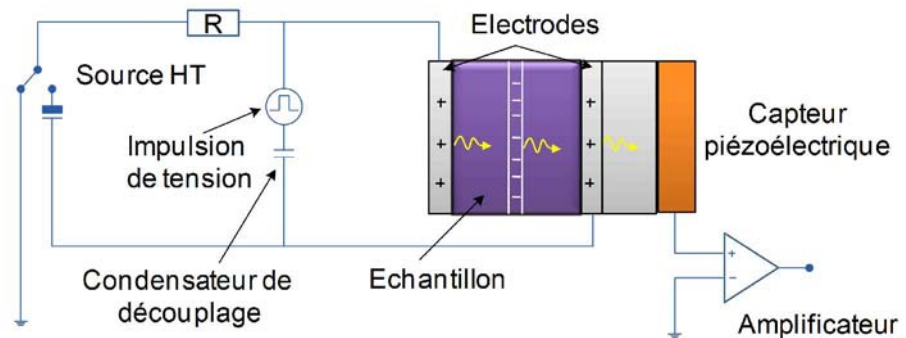


Figure 2-2. Schéma du principe de la méthode PEA

L'avantage majeur de la méthode PEA est l'utilisation d'un capteur piézoélectrique très fin ayant une large gamme de fréquence et une impulsion de tension très courte permettant d'éviter la déconvolution mathématique délicate rencontrée par les méthodes thermiques. Les signaux obtenus sont directement l'image de la distribution de charge. D'autre part, les mesures sous champ électrique élevé deviennent faisables grâce à la séparation électrique entre les électrodes et le circuit de détection sans aucun risque d'endommager l'amplificateur et les composants associés [TAK 99]. Cependant, la résolution de la méthode dépend de l'épaisseur du capteur piézoélectrique (dizaine de microns) et limite la PEA à l'étude des films épais.

De nombreux travaux ont été effectués avec cette technique apportant des améliorations importantes notamment sur la résolution en profondeur et la présentation multidimensionnelle des charges [IMA 95, MAE 01, FUK 04].

2.2.2.2 Perturbation mécanique

Ces méthodes utilisent une impulsion de pression ou un échelon de pression générés par un transducteur piézoélectrique (Pressure Wave Propagation (PWP)) ou par l'intermédiaire de l'absorption d'une impulsion ultra courte de laser de quelques nanosecondes ou quelques picosecondes (Laser Induced Pressure Pulse (LIPP)) [SES 82, ALQ 82] pour créer le déplacement des charges électriques contenues dans le volume ou situées aux interface électrodes-isolant. Il en résulte l'apparition d'un courant électrique dans le circuit extérieur pour rétablir l'équilibre perturbé par l'onde de pression. Le courant mesuré est caractéristique de la quantité de charges déplacées, de leur signe et de leur position. Le schéma du principe de la méthode LIPP est présenté à la Figure 2-3.

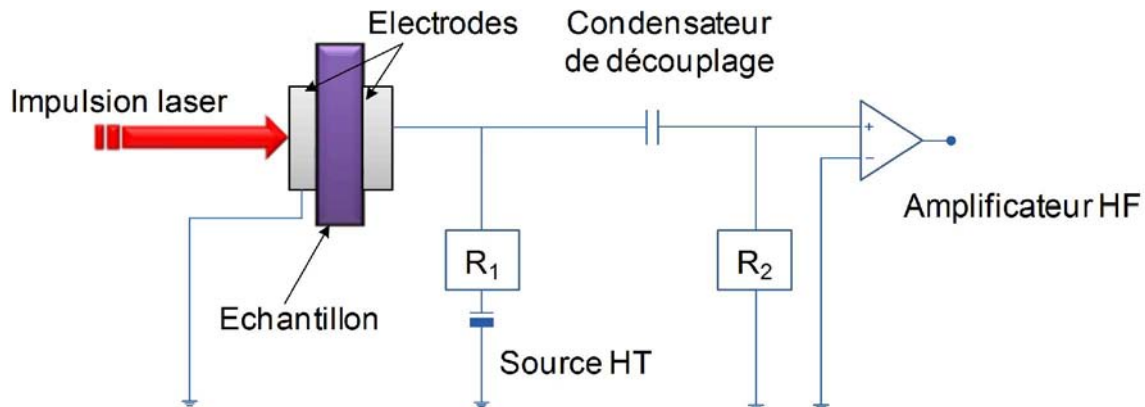


Figure 2-3. Schéma du principe de la méthode LIPP

La résolution de détection de charges de la PWP est du même ordre de grandeur que la PEA [TAK 98], alors que la LIPP possède une résolution supérieure en profondeur de l'échantillon aux autres méthodes acoustiques. Cependant, le bruit induit par le système laser réduit le rapport signal/bruit des signaux de la LIPP.

2.3 Méthodes de mesures du champ de déformations mécaniques de surface

La connaissance précise du comportement mécanique des matériaux nécessite souvent une étude des phénomènes physiques à l'échelle des hétérogénéités. En effet, le comportement global d'un matériau peut être prédit à partir de données microscopiques pertinentes par l'intermédiaire de lois d'homogénéisation. Néanmoins, la difficulté majeure d'une telle approche reste la détermination des propriétés locales. L'évaluation expérimentale des déplacements et des déformations locales peut ainsi apporter une contribution à l'amélioration de la connaissance du comportement micromécanique.

C'est dans ce contexte que de nombreuses techniques de mesure du champ de déformation doivent donc être développées pour donner accès à une évaluation quantitative des mécanismes locaux. La connaissance du champ local de déformation obtenue à l'aide de ces techniques est une information utile pour l'investigation des mécanismes microscopiques d'endommagement ou de fissuration contrôlés par l'état local.

L'avantage principal de ces techniques est de permettre d'étudier la répartition des déformations de l'échantillon sans contact avec celui-ci. Le fait que ces techniques optiques reposent sur le principe d'une mesure sans contact avec l'échantillon observé a pour but

d'éviter les interactions mécaniques de l'appareil de mesure sur la pièce, pouvant modifier sa réponse, en particulier pour les matériaux souples.

Dans la littérature, les méthodes de mesure de champ de déformation de surface sont très diverses pour des applications bien spécifiques. Elles utilisent des moyens d'investigations différentes (lumière blanche, laser, microscopie électronique ou optique,...) et leur mesure s'appuie sur des principes physiques variés (interférométrie, imagerie optique,...). On peut classer l'ensemble de ces techniques en deux grande classes : des méthodes interférométriques et celles non-interférométriques (Tableau 2-1) :

Tableau 2-1. Méthodes de mesure du champ de déformation de surface

Méthodes interférométriques	<ul style="list-style-type: none"> • Interférométrie holographique • Moiré interférométrique • Interférométrie de speckle
Méthodes non-interférométriques	<ul style="list-style-type: none"> • Méthodes de grilles • Méthodes de corrélation d'images (Digital Image Correlation (DIC))

2.3.1 Méthodes interférométriques

2.3.1.1 Interférométrie holographique

Cette méthode consiste à suivre un réseau de franges d'interférence régulier, sombres et noires apparus à la surface de l'échantillon légèrement rugueux par une lustration d'une lumière cohérente (généralement faisceau laser) [BAR 96, TU 97, STE 98, AXE 08]. Habituellement, l'interférence est effectuée par deux faisceaux d'orientations différentes par rapport à la normale à la surface qui sont issus d'un même laser par séparation avec une lentille semi-réfléchissante, les angles d'incidence des ces deux faisceaux étant opposés. Les déplacements dans le plan d'observation sont donc déterminés par l'évolution de l'interférogramme. Il est à noter que la détection des déplacements hors-plan (troisième dimension) est possible par l'ajout d'un troisième faisceau.

Les franges d'interférences peuvent être visualisées par une plaque holographique comme illustré à la Figure 2-4. L'analyse des franges, en traitant la phase ou en utilisant les transformées de Fourier rapide, permet ensuite une étude quantitative du champ de déplacement et de déformation. Néanmoins, la difficulté dans cette technique réside dans la

séparation des composantes de déplacement dans la surface d'observation avec ceux hors-plan. La précision de mesure des déplacements par l'interférométrie holographique peut atteindre $0,25 \mu\text{m}$. La taille de la zone observée varie de quelques centimètres carrés à 1 ou 2 m^2 . Pour les cas extrêmes, l'utilisation d'un laser plus puissant est nécessaire. Ces méthodes sont utilisées pour les études des structures de taille importante dans les secteurs industriels comme l'automobile ou l'aéronautique par exemple.

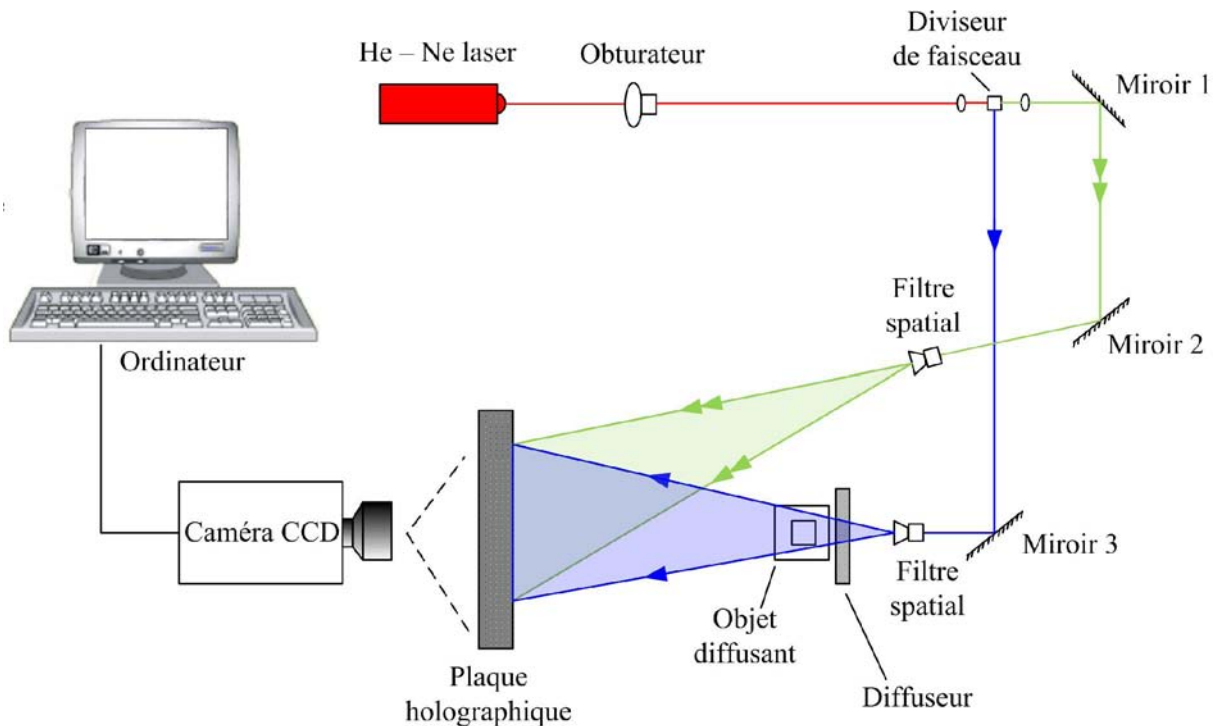


Figure 2-4. Schéma expérimental de l'interférométrie holographie

2.3.1.2 Moiré interférométrique

Le moiré interférométrique ^[POS 94, KIS 00] et l'interférométrie holographique sont des techniques voisines. Il repose sur le phénomène de diffraction d'une onde lumineuse monochromatique par un réseau de pas régulier p_0 . Ce réseau, déposé à la surface de l'échantillon à étudier, est éclairé par deux faisceaux avec les angles incidents opposés. En absence de déformation, l'ordre de diffraction du premier faisceau est confondu avec l'ordre de diffraction du deuxième faisceau (Figure 2-5a).

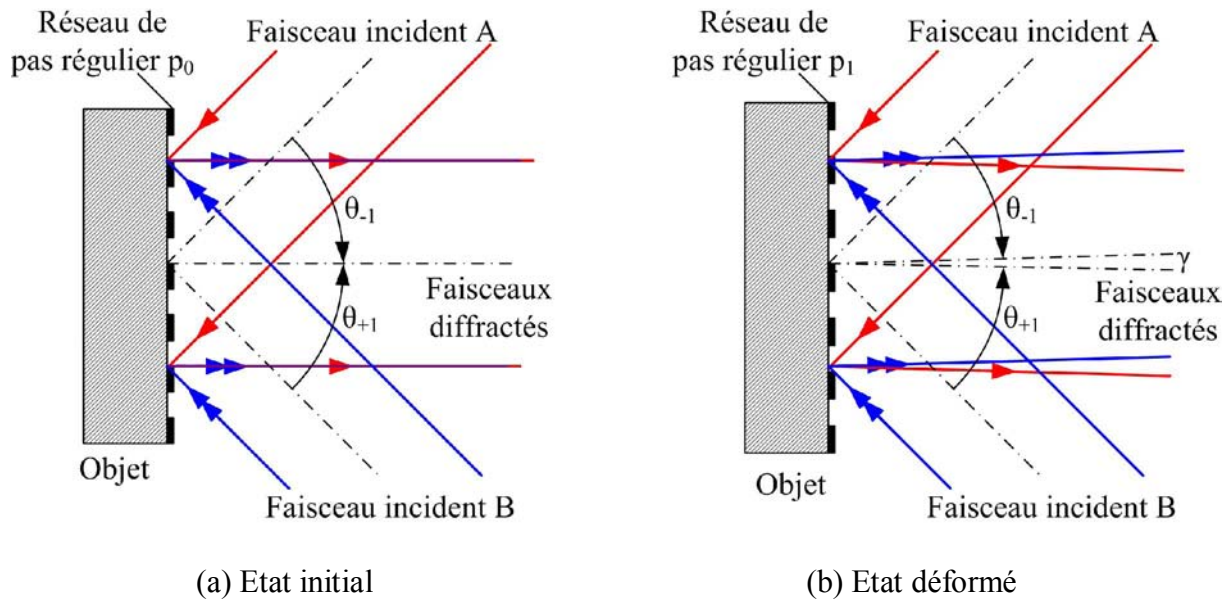


Figure 2-5. Schéma de principe du moiré interférométrique

Lorsque l'échantillon se déforme, le pas du réseau de diffraction se modifie rompant la symétrie précédente : les faisceaux diffractés ne se superposent plus parfaitement mais forment un angle γ entre eux (Figure 2-5b). Il y aura donc apparition de franges d'interférence et les interfranges peuvent être visualisés en plaçant un écran parallèle à la surface étudiée sur le trajet des faisceaux diffractés. La mesure de déplacement ou de déformation se fera par dépouillement « manuel » ou utilisation d'algorithmes de démodulation de phase.

La résolution spatiale en déplacement de cette technique est étroitement liée au pas du réseau déposé sur l'échantillon (celui-ci pouvant descendre jusqu'à 200 nm ^[KIS 00]) et à l'algorithme de démodulation de phase. Concernant le secteur d'application, le moiré interférométrique a été utilisé dans les applications micrométriques pour détecter les hétérogénéités de déformation de polycristaux dans le domaine plastique ^[QIN 96, NIC 02, LAB 05].

2.3.1.3 Interférométrie de speckle

L'interférométrie de speckle ou TV holographie ou bien encore ESPI (Electronic Speckle Pattern Interferometry) ^[LUC 97, GÜL 01, HIN 07, AXE 08] selon la désignation anglaise a été inventée dans les années 1970 pour pallier les insuffisances de l'holographie dans le domaine de l'interférométrie.

La différence de celle-ci par rapport à l'interférométrie holographique classique est que le réseau des franges crée par l'interférence des différents faisceaux réfléchis n'est plus

régulier comme dans le cas de l'interférence d'un nombre fini et faible d'ondes (deux ou trois par exemple) mais au contraire un motif aléatoire d'intensité lumineuse. On appelle ces motifs « speckle » ou phénomène de granularité laser. De plus, contrairement à l'interférométrie holographique, l'interférométrie de speckle permet l'utilisation de caméras CCD pour calculer et visualiser le champ des déplacements de la surface d'un objet diffusant au lieu d'une plaque holographique.

Le champ des déplacements est calculé par comparaison des figures de speckle interférentes à l'état initial et à l'état déformé. En absence de déplacement, des figures de speckle sont superposées à la surface de l'objet. En présence d'un déplacement dans le plan Δx , des figures de speckle se décalent de la même quantité. Le montage pour mesurer les déplacements dans le plan est illustré à la Figure 2-6.

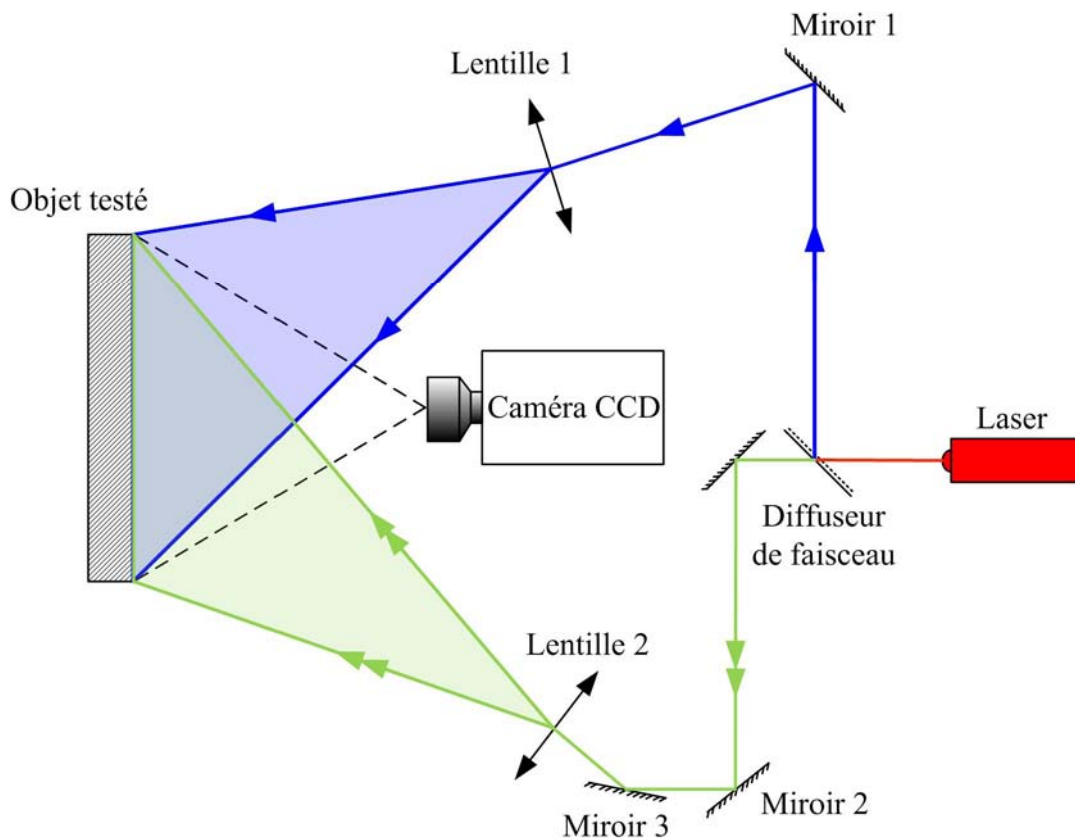


Figure 2-6. Configuration de l'interférométrie de speckle pour mesurer des déplacements plans

Le principal avantage de cette méthode est qu'elle permet d'avoir accès aux trois composantes du déplacement d'une surface, ce que peu de méthodes proposent et que la préparation de la surface est souvent simple. La résolution spatiale en déplacement dépend essentiellement de la taille du grain de speckle (donc de la longueur d'onde de la lumière et de

la taille caractéristique des discontinuités de la surface étudiée) ainsi que de l'ouverture optique du système d'acquisition. On peut trouver ainsi une étude du mécanisme de rupture des films fins avec une résolution en déplacement de $0,3 \mu\text{m}$ [LI 05]. Cette technique est très adaptée aux applications industrielles (appareils plus compacts et facilement transportables, coûts plus faibles, traitement numérique des données en temps quasi réel ...).

2.3.2 Méthodes non-interférométriques

2.3.2.1 Méthode de grilles

La méthode de grille [SIR 91, GOL 95] fait partie des méthodes d'analyse d'images et est une des plus anciennes méthodes d'analyse de déformation. Cette méthode utilise un certain nombre de repères disposés régulièrement à la surface de l'échantillon que l'on appelle grille. Son principe consiste à suivre le déplacement de ces repères par photographie entre les configurations avant et après déformation. Par un traitement d'images, les déplacements des repères sont calculés et la déformation est déduite par différentiation numérique de déplacements obtenus.

Les grilles sont constituées de motifs identiques répartis régulièrement sur toute la surface à analyser. Le suivi des repères est plus facile pour des motifs simples comme les grilles de lignes, de points ou de lignes cerclées (Figure 2-7). Ces grilles peuvent être déposées chimiquement à la surface de l'échantillon ou par un dépôt mécanique.

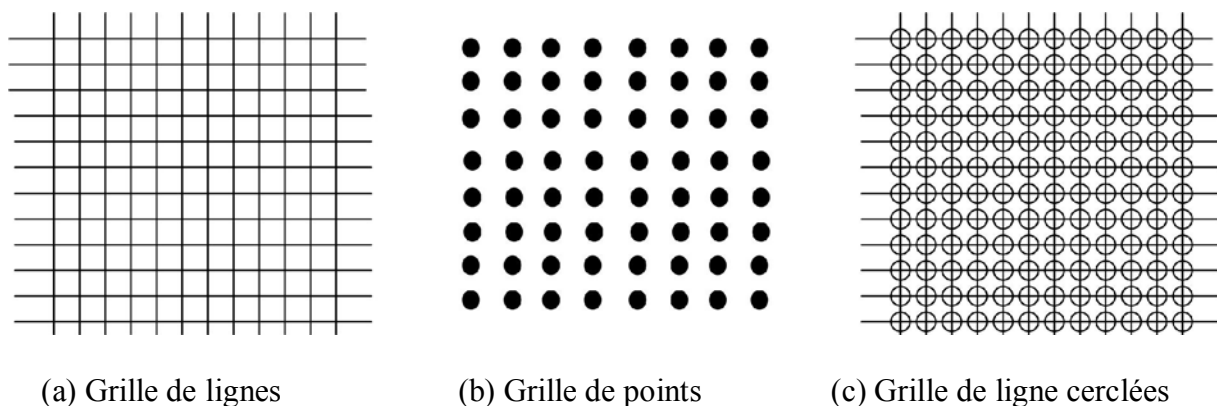


Figure 2-7. Différents motifs de grilles

Quelle que soit la nature de dépôt, il doit fournir un contraste suffisant détectable par le système d'observation. De plus, il faut adapter ce marquage aux types de sollicitations que doit subir l'échantillon. En particulier pour des essais thermomécaniques comme la mesure

des coefficients d'expansion thermique des matériaux, il faut choisir un marquage qui ne disparaît pas sous l'action de la chaleur. Par la simplicité de son développement et de son utilisation, cette technique est applicable à toutes les échelles et avec de nombreux moyens d'observation, de l'évaluation macroscopique manuelle pour l'emboutissage des alliages minces à la mesure microscopique du champ local de déformation locale par microscope électronique à balayage (MEB).

2.3.2.2 Méthode de corrélation d'images

La méthode de corrélation d'images ou Digital Image Correlation (DIC) est plus récente que la méthode de grille. Pourtant son application dans la mécanique solide expérimentale est plus importante et elle est largement acceptée comme un outil flexible et puissant pour la mesure du champ de déformation de surface. Développée initialement par un groupe de scientifiques de l'université South Carolina dans les années 1980 [PET 81, PET 83, CHU 85, SUT 86, RAS 00, SCH 03], cette méthode a atteint un niveau de développement important et actuellement les améliorations sont rares, excepté les développements concernant le passage d'une mesure plane à une évaluation tridimensionnelle.

Le principe de cette technique consiste à comparer deux images enregistrées par caméra CCD à l'état initial et à l'état déformé. Cette comparaison nécessite l'existence d'un grand nombre de détails locaux à la surface de l'échantillon analysé. Pour cela, on utilise des motifs aléatoires appelés des granules ou « speckle » de nature variée :

- Un speckle de granularité laser par l'éclairage de la surface de l'échantillon par une lumière cohérente (laser) (ce qui est peu utilisé);
- Un dépôt de peinture projetée formant des speckles distribués aléatoirement à la surface de la pièce étudiée;
- La surface elle-même non préparée à condition qu'elle soit suffisamment texturée et qu'elle puisse être mise en évidence par la méthode d'imagerie retenue.

Ces speckles doivent fournir un contraste qui est utilisé ensuite pour la corrélation. La comparaison des deux images s'effectue à l'aide d'une fonction de corrélation qui permet la reconnaissance des points homologues les uns par rapport aux autres sur un voisinage autour de ces points. Le critère de corrélation est basé sur l'intensité lumineuse, ou bien encore le niveau de gris des motifs aléatoires. On peut ainsi déterminer les déplacements des points de

marquage comme illustré à la Figure 2-8. Notons qu'une fois les coordonnées des points homologues trouvées, la démarche est identique à celle de la technique de grille. Les déplacements sont trouvés par différence et les déformations locales sont déduites par différentiation numérique.

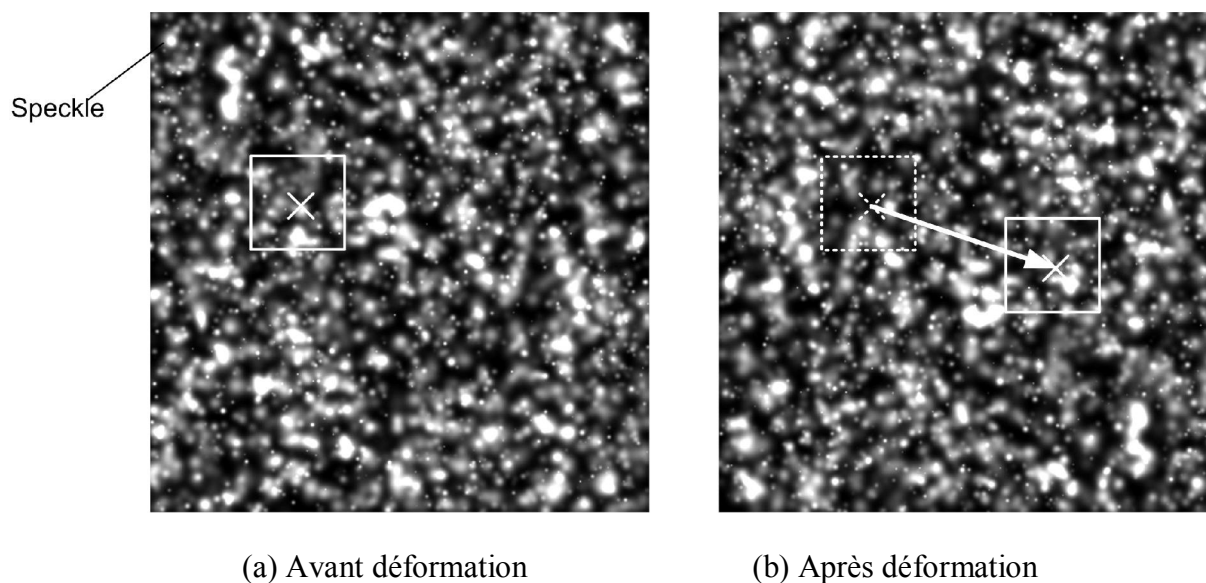


Figure 2-8. Motif repéré après la déformation par corrélation d'images

L'avantage de la méthode de corrélation d'images est que son principe peut être étendu à l'étude des déplacements 3D d'une surface (stéréocorrélation avec l'utilisation de deux caméras par exemple) voire de la cinématique dans le volume d'un matériau (par exemple à l'aide d'une mesure en tomographie). Concernant l'échelle d'étude, la résolution de la méthode dépend du système d'observation (limité par résolution optique) ainsi que des paramètres de corrélation. On peut trouver les applications à l'échelle microscopique lorsque les images sont acquises par une caméra CCD via un microscope optique. On trouve également un grand nombre d'applications submicrométriques pour lesquelles la texture rugueuse de la surface est utilisée comme motif aléatoire. Les images sont alors obtenues par microscope électronique à balayage ^[VOG 02, KNA 03] ou, pour une résolution encore plus fine, par microscopie en champ proche ^[VOG 02, KNA 03, VEN 98a, VEN 98b, CHE 05, CHO 07]. La résolution en déplacement est alors de l'ordre de quelques nanomètres (pour un champ d'une centaine de micromètres carrés par exemple). La technique, même à cette échelle, peut être appliquée à la mesure de déplacements 3D de surfaces ^[VEN 98c]. Ceci prouve que cette technique est adaptable à différentes échelles d'observation.

2.4 Description du banc de mesure

Comme mentionné au premier chapitre, notre objectif d'étude est de mieux comprendre la corrélation entre les charges d'espace accumulées et les déformations mécaniques induites par un champ électrique dans des isolants polymères solides. Afin de réaliser cette étude, nous avons mise en place un banc expérimental original permettant la mesure des charges d'espace et celle des déformations mécaniques induites. Nous avons donc sélectionné parmi les méthodes présentes celles qui sont compatibles.

Parmi les méthodes de mesure de charges d'espace, les méthodes utilisant des perturbations acoustiques ne sont pas applicables dans notre étude puisqu'elles ne conviennent qu'à des films épais ($> 50 \mu\text{m}$ d'épaisseur, tandis que nous nous intéressons plutôt aux films minces de 25 à $50 \mu\text{m}$). De plus la déformation mécanique de la surface des films en présence de charges d'espace est éventuellement liée à des interactions entre elles près de la surface. Ceci exige des méthodes de mesure de charge d'espace qui possèdent une bonne résolution spatiale près de la surface plutôt que dans le volume.

Les méthodes thermiques qui présentent une bonne résolution spatiale près de la surface ($< 1 \mu\text{m}$) sont ainsi plus convenables. Parmi elles, seul la technique FLIMM ayant la possibilité de réaliser les cartographies multidimensionnelles de charges d'espace avec une très bonne résolution latérale (de l'ordre de $10 \mu\text{m}$) ^[PHA 09a, PET 09] a été choisie pour notre étude. Cette possibilité de cartographie que permet la FLIMM est très importante et permettra de montrer la corrélation entre zone d'accumulation de charges d'espace et zone locale de déformations mécaniques.

Quant aux méthodes de mesure du champ local de déplacement et de déformation des films polymères minces, les techniques mentionnées précédentes présentent de fortes résolutions spatiales. Concernant les méthodes interférométriques, elles ne sont pas applicables dans notre contexte et elles sont très délicates à mettre en œuvre du fait de leur nature interférométrique d'une part (nécessitant donc une isolation vibratoire sur table optique ce qui réduit les possibilités d'essais mécaniques en termes de dimensions d'éprouvette et de complexité du dispositif d'essai) et du fait de la complexité du montage optique d'autre part (nombreux miroirs positionnés de façon très précise). De plus, le moiré interférométrique exige un dépôt d'un réseau de grille souvent très coûteux et difficile à réaliser pour avoir un nombre de ligne suffisant au niveau micrométrique.

Les méthodes non-interférométriques sont ainsi les techniques les plus appropriées à la mesure des déformations locales dont les conditions expérimentales exigées sont moins rigoureuses. Parmi elles, la méthode de grilles tombe néanmoins peu à peu en désuétude à cause de leur manque de fiabilité pour une utilisation automatique et de son imprécision trop importante face aux exigences actuelles. De plus la mesure locale est limitée par le pas des grilles qui ne permet pas une évaluation des déformations sur une dimension plus faible, ainsi que le risque d'endommagement des repères sous sollicitations thermiques ou mécaniques très importantes.

Pour toutes ces raisons, nous avons donc choisi la méthode de corrélation d'images pour notre étude grâce à ses avantages très intéressants :

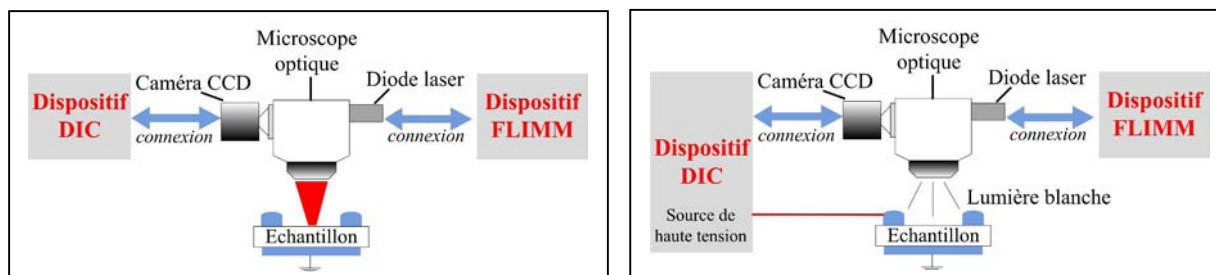
- les matériels et le montage expérimental est simple et compatible avec la mesure de charge d'espace par la FLIMM.
- une bonne résolution spatiale de l'échelle micrométrique à nanométrique. En particulier, la détermination des déformations est plus locale, car elle n'est pas limitée par le pas entre les points. Avec l'utilisation d'une grille à pas constant, la corrélation s'effectue sur un domaine dont la taille est inférieure au pas.
- la surface de l'échantillon ne doit pas être préparée à condition de posséder suffisamment de contraste.

A partir des méthodes compatibles choisies, nous avons développé un banc de mesure original permettant d'effectuer successivement la mesure de charges d'espace et la mesure de déformations mécaniques. La photographie de ce banc de mesure est représentée sur la Figure 2-9.



Figure 2-9. Banc de mesure

La particularité de notre système est associée au fait qu'il nous permet de réaliser les deux mesures consécutives sans manipuler l'échantillon. Ceci réside dans l'utilisation d'un microscope optique Axio Scope A1 (fourni par ZEISS) qui permet de focaliser le faisceau laser pour la mesure de charge d'espace ou d'observer la surface de l'échantillon pour la mesure des déformations mécaniques induites. La modification entre les configurations de mesure est effectuée grâce à un miroir basculant situé à l'arrière du microscope. L'échantillon, est quant à lui placé entre deux électrodes au sein d'une cellule dont l'électrode supérieure est percée d'un trou de 9 mm afin de pouvoir observer la surface de l'échantillon et l'irradier par le faisceau laser. Le fonctionnement de chaque mode de mesure est illustré à la Figure 2-10.



(a) Mode FLIMM

(b) Mode DIC

Figure 2-10. Schéma de mesure en FLIMM et en DIC

2.5 La technique FLIMM

La technique FLIMM basée sur la LIMM a été mise en œuvre par J.L. Franceschi et ses collaborateurs dans notre équipe depuis 1997 [FRA 97, FRA 00], et a fait l'objet d'améliorations importantes au travers des travaux de quatre thèses de doctorat [HAA 97, BIE 01, PET 04a, PHA 09a]. Cette technique est née pour répondre à l'étude ponctuelle de charges d'espace et permet donc de réaliser de cartographies 3D de charges d'espace ou de polarisation grâce à la focalisation du faisceau laser avec une résolution latérale de l'ordre de $10\mu\text{m}$ et une résolution spatiale dans le volume inférieur à $1\mu\text{m}$.

2.5.1 Principe de la méthode FLIMM

La méthode FLIMM, fait partie des méthodes thermiques et consiste à irradier la surface de l'échantillon par un faisceau laser modulé en intensité et focalisé à la surface de l'échantillon afin de créer un gradient thermique non uniforme à l'intérieur de l'échantillon (voir Figure 2-11). Cette onde thermique modifie la permittivité du matériau et engendre une variation des charges d'influence créées par des charges internes sur les électrodes de l'échantillon. Sous condition de court-circuit, la variation des charges d'influence génère un courant pyroélectrique (de l'ordre de pA) qui contient l'information sur la distribution de charges d'espace interne du matériau.

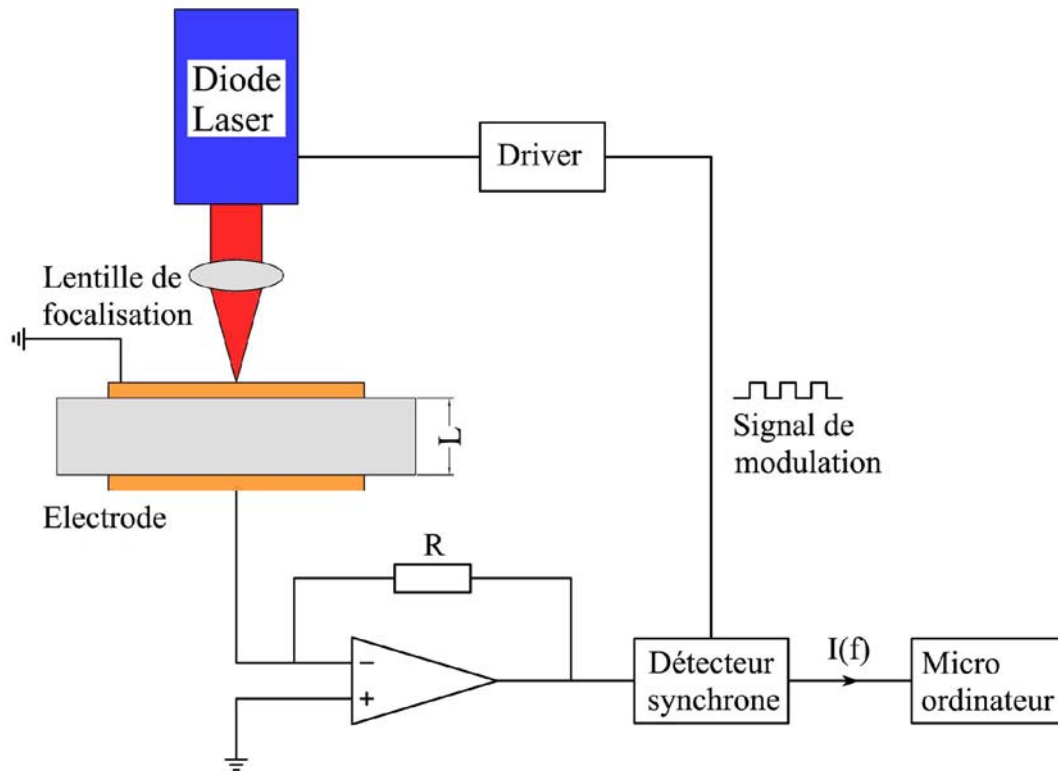


Figure 2-11. Schéma de principe de la FLIMM ^[PHA 09]

Ce courant pyroélectrique est amplifié et converti en tension par un préamplificateur de transconductance faible bruit pour l'amener à un niveau convenable à traiter. La tension issue de ce préamplificateur est extraite du bruit par un détecteur synchrone qui fournit la partie réelle et la partie imaginaire du signal. Une déconvolution mathématique permet ensuite de déterminer les profils de charges d'espace ou de polarisation. Toute la démarche de la mesure comme la modulation de fréquence du faisceau laser, l'acquisition du signal et la position du faisceau laser par rapport à la surface de l'échantillon est automatisée et gérée par un ordinateur.

2.5.2 Eléments de la chaîne de mesure

Les éléments utilisés en FLIMM sont représentés sur la Figure 2-12. Le faisceau laser issu de la diode est modulé en intensité par l'intermédiaire d'un générateur BF dans une gamme de fréquence allant de 10 Hz à 100 kHz. Le driver de diode détermine donc les caractéristiques du faisceau incident tel que son intensité, son type de modulation et sa puissance. La puissance du faisceau laser dépend également du système optique utilisé, c'est-à-dire des objectifs utilisés. L'amplitude du signal pyroélectrique, ainsi que la résolution spatiale et latérale sont directement liées aux caractéristiques du faisceau. La diode

actuellement utilisée (PMT45) donne une puissance de sortie de 45mW et peut être modulée par un signal TTL jusqu'à la fréquence de 20 MHz.

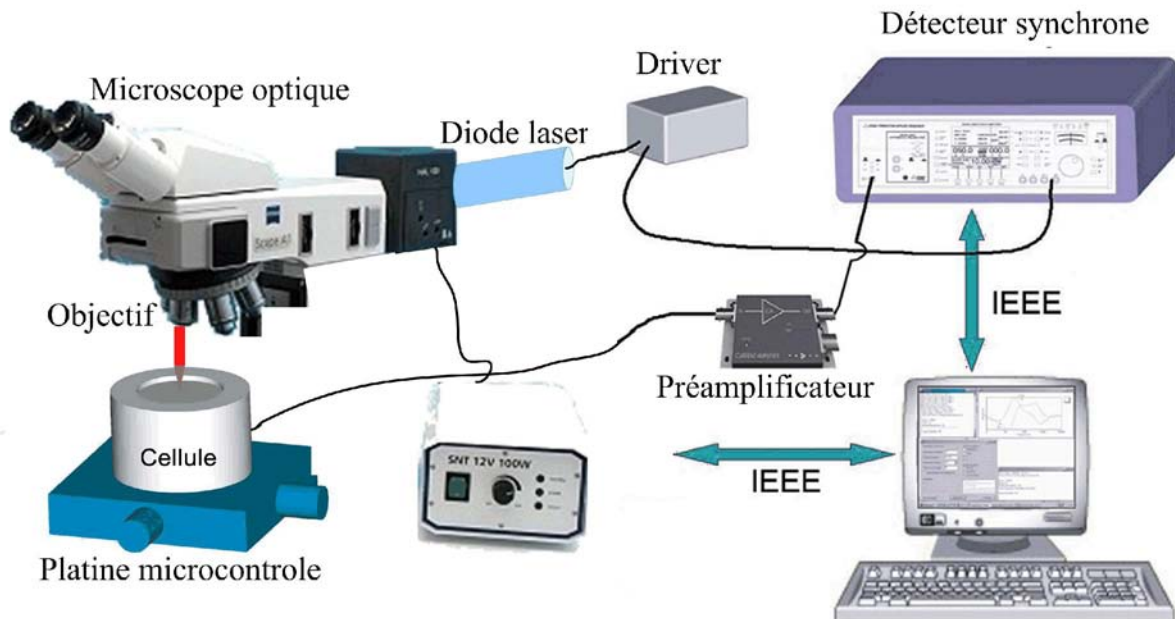


Figure 2-12. Schéma du banc de mesure de la FLIMM

La focalisation du faisceau laser est réglée et effectuée par le système optique constitué d'un microscope et ses objectifs (deux objectifs ZEISS EC Epilan Neofluar avec les grossissements 5 et 20, respectivement). La résolution latérale est liée étroitement au diamètre du spot de focalisation.

Afin de réaliser des cartographies multidimensionnelles de charges ou de polarisation, des platines microcontrôle permettent d'effectuer des déplacements suivant les axes X et Y de l'échantillon étudié sous le faisceau laser avec une précision submicronique. L'échantillon, quant à lui, est métallisé d'or (30 nm typiquement) sur les deux faces et placé dans une cellule spécialement conçu pour éviter les perturbations électro magnétiques. Le couvercle de la cellule présente un trou de 9 mm de diamètre afin de permettre un balayage en X et Y de la surface de l'échantillon.

A la sortie de la cellule, le préamplificateur de transconductance de faible bruit (type FEMTO LCA-200k-20M) permet d'une part l'adaptation d'impédance à l'entrée en tension du détecteur synchrone et l'amplification du signal à un niveau convenable pour être traité, d'autre part. Il est important de noter que le préamplificateur est également chargé de remplir

la condition de court-circuit entre les électrodes pour que la mesure de la FLIMM soit réalisable.

Le signal amplifié est ensuite extrait du bruit par un détecteur synchrone (type EG&G 5210) qui peut travailler jusqu'à 100 kHz avec 130 dB de réserve dynamique. L'ensemble du dispositif est piloté par un ordinateur chargé de l'incrémentement de la fréquence et l'enregistrement de l'amplitude et de la phase du signal mesuré.

2.5.3 Génération du signal

Le signal FLIMM mesuré est lié à la variation des charges d'influence au niveau des électrodes de l'échantillon par une perturbation thermique non uniforme. Ce signal contient donc l'information sur la distribution du champ électrique interne et/ou de polarisation causées par des charges d'espace présentes au sein du matériau. De façon générale, l'expression du courant pyroélectrique $I(t)$ en condition de court-circuit est la suivante :

$$I(f) = j\omega \frac{S}{L} \int_0^L r(z).T(z, f) dz \quad \text{Équation (2-1)}$$

avec $r(z) = \alpha_P P(z) - (\alpha_x - \alpha_\varepsilon) \varepsilon E(z)$ qui est appelée « fonction de charge »

où S est la surface de l'échantillon irradiée par le faisceau laser;

L est l'épaisseur de l'échantillon;

$T(z, f)$ est la température;

α_P , α_x , α_ε sont respectivement le coefficient de variation de la polarisation, de la dilatation thermique et de la permittivité du matériau avec la température;

$P(z)$ est le coefficient pyroélectrique dans la direction de l'épaisseur de l'échantillon z ;

$E(z)$ est le champ électrique interne.

En général, la contribution du champ électrique et de la polarisation ne peut pas être séparée mais dans certains cas, ceci devient possible si l'on connaît les caractéristiques du matériau étudié :

- si le matériau est non polaire, la contribution de la polarisation est nulle, seul $E(z)$ est présente dans l'équation (2-1). On peut trouver le cas du Téflon (PTFE) et ses copolymères ou le polyéthylène (PE) par exemple.
- si le matériau est polaire, la contribution de $P(z)$ sera prédominante dans l'équation (2-1). Le polyvinylidène fluoride (PVDF) et ses copolymères font partie de cette classe.

A partir de l'équation (2-1), la fonction de charge $r(z)$ peut être déterminée par des méthodes mathématiques de déconvolution lorsque l'on connaît le courant $I(f)$ et la distribution de la température $T(z,f)$ au sein du matériau.

2.5.4 Modélisation de la température

En sachant que la mesure expérimentale de la répartition de température dans le volume de l'échantillon est impossible, la détermination des distributions de charges d'espace ou de polarisation à partir des données expérimentales de la FLIMM nécessite donc la modélisation du gradient thermique à l'intérieur du matériau.

Plusieurs modèles différents de température ont été développés afin de trouver ceux qui conviennent le mieux à notre étude [MOU 97, MOU 00, PET 04a, PHA 09a]. Ces modèles, initialement unidimensionnels en considérant un apport de chaleur surfacique, ont ensuite été améliorés pour tenir compte de la propagation multidimensionnelle du gradient thermique. Il s'agit des modèles tridimensionnels utilisés lors de la réalisation de cartographies 3D de charges [MOU 00, PHA 09a].

Parallèlement, les modèles développées (unidimensionnels et tridimensionnels) tiennent compte également de l'environnement thermique de l'échantillon dans la cellule de mesure ainsi que de l'absorption du faisceau par les différents milieux. Ceci est à l'origine des modélisations de température multicouches permettant de s'adapter aux systèmes plus complexes tels que le modèle 1D quatre couches, 1D six couches, ou 3D quatre couches et six couches [PHA 09a].

Dans le cadre de notre étude, le modèle 1D quatre couches (la géométrie du problème est illustrée par la Figure 2-13) a été retenu pour la détermination du profil de charges

d'espace en profondeur ainsi que la réalisation des cartographies car les résultats de modélisation de température ont montré une très faible différence entre ces modèles ^[PHA 09a].

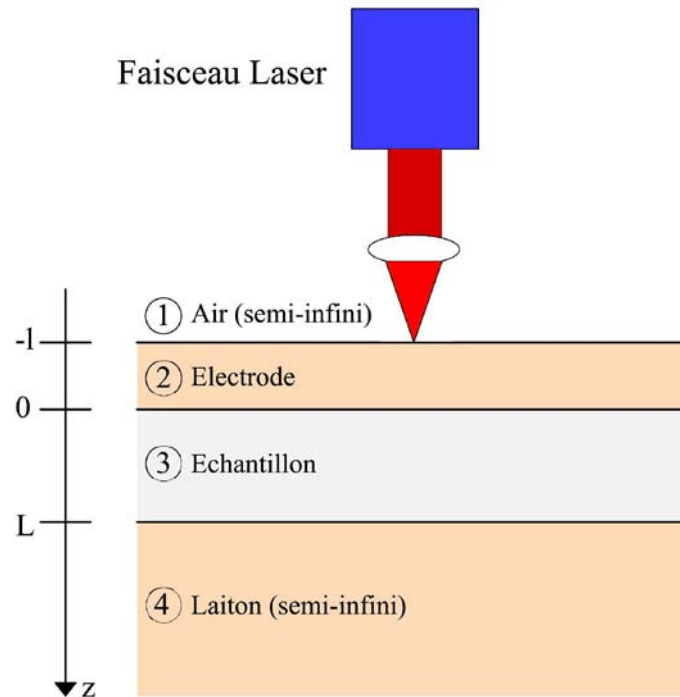


Figure 2-13. Modèle unidimensionnel quatre couches

2.5.5 Déconvolution mathématique

La mesure du courant pyroélectrique $I(f)$ et la modélisation de la distribution de température $T(z,f)$ nous permettent d'estimer la forme du profil de charges d'espace ou de polarisation en utilisant un traitement mathématique de l'équation (2-1). Cette équation est de type intégrale de Fredholm de première espèce, où la fonction de charge $r(z)$ est la fonction inconnue à déterminer. La résolution de telles équations intégrales n'est pas toujours facile à cause de l'extrême sensibilité du système. Il peut y avoir une infinité de solutions en tenant compte des erreurs expérimentales. Plusieurs méthodes ont été utilisées dans le but de trouver une solution optimale à ce problème. Pour la FLIMM, les plus connues sont :

- La méthode d'approximation ^[PLO 92]
- La méthode de régularisation ^[LAN 91, LAN 98, PET 04a]

La méthode d'approximation a été mise au point par Ploss ^[PLO 92]. Cette méthode n'exige pas l'inversion de matrice. Elle permet alors une simplification de l'équation du

courant pyroélectrique (2-1) et l'extraction d'une approximation de la fonction de charge $r_a(z_r)$ dans le matériau à une profondeur z_r :

$$r_a(z_r) = \frac{\chi L}{D_t \eta \phi_0 S} (\Re - \Im) = \int_0^{\infty} r(z) f_a(z, z_r) dz \quad \text{Équation (2-2)}$$

où $f_a(z, z_r) = \frac{2}{z_r} \sin\left(\frac{z}{z_r}\right) e^{-\frac{z}{z_r}}$ est la fonction dite « fonction fenêtre normalisée »; $z_r = \sqrt{\frac{D_t}{\pi f}}$ est

la profondeur de pénétration thermique;

D_t est la diffusivité thermique et f la fréquence de modulation du faisceau laser;

\Re et \Im sont les parties réelles et imaginaires du courant pyroélectrique;

χ est la conductivité thermique;

η est le coefficient d'absorption optique des électrodes;

ϕ_0 est la densité de puissance du faisceau laser.

Le principal avantage de cette méthode est sa mise en œuvre facile et immédiate. Elle présente une bonne approximation avec une résolution maximale près de la surface mais cette résolution décroît dans le volume lorsque la profondeur de pénétration thermique augmente.

Quant à la méthode de régularisation, elle est plus complexe mais plus efficace par rapport à la méthode d'approximation. Elle consiste à imposer une contrainte supplémentaire sur le système d'équations pour rendre la solution unique. On peut citer : les méthodes de Tikhonov ^[TIK 77, HAN 93], Singular Value Decomposition (SVD), Truncated SVD ^[HAN 00] et Piecewise Polynomial TSVD (PP – TSVD). La différence entre ces techniques réside dans le fait que l'on impose les contraintes additionnelles sur la solution afin de réduire l'effet d'erreurs. Parmi ces méthodes de régularisation, celle développée par Tikhonov est utilisée dans notre étude car elle présente une bonne fiabilité pour la solution ^[PET 04a].

2.6 La technique DIC (Digital Image Correlation)

Connue comme un outil très pratique et puissant pour la mesure quantitative de déformations de la surface des objets plans, la DIC est actuellement utilisée dans un large domaine de la mécanique expérimentale. Elle fournit directement le champ de déplacement avec une précision sous-pixel et le champ de déformation par comparaison des images numériques de la surface de l'échantillon avant et après déformation. C'est une technique optique basée sur le traitement d'images et le calcul numérique. Dans la littérature, on peut trouver la même technique sous plusieurs noms tels que Digital Speckle Correlation Method (DSCM) [ZHA 99, ZHO 01], Texture Correlation [BAY 95], Computer – Aided Speckle Interferometry (CASI) [CHE 93, GAU 01] ou bien encore Electronic Speckle Photography (ESP) [SJO 93, SJO 94a, SJO 94b, SJO 97].

En général l'implémentation de la DIC 2D comprend trois étapes consécutives :

- Préparation du banc de mesure et de l'échantillon : il suffit d'avoir une caméra fixée pour capturer les images de la surface de l'échantillon avant et après déformation. La préparation de l'échantillon n'est pas nécessaire si la surface de l'échantillon est suffisamment texturé (c'est-à-dire présenter une distribution aléatoire des niveaux de gris).
- Enregistrement des images de la surface de l'échantillon testé avant et en cours de déformation.
- Traitement des images par corrélation afin de calculer le champ de déplacement et de déformation.

2.6.1 Eléments de la chaîne de mesure

La Figure 2-14 représente le dispositif expérimental utilisé pour la mesure DIC. L'observation de la surface de l'échantillon est effectuée à l'aide d'un système optique constitué d'un microscope et des objectifs qui permet de visualiser les images de l'objet testé à l'échelle micrométrique. Une caméra CCD avec la résolution de 768×576 pixel² sur 256 niveaux de gris est placée au dessus du microscope tel que son axe optique soit perpendiculaire à la surface de l'échantillon afin de prendre les images avant et après déformation.

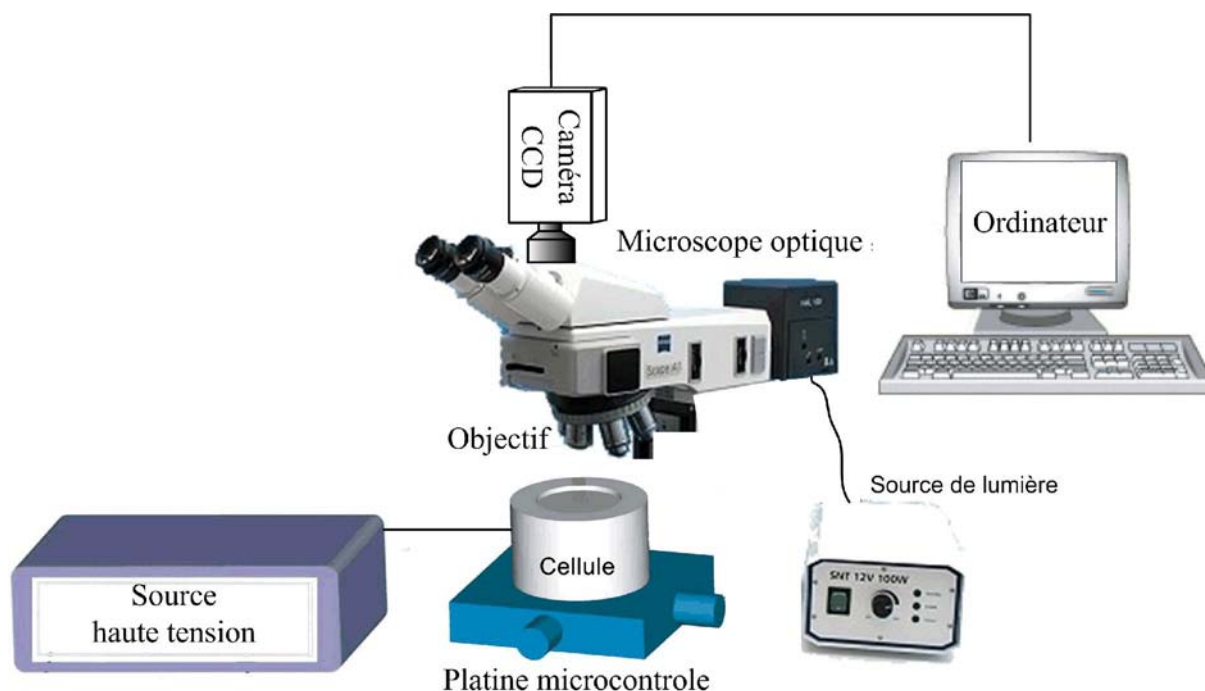


Figure 2-14. Schéma du banc de mesure de la DIC

L'éclairage de la surface de l'échantillon est réalisé par une lampe en lumière blanche intégrée sur le microscope. Afin d'appliquer à l'échantillon un champ électrique, nous utilisons une source haute tension qui peut délivrer une tension continue jusqu'à 35kV et limitée en courant pour des raisons de sécurité. Enfin, l'application des contraintes électriques à l'échantillon et l'acquisition des images sont pilotées par un ordinateur.

2.6.2 Principe de la technique de corrélation d'images

Après l'enregistrement des images de la surface de l'échantillon avant et après déformation, la DIC calculera le déplacement de chaque point d'image par comparaison des images de la surface de l'échantillon testé dans les deux différents états. Dans la technique DIC 2D, une région de calcul est tout d'abord déterminée sur l'image de référence, elle est ensuite divisée régulièrement en une maille artificielle (voir Figure 2-15a). Les déplacements sont calculés pour chaque point (ou marqueur) de cette maille afin d'obtenir le champ de déformation de toute la surface (Figure 2-15b).

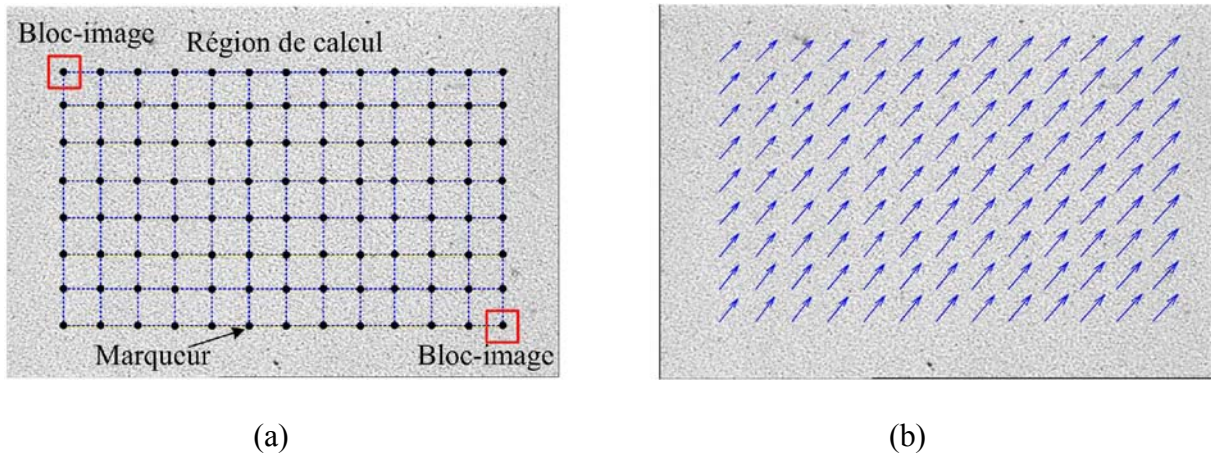


Figure 2-15. (a) Image de référence, le carré rouge est le bloc-image servant pour le suivi des déplacements de son point central, les points d'intersection de la maille bleu déterminent les centres des blocs-images ou marqueurs; (b) Vecteurs de déplacement des marqueurs calculés par corrélation d'images

Le principe de base de la méthode consiste à suivre le même point (ou pixels) entre deux images prises avant et après déformation comme illustré sur la Figure 2-16. Afin de calculer les déplacements du point P , un bloc-image carré de dimension de $(2M+1) \times (2M+1)$ pixel² centré au point $P(x_0, y_0)$ sur l'image de référence est sélectionné et utilisé pour chercher sa localisation sur l'image déformée.

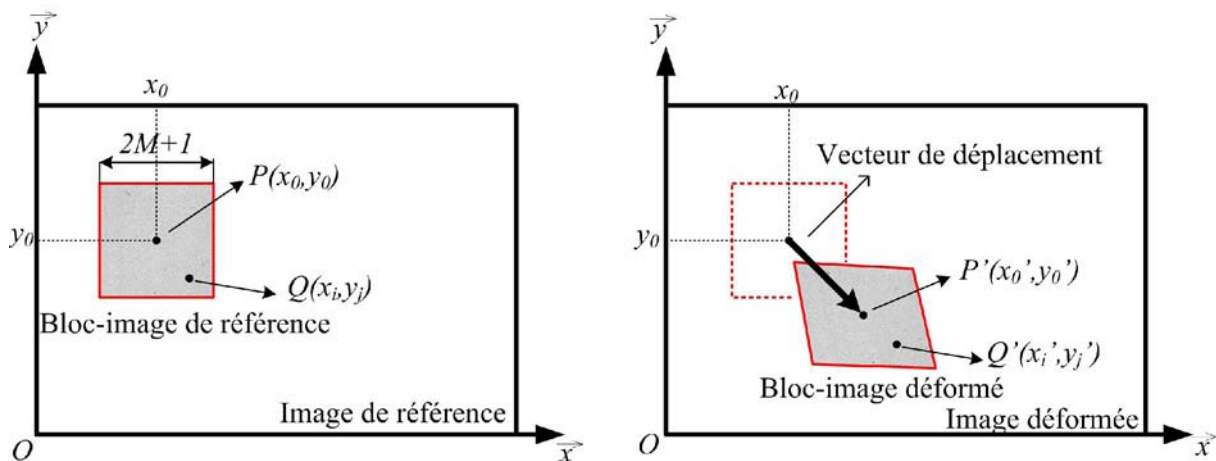


Figure 2-16. Illustration d'un bloc-image de référence et d'un bloc-image déformé

Pour évaluer la similitude entre le bloc-image de référence et le bloc-image déformé, deux critères de corrélation sont souvent utilisés : le critère Cross – Correlation (CC) ou le critère Sum – Squared Difference (SSD) ^[PAN 09a]. La position du bloc-image déformé est déterminée une fois que le coefficient de corrélation maximal est détecté. Ceci permet de calculer la différence de position entre le centre du bloc-image de référence et celui du bloc-

image déformé c'est-à-dire le vecteur de déplacement dans le plan au point P , comme illustré sur la Figure 2-16.

Il est important de noter que les critères de corrélation cités ne permettent d'estimer que les déplacements en nombre entier de pixels. Ainsi, afin de retrouver les déplacements avec une précision sous-pixel, plusieurs algorithmes de recherche ont été mis en œuvre ainsi que l'utilisation d'une interpolation des niveaux de gris pour avoir l'information sous-pixel.

2.6.3 Estimation du champ de déplacement

2.6.3.1 Estimation des déplacements en nombre entier de pixels

De par la nature discrète des images numériques, la corrélation entre deux blocs-images ne permet dans un premier temps que d'estimer les déplacements avec la résolution d'un pixel. Pour obtenir une précision sous-pixel du déplacement, l'implémentation de la DIC nécessite deux étapes consécutives : estimation tout d'abord des déplacements en nombre entier de pixels et mesure des déplacements sous-pixel.

La première étape peut être effectuée dans le domaine spatial ^[ZHA 06] ou domaine fréquentielle ^[CHE 93, SJO 93, HIL 02] par une simple recherche comme illustrée à la Figure 2-17.

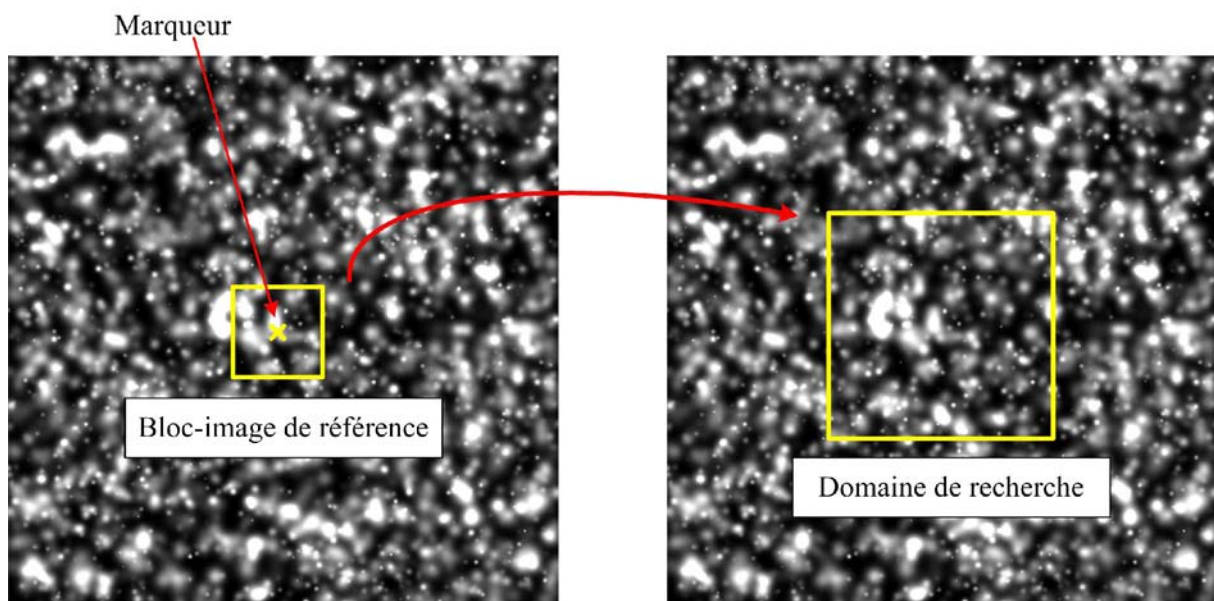


Figure 2-17. Schéma de recherche d'un marqueur

Supposons que l'on doit déterminer la position d'un marqueur de l'image de référence après déformation. Ceci se fait par déplacement du bloc-image de référence dans un domaine

de recherche sur l'image déformée (voir Figure 2-17) en comparant la similitude entre deux blocs-images basée sur le calcul des coefficients de corrélation à chaque position du centre du bloc-image de référence dans le domaine de recherche.

Il existe dans la littérature plusieurs définitions des critères pour calculer les coefficients de corrélation, ces critères peuvent être classés en deux catégories, les critères Cross – Correlation (CC) et les critères Sum – Squared Difference (SSD) comme présentés dans le Tableau 2-2 et Tableau 2-3.

Tableau 2-2. Critère de corrélation CC couramment utilisé

Critère de corrélation CC	Définition
Cross-correlation (CC)	$C_{CC} = \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M [f(x_i, y_j)g(x'_i, y'_j)]$
Normalized cross-correlation (NCC)	$C_{NCC} = \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M \left[\frac{f(x_i, y_j)g(x'_i, y'_j)}{\overline{f} \overline{g}} \right]$
Zero- normalized cross-correlation (ZNCC)	$C_{ZNCC} = \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M \left\{ \frac{[f(x_i, y_j) - f_m] \times [g(x'_i, y'_j) - g_m]}{\Delta f \Delta g} \right\}$

Tableau 2-3. Critère de corrélation SSD couramment utilisé

Critère de corrélation SSD	Définition
Sum of squared differences (SSD)	$C_{SSD} = \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M [f(x_i, y_j) - g(x'_i, y'_j)]^2$
Normalized sum of squared differences (NSSD)	$C_{NSSD} = \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M \left[\frac{f(x_i, y_j)}{\overline{f}} - \frac{g(x'_i, y'_j)}{\overline{g}} \right]^2$
Zero-normalized sum of squared differences (ZNSSD)	$C_{ZNSSD} = \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M \left[\frac{f(x_i, y_j) - f_m}{\Delta f} - \frac{g(x'_i, y'_j) - g_m}{\Delta g} \right]^2$

où $f(x_i, y_j)$, $g(x'_i, y'_j)$ sont les niveaux de gris d'un même pixel du bloc-image de référence avant déformation et du bloc-image déformé après déformation.

$$f_m = \frac{1}{(2M+1)^2} \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M f(x_i, y_j), \quad g_m = \frac{1}{(2M+1)^2} \sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M g(x'_i, y'_j)$$

$$\bar{f} = \sqrt{\sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M [f(x_i, y_j)]^2}, \quad \bar{g} = \sqrt{\sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M [g(x'_i, y'_j)]^2}$$

$$\Delta f = \sqrt{\sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M [f(x_i, y_j) - f_m]^2}, \quad \Delta g = \sqrt{\sum_{i=-M}^M \sum_{j=-M}^M [g(x'_i, y'_j) - g_m]^2}$$

Il est important de noter que la corrélation d'images est influencée fortement par le changement de luminosité au cours de la mesure. Ceci entraîne une mauvaise estimation de déplacement et donc la déformation obtenue est erronée. C'est pourquoi, il est nécessaire d'utiliser les critères de haute performance afin de limiter cet effet.

Parmi les critères de corrélation mentionnés dessus, les critères ZNCC et ZNSSD ne changent pas avec le changement de luminosité ^[PAN 07]. Ces deux critères fournissent donc une performance robuste contre le bruit et sont insensibles au changement de contraste lié aux fluctuations de l'éclairage. Les critères NCC ou NSSD sont sensibles avec le décalage de l'éclairage. Par contre, les critères CC ou SSD sont sensibles à toutes les fluctuations de l'éclairage. C'est pour cette raison que le critère ZNCC a été retenu pour la corrélation d'images dans notre étude.

En appliquant le critère ZNCC, la position cherchée est obtenue avec la précision d'un pixel quand la distribution des coefficients de corrélation est maximale (voir Figure 2-18). La dimension du domaine de recherche est normalement deux fois plus grande que celle du bloc-image de référence.

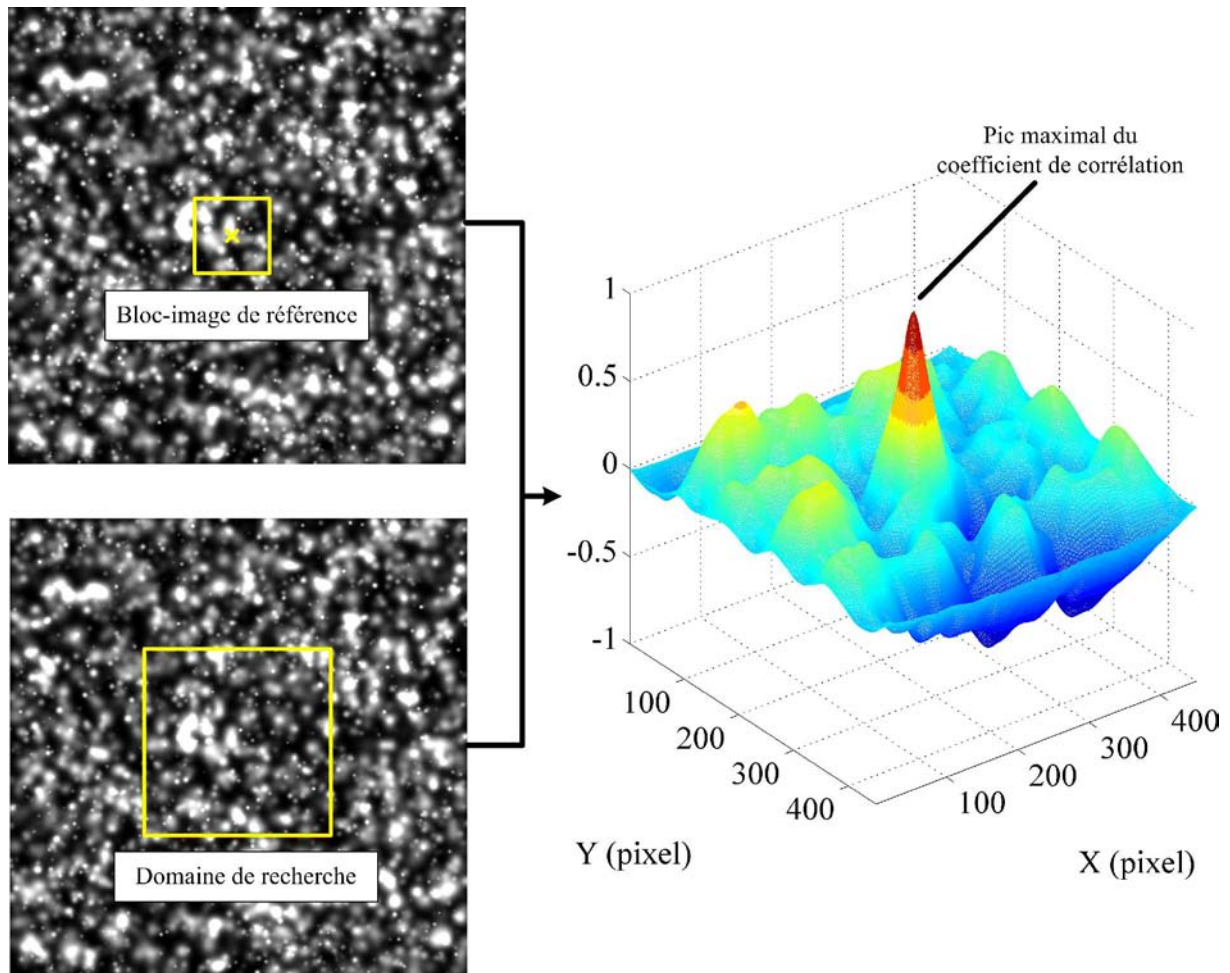


Figure 2-18. Distribution des coefficients de corrélation dans le domaine de recherche; la position du pic correspondante à celle du centre du bloc-image déformé

Ce processus de recherche est appliqué pour tous les points de la grille afin d'obtenir le champ de déplacement entier avec une résolution de 1 pixel. Les algorithmes d'enregistrement sous-pixel seront ensuite mis en place pour atteindre les déplacements avec la précision sous-pixel.

2.6.3.2 Estimation des déplacements sous-pixel

La deuxième étape dans l'analyse de la DIC est l'estimation des déplacements avec une précision sous-pixel. Ceci se fait à l'aide des algorithmes de déplacements sous-pixel et un processus d'interpolation des niveaux de gris des images analysées.

L'utilisation d'une interpolation est de permettre de reconstruire les niveaux de gris des points situés en position sous-pixel. Comme l'équation du critère de corrélation ZNCC le montre, les coordonnées du point (x_i', y_j') du bloc-image déformé peut être situé entre deux

pixels (c'est à dire en position sous-pixel). Ainsi, avant d'évaluer une corrélation entre le bloc-image de référence et le bloc déformé, il est nécessaire de déterminer le niveau de gris aux positions sous-pixel. Les algorithmes d'interpolations suivantes sont couramment utilisées : interpolation bilinéaire, interpolation bi-cubique, interpolation bi-cubique spline ou interpolation biquintic spline [SCH 00, KNA 03]. Les interpolations bi-cubique, bi-cubique spline ou interpolation biquintic spline sont fortement recommandées pour leur meilleure convergence et leur précision.

Quant aux algorithmes de déplacements sous-pixel, il en existe plusieurs dans la littérature et ont été élaborés pour améliorer la précision de la DIC, on peut citer

- Algorithme « coarse-fine search » : pour la première étape, la recherche est effectuée dans un domaine avec un pas de 1 pixel pour retrouver le pic maximal du coefficient de corrélation. Le pas de recherche peut être ensuite modifié jusqu'à 0,1 ou 0,01 pixel afin d'obtenir la résolution sous-pixel de 0,1 et 0,01 pixel, respectivement [PET 81, YAN 06, ZHA 06]. La durée de calcul assez longue est l'inconvénient majeur de cet algorithme.
- Algorithme « peak finding » : le principe de cet algorithme réside dans la détermination de la position d'un pic de la matrice discrète à partir des coefficients de corrélation (constituée de 3×3 ou 5×5 pixels) autour du pixel où le coefficient de corrélation est maximal. Afin de déterminer les déplacements sous-pixel, cette matrice locale des coefficients de corrélation est tout d'abord approximée par une fonction analytique et la position de la valeur maximale de cette fonction est considérée comme le déplacement sous-pixel (voir Figure 2-19). Les fonctions d'approximation peuvent être bidimensionnelle, bi-parabolique [CHE 93] ou quadratique [HUN 03, WAT 01, WAN 09, HUA 07]. L'avantage majeur de cet algorithme est son implémentation très simple et un temps d'exécution très court. Néanmoins, il ne tient pas compte de la fonction de forme des bloc-images et la recherche des déplacements sous-pixel est basée sur une approximation. Ceci entraîne une précision inférieure par rapport aux autres algorithmes.

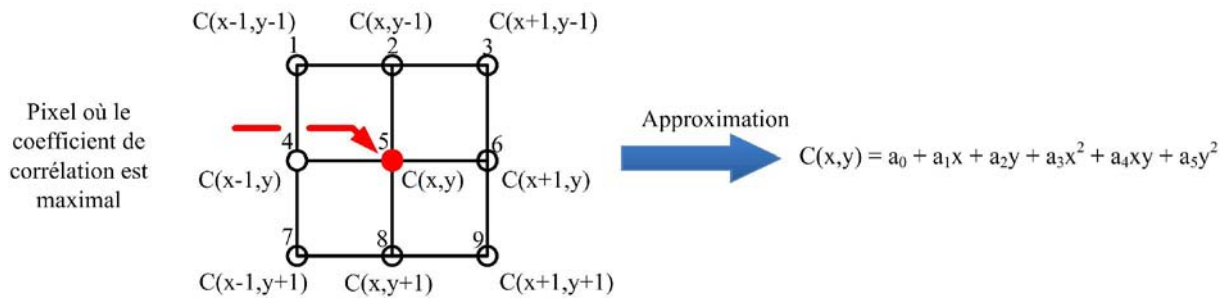


Figure 2-19. Illustration de la matrice discrète des coefficients de corrélation de 3×3 points, $C(x,y)$ est le point avec un coefficient de corrélation maximal obtenu après la recherche des déplacements d'un nombre entier de pixel

- Algorithme d'itération de Newton-Raphson : Cet algorithme est présenté initialement par Bruck ^[BRU 89] et a été amélioré considérablement par Vendroux et Knauss ^[VEN 98b]. Le principal avantage est une très bonne précision d'estimation du déplacement car il prend en compte la modification de forme entre le bloc-image de référence et celui déformé.

Il est évident que la forme du bloc-image de référence est modifiée sur l'image déformée après déformation. Pourtant, on peut supposer que l'ensemble des points voisins de l'image de référence restent toujours voisins sur l'image déformée par l'hypothèse de la continuité de déformation d'un objet solide. Comme illustré sur la Figure 2-16, les coordonnées du point $Q(x_i, y_i)$ autour du point $P(x_0, y_0)$ du bloc-image de référence peuvent être ainsi identifiées au point $Q'(x_i', y_i')$ du bloc-image déformé selon une fonction appelée, « fonction de forme » ^[SCH 02] :

$$x_i' = x_i + \xi(x_i, y_j) \quad \text{Équation (2-3)}$$

$$y_j' = y_j + \eta(x_i, y_j)$$

où $i, j = -M : M$

S'il existe une translation du corps rigide (où les déplacements de chaque point sont identiques) entre deux blocs-images, on obtient la fonction de forme d'ordre zéro :

$$\xi_0(x_i, y_j) = u \quad \text{Équation (2-4)}$$

$$\eta_0(x_i, y_j) = v$$

S'il existe une déformation entre deux blocs-images, il est évident que la fonction de forme d'ordre zéro n'est pas suffisante pour décrire la modification de forme du bloc-image déformé. Par contre, la fonction de forme du premier ordre qui permet la description de la translation, de la rotation, du cisaillement ou de la déformation est couramment utilisée :

$$\xi_1(x_i, y_j) = u + u_x \Delta x + u_y \Delta y \quad \text{Équation (2-5)}$$

$$\eta_1(x_i, y_j) = v + v_x \Delta x + v_y \Delta y$$

Afin de décrire un état de déformation du bloc-image déformé plus complexe, Lu ^[LU 00] a proposé une fonction de forme du deuxième ordre :

$$\xi_2(x_i, y_j) = u + u_x \Delta x + u_y \Delta y + \frac{1}{2} u_{xx} \Delta x^2 + \frac{1}{2} u_{yy} \Delta y^2 + u_{xy} \Delta x \Delta y \quad \text{Équation (2-6)}$$

$$\eta_2(x_i, y_j) = v + v_x \Delta x + v_y \Delta y + \frac{1}{2} v_{xx} \Delta x^2 + \frac{1}{2} v_{yy} \Delta y^2 + v_{xy} \Delta x \Delta y$$

Dans les équations (2-4), (2-5), (2-6), $\Delta x = x_i - x_0$, $\Delta y = y_i - y_0$, u , v sont les composants de déplacement suivant les directions \vec{x} et \vec{y} du centre du bloc-image de référence $P(x_0, y_0)$, u_x , u_y , v_x , v_y sont les gradients du premier ordre de déplacement du bloc-image de référence et u_{xx} , u_{xy} , u_{yy} , v_{xx} , v_{xy} , v_{yy} sont les gradients du deuxième ordre de déplacement du bloc-image de référence.

La fonction de corrélation est donc non-linéaire par rapport aux paramètres à déterminer et elle impose une solution itérative pour résoudre ce système d'équations non-linéaires. L'inconvénient est un temps d'exécution assez long et surtout un processus de calcul complexe qui exige de bonnes données initiales pour que l'itération soit convergente.

- Algorithme basé sur le gradient spatial : c'est également un algorithme itératif qui a été étudié et amélioré par Zhang ^[ZHA 03], Pan ^[PAN 09b] et Meng ^[MEN 07]. Ses performances sont équivalentes à l'algorithme de Newton-Raphson ^[PAN 09b] et le calcul qui est plus simple rend le temps d'exécution plus court.

- Algorithme génétique : reconnu comme un algorithme de recherche très robuste, il est largement utilisé pour résoudre les fonctions multidimensionnelles non-linéaires et est également appliqué dans la technique DIC pour optimiser la fonction de corrélation afin de déterminer les paramètres de déformation [HIL 02, PIL 04, JIN 05a, JIN 05b]. Pour détecter un vecteur optimal des paramètres de déformation correspondant à la fonction de corrélation donnée, une population initiale constituée de N candidats individuels (c'est-à-dire vecteur des paramètres de déformation) est générée au hasard. La fonction de corrélation est ensuite estimée avec tous les candidats et le meilleur candidat est retenu. En même temps, quelques nouveaux candidats seront générés pour remplacer les pires candidats afin de récompenser la population. Ce processus est répété jusqu'au moment où la condition convergente est satisfaite. Cet algorithme exige donc un temps de calcul très long.
- Algorithme d'éléments finis : les algorithmes mentionnés au-dessus déterminent les déplacements de chaque centre d'un bloc-image de manière indépendante et peuvent être considérés comme un algorithme ponctuel. Au contraire, l'algorithme d'éléments finis considère la continuité de déplacement et de déformation entre les points de calcul [SUN 05]. Il est donc classé dans la catégorie des méthodes globales. Pourtant, il ne fournit pas une meilleure précision de mesure de déplacement que l'algorithme d'itération de Newton Raphson.

Étant donné que plusieurs algorithmes d'enregistrement de déplacement sous-pixel peuvent être appliqués, il est à noter que les plus utilisés dans la littérature sont l'algorithme « peak-finding » et celui d'itération de Newton Raphson grâce à leur simplicité. L'algorithme « peak-finding » a été sélectionné dans notre étude.

2.7 Conclusion

Pour mieux comprendre le fonctionnement des techniques couramment utilisées pour la mesure de charges d'espace ainsi que de déformation mécanique de la surface d'un objet plan, une description globale de leur principe a été évoquée dans les premières parties de ce chapitre.

Parmi elles, la FLIMM et la DIC ont été retenues du fait de leur compatibilité pour l'étude de la corrélation entre les charges d'espace accumulées et les déformations

mécaniques induites sur la surface d'un polymère. Afin de les combiner, un système original de mesure a été développé qui permet d'effectuer consécutivement deux mesures. Ceci a été rendu possible par l'utilisation d'un microscope optique :

- En mode FLIMM, il permet d'irradier la surface de l'échantillon par le faisceau laser à travers son système optique.
- En mode DIC, sans aucune manipulation de l'échantillon, il permet l'observation et l'enregistrement des photos de la surface de l'échantillon par une caméra CCD intégrée.

Le choix judicieux de ces techniques nous permet actuellement d'effectuer une étude de manière globale de l'influence de charges d'espace sur le comportement mécanique d'un polymère. Ainsi que de manière localisée par la réalisation des cartographies de charges correspondantes à celles de déformations mécaniques avec une grande faisabilité.

Chapitre 3

Evaluation et amélioration de la précision de la DIC

3.1 Introduction

Dans le chapitre 2, nous avons décrit la technique de mesure du champ local de déplacement et de déformation mécanique d'un objet plan par corrélation d'images pour satisfaire les besoins exprimés dans le cadre des études micrométriques sur les matériaux hétérogènes. Afin d'évaluer les performances, il est nécessaire d'évaluer la précision de cette technique afin de fixer les limites d'une part et de savoir si les limites actuelles peuvent être repoussées, d'autre part. Cette évaluation fournit alors des supports de réflexion pour mieux comprendre et améliorer cette technique.

Dans la DIC, les seules grandeurs physiques réellement mesurées sont les déplacements des points d'intersection de la maille (voir section 2.6.1 du chapitre 2) par une corrélation d'images. La précision sur les déplacements dépend de plusieurs facteurs tels le système d'acquisition d'images, la taille du bloc-image utilisé, l'algorithme de corrélation mise en œuvre... Il sera utile dans un premier temps de mettre en évidence les sources d'erreurs sur la mesure des déplacements.

Nous présenterons dans un deuxième temps l'estimation de la performance de la DIC de manière théorique par l'utilisation d'images granulaires simulées. Cette solution nous permet de maîtriser parfaitement les déplacements imposés à un objet plan virtuel, ainsi que de déterminer l'influence des paramètres de corrélation.

La résolution de la mesure des déformations mécaniques planes est également analysée et discutée. Une technique des moindres carrées pour lisser le champ de déplacement afin de réduire le bruit et d'améliorer la performance de détection des déformations locales est enfin détaillée pour clôturer ce chapitre.

3.2 Sources d'erreurs dans la mesure de déplacement

Etant donnée la simplicité du banc expérimental, il est à noter que la précision de la mesure des déplacements et des déformations de la DIC est liée strictement à la qualité du système d'acquisition, la sélection de l'algorithme ou bien encore l'état de la surface de l'objet en investigation... Les sources d'erreurs proviennent donc de ces deux aspects et sont présentées dans le Tableau 3-1 :

Tableau 3-1. Sources d'erreurs de la DIC 2D

Erreurs liées aux conditions expérimentales	<p>Texture de la surface de l'échantillon testé</p> <p>Parallélisme entre le capteur de la caméra CCD et la surface de l'échantillon et les déplacements hors plans</p> <p>Distorsion des images enregistrées</p> <p>Bruits pendant l'enregistrement des images</p>
Erreurs liées au calcul numérique	<p>Dimension des blocs-images</p> <p>Fonction de corrélation</p> <p>Algorithme d'enregistrements des déplacements sous-pixel</p> <p>Fonction de forme</p> <p>Schéma d'interpolation</p>

3.2.1 Erreurs liées aux conditions expérimentales

3.2.1.1 *Texture de la surface de l'échantillon testé*

Le premier facteur lié fortement à la faisabilité de la mesure DIC est la qualité des textures présentes à la surface de l'échantillon tel que celle des contrastes d'images ou des dimensions des « speckle ». Différents paramètres comme la dimension moyenne des « speckle » ^[LEC 06] ou le gradient d'intensité de niveaux de gris ^[PAN 08] ont été proposés pour évaluer la qualité des images texturées. De plus, il est important de noter que la qualité des images granulaires est affectée directement par le choix des dimensions du bloc-image. Pour des images peu texturées, un bloc-image plus grand doit être choisi afin de fournir un résultat fiable alors qu'un bloc-image beaucoup plus petit pourra être sélectionné si l'image contient suffisamment de détails d'intensité différente.

3.2.1.2 *Défaut de parallélisme entre le capteur de la caméra CCD et la surface de l'échantillon et les déplacements hors plans*

Comme mentionné précédemment, la surface de l'échantillon testé doit être plane et placée parallèlement au capteur de la caméra CCD. C'est une condition primordiale pour avoir une mesure correcte avec la technique DIC 2D. Pratiquement, cette condition est difficile à réaliser expérimentalement car il existe toujours un défaut de parallélisme entre le capteur de la caméra CCD et la surface étudié et de plus, il peut apparaître des déplacements hors plan pendant le chargement.

Ce défaut de parallélisme est en général négligeable. Meng ^[MEN 06] a démontré dans une analyse théorique qu'un défaut inférieur à 5° provoquera une erreur de déplacement plus petite que 0.01 pixels. Dans les cas extrêmes lorsque l'angle de décalage est trop grand, une calibration peut être utilisée pour compenser les erreurs ^[HEL 04].

Concernant les déplacements hors plan, ils ont pour origine les imperfections du dispositif de chargement ou du coefficient de Poisson du matériau lui-même ^[SUT 08]. Ces déplacements hors plan provoquent alors une modification de la distance de focalisation, qui entraîne des déplacements plans non uniformes supplémentaires, surtout dans le cas où la caméra est placée très proche de la surface de l'échantillon. Pour régler ce problème, la caméra peut être éloignée de la surface testée ^[SUT 08].

3.2.1.3 Distorsion des images enregistrées

La distorsion des images dues aux aberrations des objectifs est plus ou moins présente et elle s'ajoute alors aux déplacements supplémentaires. Actuellement, de nombreuses techniques ^[SCH 04, TIW 07, ZHA 06, SAT 06] ont été proposées pour supprimer cet effet tel que la technique de Sutton et ses collègues qui intègrent une plaque plane avec la surface texturée qui a été déplacée dans deux directions orthogonales sur une série de mesures pour déterminer la fonction de déformation ^[SCH 04].

3.2.1.4 Bruits pendant l'enregistrement d'images

Les images de la surface de l'échantillon peuvent être bruitées par les vibrations ou le bruit thermique. Wang ^[WAN 07] a montré que les erreurs de déplacement augmentent proportionnellement par rapport à la variation de ces bruits. Il est donc extrêmement recommandé d'utiliser des dispositifs d'enregistrement d'images de haute performance. De plus, utiliser la moyenne des images est un outil efficace pour améliorer le rapport signal sur bruit.

Il faut d'autre part tenir compte de la fluctuation de l'éclairage qui peut apparaître pendant la capture des images. L'influence de cet effet est négligeable en utilisant les critères de corrélation insensible avec les changements de l'éclairage tels que ZNCC ou ZNSSD.

3.2.2 Erreurs liées au calcul numérique

3.2.2.1 Dimension des blocs-images

Lors de l'utilisation de la DIC, l'utilisateur doit choisir une dimension du bloc-image qui varie classiquement entre quelques dizaines jusqu'à une centaine de pixels avant la corrélation d'images. Cette dimension du bloc-image déterminera alors la région d'image utilisée pour suivre le déplacement entre le bloc-image de référence et celui déformé. C'est donc un critère important pour obtenir une bonne précision de la mesure : plus la taille du bloc-image est grande et plus la base de mesure et le nombre de pixels voisins utilisés dans le calcul sont grands, diminuant de ce fait l'imprécision de la mesure. Ainsi, une détermination sur un bloc-image de taille importante donne une valeur plus précise, mais elle possède une signification moins locale. Ceci implique donc un compromis entre l'utilisation des larges blocs-images et ceux plus petits.

3.2.2.2 Critères de corrélation

Il existe parfois en conditions expérimentales une variation importante de l'éclairage. Il nécessite donc d'utiliser les critères de corrélation permettant de s'affranchir des variations d'éclairage pour avoir une estimation fiable de déplacements. Les critères de corrélation ZNCC ou ZNSSD sont les plus robustes et les plus fiables pour corréler les images avec des fluctuations de lumière. Ils sont donc particulièrement recommandés pour l'étude de déformation par la technique DIC.

3.2.2.3 Schéma d'interpolation

Dans la littérature, plusieurs schémas d'interpolation ^[SCH 00, KNA 03] sont utilisés pour la reconstruction de l'intensité de gris à des positions sous-pixel tels que l'interpolation bi-cubique, B-spline et biquintic spline. Pourtant, une erreur systématique peut apparaître due à ce processus. En général, les interpolations bi-cubiques, bi-cubique spline ou biquintic spline du troisième ordre sont recommandées pour la reconstruction des niveaux de gris aux locations sous-pixel.

3.2.2.4 Fonction de forme

La transformation d'un bloc-image avant et après déformation peut être décrite en utilisant des fonctions de forme, surtout pour des bloc-images de référence de petite taille. Il a

été démontré que la fonction de forme du deuxième ordre rend l'estimation de déplacement plus exacte qu'une fonction du premier ordre [LU 00, SCH 02]. C'est pourquoi la fonction de forme d'ordre plus élevé est recommandée pour réduire l'erreur de mesure.

3.3 Analyse de la performance de détection des déplacements sous-pixel

La précision de la mesure DIC dépend de plusieurs facteurs, comme les conditions expérimentales et le processus de calcul. Il est cependant difficile d'isoler les sources. Le dispositif expérimental utilisé dans notre étude nous permet de mieux assurer la répétabilité des conditions expérimentales. Il ne reste que les erreurs liées au calcul numérique à envisager. Ainsi, dans cette section on abordera l'estimation des performances de la DIC dans la détection des mouvements sous-pixel à partir d'images simulées. Dans le cadre de notre étude, seul le cas des translations du corps rigide est analysé.

3.3.1 Images granulaires simulées

Il est difficile d'évaluer quantitativement les performances des algorithmes de suivi de pixels par corrélation à partir d'images réelles. En effet, ce processus est très délicat à obtenir et demande la mise en place d'un dispositif expérimental complexe pour maîtriser le positionnement de l'objet texturé visualisé, et un calibrage précis de la caméra.

Ainsi, nous aurons recours à des images simulées de contraste variable pour estimer la performance de la DIC de manière théorique. L'avantage majeur est que cette solution permet de maîtriser parfaitement les mouvements imposés à l'objet virtuel, ainsi que de déterminer l'influence des paramètres de corrélation. Il existe dans la littérature plusieurs algorithmes de génération des images simulées tels que les modèles proposés par Sutton [SUT 88], Schreier [SCH 00] ou Doumalin [DOU 00].

Dans notre étude, nous avons utilisé les images simulées proposées par Wattrisse [WAT 01, PAN 06]. Elles sont calculées de telle manière qu'elles aient une densité de probabilité et une densité spectrale de puissance similaires à celles d'images réelles (voir Figure 3-1). Sa méthode repose sur une combinaison linéaire de fonctions gaussiennes bidimensionnelles réparties aléatoirement. La génération de l'image de référence et de celle déformée peut être obtenue par les formules analytiques suivantes :

$$I_1(x, y) = \sum_{k=1}^s I_k^0 e^{-\frac{[(x-x_k)^2 + (y-y_k)^2]}{R^2}} \quad \text{Équation (3-1)}$$

$$I_2(x, y) = \sum_{k=1}^s I_k^0 e^{-\frac{[(x-x_k-u_0-u_x x-u_y y)^2 + (y-y_k-v_0-v_x x-v_y y)^2]}{R^2}}$$

s est le nombre de « speckle » ou granules;

R est la dimension des « speckle »;

(x_k, y_k) sont les coordonnées du « speckle » k avec une distribution aléatoire;

I_k^0 est le niveau de gris du « speckle » k ;

u_0, v_0 sont des translations de corps rigide imposées suivant une direction horizontale et verticale, respectivement;

u_x, u_y, v_x, v_y sont les déformations imposées.

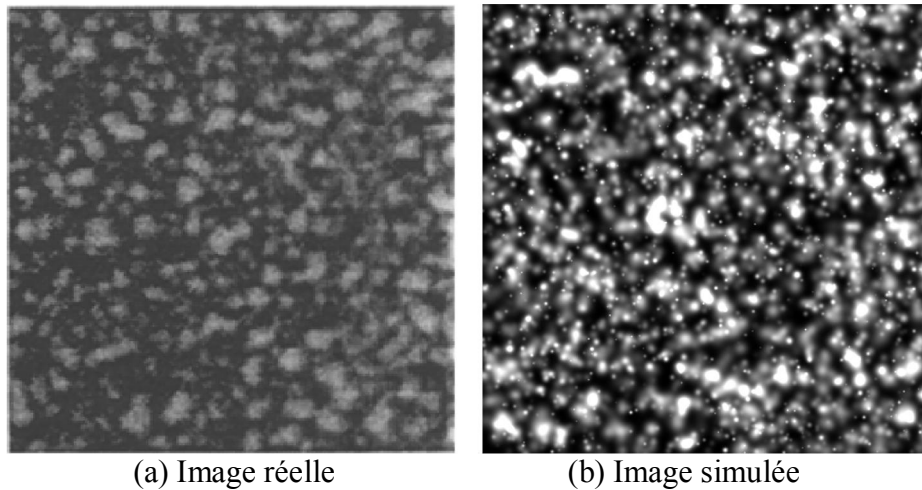


Figure 3-1. (a) Image réelle d'une surface texturée ^[WAT 01]; (b) Image simulée de 576 × 576 pixels

Il est à noter que l'ensemble des images simulées utilisées ont été construites de la même manière, excepté quelques particularités qui seront mentionnées dans les parties concernées.

3.3.2 Critère d'estimation de l'incertitude de mesure

Les erreurs des déplacements calculés par la DIC associées au calcul numérique peuvent être décomposées en deux termes : une erreur systématique et un écart type. On utilisera ces deux critères pour quantifier les performances d'un paramètre.

Supposons que d_{imp} est le déplacement imposé et d_{mes} est le déplacement mesuré par la DIC, l'erreur systématique est défini comme la différence de ces deux déplacements :

$$E_{sys} = d_{mes} - d_{imp} \quad \text{Équation (3-2)}$$

où $d_{mes} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N d_i$ représente la moyenne de N déplacements estimés.

L'écart type est défini comme :

$$\sigma = \sqrt{\frac{1}{N-1} \sum_{i=1}^N (d_{mes} - d_{imp})^2} \quad \text{Équation (3-3)}$$

3.3.3 Effet d'interpolation des niveaux de gris

L'effet de l'interpolation est testé en utilisant deux types d'interpolation des niveaux de gris : interpolation bi-cubique et interpolation bilinéaire. Le schéma de chaque type d'interpolation est présenté à la Figure 3-2.

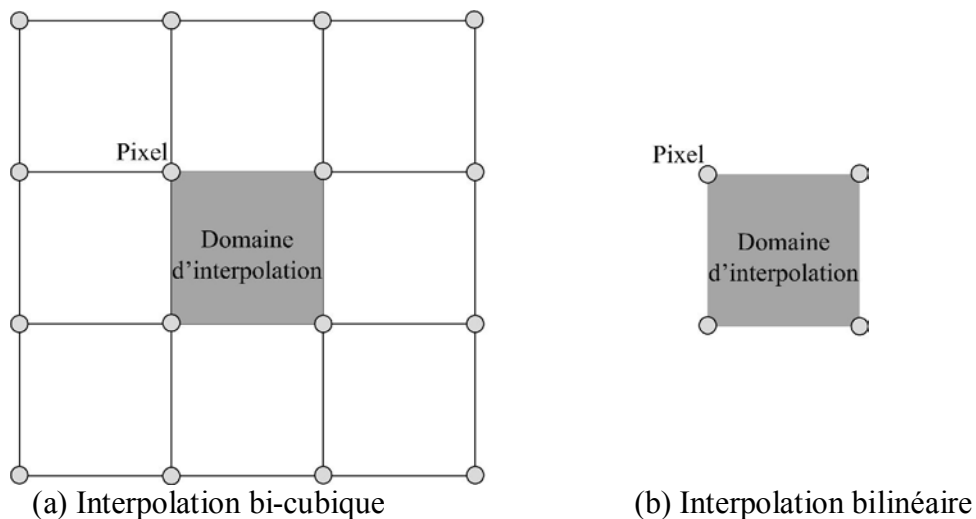


Figure 3-2. Schémas d'interpolation utilisés; (a) Interpolation bi-cubique; (b) Interpolation bilinéaire

Le niveau de gris d'un point situé en position sous-pixel est calculé à partir de 16 pixels voisins pour l'interpolation bi-cubique alors que celui-ci est obtenu de 4 pixels autour de lui en utilisant l'interpolation bilinéaire.

Les paramètres des images simulées sont les suivants :

- la taille des images est de 576×576 pixels
- la dimension de « speckle » varie de manière aléatoire entre 1 et 10 pixels
- le nombre de « speckle » est de 4000

Les essais sont effectués avec des déplacements de translation du corps rigide sous-pixel entre 0 à 1 pixel par pas de 0.05 pixel imposés sur les images granulaires simulées. La corrélation d'images est effectuée avec des blocs-images de taille de 81×81 pixels permettant de suivre 1764 points (42×42 points) (Figure 3-3).

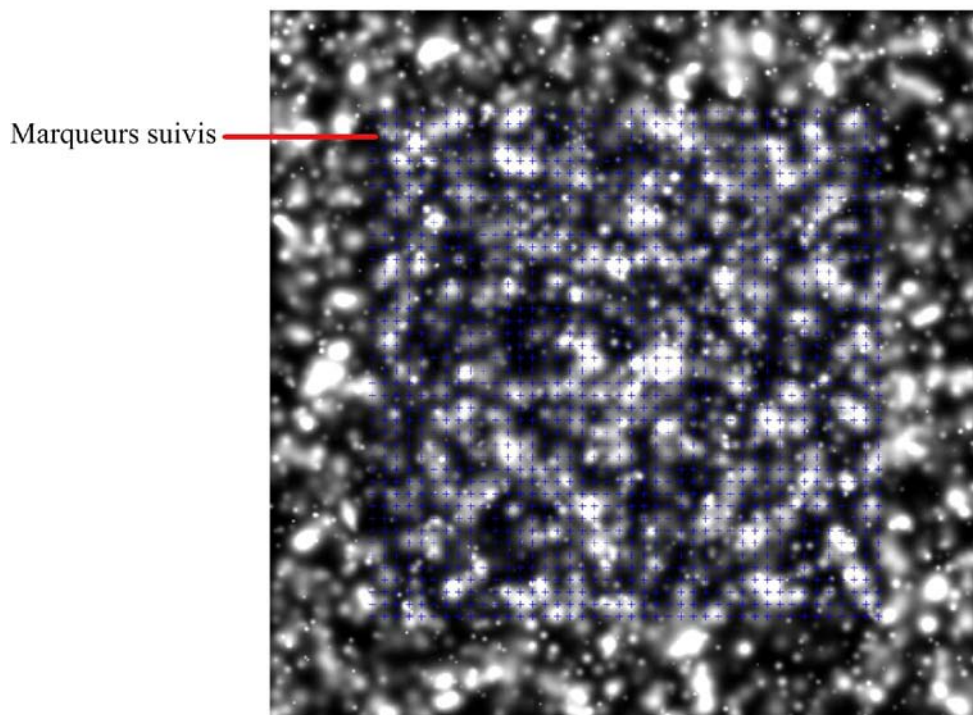


Figure 3-3. Image simulée utilisée pour l'estimation de l'effet d'interpolation

L'erreur systématique et l'écart type correspondant à chaque type d'interpolation sont présentés à la Figure 3-4. A partir des courbes, on constate qu'il existe une répétition des erreurs par période de 1 pixel et les courbes d'erreur systématique possèdent une forme sinusoïdale alors que celles de l'écart type ont une forme irrégulière. L'erreur systématique et

l'écart type atteignent leur valeur maximale correspondant aux déplacements imposés de 0.25 et 0.75 pixels pour l'interpolation bilinéaire et sans interpolation. En utilisant l'interpolation bi-cubique, les erreurs maximales se trouvent aux déplacements imposés de 0.2 et 0.8 pixels. Par contre, elles sont quasiment nulles avec les déplacements imposés de 0 pixel, 0.5 pixels et 1 pixel. On trouve par contre une baisse de la valeur des erreurs très importante (c'est-à-dire augmentation de la précision de mesure) en utilisant l'interpolation bi-cubique.

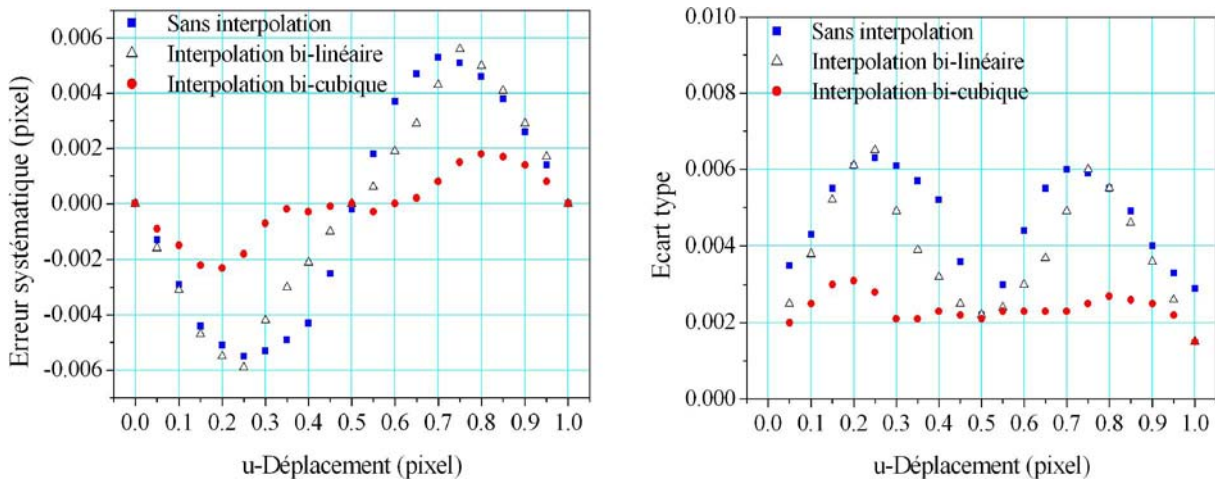


Figure 3-4. Erreur systématique et écart type en utilisant des différents types d'interpolation (cas des translations du corps rigide)

Ces résultats montrent donc la nécessité d'utiliser un schéma d'interpolation du niveau de gris pour mieux estimer les déplacements sous-pixel. De plus, l'interpolation bi-cubique présente une meilleure performance que l'interpolation bilinéaire. Elle est donc fortement recommandée pour notre étude.

Afin de mettre en évidence l'effet de l'interpolation bi-cubique, les histogrammes des déplacements estimés pour le cas d'une translation de 0.05 pixel sont donnés (voir Figure 3-5). Lors de l'utilisation de l'interpolation bi-cubique, on trouve une concentration des déplacements estimée relativement proche autour de la valeur imposée ce qui donne un écart type faible. Par contre, une répartition (écart type plus important) assez large des déplacements calculés par rapport à 0.05 pixels est constatée si aucune interpolation des niveaux de gris n'est utilisée. Un calcul plus précis est présenté dans le Tableau 3-2 permettant de distinguer la performance de l'interpolation bi-cubique. Désormais, nous appliquerons donc l'interpolation bi-cubique dans tous les calculs de notre étude.

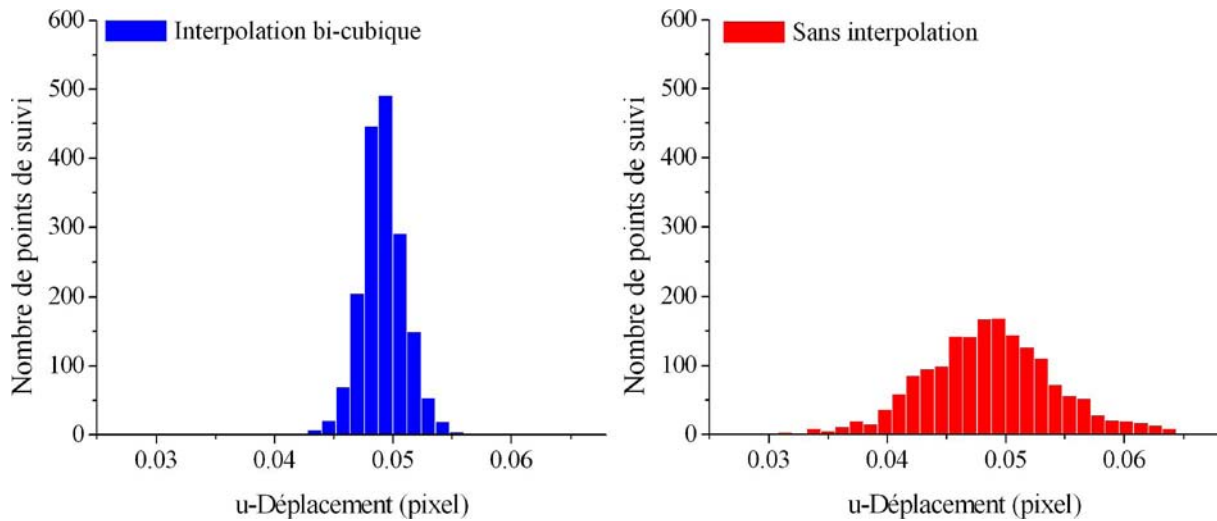


Figure 3-5. Histogrammes des déplacements estimés de 1764 points (cas d'une translation du corps rigide de 0.05 pixels)

Tableau 3-2. Valeur moyenne des déplacements estimés et écart type en utilisant l'interpolation bi-cubique pour une translation du corps rigide de 0.05 pixels

Translation 0.05 pixels	Minimale (pixel)	Moyenne (pixel)	Maximale (pixel)	Ecart type (%)
Interpolation bi-cubique	0.0425	0.0491	0.0553	4%
Sans interpolation	0.0251	0.0486	0.0736	12%

3.3.4 Influence de la dimension des blocs-images

L'effet de la dimension des blocs-images doit être évalué afin de déterminer la valeur optimale pour notre application pratique. Comme pour les essais précédents, les translations de corps rigide sont imposées à l'image simulée de référence de 576×576 pixels avec une gamme comprise entre 0 à 1 pixel par pas de 0.05 pixel et l'estimation des déplacements est effectuée sur une maille avec la distance inter-marqueurs de 10 pixels pour des séquences d'images simulées. La dimension des « speckle » est comprise entre 1 et 10 pixels et le nombre des « speckle » est de 4000. La corrélation d'images a été testée consécutivement avec différentes tailles de blocs-images de 21×21 à 101×101 pixels.

La Figure 3-6 représente les courbes des valeurs minimales, moyennes et maximales des déplacements estimés à 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 et 1 pixel en utilisant des différentes dimensions des blocs-images. Pour les petits blocs-images de 21×21 à 41×41 pixels, les valeurs minimales et maximales des déplacements calculés sont assez éloignées à celles imposées. Ceci

s'explique par le fait que les petits blocs-images ne contiennent pas suffisamment de niveaux de gris différents conduisant à une corrélation moins précise entre le bloc-image de référence et celui déformé. Par contre, les valeurs des déplacements calculés en utilisant des grands blocs-images à partir de 51×51 pixels sont cohérentes à celles imposées car ces blocs-images possèdent suffisamment l'information des niveaux de gris afin d'être bien identifiés.

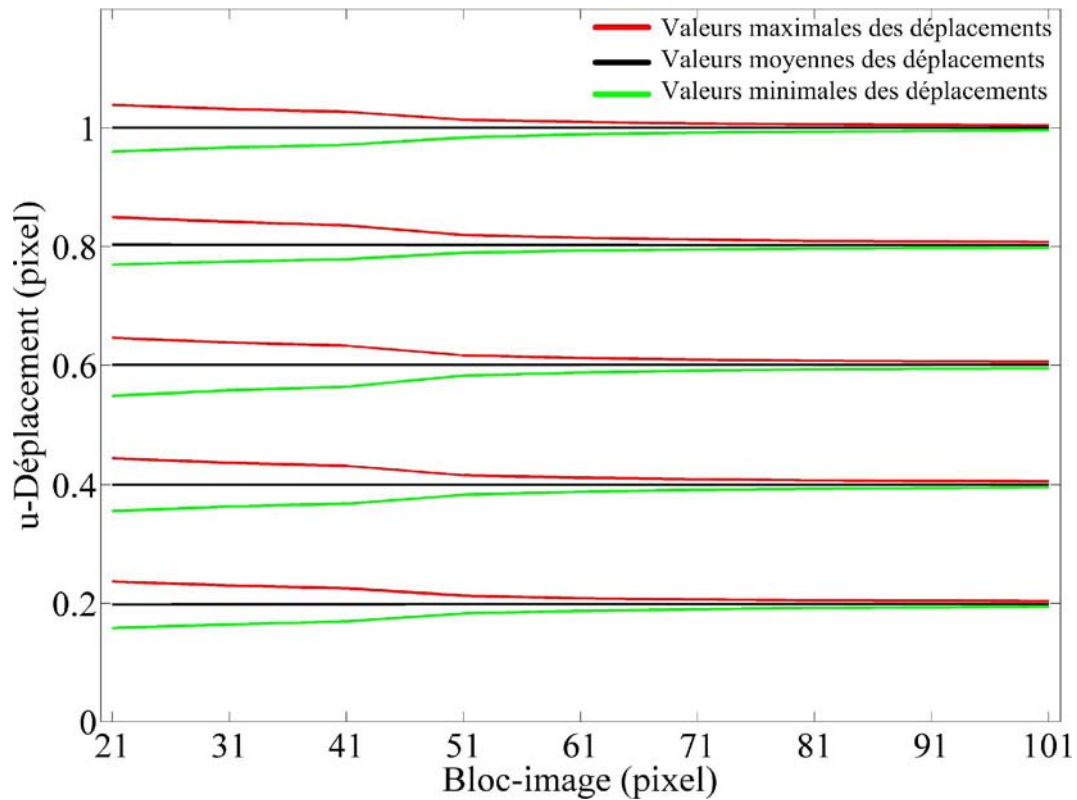


Figure 3-6. Courbes des valeurs minimales, moyennes et maximales des déplacements estimés correspondants aux blocs-images utilisés

Afin de mieux comprendre l'effet de ce facteur, l'erreur systématique et l'écart type des déplacements estimés sont calculés et présentés à la Figure 3-7 pour des blocs-images de 31×31 à 101×101 pixels.

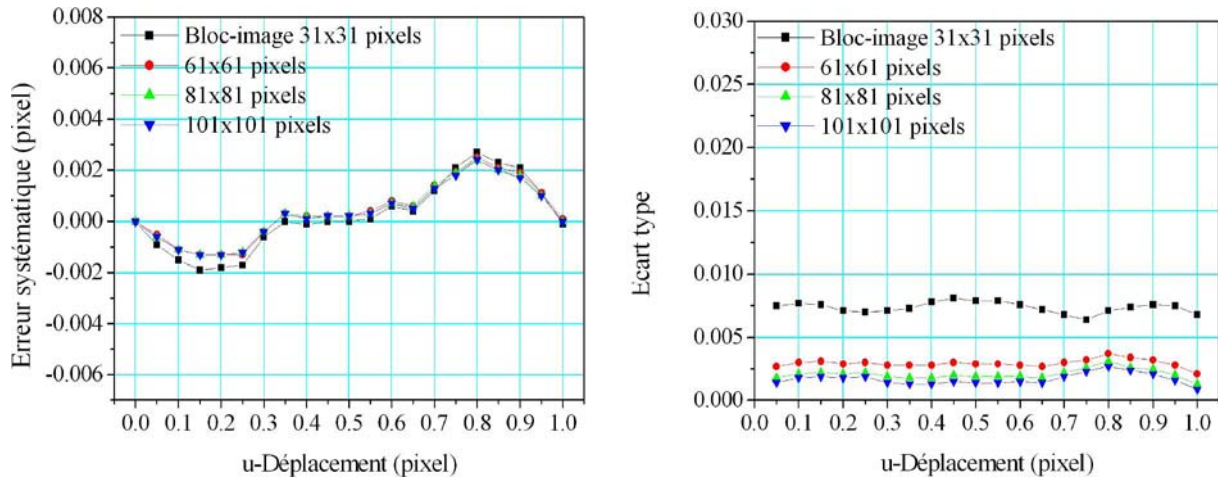


Figure 3-7. Erreur systématique et écart type des déplacements estimés utilisant différentes tailles de blocs-images

En utilisant le critère de l'erreur systématique, on ne voit quasiment pas la différence de performance liée à la taille de blocs-images. Par contre, une diminution importante est constatée de l'écart type lors de l'utilisation des grands blocs-images. Pourtant, les erreurs continuent à augmenter si un bloc-image trop grand est utilisé en raison de la déformation de lui même. En effet, l'utilisation des blocs-images entre 61×61 et 81×81 pixels est recommandée (voir Figure 3-7).

3.3.5 Effet du changement de l'éclairage

Afin d'estimer les performances des critères de corrélation, on a imposé une translation du corps rigide de 0.5 pixels sur une image réelle de la surface d'un échantillon PTFE de 768×576 pixels capturée par notre système expérimentale en modifiant 20% le contraste et la luminosité de celle-ci. Ceci est fait à l'aide d'un outil de traitement d'images. Les images de la surface du PTFE avant et après transformation et translation ainsi que la distribution de leur niveau de gris sont présentées sur la Figure 3-8 et Figure 3-9.

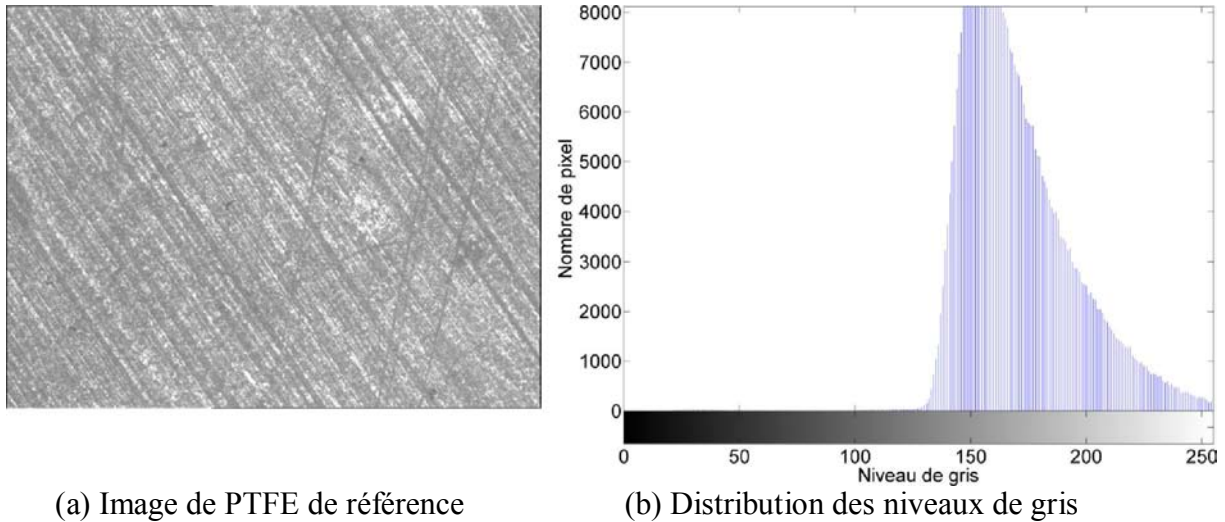


Figure 3-8. (a) Image de la surface d'un échantillon PTFE; (b) Distribution des niveaux de gris

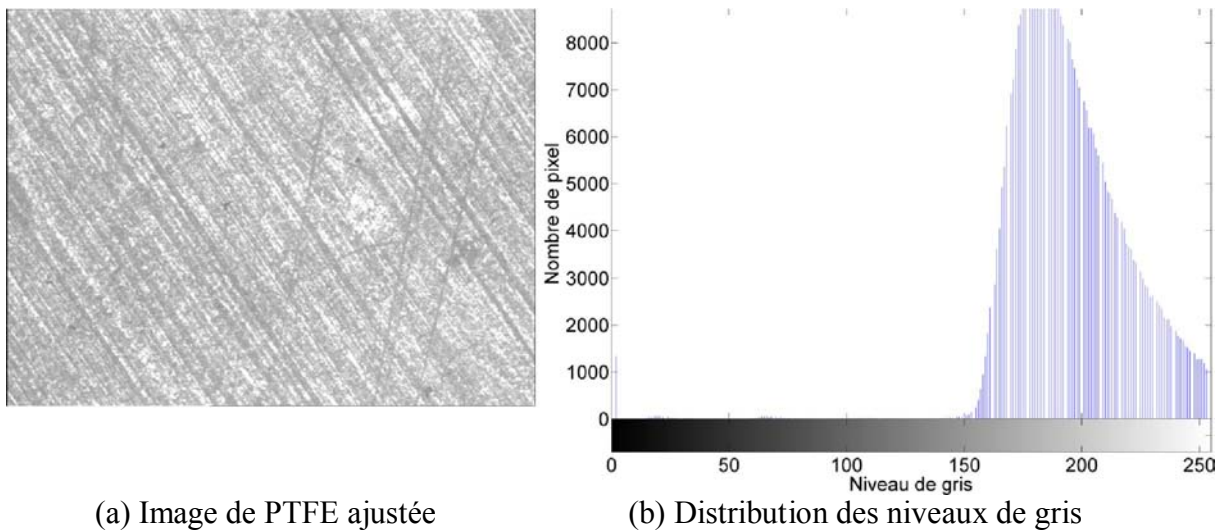


Figure 3-9. (a) Image de PTFE ajustée (augmentation de 20% contraste et luminosité); (b) Distribution des niveaux de gris

La corrélation de ces deux images a été réalisée en utilisant des blocs-images de 81×81 pixels pour le suivi de 2562 points (42×61 points). En appliquant les critères CC et ZNCC, les histogrammes des déplacements estimés est présenté à la Figure 3-10. Le calcul des valeurs maximales, minimales et moyennes ainsi que de l'écart type est également présenté dans le Tableau 3-3.

A partir de ce résultat, les conclusions sont : le critère de corrélation ZNCC est insensible au changement d'éclairage, il donne une bonne estimation de déplacement avec un

écart type très faible alors qu'un grand nombre des déplacements erronés est constaté en utilisant le critère de corrélation CC.

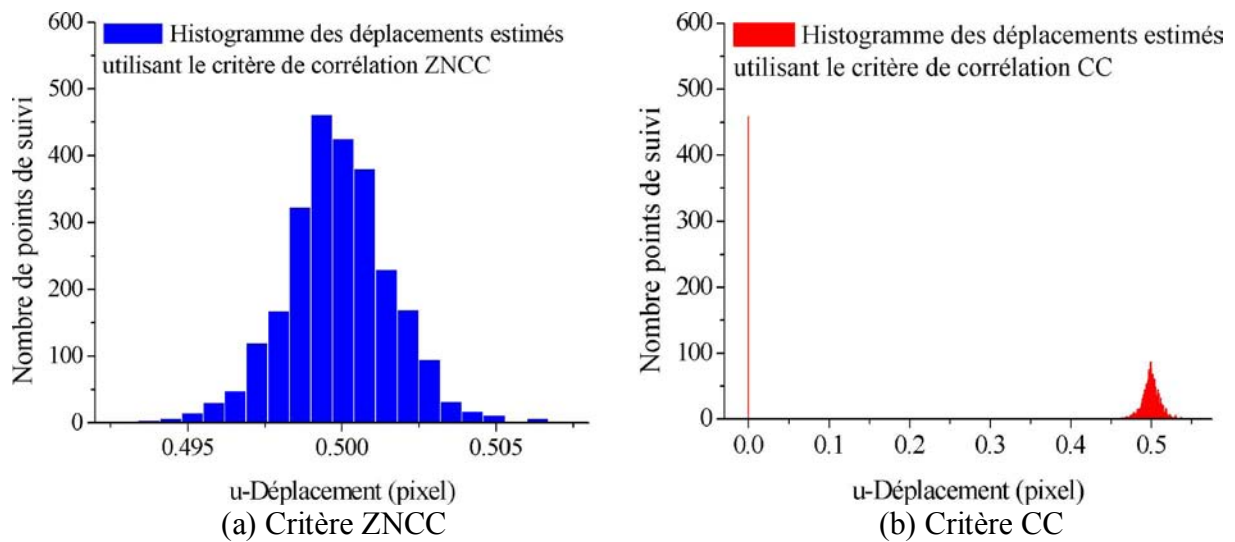


Figure 3-10. Histogramme des déplacements estimés au cas d'une translation du corps rigide de 0.5 pixels avec une fluctuation de l'éclairage de 20%

Tableau 3-3. Déplacements estimés au cas d'une translation du corps rigide de 0.5 pixels avec une fluctuation de l'éclairage de 20%

Translation 0.5 pixels avec une fluctuation de l'éclairage de 20%	Minimale	Moyenne	Maximale	Ecart type (%)
Critère ZNCC	0.4923	0.4999	0.5098	0.36%
Critère CC	0	0.4103	0.5401	42.34%

On compare ensuite les erreurs obtenues ci-dessus avec celles calculées sans fluctuation d'éclairage en utilisant toujours le critère de corrélation ZNCC. Les résultats sont présentés dans le Tableau 3-4.

Tableau 3-4. Comparaison des déplacements estimés par critère ZNCC

Valeurs estimées	Minimale	Moyenne	Maximale	Ecart type (%)
Fluctuation 20% de l'éclairage	0.4923	0.4999	0.5098	0.36%
Éclairage inchangé	0.4956	0.4999	0.5053	0.26%

On remarque un écart très faible entre les deux cas. En conclusion, on peut dire que l'utilisation du critère ZNCC rend la mesure fiable et reproductible même en présence des fluctuations de l'éclairage.

3.3.6 Influence de la dimension de « speckle »

La dimension des « speckle » est également un facteur important sur l'erreur d'estimation des déplacements. En effet, la modification de la dimension des « speckle » dans les cas réels peut affecter le nombre des « speckle » et l'information statistique contenue dans un bloc-image donnée. Pour mieux comprendre l'effet de ce paramètre, des essais ont été faits avec des paires d'images simulées de 576×576 pixels dont l'image simulée présente une translation de corps rigide de 0.5 pixels. Pour chaque paire image, la dimension des « speckle » varie successivement compris entre 1 et 15 pixels, le nombre de « speckle » est 1000.

La Figure 3-11 représente les valeurs minimales, moyennes et maximales des déplacements estimés correspondantes aux dimensions des « speckle » données en utilisant de différentes tailles de blocs-images de 21×21 à 101×101 pixels.

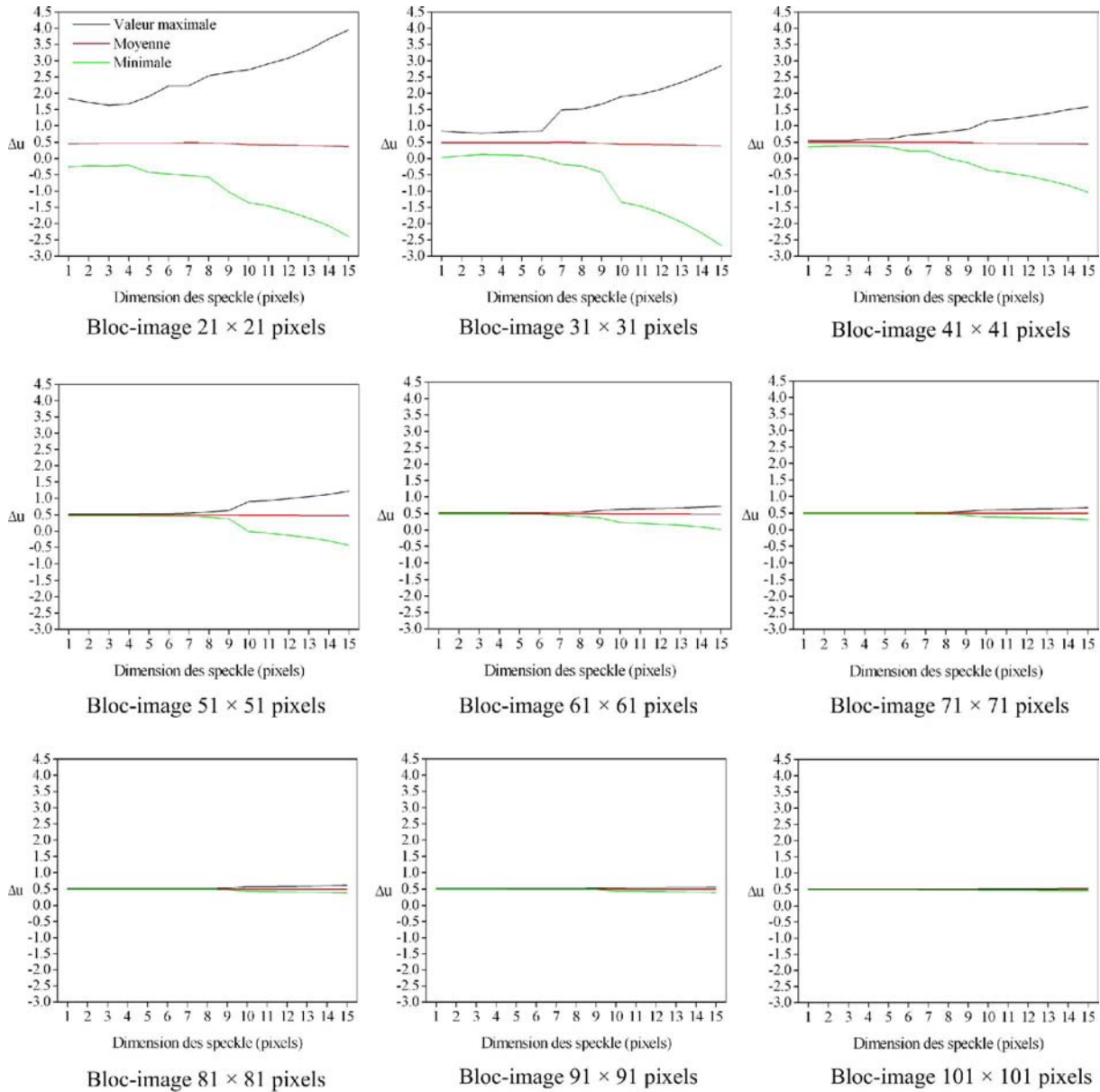


Figure 3-11. Influence de la dimension des « speckle »

D'après ces résultats, les « speckle » de grandes dimensions au delà de 10 pixels ont montré une influence importante sur l'erreur de l'estimation des déplacements, en particulier le cas de l'utilisation des petits blocs-images. Par contre, les erreurs diminuent progressivement sous deux conditions simultanées : les images simulées possèdent des petits « speckle » et la corrélation est mise en place avec les blocs-images plus grands.

On peut également constater que chaque bloc-image donne une estimation raisonnable avec une gamme de la dimension des « speckle » déterminée. Le Tableau 3-5 représente la gamme des dimensions de « speckle » possible pour chaque bloc-image :

Tableau 3-5. Taille des bloc-images en fonction de la taille des « speckle »

Bloc-image (pixels)	21 × 21	31 × 31	41 × 41	51 × 51	61 × 61	71 × 71	81 × 81	91 × 91	101 × 101
Dimension de speckle (pixels)	3-4	3-5	3-6	3-8	3-9	3-10	3-11	3-13	3-15

En analysant ces résultats, on remarque à nouveau l'importance du choix d'une dimension optimale des blocs-images pour satisfaire à la fois la précision de mesure et la possibilité de corrélérer des images avec une gamme de dimension des « speckle » la plus large possible. C'est pourquoi, les blocs-images à partir de 81 × 81 pixels sont recommandés dans cette étude.

3.3.7 Influence du nombre des « speckle »

Comme nous l'avons vu dans le paragraphe précédent, la modification du nombre ou densité des « speckle » peut conduire au changement de l'information statistique contenue dans le bloc-image à corrélérer. Il est donc nécessaire d'évaluer cet effet afin d'avoir une meilleure mesure. L'influence de la densité des « speckle » a été analysée en utilisant des images simulées de 576 × 576 pixels, avec des blocs-images de 81 × 81 pixels, une dimension de « speckle » de 5 pixels et une translation de corps rigide de 0.05 pixels. L'estimation des déplacements a été faite avec 196 points (14 × 14 points) et le nombre des « speckle » est modifié entre 100 et 12500 « speckle ».

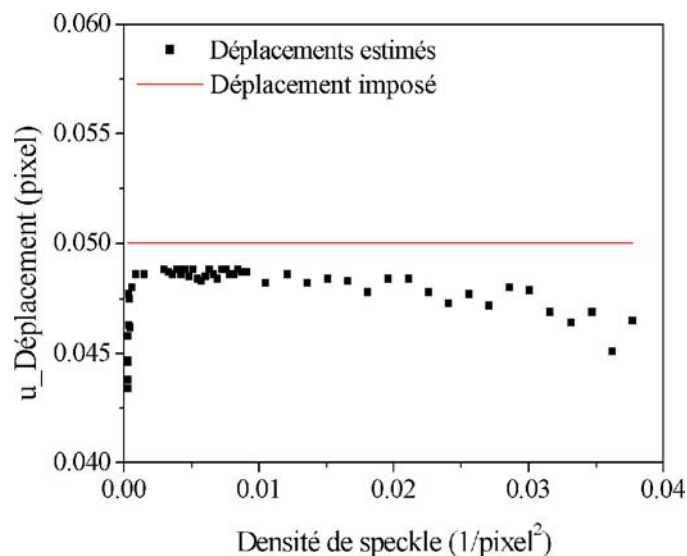


Figure 3-12. Influence de la densité des « speckle » par unité de surface

La Figure 3-12 montre les valeurs moyennes des déplacements estimés correspondant à chaque densité de « speckle ». On remarque que les déplacements ne sont pas estimés de manière très précise pour une densité de « speckle » très faible et très élevée. Ceci s'explique par le manque d'information des niveaux de gris lors d'une faible densité des « speckle », tandis qu'une densité très élevée de celles-ci entraîne une saturation des informations statistiques contenues dans des blocs-images. D'après notre expérience, les images simulées qui contiennent une gamme de la densité des « speckle » comprise entre 0.0015 et 0.0211 speckle/pixel² (équivalent à 500 et 7000 « speckle » contenus dans une image de taille 576 × 576 pixels) sont les plus adaptées pour la corrélation d'images.

3.4 Estimation du champ de déformation

A partir du champ de déplacement, le champ de déformation peut être directement calculé par une différentiation numérique à partir des déplacements estimés. Dans le cas des petites déformations, les tenseurs des déformations linéarisés d'après la description de Green-Lagrange sont:

$$\begin{aligned}\varepsilon_{xx} &= \frac{\partial u}{\partial x} \\ \gamma_{xy} &= \frac{1}{2} \left(\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x} \right) \\ \varepsilon_{yy} &= \frac{\partial v}{\partial y}\end{aligned}\tag{Equation (3-4)}$$

où u et v sont des déplacements suivant x et y -directions.

Étant donné que le lien entre la déformation et le déplacement est une différentiation numérique directe, il est à noter que ce processus est considéré comme étant générateur de bruit [LUO 04, LUO 05]. En effet, la différentiation peut amplifier des bruits contenus dans les déplacements estimés.

L'effet du bruit contenu dans ces déplacements est mis en évidence par un test utilisant des images simulées. Les paramètres des images sont les suivants : taille d'image de 576 × 576 pixels, nombre de « speckle » de 4000, dimension de « speckle » entre 1 et 10 pixels. Une déformation homogène de 0.002 suivant la direction verticale a été imposée sur l'image

déformée. Le suivi des déplacements est réalisé avec 1764 points (42×42 points) utilisant des blocs-images de 81×81 pixels.

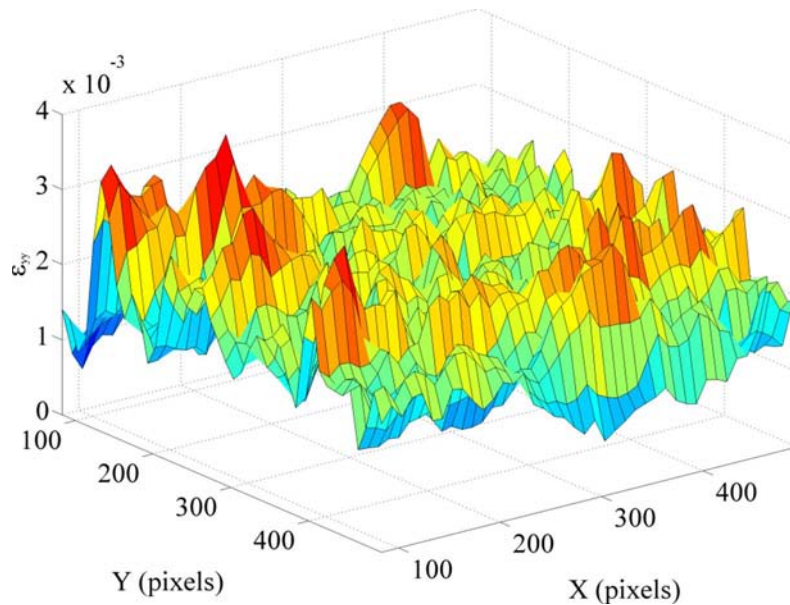


Figure 3-13. Champ de déformation calculé directement du champ de déplacement ayant une déformation homogène pré-imposée de 0.002

La Figure 3-13 montre le champ de déformation obtenu directement à partir des déplacements estimés par la DIC. Nous constatons qu'il y a une forte disparité du champ de déformation autour de la valeur pré-imposée. Ceci est évidemment dû aux erreurs contenues dans les déplacements estimés. Par exemple, si le déplacement des marqueurs contient une erreur de ± 0.05 pixels et la distance inter-marqueurs est 10 pixels, l'erreur de déformation calculée est donc $\Delta \varepsilon = (|\pm 0.05| + |\pm 0.05|)/10 = 0.01$. Une telle erreur pourra probablement cacher les déformations réelles de l'objet testé et est inadmissible dans la plupart des cas.

Ainsi, la précision de l'estimation du champ de déformation peut s'améliorer par un lissage des déplacements estimés avant de les différencier pour obtenir un champ de déformation plus précis et fiable.

3.4.1 Lissage du champ de déplacement

Basé sur les considérations mentionnées dans le paragraphe précédent, Sutton ^[SUT 91] a proposé une technique de lissage du champ de déplacement utilisant une méthode des éléments finis. Cette technique a été utilisée par Xunqing ^[XUN 04] pour calculer les déformations thermiques des composants électroniques. Récemment, elle a été améliorée par

Meng ^[MEN 07] pour obtenir une meilleure estimation du champ de déformation. De plus, les autres techniques de lissage sont également proposées par Christopher ^[CHR 02] et Tong ^[TON 97] afin de supprimer les bruits contenus dans les déplacements estimés. Il est évident que la précision de l'estimation des déformations augmente considérablement lorsque le niveau de bruit diminue après le lissage. Cependant, le lissage des données discrètes utilisant des éléments finis est très lourd et complexe.

Ainsi, une technique plus pratique appelée technique des moindres carrés ponctuelles a été utilisée et recommandée par Wattrisse ^[WAT 01] et Pan ^[PAN 07, PAN 09b]. Parmi ces techniques, celle proposée par Pan plus simple et efficace a été retenue dans notre étude.

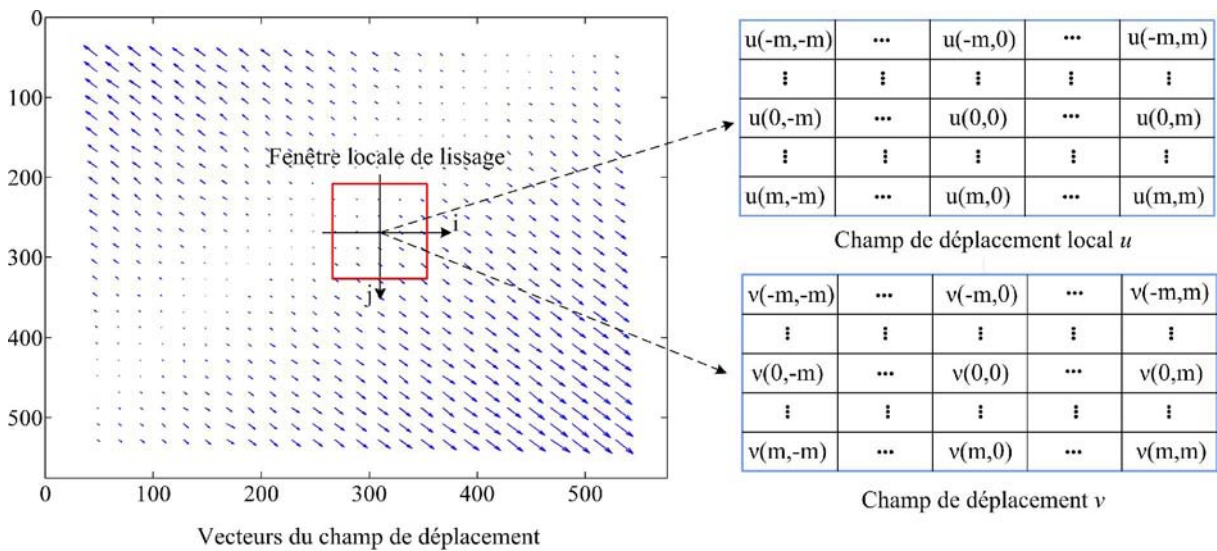


Figure 3-14. Fenêtre locale contient $(2m+1) \times (2m+1)$ des déplacements discrets utilisée pour l'estimation des déformations

L'implémentation de la technique des moindres carrés pour l'estimation du champ de déformation peut être illustrée à la Figure 3-14. Afin de calculer les déformations du point courant, une fenêtre carrée (fenêtre de calcul des déformations) contient $(2m+1) \times (2m+1)$ points discrets autour de lui est tout d'abord sélectionnée. Si la fenêtre de calcul des déformations est suffisamment petite, la distribution des déplacements à l'intérieur de cette fenêtre peut être obtenue par une approximation d'un plan linéaire :

$$u(i, j) = a_0 + a_1x + a_2y \tag{Équation (3-5)}$$

$$v(i, j) = b_0 + b_1x + b_2y$$

où $i, j = -m : m$ sont des coordonnées locales attachées à la fenêtre; $u(i, j)$ et $v(i, j)$ sont les déplacements originaux à location (i, j) obtenus par la DIC; a_0, a_1, a_2 et b_0, b_1, b_2 sont des coefficients inconnus à déterminer.

L'équation (3-5) peut être écrite sous une forme matricielle :

$$\begin{bmatrix} 1 & -m & -m \\ 1 & -m+1 & -m \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ 1 & 0 & 0 \\ \vdots & \vdots & \vdots \\ 1 & m-1 & m \\ 1 & m & m \end{bmatrix} \begin{pmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} = \begin{bmatrix} u(-m, -m) \\ u(-m+1, -m) \\ \vdots \\ u(0, 0) \\ \vdots \\ u(m-1, m) \\ u(m, m) \end{bmatrix} \quad \text{Équation (3-6)}$$

A partir de cette équation, la méthode des moindres carrées est utilisée pour déterminer les coefficients inconnus et les déformations de type Cauchy ou Green-Lagrange au point central de la fenêtre locale sont calculées à partir des coefficients (avec $\varepsilon_{xx} = a_1$, $\varepsilon_{yy} = b_2$ et $\varepsilon_{xy} = 0.5(a_2 + b_1)$). Les bruits étant réduits par le processus de lissage, la précision sur les déformations calculées est fortement améliorée. Il est cependant nécessaire de noter que pour les points situés aux bornes de la région de calcul, la fenêtre de calcul des déformations peut contenir moins de $(2m+1) \times (2m+1)$ points.

La performance du lissage peut être illustrée par le test utilisant les images simulées abordé au début de la section 3.4 (voir Figure 3-13). En absence du lissage du champ de déplacement, le champ de déformation obtenu directement par différentiation numérique présentant une forte oscillation par rapport à la déformation imposée de 0.002.

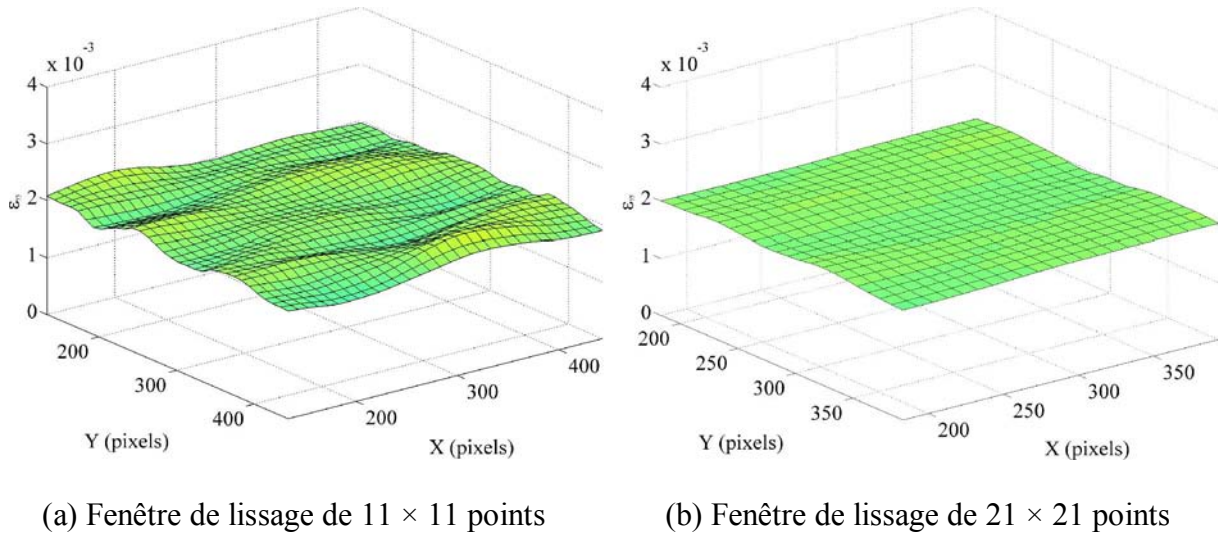


Figure 3-15. Champ de déformation obtenu par l'utilisation d'une fenêtre de lissage de 11×11 points (a) et 21×21 points (b)

Par contre, le champ de déformation obtenu par l'utilisation d'une fenêtre de lissage du champ de déplacement de 11×11 (Figure 3-15a) et 21×21 points (Figure 3-15b) est très cohérent à la déformation homogène imposée. Il est intéressant également de noter que la variation du champ de déformation estimé est plus importante lorsque une petite fenêtre de lissage est utilisée.

La Figure 3-16 représente les valeurs minimales, moyennes et maximales (Figure 3-16a) et l'écart type (Figure 3-16b) du champ de déformation obtenu avec une gamme de taille de fenêtre de lissage comprise entre 3×3 et 21×21 points.

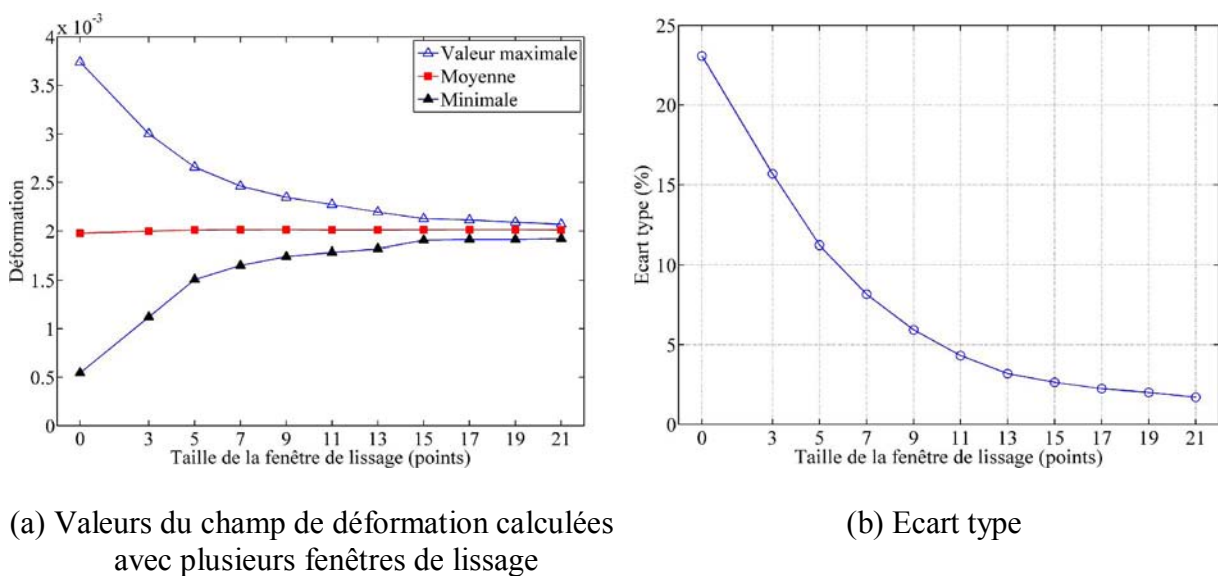


Figure 3-16. Champ de déformation homogène calculé avec plusieurs fenêtres de lissage

On constate que toutes les valeurs moyennes du champ de déformation sont cohérentes à la valeur imposée, mais l'écart type diminue graduellement en utilisant des fenêtres de lissage plus larges. Ceci s'explique par le fait qu'une fenêtre plus grande contient plus de points conduisant à une possibilité de suppression de bruits plus robuste et il en résulte un champ de déformation plus fin. Autrement dit, la précision de la mesure de déformation augmente par l'utilisation des fenêtres de lissage plus larges dans le cas de déformations homogènes. Cependant, le choix de la taille des fenêtres de lissage dépend également de la caractéristique de déformation de l'objet testé. Une fenêtre de lissage trop grande entrainera une estimation erronée lorsqu'il y a une déformation locale ou inhomogène à la surface testée. Le choix de la taille de fenêtre de lissage est ainsi un compromis entre la souplesse et la précision du champ de déformation estimé. Normalement, une fenêtre de taille entre 11×11 et 21×21 points est appréciée pour le lissage du champ de déplacement.

3.4.2 Sensibilité de la méthode pour un champ de déformation homogène

Afin de mieux connaître la limite ainsi que la résolution de la DIC dans l'estimation des déformations, un essai utilisant des images simulées a été réalisé. Les images simulées ont les paramètres suivants : taille d'image de 576×576 pixels, dimension de « speckle » comprise entre 1 et 1000 pixels, nombre de « speckle » de 4000. Les images déformées sont générées en imposant des déformations homogènes de 10^{-5} à 10^{-2} suivant la direction verticale. Le suivi de déplacement est effectué avec des mailles de marqueurs ayant la distance inter-marqueurs de 10, 20 et 30 pixels, respectivement.

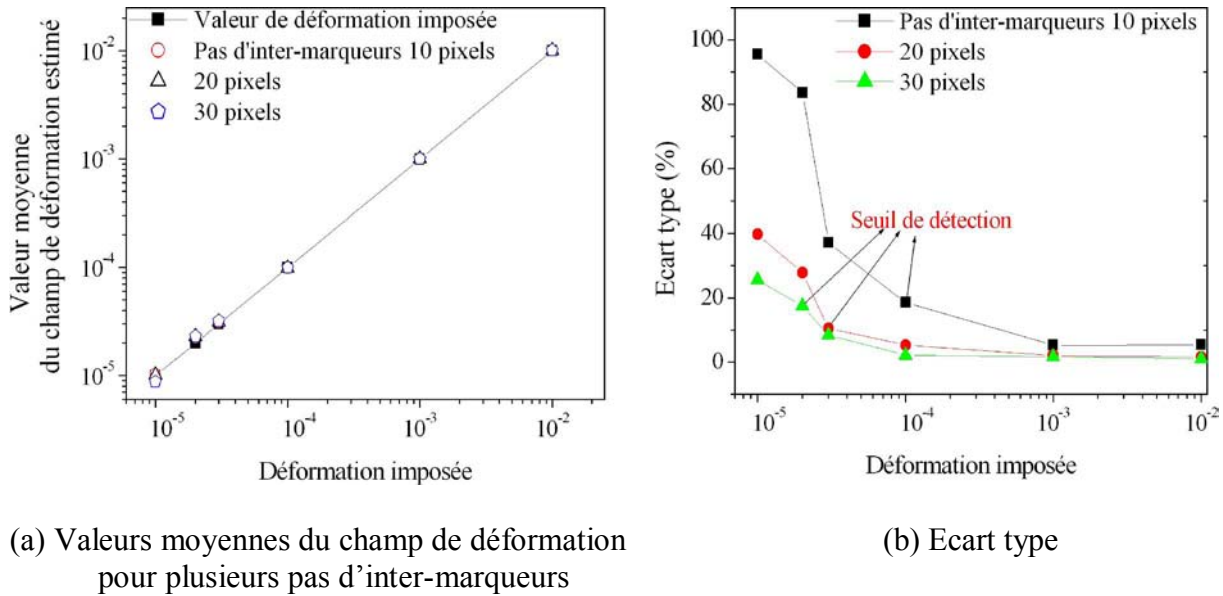


Figure 3-17. Estimation du champ de déformation homogène avec plusieurs pas d'inter-marqueurs

Une fenêtre de lissage de 11×11 points est utilisée pour calculer le champ de déformation. La Figure 3-17a représente les valeurs moyennes du champ de déformation estimé en fonction des niveaux de déformation imposés. On remarque qu'au-delà de $2 \cdot 10^{-5}$, les valeurs estimées sont en bon accord avec les valeurs imposées. Il est à noter également que la distance inter-marqueurs a une influence importante sur la précision de l'estimation de la déformation (voir Figure 3-17b). En effet, plus la distance inter-marqueurs est faible plus l'écart type est grand. Si l'on admet qu'un écart type inférieur à 20% est acceptable, le choix de la distance inter-marqueurs devra donc être un compromis entre la précision souhaitée et la quantité d'information souhaitée au niveau du champ de déformation, car plus la distance inter-marqueurs sera grande plus l'information sera moyennée.

3.4.3 Sensibilité de la technique dans le cas d'une déformation inhomogène

En pratique, une déformation inhomogène à la surface d'un échantillon peut se produire en raison d'un défaut structural du matériau ou si les matériaux sont inhomogènes eux-mêmes. Il est donc nécessaire de faire un test pour estimer les performances de la DIC dans la détection des déformations inhomogènes. Les caractéristiques des images simulées pour cette simulation sont : taille d'image de 576×576 pixels, dimension de « speckle » comprise entre 1 et 1000 pixels, nombre de « speckle » de 4000. L'image déformée possède deux barreaux déformés de $3 \cdot 10^{-4}$. Ces deux barreaux ont une même largeur de 80 pixels (voir Figure 3-18).

Le suivi de déplacement est effectué pour 1764 points (42×42 points, pas intermarqueurs de 10 pixels) et une fenêtre de 15×15 points est utilisée pour lisser le champ de déplacement.

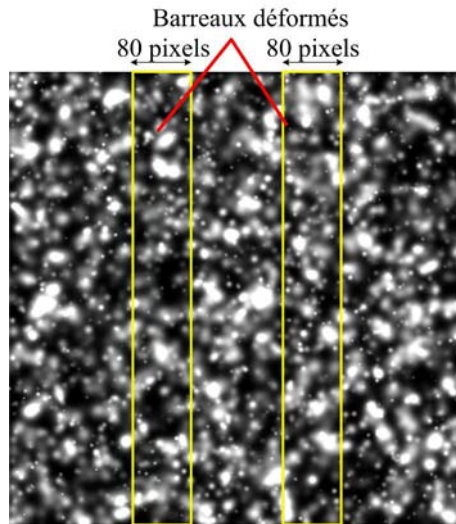
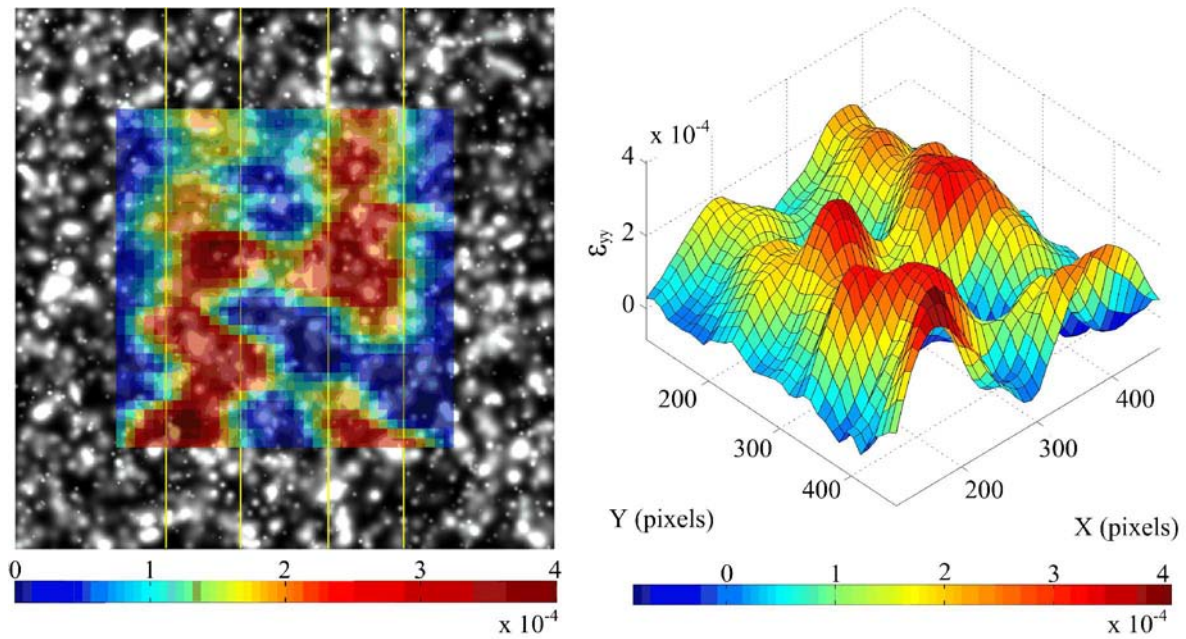


Figure 3-18. Image déformée avec deux barreaux déformés de 3.10^{-4}

Les cartographies du champ de déformation sont présentées à la Figure 3-19. A partir de ces résultats, on constate une périodicité des régions déformées, qui correspondent à deux barreaux prédéterminés.



(a) Périodicité des régions déformées

(b) Cartographies 3D de déformation

Figure 3-19. (a) Périodicité des régions déformées; (b) Cartographies 3D de déformation

Afin de mieux observer l'amplitude des déformations estimées, une autre courbe présente les valeurs de déformation des points à suivre dans la direction x, elle est illustrée sur la Figure 3-20.

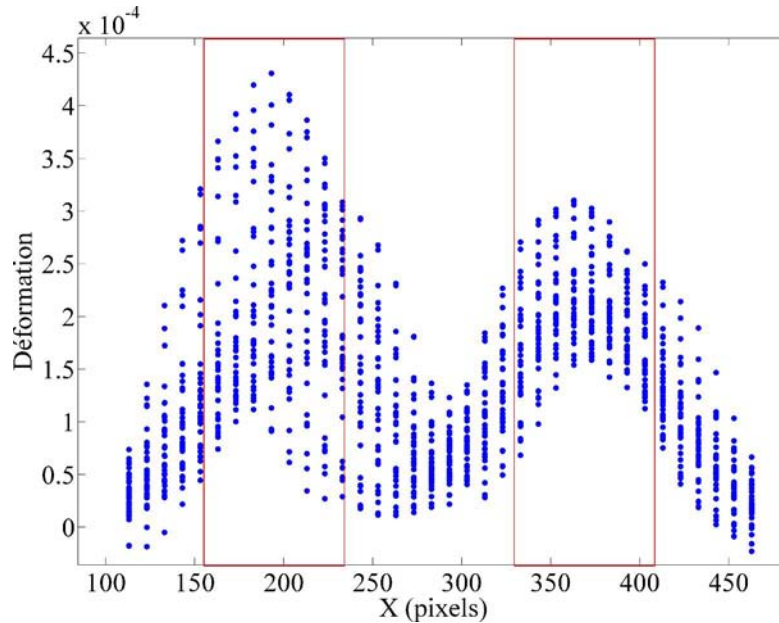


Figure 3-20. Déformation sur le plan x-déformation

Il est important à noter que les barreaux déformés sont bien retrouvés sur les cartographies et l'amplitude des déformations estimées est cohérente à la valeur imposée. Cependant, il y a des régions à l'intérieur des barreaux dont la déformation n'est pas celle imposée. Ceci peut être expliqué par l'état de la surface des régions où la dimension des « speckle » est trop grande ou bien ceux-ci sont moins nombreux. En conclusion, ce test a prouvé que la technique DIC utilisée est adaptée à la réalisation des cartographies du champ de déformation ainsi qu'à la détection des déformations inhomogènes.

3.5 Conclusion

Ce chapitre est consacré à l'étude des performances de la technique de corrélation d'images. Dans un premier temps, les sources d'erreurs concernant les conditions expérimentales et les erreurs liées au calcul numérique qui affectent la faisabilité des mesures sont évoquées.

Dans un deuxième temps, la précision de mesure est évaluée. Elle est déterminée par comparaison des champs de déplacement mesurés et imposés pour une translation du corps

rigide, à partir d'images simulées. La construction des images simulées et les critères de détermination de l'imprécision de mesure sont présentés. On montre d'une part, une précision de mesure théorique de 0.05 pixels qui dépend de la taille des blocs-images utilisés. Et d'autre part, la performance du critère de corrélation et des schémas d'interpolation des niveaux de gris sont discutés.

L'étude de différents phénomènes mis en évidence lors de l'évaluation de la précision du champ de déplacement permet également d'évaluer la performance de la technique dans l'estimation du champ de déformation. En effet, les bruits contenus dans le champ de déplacement entraînent des erreurs sur le champ de déformation dans plusieurs cas. Ainsi, une méthode basée sur les moindres carrées qui permet d'éliminer les bruits est proposée. Les résultats montrent que le champ de déformation obtenu est plus précis et l'estimation de celui-ci est donc plus fiable.

Enfin, une étude sur une déformation inhomogène est présentée. Les résultats obtenus ont montré que la technique est adaptée à la réalisation des cartographies du champ de déformation ainsi qu'à la détection des déformations inhomogènes.

Chapitre 4

Résultats expérimentaux

4.1 Introduction

Nous présentons dans ce dernier chapitre des preuves expérimentales de la corrélation entre les charges d'espace accumulées et les déformations mécaniques induites dans les isolants polymères.

Dans une première partie, la technique de corrélation d'images est validée par la mesure des coefficients d'expansion thermique des matériaux de toutes sortes : métaux, polymères, oxyde métallique... L'étude du PEN et du PU polarisé sous champ électrique sera elle aussi présentée afin de montrer de manière globale l'influence de charges d'espace sur le comportement mécanique des films. Cette étude sera complétée par la présentation des cartographies multidimensionnelles de charges d'espace et de déformations mécaniques sur PTFE irradié par un faisceau d'électrons. L'intérêt de la représentation cartographique est de mettre en évidence l'aspect local de la corrélation entre les charges d'espace accumulées et les déformations mécaniques induites.

4.2 Validation de la méthode de corrélation d'images

4.2.1 Contexte de l'étude

Comme mentionnée dans le Chapitre 3, l'étude théorique de la DIC a montré que les erreurs d'estimation des déplacements et des déformations dépendent de plusieurs paramètres de corrélation. En pratique, elles se rajoutent à celles provenant des conditions expérimentales. Il est donc nécessaire d'en avoir une estimation réelle afin de connaître la fiabilité des résultats obtenus.

Une des applications les plus connues de la DIC est la mesure des coefficients d'expansion thermique des matériaux [PAN 09d]. Par comparaison des coefficients mesurés avec ceux de référence trouvés dans la littérature, notre technique pourrait être validée. C'est pourquoi, nous avons mis en place ce genre de test pour plusieurs types de matériaux: métaux, polymères et oxyde métallique. L'objectif des essais est de vérifier la performance de la DIC dans la détection des déformations des matériaux qui possèdent des caractéristiques mécaniques différentes des plus souples aux plus rigides.

4.2.2 Mesure des coefficients de dilatation thermique

4.2.2.1 Banc de mesure

Le schéma du banc expérimental pour la mesure de déformation par expansion thermique est présenté à la Figure 4-1. Il consiste en une cellule chauffante (Mettler-Toledo F82) et le système d'imagerie optique mentionné à la section 2.6.1. Pour isoler thermiquement l'échantillon au milieu externe, une plaquette de verre est placée au dessus de la cellule. Il faut cependant noter que la plaquette de verre peut introduire des erreurs d'estimation de déplacement en raison de la variation de l'épaisseur ou de la réflexion de lumière. Nous avons donc utilisé dans notre cas une plaquette épaisse qui a une grande résistance contre le réchauffement thermique pour supprimer toutes distorsions optiques.

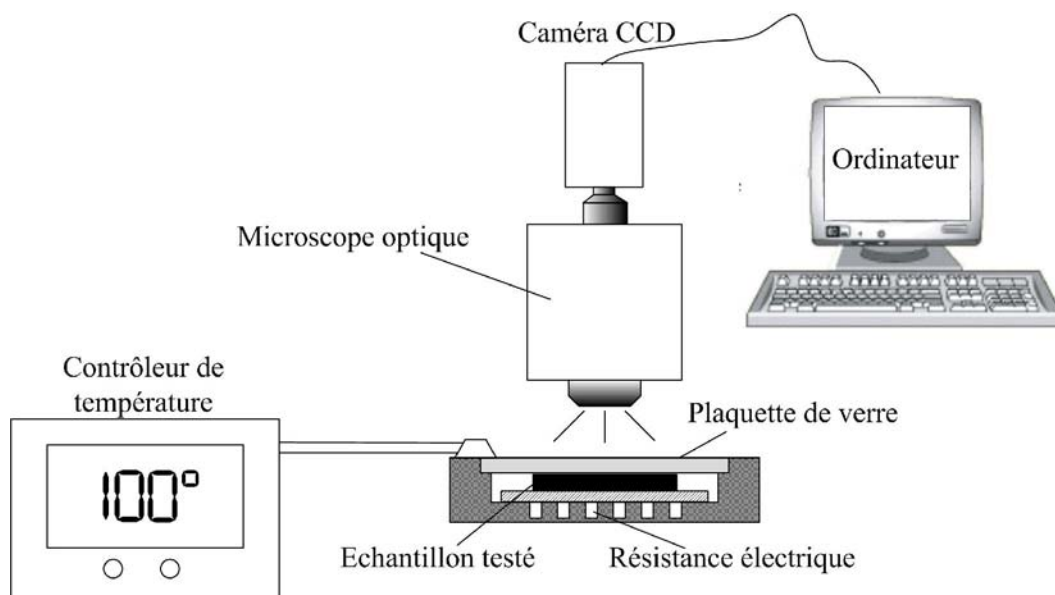


Figure 4-1. Schéma du banc expérimental de mesure des coefficients de dilatation thermique

4.2.2.2 Procédure expérimentale

Afin de mesurer les coefficients d'expansion thermique par la méthode DIC, l'échantillon testé est tout d'abord placé horizontalement au fond de la cellule chauffante. Une source de lumière blanche est utilisée pour illuminer la surface de l'échantillon au cours de l'expansion thermique. L'axe du système optique doit être perpendiculaire à la surface de l'échantillon et la focalisation de l'objectif est ajustée de telle manière que l'image de la surface de l'échantillon obtenue soit nette. Puis, le réchauffement de l'échantillon est réalisé suivant un protocole de température comme indiqué à la Figure 4-2. Les images de la surface de l'échantillon sont capturées lorsque la température au sein de cellule atteint 20, 40, 60, 80

et 100°C. Ces images sont ensuite analysées par la DIC afin d’obtenir les déformations thermiques.

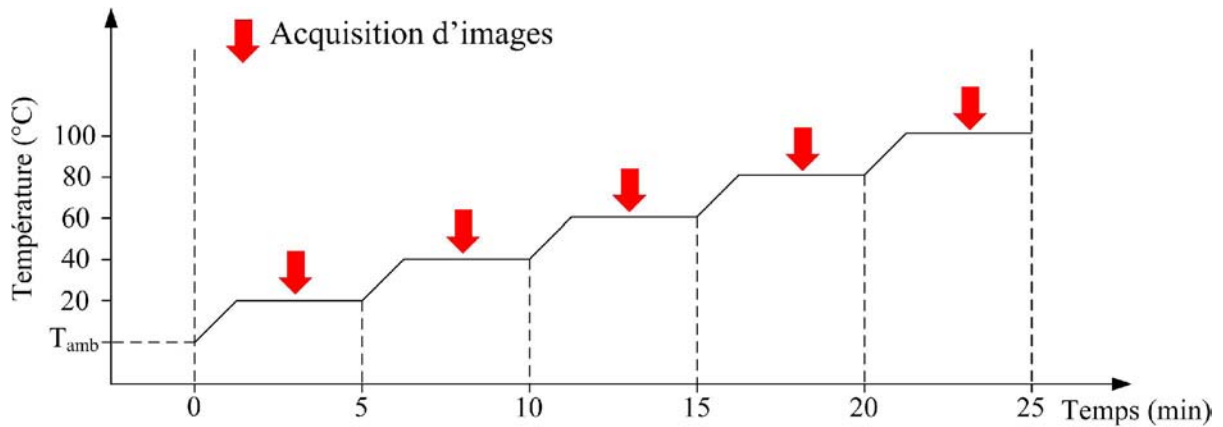


Figure 4-2. Protocole de température pour la mesure du coefficient de dilatation thermique

4.2.2.3 Résultats expérimentaux

Seul le résultat obtenu sur un échantillon de cuivre est détaillé dans ce paragraphe. Celui-ci a une dimension de $20 \times 20 \times 0.5$ mm et l’image de sa surface est présentée à la Figure 4-3.

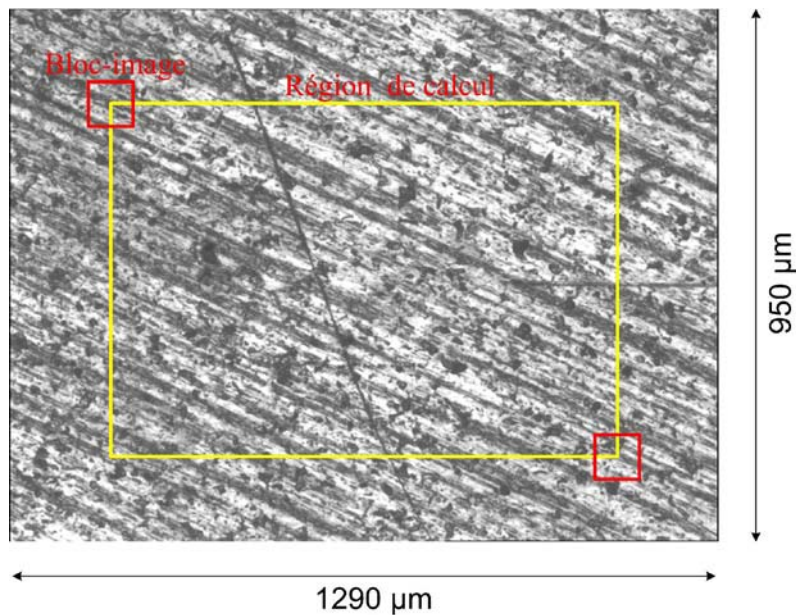


Figure 4-3. Image de la surface de l'échantillon de cuivre

En utilisant l’objectif ZEISS EC Epilan Neofluar, le grossissement du système optique est de 5 fois équivalent à un champ de vision sur une région de $1290 \mu\text{m}$ de longueur ce qui équivaut à $1.68 \mu\text{m}/\text{pixel}$. Théoriquement, la précision de la mesure de déplacement de la DIC

est estimée à 0.05 pixel, il nous permet donc dans notre cas une précision de mesure de déplacement de 0.08 μm .

Comme décrit dans la procédure de mesure, l'image de référence à 20°C est tout d'abord capturée. Pour l'analyse de la DIC, une région de calcul est choisie comme indiqué à la Figure 4-3 et le champ de déplacement est calculé avec une maille de 651 points (21×31 points), la taille du bloc-image est de 81×81 pixels et la distance inter-marqueurs est de 20 pixels. Les champs de déplacement correspondant suivant les directions x , y et ceux des vecteurs de déplacement calculés à 40°C et 100°C sont respectivement présentés à la Figure 4-4 et Figure 4-5.

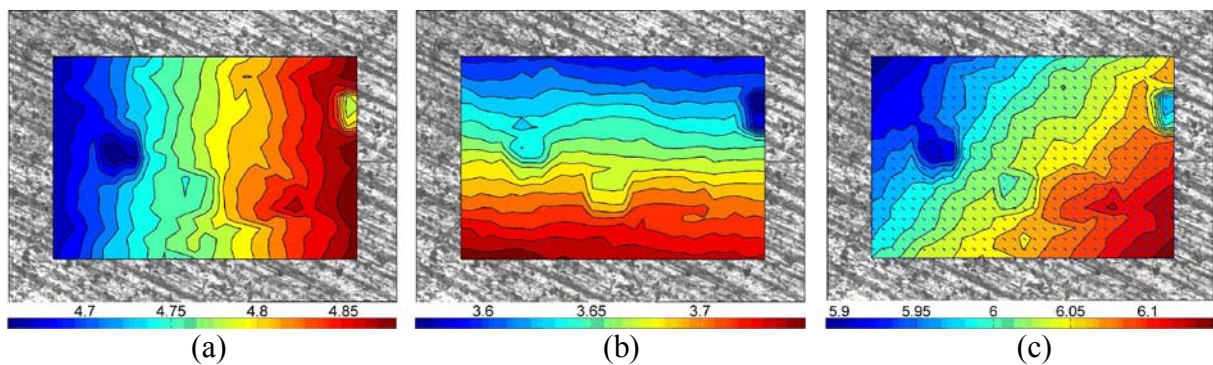


Figure 4-4. Champ de déplacement par expansion thermique de la surface de l'échantillon de cuivre à 40°C: (a) Champ de déplacement x , (b) Champ de déplacement y , (c) Champ des vecteurs de déplacement

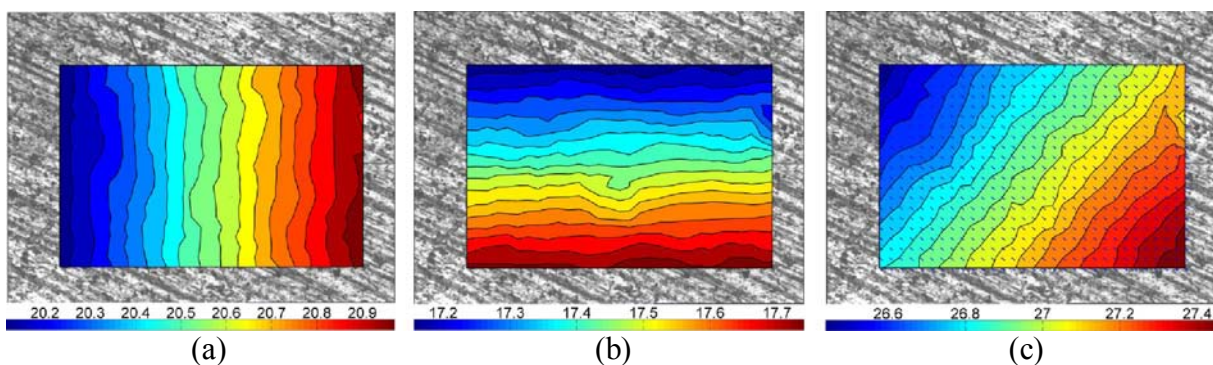


Figure 4-5. Champ de déplacement par expansion thermique de la surface de l'échantillon de cuivre à 100°C: (a) Champ de déplacement x , (b) Champ de déplacement y , (c) Champ des vecteurs de déplacement

On remarque que les contours du champ de déplacement x sont parallèles à l'axe y et ceux du champ de déplacement y sont parallèles à l'axe x . Ceci est cohérent car il n'existe pas de rotation de corps rigide de l'échantillon pendant l'expansion thermique. En outre, la similarité de l'amplitude des vecteurs de déplacement illustre une expansion thermique relativement uniforme de l'échantillon de cuivre.

Les valeurs moyennes du champ de déformation thermique sont ensuite calculées et linéarisées afin d'extraire les coefficients de dilatation thermique. La Figure 4-6 présente les courbes des tenseurs de déformation ε_{xx} et ε_{yy} en fonction de la température pour l'échantillon de cuivre testé.

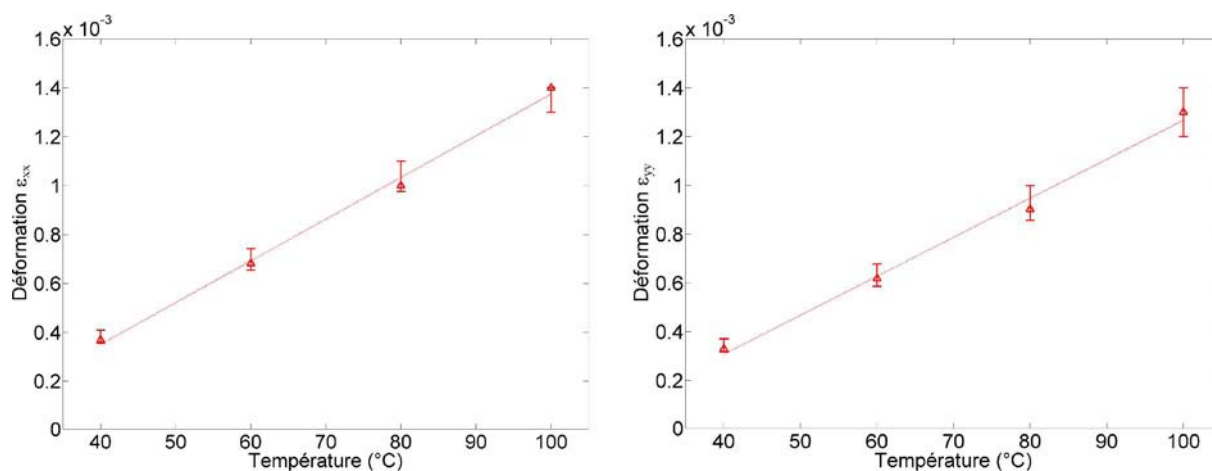


Figure 4-6. Courbes déformation-température dans la gamme de 20 à 100°C de l'échantillon de cuivre

A partir de ces résultats, on constate que l'évolution de la déformation est quasiment linéaire à l'augmentation de la température. Les pentes calculées à l'aide d'une régression linéaire sont respectivement $17.06 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ dans la direction x et $15.98 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ dans la direction y . Ces valeurs sont en bon accord avec celles relevées dans la littérature (les coefficients d'expansion thermique du cuivre recommandés par Thermal Properties Research Center USA ^[TOU 76] compris entre $16\sim 17 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$). Les mesures des coefficients d'expansion thermique ont été également réalisées pour différents matériaux et les résultats sont résumés dans le Tableau 4-1.

Tableau 4-1. Données expérimentales des coefficients d'expansion thermique mesurés

Matériaux	Coefficient de dilatation thermique ($\times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$)		
	α_x	α_y	Valeurs issues de la littérature
Alumine	5.22	5.3	6.8~9 ^[CHA 09]
Cuivre	17.06	15.98	16~17 ^[TOU 76]
Aluminium	21.68	23.06	22~25.4 ^[WIL 41]
Teflon	96.50	97.00	100~160 ^[GOO]

Il est à noter que les résultats obtenus sur les échantillons possédant une résistance mécanique relativement élevée ou très faible comme l'alumine et le téflon s'éloignent sensiblement des valeurs issues de la littérature. Ceci peut s'expliquer par le fait que les erreurs d'estimation de la DIC augmentent pour les déformations extrêmement petites (cas de l'alumine). Par contre, une déformation thermique relativement élevée comme celle du téflon conduit à une mauvaise estimation du déplacement par la DIC à cause d'un fort changement de l'état de la surface de l'échantillon. Dans ce cas, des fortes déformations ont eu lieu au sein des bloc-images et l'utilisation de la fonction de forme du premier ordre n'est plus convenable pour estimer la déformation des bloc-images eux-mêmes. De plus, l'estimation incorrecte de la température provenant de l'élément de mesure de température cause également des erreurs de calcul.

En conclusion, nous pouvons dire que la technique de corrélation d'images a prouvé sa performance pour cette application pratique. Les mesures des coefficients d'expansion thermique nous ont permis de la valider expérimentalement. Ainsi, elle sera appliquée dans notre étude pour le calcul du champ de déformation et la réalisation des cartographies.

4.3 Etude du PEN polarisé sous champ électrique

Sous l'effet de nombreux facteurs, plusieurs mécanismes peuvent être impliqués dans le vieillissement des isolants polymères. Particulièrement, les contraintes électromécaniques générées par un champ électrique jouent un rôle important comme facteur prépondérant dans le processus de dégradation.

Sous l'action de ces contraintes électromécaniques, la réponse d'un polymère solide dépend en général de plusieurs paramètres : structure et épaisseur du matériau, température, intensité et durée de l'application du champ électrique. Ces aspects ont été mis en évidence à travers les travaux de Mamy ^[MAM 04a], Ahmed ^[AHM 07] et Zegnini ^[ZEG 08a].

Pourtant, ces travaux n'ont pas pris en compte l'influence des charges d'espace sur le comportement mécanique du matériau. Notre but est donc d'étudier le comportement électromécanique du PEN en présence de charges d'espace. Grâce au système de mesure mentionné au Chapitre 2, nous pouvons visualiser et quantifier les déformations mécaniques induites d'une part, et mettre en évidence la présence de charges d'espace au sein du même

échantillon d'autre part. Nous avons ainsi l'opportunité de mettre en évidence les corrélations existantes entre la présence de charge d'espace et le comportement électromécanique.

4.3.1 Matériau étudié

Le matériau choisi dans cet étude est le Poly(éthylène naphthalène 2,6- dicarboxylate) (PEN) largement utilisé dans l'isolation électrique et particulièrement dans la fabrication des condensateurs ^[GUA 99] ou encore comme support pour les films photographiques. Il appartient à la famille chimique des polyesters aromatiques saturés.

Ce polyester thermoplastique de haute performance est obtenu par la polycondensation de l'acide naphthalénique 2,6 dicarboxylique et de l'éthylène glycol ^[TEI 72]. Sa structure chimique est présentée à la Figure 4-7.

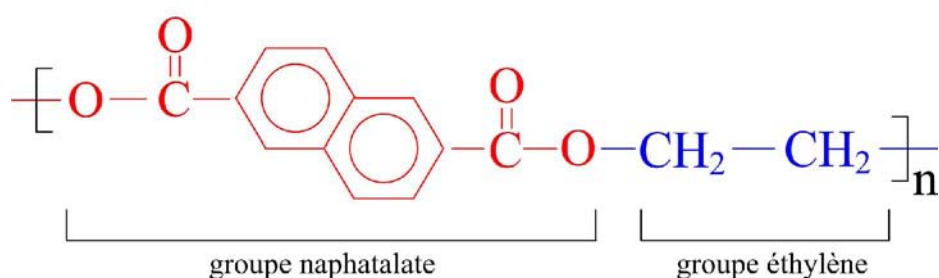


Figure 4-7. Structure chimique du PEN

Les principales caractéristiques du PEN utilisé dans cette étude sont présentées dans le Tableau 4-2.

Tableau 4-2. Principales caractéristiques du PEN étudié

Micro morphologie	Amorphe
Densité	1.38 g/cm ³
Module de Young à température ambiante	6082 MPa
Coefficient de Poisson	0.4
Résistance de traction à température ambiante	275 MPa
Résistivité	10 ¹⁸ Ω.cm
Permittivité relative à température ambiante & fréquence 60Hz	2.9
Champ électrique de rupture	300 kV/mm

4.3.2 Procédure de mesure

Les échantillons (Teonex TM) sur lesquels a porté cette étude sont des films amorphes de 25 μm à orientation bi-axiale fournis par DuPont Teijin Films (Luxembourg). Avant de réaliser des mesures, ils ont été métallisés sur les deux faces d'une couche d'or de 30 nm pour améliorer le contact électrique avec les électrodes de mesure.

L'influence des charges d'espace sur le comportement mécanique du PEN a été étudiée selon deux aspects : quantité des charges d'espace injectées au sein du matériau d'une part et polarité de ces dernières d'autre part.

Dans un premier temps, une mesure de charge d'espace a été réalisée pour deux échantillons PEN vierges (i.e. avant l'application du champ) puis une mesure de déformation mécanique de la surface de ces échantillons a été effectuée.

Les échantillons ont été ensuite respectivement polarisés à température ambiante pendant 1 heure, 3 heures et 24 heures, le champ électrique appliqué pour le premier échantillon a été choisi de +200 kV/mm alors que le deuxième a été polarisé sous un champ de -200kV/mm. L'application de différentes durées de polarisation a pour but d'injecter au fur et à mesure des charges d'espace dans les échantillons testés. Les films ont ensuite été mis en court-circuit pendant une durée de 30 minutes avant la mesure.

Les mesures de charges d'espace et de déformation mécanique induite ont été réalisées après chaque période de polarisation afin de vérifier l'influence de charges d'espace sur le comportement électromécanique des films testés. L'ensemble du processus de mesure est illustré à la Figure 4-8.

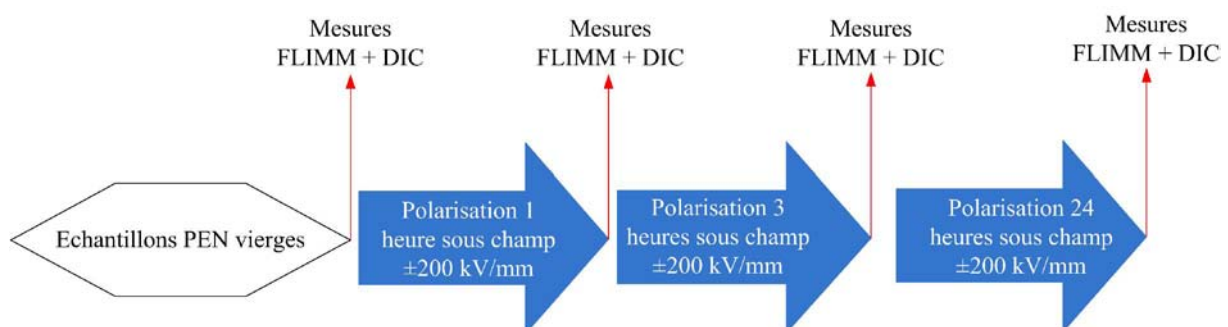


Figure 4-8. Processus de mesure de charges d'espace et de déformation mécanique des échantillons PEN

Pour la mesure de déformation mécanique induite, un protocole de champ électrique a été appliqué à l'échantillon afin de générer les contraintes électromécaniques (voir Figure 4-9).

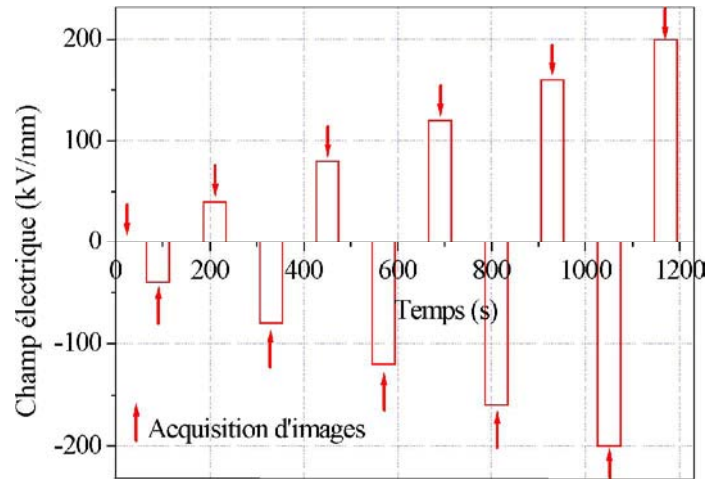


Figure 4-9. Protocole de champ électrique pour la mesure de déformation mécanique

Ce protocole est constitué de paliers successifs de -200 à +200 kV/mm par pas de 40 kV/mm. Il contient également des périodes de polarisation et dépolarisation de 60s. Entre chaque période de polarisation d'une durée de 60s, des périodes de dépolarisation (champ nul) sont imposées. Il est important ici de préciser que le protocole n'a pour but que d'imposer une contrainte mécanique à l'échantillon, tout en évitant au maximum l'injection de charge et/ou la modification des charges d'espace présentes. C'est pour cette raison que les paliers de champ de différentes polarités sont appliqués de manière alternée.

Les images de la surface des échantillons (voir Figure 4-10) ont été prises à chaque palier de champ et ont été ensuite analysées par la technique de corrélation d'images pour calculer la déformation mécanique induite.

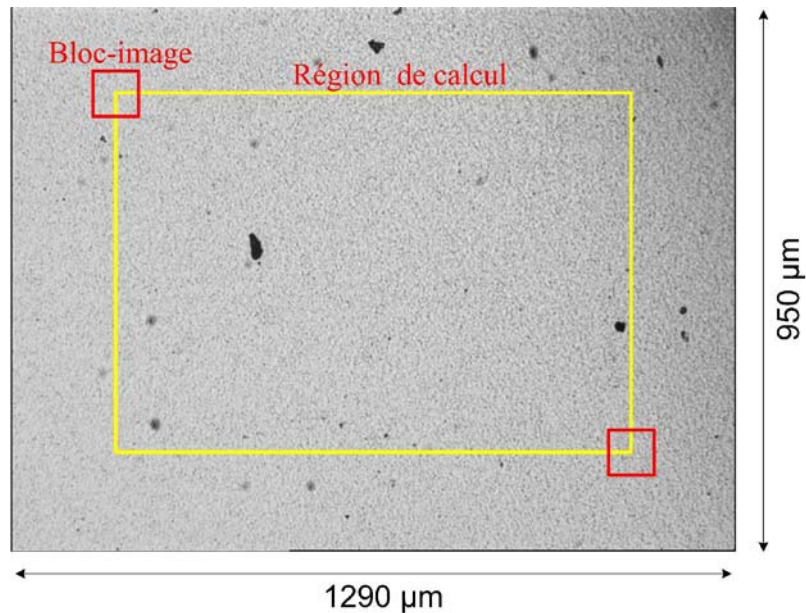


Figure 4-10. Image de la surface d'un échantillon PEN

Pour l'analyse par DIC, les images obtenues ont été capturées en utilisant l'objectif ZEISS EC Epilan Neofluar. Le grandissement du système optique est donc $1.68 \mu\text{m}/\text{pixel}$. Le champ de déplacement est calculé avec une maille de 294 marqueurs (14×21 points), la taille du bloc-image est de 81×81 pixels, la distance inter-marqueurs est de 30 pixels et la fenêtre locale de lissage de 11×11 points. La résolution spatiale pour l'estimation de déformation mécanique est ainsi d'environ $50 \mu\text{m}$.

4.3.3 Résultats expérimentaux

Dans les travaux de thèse de Mamy ^[MAM 04a] concernant la mesure des déformations mécaniques induites d'un PET soumis à un champ électrique, il a été démontré que les composantes de déformations planes ε_{xx} , ε_{yy} et γ_{xy} , correspondants aux directions x , y et à la direction de cisaillement varient en fonction de l'orientation de la caméra CCD, alors que les déformations associées aux directions principales ε_1 et ε_2 (pour lesquelles γ_{xy} est nulle) varient très peu. Nous pouvons alors utiliser les composantes principales (ε_1 et ε_2) pour l'étude de la réponse mécanique du PEN sous sollicitations électriques.

Les profils de charges d'espace et les courbes des valeurs moyennes du champ de déformation mécanique induite de l'échantillon PEN avant et après des polarisations positives sur l'électrode supérieure sont présentés à la Figure 4-11 et la Figure 4-12. Pour les courbes de déformation mécanique, nous utilisons la formule $\varepsilon_{total} = \sqrt{\varepsilon_1^2 + \varepsilon_2^2}$ pour calculer la

déformation associée à la réponse mécanique de l'échantillon. L'utilisation de cette formule se base sur l'analyse des résultats de Mamy ^[MAM 04a] qui montre que les composantes ε_1 et ε_2 ont des valeurs différentes en fonction de l'orientation de la cellule. C'est pourquoi, il est nécessaire d'utiliser une formule de déformation globale dans le but de caractériser la réponse mécanique du matériau.

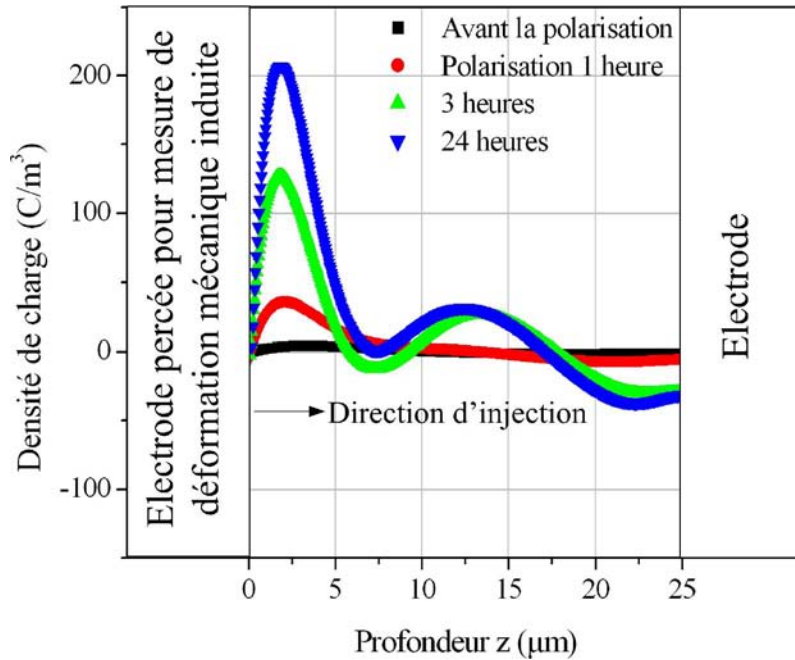


Figure 4-11. Profils de charges d'espace injectées (cas du PEN préalablement polarisé 200kV/mm)

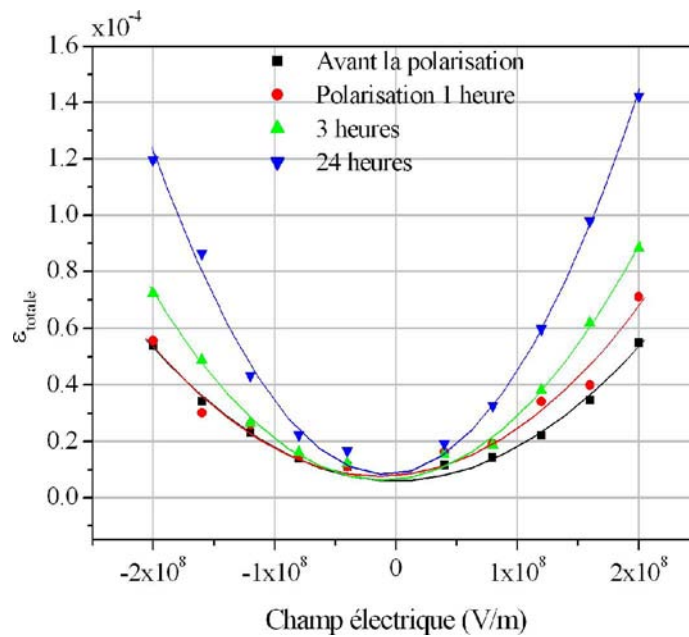


Figure 4-12. Courbes déformation-champ électrique (cas du PEN préalablement polarisé 200kV/mm)

À partir des profils de charges, on remarque une accumulation d'homocharges (charges positives à l'anode) qui augmente avec la durée de polarisation. On constate également une injection massive de charges qui apparaît pour les durées supérieures à 3 heures.

Quant à la mesure de déformation mécanique induite, les déformations mesurées dans les deux cas (avant et après la polarisation) augmentent avec le champ électrique appliqué. Il semble que les déformations sont proportionnelles au carré du champ électrique. En outre, il est important de noter que les niveaux de déformation ont tendance à croître en fonction de la quantité de charges injectées après chaque durée de polarisation.

D'autre part, nous constatons que la courbe déformation-champ électrique (Figure 4-12) possède une forme symétrique lorsque l'échantillon ne contient quasiment pas de charges (courbe avec les carrés noirs). Plus les déformations sont importantes plus les courbes de déformation en fonction du champ électrique deviennent asymétriques en présence de charges injectées. Les déformations les plus importantes correspondent aux champs positifs.

Pour l'échantillon polarisé négativement, les résultats de mesure de charges et de déformation mécanique induite sont présentés à la Figure 4-13 et la Figure 4-14.

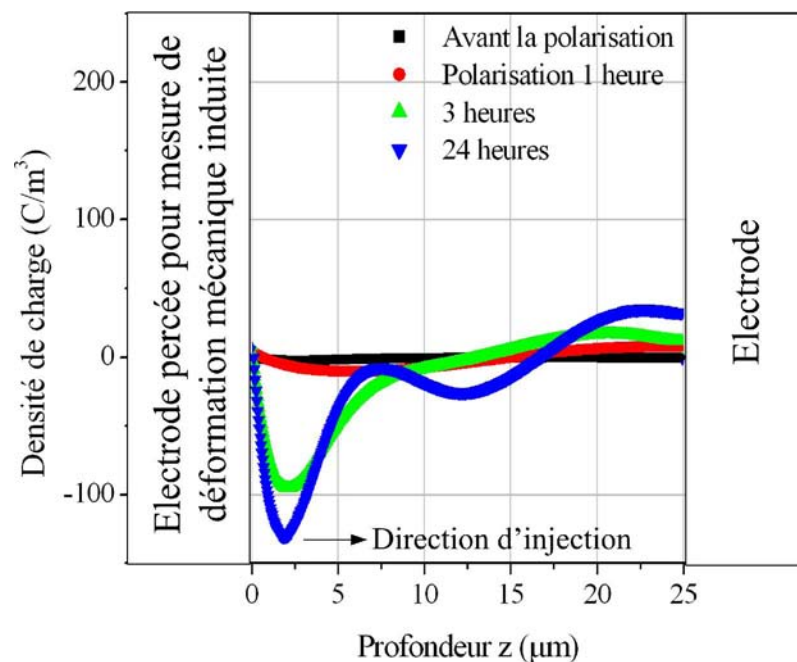


Figure 4-13. Profils de charges d'espace injectées (cas du PEN préalablement polarisé -200kV/mm)

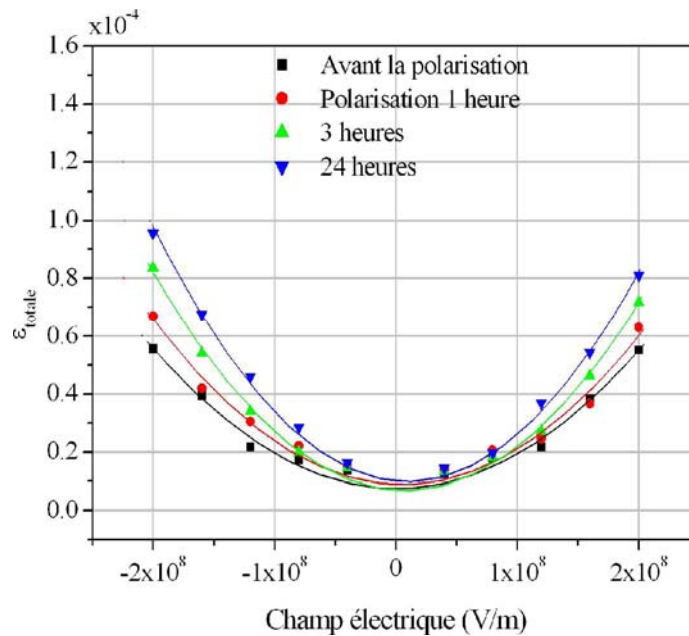


Figure 4-14. Courbes déformation-champ électrique (cas du PEN préalablement polarisé -200kV/mm)

On constate le même phénomène pour cet échantillon polarisé négativement. Il semble qu'il y a une injection massive de charges à partir de 3 heures de polarisation. En outre, la présence des homocharges (charges négatives) entraînent une augmentation des déformations mécaniques induites en fonction de durées de polarisation. On constate également que les courbes déformation-champ électrique sont aussi dissymétriques en présence de charges injectées. De plus, les déformations mécaniques sont favorisées sous champ négatifs.

Afin d'interpréter ces observations, nous avons développé un modèle électrostatique qui relie la réponse mécanique d'un polymère sous contraintes électriques à la présence de charges d'espace.

➤ Cas d'absence de charges d'espace

Dans un premier temps, nous considérons seulement la réponse mécanique sans présence de charges d'espace d'un film isolant polymère d'épaisseur L soumis à un champ électrique E . Ce film est tenu entre deux électrodes planes, comme dans le cas d'un condensateur. Lorsque le champ E est appliqué, l'échantillon est contracté dans le sens de l'épaisseur et est étendu dans les directions latérales. On définit la pression p comme pression électrostatique exercée sur un condensateur plan, la formule de p s'écrit :

$$p = \frac{\sigma^2}{2\varepsilon_0\varepsilon_r} \quad \text{Équation (4-1)}$$

où σ est la densité de charges aux électrodes; ε_0 , ε_r sont respectivement la permittivité du vide et du matériau.

La densité de charges $\sigma = \varepsilon_0\varepsilon_r E$, la pression électrostatique s'écrit donc:

$$p = \frac{\varepsilon_0\varepsilon_r E^2}{2} \quad \text{Équation (4-2)}$$

On en déduit la composante de déformation dans le sens de l'épaisseur ε_z lié à la pression électrostatique par le module de Young (Y) du matériau :

$$\varepsilon_z = -\frac{p}{Y} = -\frac{\varepsilon_0\varepsilon_r E^2}{2Y} \quad \text{Équation (4-3)}$$

Pour la plupart des matériaux isotropes, les composantes de déformation dans les directions x et y , ε_{xx} et ε_{yy} sont identiques. On obtient ainsi la déformation totale $\varepsilon_{totale} = \sqrt{\varepsilon_x^2 + \varepsilon_y^2} = \sqrt{\varepsilon_{xx}^2 + \varepsilon_{yy}^2} = \sqrt{2}\varepsilon_{xx}$. Finalement, la déformation totale est reliée à la déformation dans le sens de l'épaisseur par le coefficient de Poisson ν :

$$\varepsilon_{totale} = -\sqrt{2}\nu\varepsilon_z = \frac{\sqrt{2}\nu\varepsilon_0\varepsilon_r E^2}{2Y} = AE^2 \quad \text{Équation (4-4)}$$

L'équation (4-4) montre que la déformation totale est proportionnelle au carré du champ électrique appliqué, par la suite on appelle A ce coefficient de proportionnalité. Afin de comparer les valeurs théoriques et expérimentales de ce coefficient pour les échantillons PEN en l'absence de charges d'espace injectées (avant toute polarisation), le coefficient A est calculé par une application numérique à partir des données et est présenté dans le Tableau 4-3.

Tableau 4-3. Comparaison des données théoriques et expérimentales du coefficient A

Coefficient	Application numérique	Données expérimentales
A	1.1935×10^{-21}	1.19697×10^{-21}

À partir du Tableau 4-3 on remarque une coïncidence entre les données théoriques et expérimentales en l'absence de charges d'espace. On peut dire que la DIC a permis donc une quantification exacte de la réponse mécanique du PEN sous sollicitations électromécaniques.

➤ *Cas de présence de charges d'espace*

On suppose maintenant qu'une charge q est située à l'intérieur de l'échantillon, dans une couche plane infiniment mince, de surface S , parallèle aux électrodes et située à la distance x et $(L-x)$ de celles-ci (voir Figure 4-15).

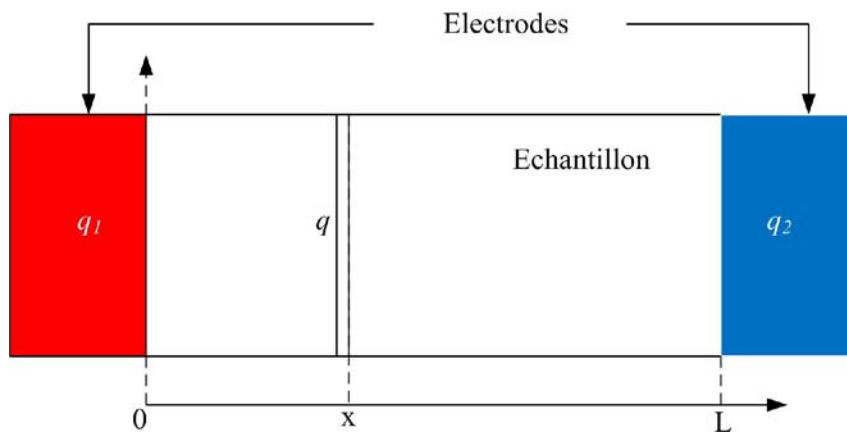


Figure 4-15. Distribution des charges d'influence en présence des charges internes au sein de l'échantillon

Cette charge induit sur les électrodes des charges d'influence q_1 (à $x=0$) et q_2 (à $x=L$). L'induction électrique $D=\epsilon_0\epsilon_r E$ vaut, en tenant compte des charges de surface σ induites par l'application d'une tension V_{HT} à $x=0$:

Sur $[0, x]$: $\epsilon_0\epsilon_r E = q_1 + \sigma$ Équation (4-5)

Sur $[x, L]$: $\epsilon_0\epsilon_r E = -q_2 + \sigma = q + q_1 + \sigma$ Équation (4-6)

Le théorème de Gauss permet d'écrire :

$\oint \vec{E} d\vec{l} = -V_{HT}$ Équation (4-7)

D'où $\int_0^x \frac{q_1 + \sigma}{\epsilon_0\epsilon_r} dx + \int_x^L \frac{q + q_1 + \sigma}{\epsilon_0\epsilon_r} dx = -V_{HT}$

$$\text{Soit } (q_1 + \sigma) \int_0^L \frac{dx}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} = -V_{HT} - q \int_x^L \frac{dx}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} \quad \text{Équation (4-8)}$$

$$\text{Dans le cas général } q_1 + \sigma = -E_a \varepsilon_0 \varepsilon_r - \int_0^L q(x) \frac{(L-x)}{L} dx = -E_a \varepsilon_0 \varepsilon_r + Q_1$$

où $Q_1 = -\int_0^L q(x) \frac{(L-x)}{L} dx$ représente les charges d'influence intégrées sur l'ensemble de l'échantillon, E_a est le champ électrique appliqué.

La pression électrostatique s'écrit donc:

$$p = \frac{(-E_a \varepsilon_0 \varepsilon_r + Q_1)^2}{2\varepsilon_0 \varepsilon_r} \quad \text{Équation (4-9)}$$

Nous en déduisons alors la déformation plane totale de l'échantillon :

$$\varepsilon_{totale} = -\sqrt{2\nu} \varepsilon_z = \frac{\sqrt{2\nu} p}{Y} = \frac{\sqrt{2\nu} (-E_a \varepsilon_0 \varepsilon_r + Q_1)^2}{2\varepsilon_0 \varepsilon_r Y} \quad \text{Équation (4-10)}$$

Le développement de l'équation (4-10) est comme suit:

$$\varepsilon_{totale} = \frac{\sqrt{2\nu} \varepsilon_0 \varepsilon_r E_a^2}{2Y} - \frac{\sqrt{2\nu} Q_1 E_a}{Y} + \frac{\sqrt{2\nu} Q_1^2}{2\varepsilon_0 \varepsilon_r Y} = AE_a^2 + BE_a + C \quad \text{Équation (4-11)}$$

$$\text{avec } A = \frac{\sqrt{2\nu} \varepsilon_0 \varepsilon_r}{2Y} ; B = -\frac{\sqrt{2\nu} Q_1}{Y} \text{ et } C = \frac{\sqrt{2\nu} Q_1^2}{2\varepsilon_0 \varepsilon_r Y}$$

La différence dans l'équation (4-11) par rapport au cas précédent est l'apparition d'un second et d'un troisième terme. Ce changement est dû à l'effet de la présence de charges internes. Il est également à noter que les coefficients B et C dépendent des charges injectées alors que ces dernières n'ont aucune influence sur le coefficient A . À partir des formules théoriques des coefficients A , B et C nous pouvons calculer et tracer les courbes théoriques de déformation en fonction du champ électrique en utilisant les charges d'influence Q_1 calculées des mesures de FLIMM. La Figure 4-16 et la Figure 4-17 présentent respectivement des

courbes théoriques et expérimentales en fonction du champ électrique au cas de la polarisation positive et négative de l'échantillon.

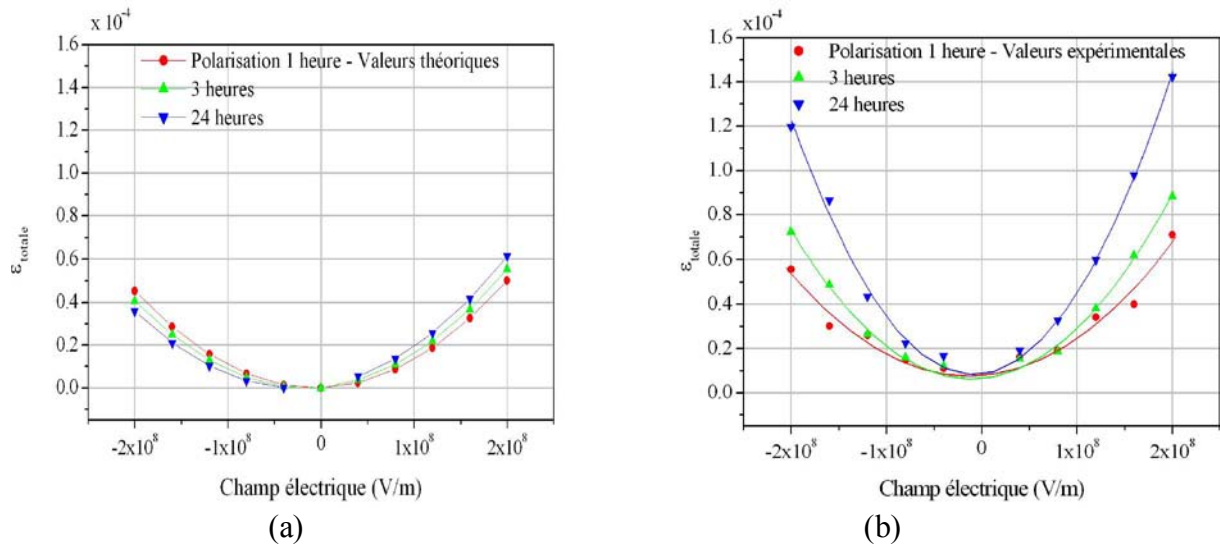


Figure 4-16. (a) Courbes théoriques déformation-champ électrique (cas de la polarisation positive); (b) Courbes expérimentales

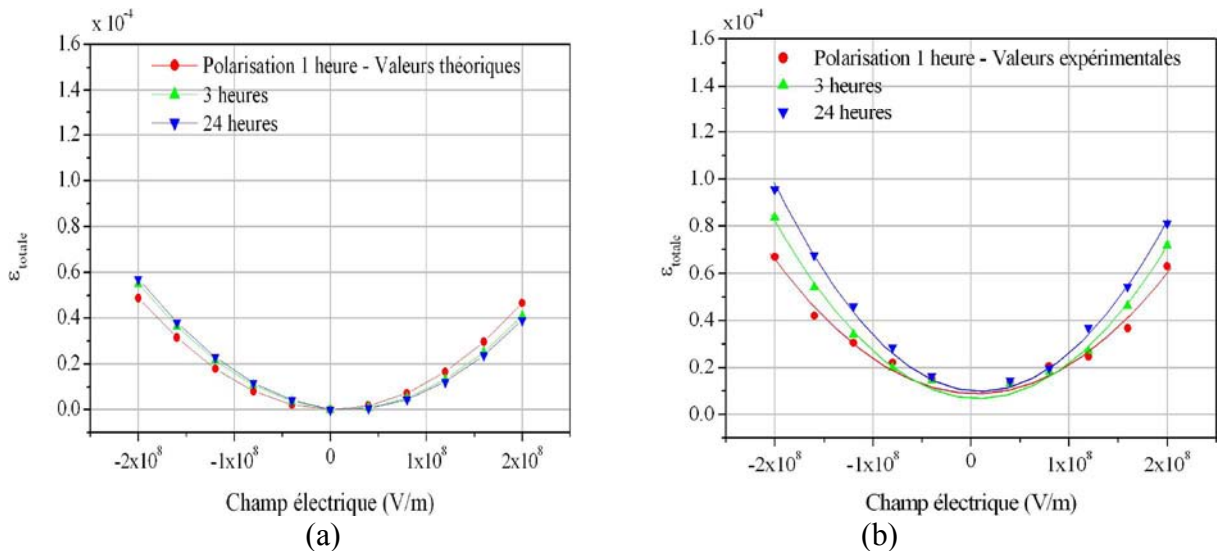


Figure 4-17. (a) Courbes théoriques déformation-champ électrique (cas de la polarisation négative); (b) Courbes expérimentales

Comme nous avons vu précédemment dans la partie des résultats expérimentaux, le modèle a également montré que les courbes théoriques déformation-champ électrique sont asymétriques en présence de charges d'espace. Les champs électriques de même polarité avec les charges d'espace injectées provoquent les déformations supérieures, alors que les champs électriques de polarité différente avec les charges d'espace injectées induisent des

déformations inférieures. Il semble qu'en réalité les charges d'espace injectées ont une influence importante sur l'ensemble des coefficients A , B et C conduisant à un comportement mécanique différent par rapport au modèle théorique. Il est nécessaire également de déterminer les valeurs expérimentales de ces coefficients.

Pour cela on calcule la différence entre la déformation mécanique expérimentale obtenue pour un champ positif E_a et celle obtenue pour un champ négatif $-E_a$ afin de mettre en évidence l'effet de la présence de charges internes sur la déformation mécanique, plus précisément sur les coefficients A , B et C :

$$\varepsilon_{totale+} = AE_a^2 + BE_a + C \quad \text{Équation (4-12)}$$

$$\varepsilon_{totale-} = A(-E_a^2) - BE_a + C$$

De l'équation (4-12), on obtient :

$$\varepsilon^- = \frac{\varepsilon_{totale+} - \varepsilon_{totale-}}{2} = BE_a \quad \text{Équation (4-13)}$$

$$\varepsilon^+ = \frac{\varepsilon_{totale+} + \varepsilon_{totale-}}{2} = AE_a^2 + C \quad \text{Équation (4-14)}$$

avec $\varepsilon_{totale+}$ et $\varepsilon_{totale-}$ sont les déformations mécaniques induites correspondantes aux polarités positives et négatives du champ électrique appliqué.

Les équations (4-13) et (4-14) nous permettent donc de tracer les courbes $\varepsilon^- = (\varepsilon_{totale+} - \varepsilon_{totale-})/2$ à partir des données expérimentales en fonction de E_a (voir Figure 4-18) et $\varepsilon^+ = (\varepsilon_{totale+} + \varepsilon_{totale-})/2$ en fonction de E_a^2 (voir Figure 4-19).

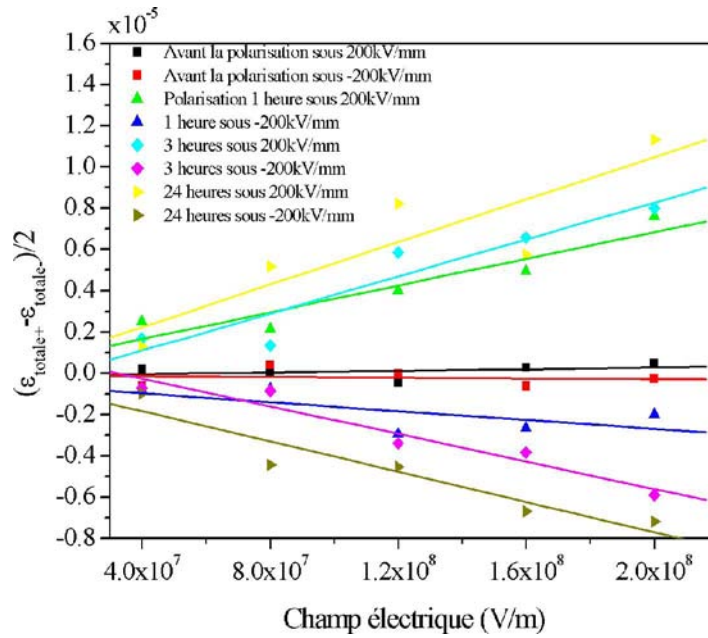


Figure 4-18. Courbes $(\epsilon_{totale+} - \epsilon_{totale-})/2$ en fonction de E_a

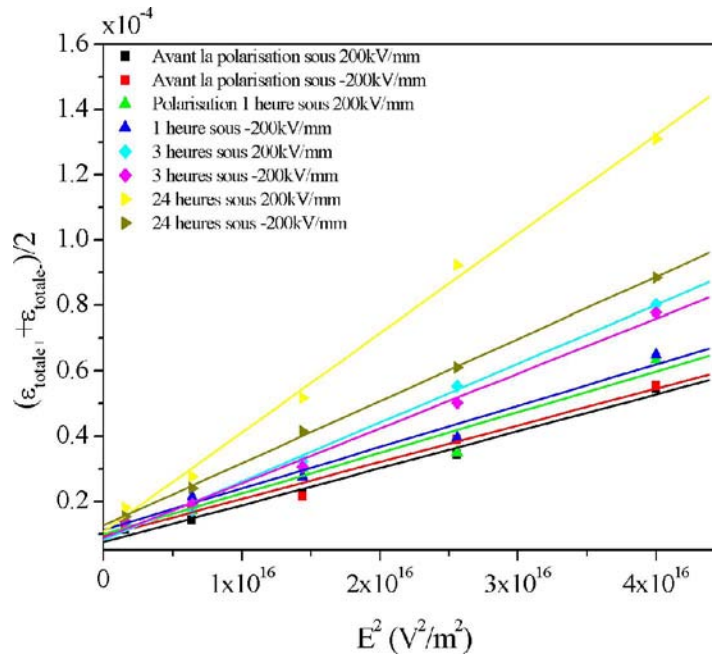


Figure 4-19. Courbes $(\epsilon_{totale+} + \epsilon_{totale-})/2$ en fonction de E_a^2

Nous remarquons une évolution des courbes ϵ^- et ϵ^+ en fonction de durées de polarisation (c'est-à-dire la quantité de charges injectées). Ces évolutions mettent en évidence l'influence des charges d'espace sur l'ensemble des coefficients A , B et C . Ainsi, il est possible d'en déduire les coefficients expérimentaux A , B et C extraits des pentes de ces courbes.

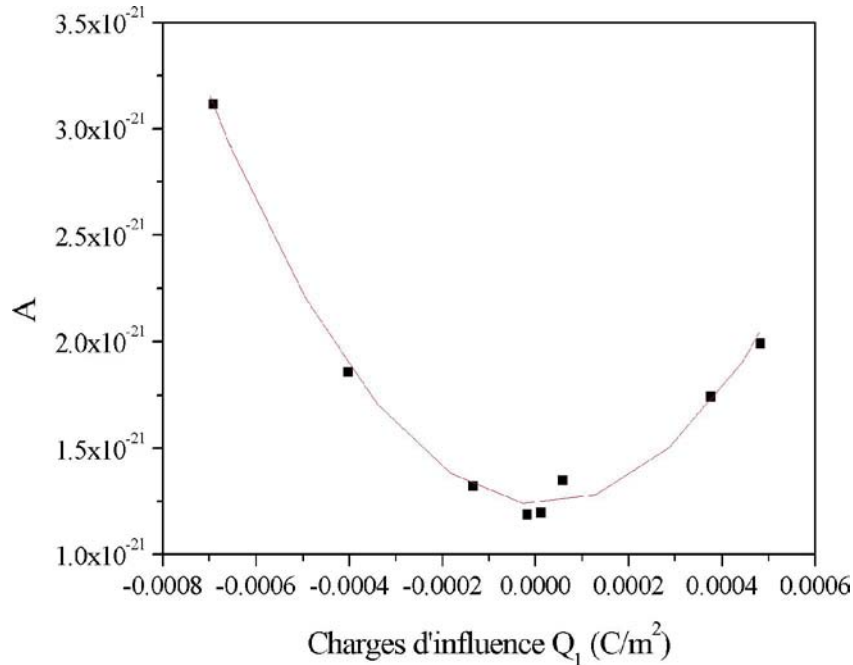


Figure 4-20. Influence des charges d'espace injectées sur le coefficient A

Les valeurs expérimentales de A en fonction de Q_1 sont présentées sur la Figure 4-20. À la différence du modèle, la Figure 4-20 montre que le coefficient A est proportionnel au carré des charges d'influence. Pour expliquer ce comportement, Stern a montré une dispersion de la permittivité du matériau due à la présence de charges d'espace ^[STE 70], le coefficient A pourrait donc varier en fonction de Q_1 au travers d'une variation de ϵ_r du matériau.

D'autre part, les forces électrostatiques de Maxwell ne sont pas la seule contribution à la déformation mécanique induite par l'application d'un champ électrique, il y a également le phénomène d'électrostriction. La formule analytique du coefficient A est ainsi probablement constitué d'un autre terme lié au caractère électrostrictif. En effet, il a été montré que les charges d'espace ont une influence sur les propriétés d'électrostriction. Par leur étude, Guiffard et ses collègues ^[GUI 09] ont montré que les propriétés d'électrostriction d'un polymère électrostrictif à base de polyuréthane (PU) ont été considérablement amélioré par intégration de nano fils de SiC dans la matrice du polymère. Ceci se traduit par le piégeage des charges d'espace dans les particules de SiC conduisant au changement de la propriété d'électrostriction ainsi qu'un renforcement de la réponse électromécanique du matériau.

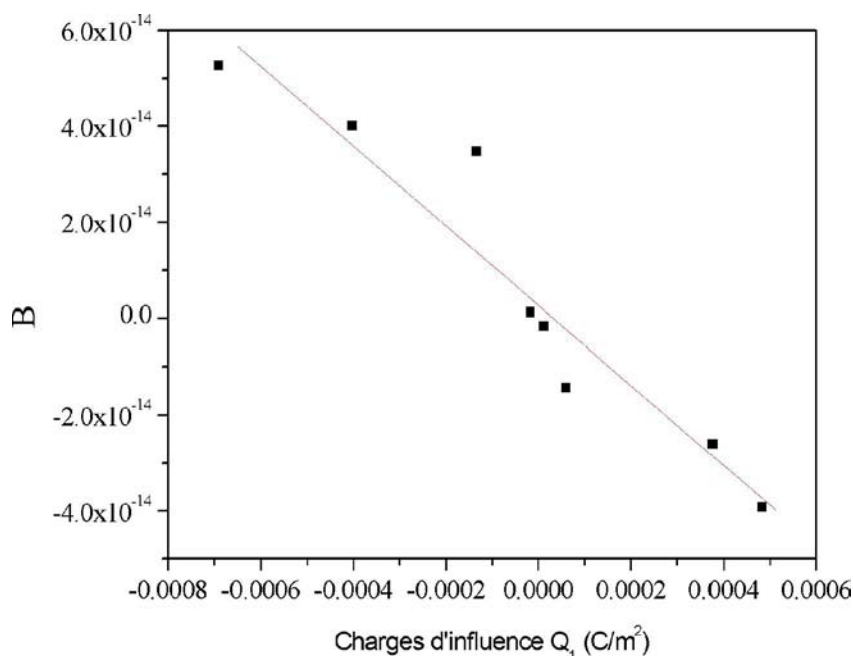


Figure 4-21. Influence des charges d'espace injectées sur le coefficient B

Les valeurs expérimentales du coefficient B sont présentées sur la Figure 4-21. Le paramètre B diminue linéairement avec la quantité de charges d'influence, ce qui est conforme avec le modèle théorique. Afin de comparer les données expérimentales et théoriques, le rapport de proportionnalité existant entre le coefficient B et les charges d'influence Q_I a été déterminé à partir de la pente de la droite de la Figure 4-21 et est présenté dans le Tableau 4-4 et comparé à la valeur théorique.

Tableau 4-4. Comparaison des valeurs expérimentales et théoriques du coefficient $\frac{\sqrt{2}\nu}{Y}$

Coefficient	Donnée théorique	Donnée expérimentale
$\frac{\sqrt{2}\nu}{Y}$	9.3010×10^{-11}	8.29411×10^{-11}

On remarque un petit écart entre les valeurs mesurées et théoriques du coefficient $\sqrt{2}\nu / Y$. Cet écart provient probablement de l'estimation de charge d'espace par la FLIMM. En effet, la température modélisée dans la FLIMM peut entraîner des erreurs dans l'estimation de la quantité de charge piégée. Pourtant, il peut être négligeable.

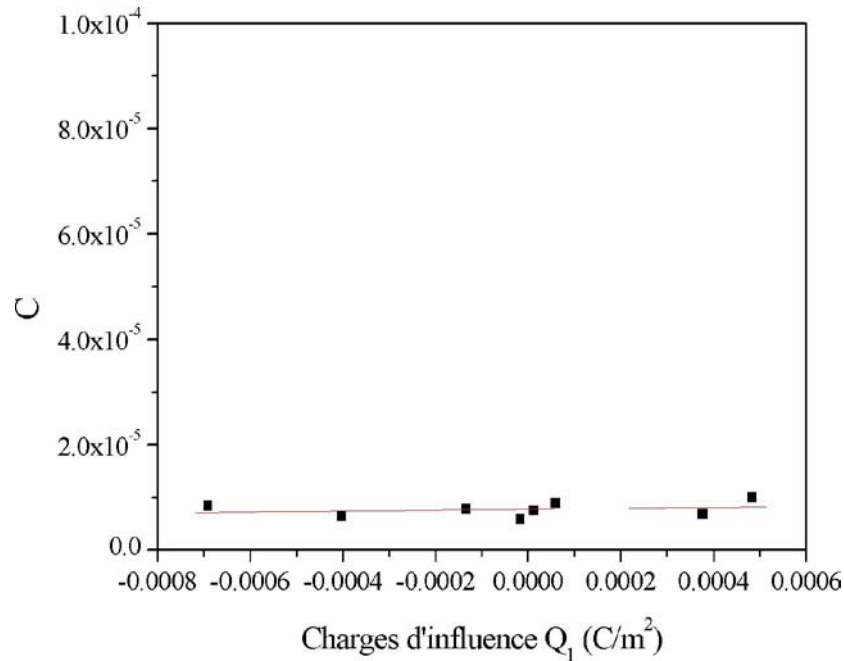


Figure 4-22. Influence des charges d'espace injectées sur le coefficient C

Concernant le coefficient C (voir Figure 4-22), l'influence des charges d'espace n'est pas clairement mise en évidence puisque les valeurs expérimentales du C sont inférieures au seuil détectable de déformation (la limite de détection de la DIC est d'environ 10^{-5}).

En conclusion, les mesures de déformation mécanique induite sur les échantillons PEN polarisés sous champ électrique ont montré que la présence de charges d'espace à l'intérieur du matériau est à l'origine d'un changement du comportement mécanique du matériau. Des interprétations analytiques ayant recours à un modèle électrostatique ont permis de mettre en évidence cette interaction. Pourtant, quelques différences entre les données expérimentales et théoriques peuvent être remarquées pour l'estimation des quantités de charges par la FLIMM. De plus, il serait utile d'étudier la variation de la permittivité du matériau en présence de charges d'espace et d'effectuer les mesures sur un matériau de type électrostrictif afin de vérifier l'influence de charges d'espace sur le caractère d'électrostriction du matériau.

4.4 Etude du PU polarisé sous champ électrique

Afin de mettre en évidence l'influence de charges d'espace sur la propriété d'électrostriction des polymères diélectriques, nous avons réalisé les mesures de déformations mécaniques induites sur les films du polyuréthane (PU).

Le polyuréthane est un polymère électrostrictif, qui a été découvert en 1937 par Otto Bayer. Il est utilisé avec une grande variété d'applications dans les domaines de l'automobile, de l'aéronautique, de l'isolation, etc. Grâce à ses propriétés d'électrostriction, il est également utilisé dans le secteur des actionneurs électriques. Sa structure chimique est présentée à la Figure 4-23.

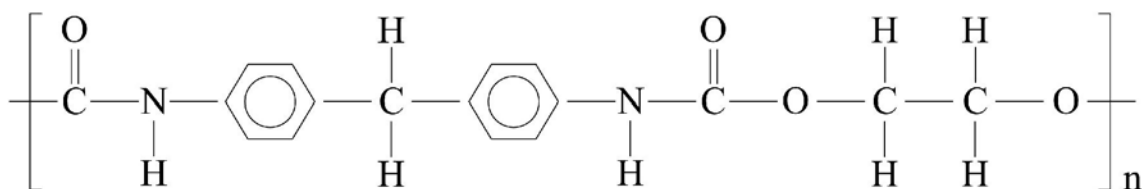


Figure 4-23. Structure chimique du PU

Afin d'injecter les charges d'espace au sein du matériau, les films PU de 15 et 38 μm d'épaisseur sont polarisés sous un champ électrique de +30 kV/mm pendant 3 heures. Les mesures de déformations mécaniques induites et de charges d'espace sont réalisées avant et après la polarisation des échantillons afin de comparer les résultats. En raison de la grande déformation sous l'application du champ électrique du PU, les champs appliqués pour avoir des contraintes électromécaniques sont limités à ± 30 kV/mm pour éviter la rupture des échantillons. Les résultats des mesures de charges d'espace des échantillons PU 15 et 38 μm sont présentés à la Figure 4-24.

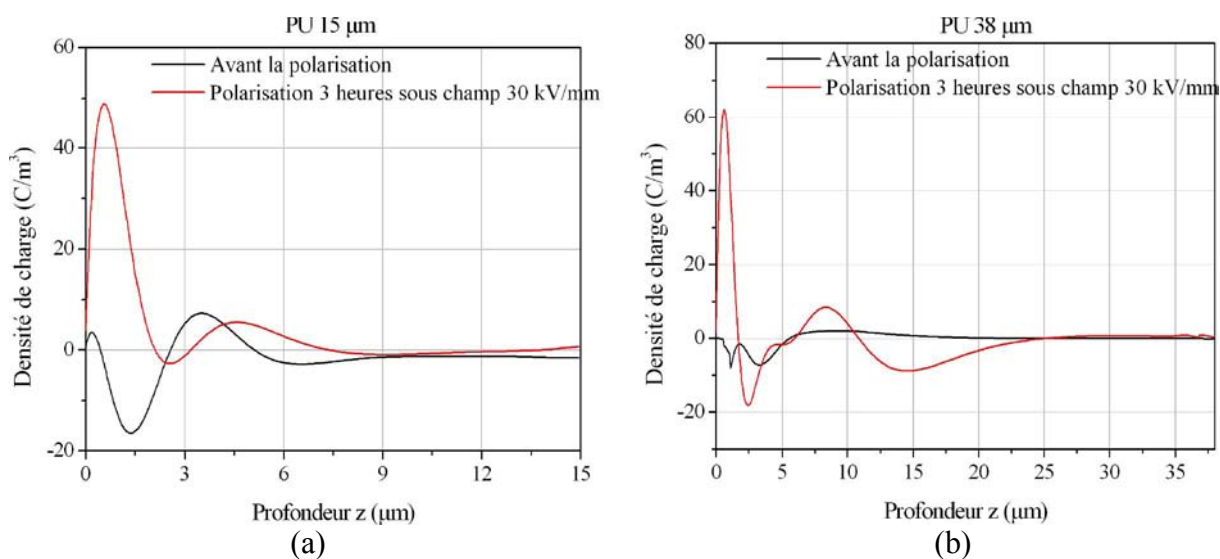


Figure 4-24. Profils de charges d'espace des échantillons PU polarisés sous champ électrique; (a) Film 15 μm ; (b) Film 38 μm

À partir de cette figure, on remarque qu'une accumulation des charges d'espace après la polarisation des échantillons sous champ électrique, ce qui prouve une injection des charges électriques à l'intérieur des échantillons. Les résultats de mesures de déformations mécaniques induites des échantillons PU chargés sont présentés à la Figure 4-25.

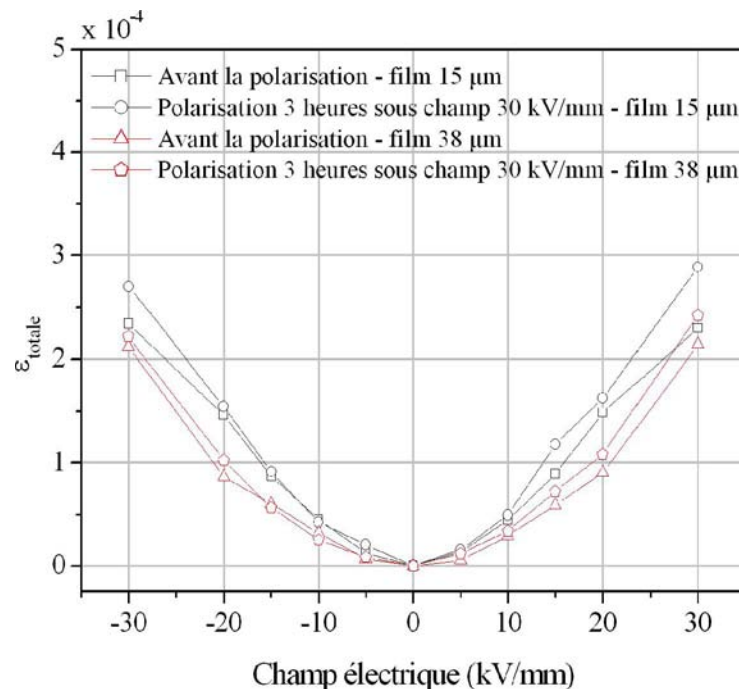


Figure 4-25. Courbes déformation-champ électrique avant et après polarisation des échantillons PU

Comme dans le cas du PEN, on constate également une légère augmentation des déformations mécaniques induites des échantillons en présence de charges d'espace. La forme des courbes déformation-champ électrique devient également asymétrique après la polarisation. Les déformations sont supérieures en appliquant des champs électriques positifs. Ce résultat prouve que les charges d'espace piégées peuvent modifier la propriété d'électrostriction des polymères conduisant à une augmentation de la réponse électromécanique du matériau. Ceci est cohérent avec les mesures de déformations mécaniques induites des échantillons PU faites par Guiffard [GUI 06, GUI 09].

4.5 Etude du PTFE irradié par faisceau d'électrons

4.5.1 Contexte de l'étude

L'aspect local de l'endommagement des isolants polymères a préoccupé plusieurs auteurs qui étudient le vieillissement des polymères [CRI 05, JON 05, ZEG 08b]. Par mesure

expérimentale des déformations mécaniques de la surface du PEN, Zegnini et al. ont montré l'existence de « zones faibles » au sein du matériau, qui constituent un danger en termes de vieillissement prématuré sous champ électrique [ZEG 08b].

L'origine de ces « zones faibles » est diverse et peut être liée au caractère inhomogène du matériau. Cependant, il faut aussi prendre en considération la présence de charges d'espace comme une des principales causes de faiblesse dans l'isolant polymère. Cet aspect constitue la base de l'approche des modèles de vieillissement de Dissado, Mazzanti et Montanari [DIS 97] pour la description du processus d'endommagement sous champ électrique. Selon ces auteurs, la présence de centres de charges d'espace augmente localement la valeur du champ électrique et aboutit à une rupture locale ou totale de l'isolant.

Afin de mettre en évidence le phénomène, une étude du comportement mécanique local des isolants polymères en présence de charges d'espace est nécessaire. Pour cela, des cartographies de déformation mécanique induite et de charges d'espace ont été réalisées. La réalisation de ces cartographies nécessite des échantillons spéciaux. Le choix du PTFE est justifié par sa capacité à piéger les charges sur une longue période. De plus, l'utilisation d'un canon à électrons permet alors l'implantation d'électrons de manière localisée.

4.5.2 Matériau étudié

Le PolyTétraFluoroEthylène (PTFE), dont la structure chimique est présentée sur la Figure 4-26, est choisi dans notre étude. Nous utilisons des films semi-cristallin de 50 μm d'épaisseur fournis par la firme Goodfellow.

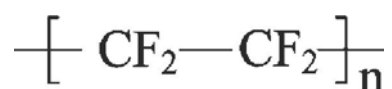


Figure 4-26. Structure chimique du PTFE

Ce polymère a une densité de 2.2 g/cm^3 et sa température de fusion est située entre 260 et 280 $^\circ\text{C}$. Il offre une très bonne résistance électrique : la rigidité électrique est d'environ 160 kV/mm et la constante diélectrique vaut 2.2 à 1 kHz . Pour l'application d'isolation, il est notamment utilisé comme isolant dans les câbles électriques des satellites.

4.5.3 Préparation des échantillons

Pour l'étude du comportement mécanique local sous l'influence de charges d'espace des isolants polymères à l'aide de cartographies, les échantillons doivent remplir les conditions suivantes :

- Le matériau doit piéger les charges électriques pendant une longue période
- La zone de l'échantillon où les charges sont implantées doit être identifiable

La première condition est remplie par l'utilisation des échantillons du PTFE qui peut piéger les charges pendant une longue période. Cette caractéristique du PTFE est importante dans les mesures où la réalisation d'une cartographie de charges d'espace nécessite l'enregistrement de plusieurs points de mesure suivant un balayage dans le plan de l'échantillon en X et Y . Ainsi, l'acquisition des données peut durer plusieurs heures.

La deuxième condition joue un rôle primordial dans cette étude puisque la connaissance exacte de la zone d'accumulation de charges d'espace nous facilite la mise en évidence de l'influence des charges sur l'aspect local de la réponse mécanique du matériau. Pour cela, un canon à électrons, récemment développé dans notre équipe ^[GRI 10], a été utilisé pour irradier des échantillons de PTFE. Le collage préalable d'un masque en polyéthylène de 1 mm d'épaisseur, avec un trou de 200 μ m de diamètre au milieu, sur l'échantillon est nécessaire afin d'implanter des électrons de manière localisée (voir Figure 4-27).

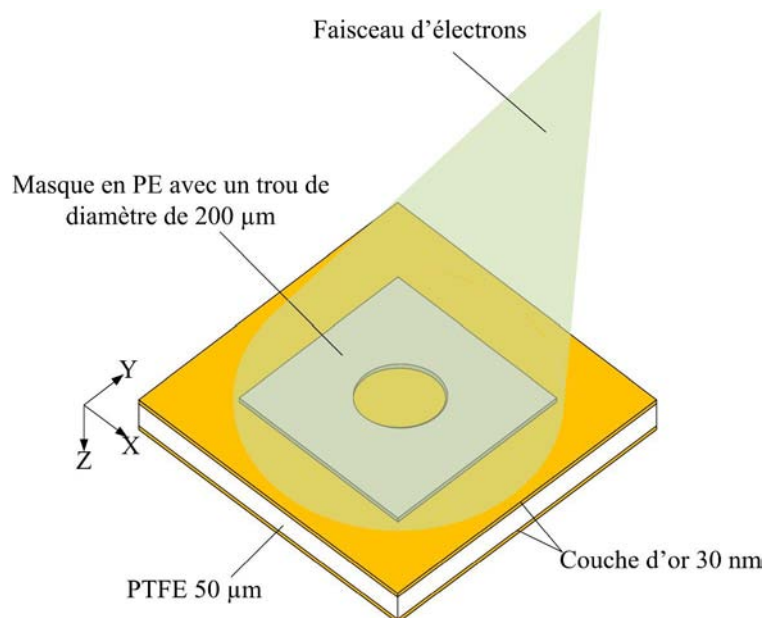


Figure 4-27. Irradiation d'un échantillon PTFE par faisceau d'électrons

Les échantillons PTFE sont métallisés sur les deux faces avec une couche d'or de 30 nm et sont ensuite irradiés par le canon à électrons. Les paramètres d'irradiation sont présentés dans le Tableau 4-5.

Tableau 4-5. Paramètres d'irradiation du faisceau d'électrons

Temps d'irradiation	Energie	Flux énergétique
5 minutes	40 keV	54 pA/cm ²

4.5.4 Cartographies de déformation mécanique induite et de charges d'espace

Durant l'irradiation, l'interaction électron-matière conduit à des effets d'accumulation de charges en surface dans la zone non protégée par le masque. Afin de retrouver la zone irradiée, un balayage suivant X et Y en mesure de FLIMM a été réalisé avec un pas de 5 µm (voir Figure 4-28) à une fréquence fixe de 10 kHz. Le faisceau laser a été focalisé par l'objectif ZEISS EC Epilan Neofluar x20 donnant une taille de spot d'environ 10 µm. La résolution latérale de la FLIMM est ainsi de l'ordre de 10 µm.

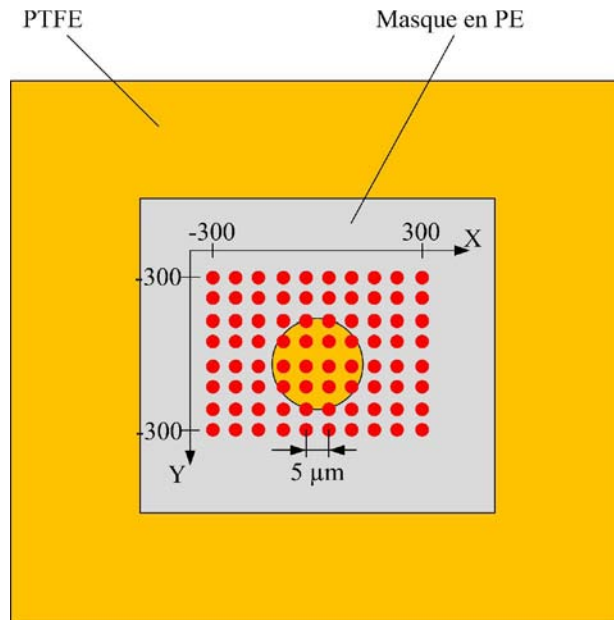


Figure 4-28. Balayage suivant X et Y en mesure de FLIMM avec un pas de 5 μm

Le champ électrique interne est représenté à la Figure 4-29. Il est important de noter que la zone où les électrons ont été implantés est facilement repérée dans cette figure. Cette cartographie est toute à fait cohérente avec la géométrie du masque.

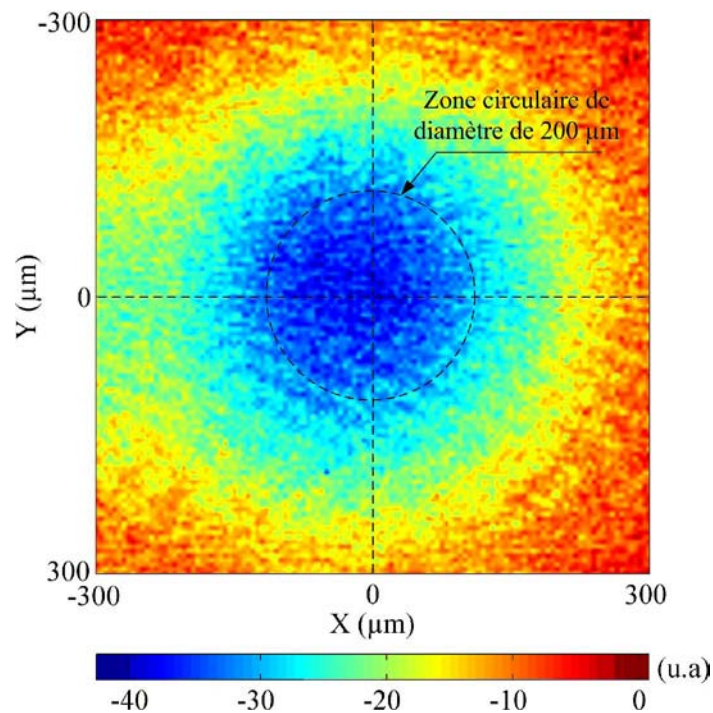


Figure 4-29. Cartographie du champ électrique interne à $z = 1.9 \mu\text{m}$ ($f_{\text{fixe}} = 10 \text{ kHz}$) avec un pas de mesure de 5 μm

Nous avons ensuite effectué un second balayage de la même région avec une fréquence de 1 kHz ($z = 6 \mu\text{m}$) afin d'étudier plus précisément la distribution de charges en profondeur. Une représentation des charges implantées est montrée à la Figure 4-30.

La zone irradiée est visible dans les deux cartographies. Cependant, à $6 \mu\text{m}$ le champ électrique est quasiment nul tandis qu'il est beaucoup plus grand à la profondeur de $1.9 \mu\text{m}$. Il semble que les électrons restent confinés dans une zone proche de la surface de l'échantillon. Pour mieux comprendre ce phénomène, une mesure FLIMM en profondeur a été réalisée au centre de la zone irradiée en variant la fréquence de 105 Hz à 10 kHz avec 65 fréquences de mesure. La Figure 4-31 présente le profil de densité charges obtenu pour le point situé dans la zone irradiée.

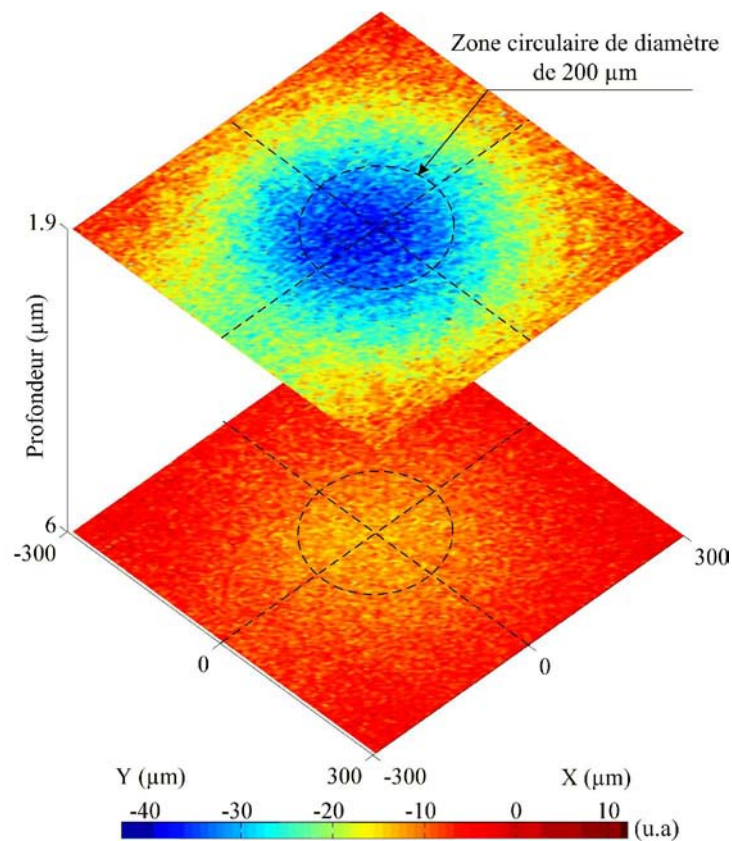


Figure 4-30. Cartographies 3D du champ électrique interne pour différentes profondeurs

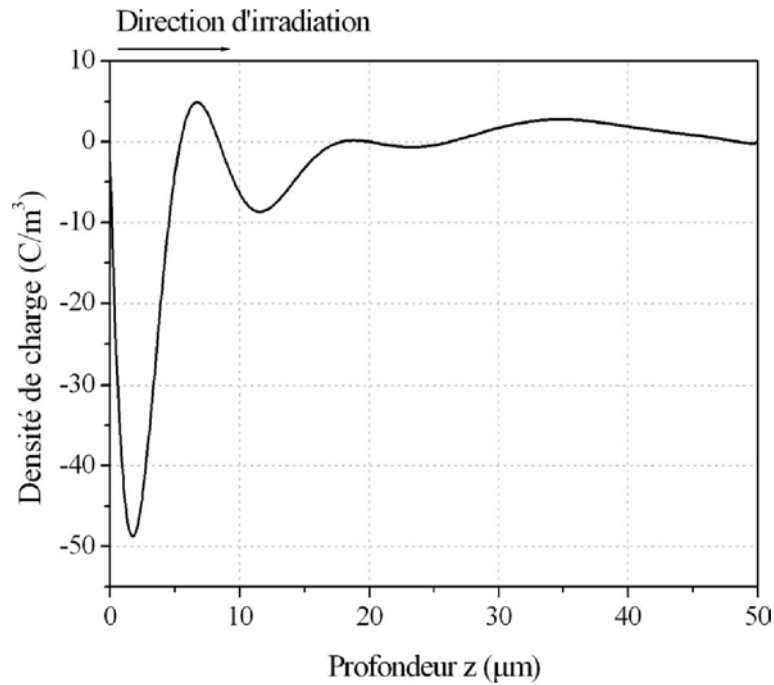


Figure 4-31. Profil de charges en profondeur avec un point de mesure situé au centre de la zone irradiée

Comme nous l'avons vu sur la Figure 4-31, un pic de charges négatives implantées est observé très proche de la surface de l'échantillon. La profondeur de ce pic est d'environ $2 \mu\text{m}$ de la surface et la profondeur totale de pénétration de charges ne dépasse pas $10 \mu\text{m}$. Ce résultat est en bon accord avec celui trouvé dans la littérature ^[PET 04a, GRI 02]. Pour avoir une observation globale de la distribution des charges implantées, nous avons également réalisé une cartographie de charges d'espace sur le plan $x - z$ (voir Figure 4-32).

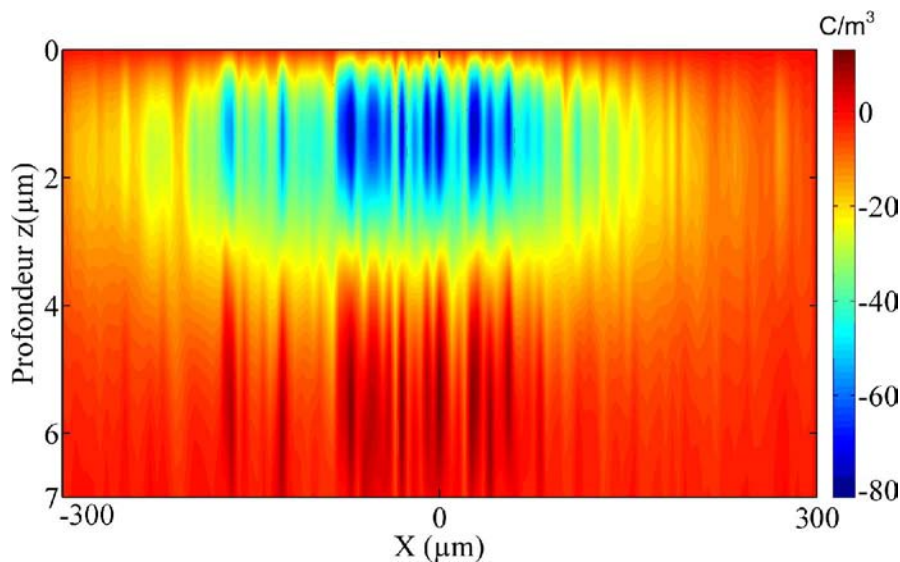


Figure 4-32. Cartographie de charges d'espace sur le plan $x - z$

La Figure 4-32 montre que les charges implantées sont bien localisées dans une zone de 200 μm de diamètre et à une profondeur très proche de la surface.

Grâce à cette localisation des charges par la méthode FLIMM, nous pouvons ensuite analyser l'influence de cette région chargée sur le comportement mécanique de l'échantillon par la mesure de déformation mécanique induite par la DIC.

Le repère du plan de l'échantillon, où la région chargée est le centre, est toujours gardé fixe grâce au microscope. Le seul changement est l'utilisation de l'objectif ZEISS EC Epilan Neofluar x5 pour avoir une région observée plus large. Le grandissement du système optique est donc 1.68 $\mu\text{m}/\text{pixel}$.

Pour la mesure de déformation mécanique induite, le même protocole de champ électrique mentionné précédent (page 104) a été appliqué à l'échantillon afin de générer les contraintes électromécaniques (voir Figure 4-33). Afin d'éviter une rupture éventuelle de l'échantillon, le champ électrique maximal est limité à 80 kV/mm.

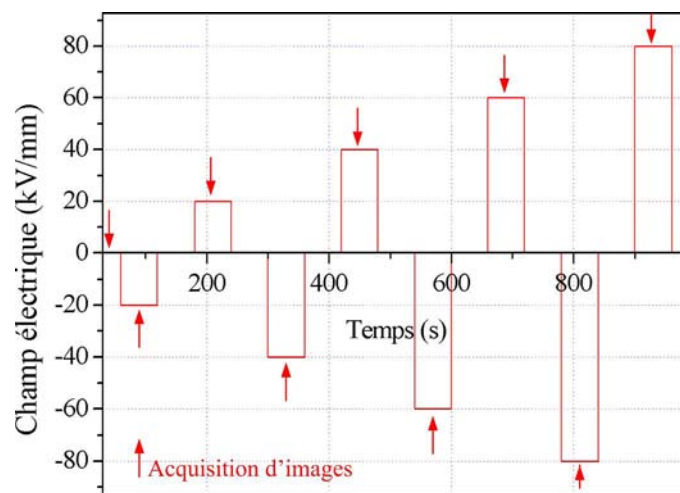


Figure 4-33. Protocole du champ électrique pour la mesure de déformation mécanique

Les images correspondantes aux états non déformés et déformés sont enregistrées et sont ensuite analysées par la DIC. Le champ de déplacement est calculé avec une maille de 651 points (21 \times 31 points), la taille du bloc-image est de 81 \times 81 pixels, la distance intermarqueurs est de 20 pixels et la fenêtre locale de lissage de 11 \times 11 points. La résolution spatiale pour l'estimation de la déformation mécanique est ainsi d'environ 33 μm .

Sur la Figure 4-34, l'évolution des cartographies de la déformation mécanique induite ε_{xx} suivant la direction x est présentée. Le niveau de déformation croît lorsque le champ

appliqué augmente. Il est également important de noter qu'une zone circulaire est nettement visible au milieu de la surface de l'échantillon. Ceci correspond au trou du masque où les charges sont implantées. La déformation de cette zone irradiée est ainsi plus importante que d'autres zones de la surface de l'échantillon. De plus, les déformations sont supérieures lorsque l'échantillon est soumis à un champ électrique de polarité négatif. Ceci est cohérent avec le résultat obtenu sur le PEN. La présence de charges de même polarité que le champ électrique appliqué semble favoriser la déformation mécanique de la surface de l'échantillon testé.

La Figure 4-35 montre les cartographies de la déformation mécanique induite obtenues pour ε_{yy} suivant la direction y. On retrouve ici le même phénomène observé dans le cas des cartographies de ε_{xx} .

Ces résultats particulièrement originaux montrent donc une corrélation intéressante entre les charges d'espace accumulées et les déformations mécaniques induites dans un isolant polymère, et que les preuves expérimentales de celle-ci sont mises en évidence par l'utilisation d'une configuration spéciale permettant de combiner la mesure de charges d'espace par la FLIMM et la mesure de déformation mécanique induite par la DIC.

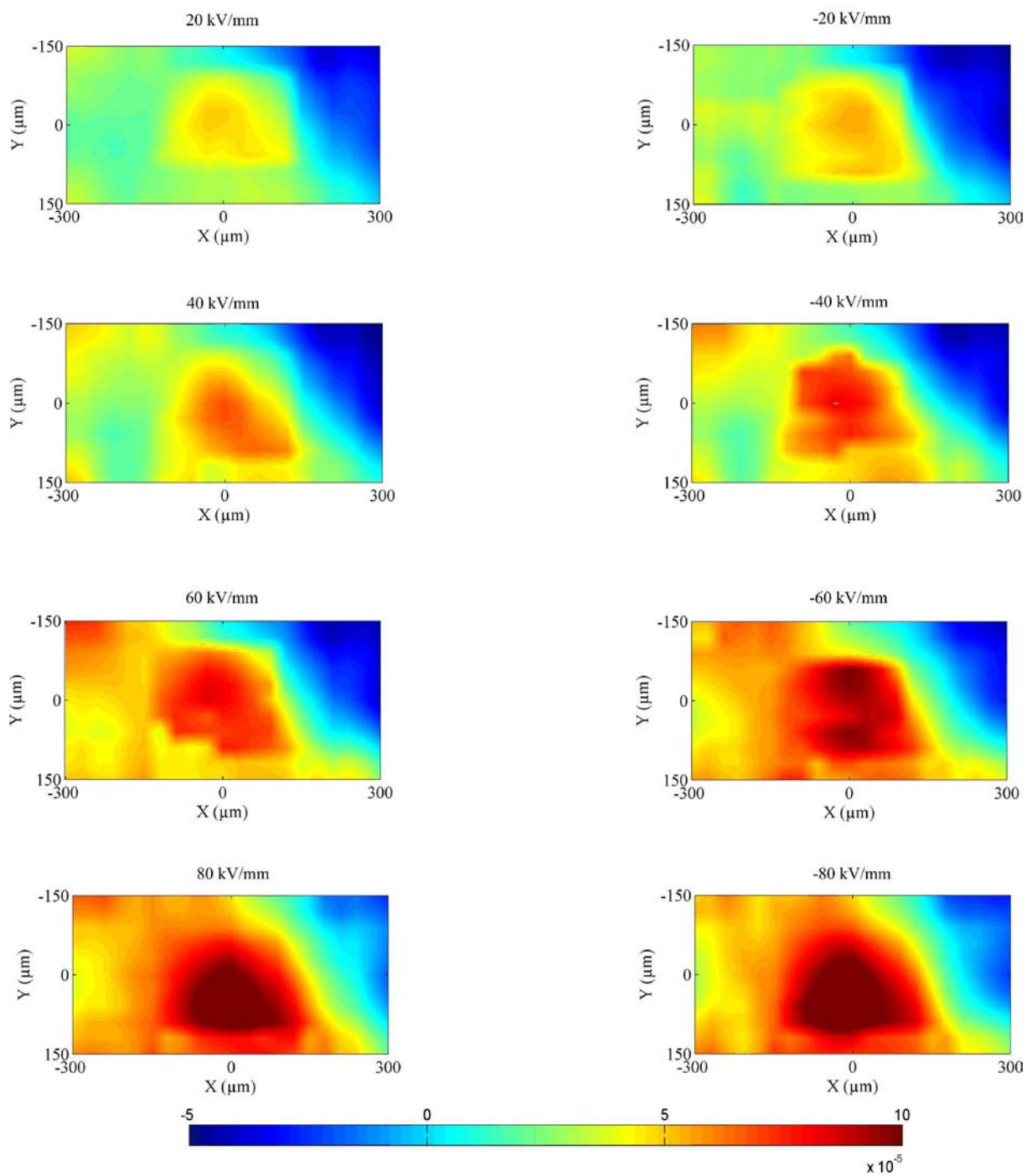


Figure 4-34. Cartographies de la déformation mécanique induite de ϵ_{xx} en fonction du champ électrique appliqué

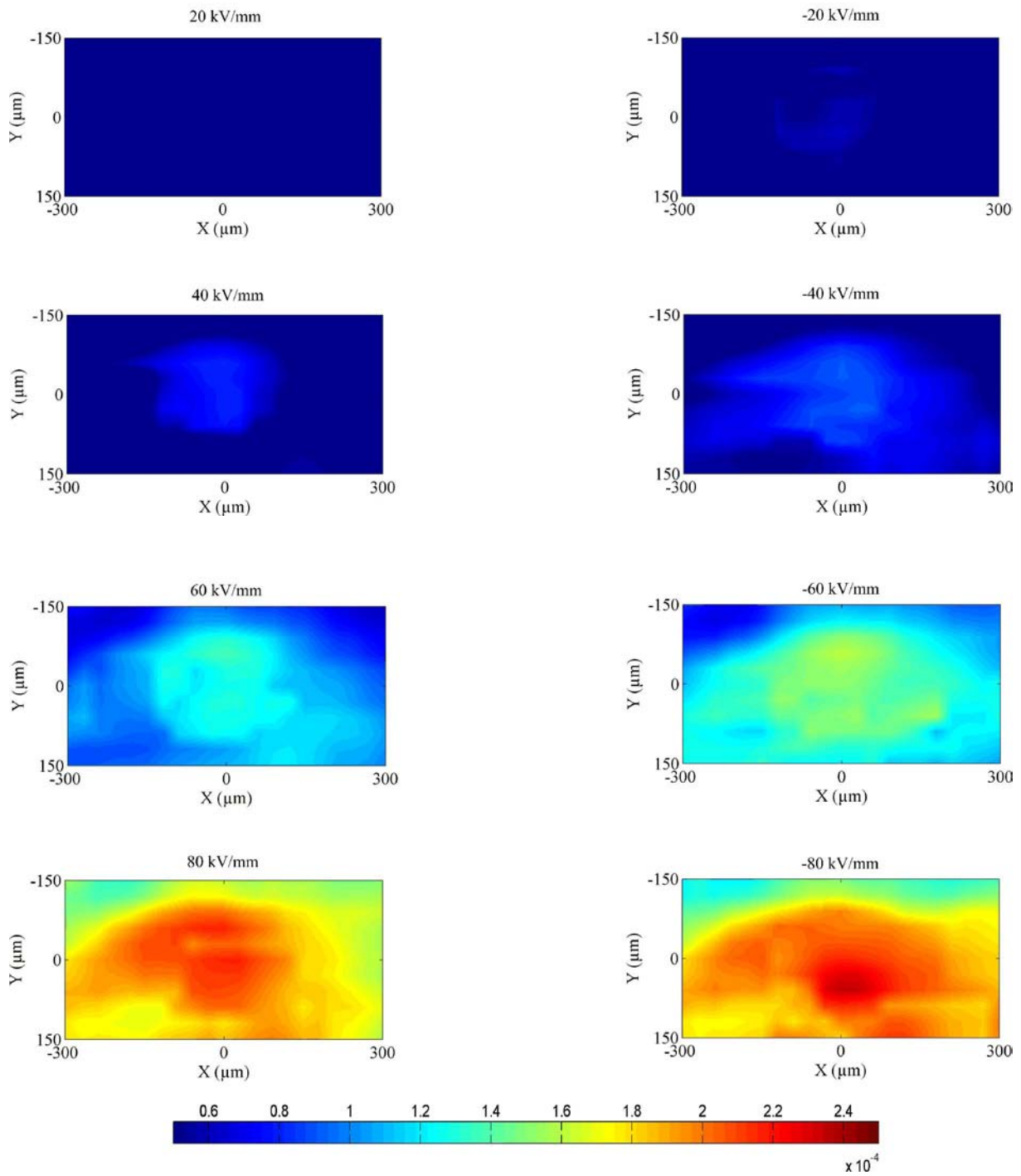


Figure 4-35. Cartographies de la déformation mécanique induite de ϵ_{yy} en fonction du champ électrique appliqué

4.6 Conclusion

Les principaux résultats expérimentaux obtenus avec les méthodes FLIMM et DIC ont été présentés dans ce chapitre.

Dans un premier temps, la validation de la technique de corrélation d'images a été réalisée par la mesure des coefficients de dilatation thermique de plusieurs types de matériaux (cuivre, alumine, aluminium et téflon). La DIC a prouvé sa grande capacité dans la mesure de déformation plane de la surface des matériaux dans une large gamme de déformation. Ainsi, cette technique est adaptée à notre besoin pour la mesure de déformation et la réalisation des cartographies en particulier.

L'objectif des études sur les films PEN et PU polarisés sous champ électrique visait à mettre en évidence l'influence des charges d'espace sur le comportement mécanique du matériau. Cette influence a été analysée sur deux aspects : quantité de charges d'espace injectées et polarité de ces dernières. Les résultats ont montré une croissance des niveaux de déformation mécanique induite en fonction de durées de polarisation des échantillons sous champ électrique. En outre, la présence des charges de même polarité avec les contraintes électriques appliquées à l'échantillon facilite la déformation mécanique conduisant à l'asymétrie des courbes déformation-champ électrique.

Dans un second temps, l'étude de l'influence de charges d'espace sur la réponse mécanique des isolants polymères a été entreprise en considérant l'aspect local de celle-ci. Des cartographies intéressantes de charges d'espace et de déformation mécanique induite d'un échantillon PTFE irradié par un faisceau d'électrons ont été réalisées. La coïncidence de la géométrie de la zone irradiée sur les deux types de cartographie est une preuve expérimentale importante de la corrélation entre les charges accumulées et les déformations mécaniques induites. Ces résultats permettront donc une meilleure compréhension du phénomène de l'endommagement des isolants polymères sous contraintes multiples.

Conclusion générale

L'accumulation de charges d'espace et les déformations mécaniques induites dans les matériaux isolants polymères soumis à des contraintes électriques sont des facteurs importants du vieillissement des matériaux. Le travail présenté dans ce manuscrit a donc été consacré à la mise en évidence des corrélations existantes entre les charges d'espace accumulées et les déformations mécaniques induites, afin de prévoir leurs influences sur la dégradation des isolants polymères solides.

Dans ce contexte, l'objectif premier de cette thèse était de développer et de valider un banc de mesure original, basé sur un microscope optique, permettant d'effectuer à la fois des mesures localisées de charges d'espace en utilisant la méthode FLIMM, et des mesures de déformations mécaniques induites en utilisant la méthode DIC. La particularité et l'originalité du banc expérimental développé au cours de cette thèse résident dans le fait de pouvoir sélectionner comme source d'éclairage de l'échantillon soit une source de lumière blanche pour faire de l'imagerie, soit une diode laser pour faire des mesures de type FLIMM, et ceci par simple rotation d'un cube réflecteur positionné à l'arrière du microscope, tout en restant para-focal. Grâce à cette avancée, la localisation des régions intéressantes à la surface de l'échantillon est rapide et les mesures de déformations mécaniques et de charge d'espace sont réalisées sans aucune manipulation de l'échantillon.

Pour mesurer les charges d'espace, la FLIMM fait partie des meilleures méthodes de mesure, notamment grâce à sa capacité à réaliser des cartographies multidimensionnelles avec une résolution latérale de l'ordre de 10 μm et inférieure à 1 μm en profondeur. Elle est tout à fait adaptée à notre travail pour l'étude localisée de charges. Les mesures de déformation mécanique induite par l'application d'un champ électrique ont été réalisées à l'aide de la méthode DIC, une technique de traitement d'image très utilisée dans le domaine de la mécanique expérimentale. Elle permet de cartographier le champ de déplacement et de déformation de la surface d'un échantillon sous contrainte électrique, thermique ou mécanique.

Une partie importante du travail a été consacré au développement du logiciel de corrélation d'image adaptée à nos conditions expérimentales et à la validation de la méthode DIC, autant du point de vue théorique qu'expérimental. La validation théorique a été réalisée à l'aide d'images numériques artificiellement déformées. Cette étude nous a permis d'une part de valider la méthode au travers de l'étude de l'influence de paramètres très importants utilisés dans l'algorithme de calcul (taille de la grille, dimension du bloc-image, histogramme du niveau de gris des images...), et d'autre part d'en connaître les limites et d'en estimer la sensibilité. La validation expérimentale de la méthode a consisté à mesurer les coefficients d'expansion thermique de matériaux connus et de différentes natures. La très bonne coïncidence entre les résultats expérimentaux obtenus et ceux issus de la littérature nous a permis de valider cette méthode de calcul de déformation mécanique.

Une fois la méthode validée nous avons procédé à l'étude de la corrélation entre les charges d'espace accumulées et les déformations mécaniques induites sur des films minces de PEN et de PU polarisés sous champ électrique ainsi que de PTFE irradié par faisceau d'électrons.

Dans un premier temps, une analyse de l'aspect global de l'influence de la présence de charges d'espace sur le comportement mécanique du PEN a été effectuée. Les résultats obtenus montrent un changement du comportement mécanique du matériau lors de l'injection d'une quantité de charges au sein de ce dernier. En effet, une augmentation des niveaux de déformation mécanique en fonction de la durée de polarisation des échantillons sous champ électrique a été constatée. La présence des charges de même polarité avec les contraintes électriques appliquées à l'échantillon facilite la déformation mécanique conduisant à l'asymétrie des courbes déformation-champ électrique. Un modèle électrostatique a été élaboré afin d'interpréter les résultats.

Dans un second temps, l'aspect local de l'influence de charges d'espace sur la réponse mécanique du matériau a été mis en évidence à l'aide de cartographies de charges et de déformations mécaniques induites sur un film de PTFE de 50 μm irradié par un faisceau d'électrons. L'apparition localisée de la zone irradiée sur les deux types de cartographies confirme encore une fois la corrélation entre les charges d'espace et le comportement mécanique du matériau soumis à des contraintes électriques.

En conclusion cette étude constitue une avancée importante pour l'étude du vieillissement des isolants polymères utilisés dans le domaine du génie électrique. De plus, les perspectives ouvertes par notre méthode qui associe mesures de charge d'espace et mesures de déformations mécaniques sont nombreuses, notamment dans le domaine des matériaux polymères électroactifs, dans la maintenance des systèmes électriques sous tension ou dans l'étude des contraintes thermiques localisées.

Références Bibliographiques Personnelles

- [TRA 10a] **T. Tran Anh**, L. Berquez, L. Boudou, J. Martinez-Vega, "Measurement of full-field deformation induced by a dc electrical field in organic insulator films," presented at The 14th Experimental Mechanics (ICEM14), International Conference, Poitiers, France, 2010.
- [TRA 10b] **T. Tran Anh**, L. Berquez, L. Boudou, J. Martinez-Vega, "Space charge accumulation and induced mechanical deformation in organic insulator films," presented at Solid Dielectrics (ICSD), 2010 10th IEEE International Conference, Potsdam, Germany, 2010.
- [TRA 10c] **T. Tran Anh**, L. Berquez, L. Boudou, J. Martinez-Vega, "Déformations mécaniques induites par l'application d'un champ électrique: corrélation avec la charge d'espace mesurée par la méthode FLIMM (Focused Laser Intensity Modulation Method)," presented at 7ème Conférence de la Société française d'Electrostatique (SFE2010), The proceeding : pp. 85 -90, Montpellier, France, 2010.
- [TRA 10d] **T. Tran Anh**, L. Berquez, L. Boudou, J. Martinez-Vega, "Amélioration de la technique de mesure des déformations mécaniques induites par l'application d'un champ électrique à un isolant organique," presented at 5ème Colloque sur les Matériaux pour le Génie Electrique (MGE2010), Montpellier, France, 2010.
- [TRA 11a] **T. Tran Anh**, L. Berquez, L. Boudou, J. Martinez-Vega, "Effect of Trapped Space Charge on Mechanical Deformation Induced by Electric Field," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 18, issue 5, pp. 1416-1422, 2011.
- [TRA 11b] **T. Tran Anh**, L. Berquez, L. Boudou, J. Martinez-Vega, "Experimental cartographies of mechanical induced by a dc electrical field in organic insulator films," *European Journal of Electrical Engineering*, vol. 14, no. 4, pp. 525-543, 2011.
- [TRA 11c] **T. Tran Anh**, L. Berquez, L. Boudou, J. Martinez-Vega, "Space Charge and Induced Mechanical Deformation Cartographies by FLIMM and Digital Image Correlation on electron irradiated PTFE thin film," presented at The 14th International Symposium on Electrets (ISE14), Montpellier, France, 2011.
- [TRA 11d] **T. Tran Anh**, L. Berquez, L. Boudou, J. Martinez-Vega, "Corrélation entre la charge d'espace accumulée et la déformation mécanique induite par un champ électrique dans un isolant organique," presented at Journée annuelle de l'école doctorale GEET, Université Paul Sabatier, Toulouse, France, 2011.
- [TRA] **T. Tran Anh**, L. Berquez, L. Boudou, J. Martinez-Vega, "Improved technique for measuring mechanical deformations induced by an applied electric field to an organic insulator," *European Journal of Electrical Engineering*, accepted for publishing.

Références Bibliographies

- [ABO 97] M. Abou-Dakka, S. S. Bamji, and A. T. Bulinski, "Space-charge distribution in XLPE by TSM, using the inverse matrix technique," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 4, pp. 314-320, 1997.
- [ABO 99] M. Abou Dakka, A. Bulinski, and S. Bamji, "Space charge distribution measurements in XLPE and EPR subjected to a uniform DC field," presented at Electrets, 1999. ISE 10. Proceedings. 10th International Symposium on, 1999.
- [AGN 99] S. Agnel, P. Notingher, Jr., A. Toureille, J. Castellon, and S. Malrieu, "Study of space charge dynamics directly on power cables using the thermal step method," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 1999 Annual Report Conference on, 1999.
- [AHM 07] L. Ahmed, C. L. José Fidel, B. Laurent, and M. V. Juan, "Mechanical deformation and electrical breakdown of PEN at high electric fields," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 106, pp. 2963-2969, 2007.
- [AHM 97] N. H. Ahmed and N. N. Srinivas, "Review of space charge measurements in dielectrics," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 4, pp. 644-656, 1997.
- [ALQ 82] C. Alquié, G. Charpak, and J. Lewiner, "Pulsed laser determination of surface electric charge distributions," *Journal de Physique Lettres*, vol. 43, pp. 687-693, 1982.
- [AND 86] R. A. Anderson, "Mechanical stress in a dielectric solid from a uniform electric field," *Physical Review B*, vol. 33, pp. 1302, 1986.
- [ARB 89] M. N. Arbab and D. W. Auckland, "Physical Science, Measurement and Instrumentation, Management and Education, IEE Proceedings A," *Physical Science, Measurement and Instrumentation, Management and Education, IEE Proceedings A*, vol. 136, pp. 73-78, 1989.
- [ARN 10] M. Arnaout, L. Berquez, F. Baudoin, and D. Payan, "Contribution to improving the spatial resolution of a pulsed electro acoustic cell measurement: An analysis of acoustics waves propagation," presented at Solid Dielectrics (ICSD), 2010 10th IEEE International Conference on, 2010.
- [AUB 08] E. Aubert, *Diagnostic optique du vieillissement électrique des résines époxydes sous faible champ électrique*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2008.
- [AUB 09] E. Aubert and et al., "Electrically active defects in silica-filled epoxy as revealed by light emission analysis," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 42, pp. 165501, 2009.
- [AUC 91] D. W. Auckland and B. R. Varlow, "Dependence of electrical tree inception and growth on mechanical properties," *Science, Measurement and Technology, IEE Proceedings A*, vol. 138, pp. 51-54, 1991.
- [AXE 08] A. Axelsson and M. Marucci, "The use of holographic interferometry and electron speckle pattern interferometry for diffusion measurement in biochemical and pharmaceutical engineering applications," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 46, pp. 865-876, 2008.

- [BAL 99] A. R. C. Baljon and M. O. Robbins, "A molecular view of bond rupture," *Computational and Theoretical Polymer Science*, vol. 9, pp. 35-40, 1999.
- [BAR 96] L. Barham, C. Baher, and E. Conley, "Speckle-photography study of nuclear-waste vault deformations," *Experimental Mechanics*, vol. 36, pp. 42-48, 1996.
- [BAU 93] S. Bauer, "Method for the analysis of thermal-pulse data," *Physical Review B*, vol. 47, pp. 11049, 1993.
- [BAU 94] S. Bauer, "Direct evaluation of thermal-pulse, thermal-step, and thermal-wave results for obtaining charge and polarization profiles," presented at Electrets, 1994. (ISE 8), 8th International Symposium on, 1994.
- [BAU 08] F. Baudoin and et al., "Bipolar charge transport model with trapping and recombination: an analysis of the current versus applied electric field characteristic in steady state conditions," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 41, pp. 025306, 2008.
- [BAY 95] B. K. Bay, "Texture correlation: A method for the measurement of detailed strain distributions within trabecular bone," *Journal of Orthopaedic Research*, vol. 13, pp. 258-267, 1995.
- [BIE 01] C. Biellmann, *Caractérisation 3D des charges d'espace dans les isolants polymères*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2001.
- [BLA 95] G. Blaise, C. Le Gressus, "Charge Trapping/detrapping processes and related breakdown phenomena in HV vacuum insulation," *Basics concepts and technological practice (Academic Press, New York)*, pp. Chapter 9, 1995.
- [BLO 69] J. Blok and D. G. LeGrand, "Dielectric Breakdown of Polymer Films," *Journal of Applied Physics*, vol. 40, pp. 288-293, 1969.
- [BON 10] C. Bonnelle, "Multiphonon-induced charge trapping-detrapping and damage in insulators," *Physical Review B*, vol. 81, pp. 054307, 2010.
- [BOR 09] M. Bornert, F. Brémand, P. Doumalin, J. C. Dupré, M. Fazzini, M. Grédiac, F. Hild, S. Mistou, J. Molimard, J. J. Orteu, L. Robert, Y. Surrel, P. Vacher, and B. Wattrisse, "Assessment of Digital Image Correlation Measurement Errors: Methodology and Results," *Experimental Mechanics*, vol. 49, pp. 353-370, 2009.
- [BOU 10] L. Boudou, *Etude du chargement des matériaux diélectriques solides. Corrélations propriétés/structure*, habilitation à diriger des recherches, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2010.
- [BRE 05] N. Bretagne, V. Valle, and J. C. Dupré, "Development of the marks tracking technique for strain field and volume variation measurements," *NDT & E International*, vol. 38, pp. 290-298, 2005.
- [BRU 89] H. Bruck, S. McNeill, M. Sutton, and W. Peters, "Digital image correlation using Newton-Raphson method of partial differential correction," *Experimental Mechanics*, vol. 29, pp. 261-267, 1989.
- [CAR 05] F. Carpi and D. D. Rossi, "Improvement of electromechanical actuating performances of a silicone dielectric elastomer by dispersion of titanium dioxide powder," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 12, pp. 835-843, 2005.
- [CHA 03] F. Chaari, M. Chaouche, and J. Doucet, "Crystallization of poly(ethylene terephthalate) under tensile strain: crystalline development versus mechanical behaviour," *Polymer*, vol. 44, pp. 473-479, 2003.

- [CHA 01] J. V. Champion, S. J. Dodd, Y. Zhao, A. S. Vaughan, M. Brown, A. E. Davies, S. J. Sutton, and S. G. Swingler, "Morphology and the growth of electrical trees in a propylene/ethylene copolymer," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 8, pp. 284-292, 2001.
- [CHA 09] N. Chasserio, S. Guillemet-Fritsch, T. Lebey, and S. Dagdag, "Ceramic Substrates for High-temperature Electronic Integration," *Journal of Electronic Materials*, vol. 38, pp. 164-174, 2009.
- [CHE 93] D. J. Chen, F. P. Chiang, Y. S. Tan, and H. S. Don, "Digital speckle-displacement measurement using a complex spectrum method," *Appl. Opt.*, vol. 32, pp. 1839-1849, 1993.
- [CHE 05a] J. Chen, G. Xia, K. Zhou, G. Xia, and Y. Qin, "Two-step digital image correlation for micro-region measurement," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 43, pp. 836-846, 2005.
- [CHO 07] S. Cho and I. Chasiotis, "Elastic Properties and Representative Volume Element of Polycrystalline Silicon for MEMS," *Experimental Mechanics*, vol. 47, pp. 37-49, 2007.
- [CHR 02] C. B. W. Christopher, D. Jian-Ming, A. A. Gerard, and T. H. Clark, "An Automated Approach for Direct Measurement of Two-Dimensional Strain Distributions Within Articular Cartilage Under Unconfined Compression," *Journal of Biomechanical Engineering*, vol. 124, pp. 557-567, 2002.
- [CHU 85] T. Chu, W. Ranson, and M. Sutton, "Applications of digital-image-correlation techniques to experimental mechanics," *Experimental Mechanics*, vol. 25, pp. 232-244, 1985.
- [CHU 07] Y. C. Chua, S. Wu, L. Li, and X. Lu, "Atomic Force Microscopic Observations on the Crystalline Morphology of Poly(ethylene naphthalate)/Clay Nanocomposites," *Macromolecular Chemistry and Physics*, vol. 208, pp. 1789-1796, 2007.
- [COE 93] R. Coelho, B. Aladenize, *Les diélectriques - Propriétés diélectriques des matériaux isolants*. Editor Hermes, Paris, 1993.
- [COL 75] R. E. Collins, "Distribution of charge in electrets," *Applied Physics Letters*, vol. 26, pp. 675-677, 1975.
- [COL 77] R. E. Collins, "Measurement of charge distribution in electrets," *Review of Scientific Instruments*, vol. 48, pp. 83-91, 1977.
- [CRI 97] J. P. Crine, "A molecular model to evaluate the impact of aging on space charges in polymer dielectrics," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 4, pp. 487-495, 1997.
- [CRI 10] J. P. Crine, "Influence of high field and molecular effects on some electrical properties of polymers," presented at Solid Dielectrics (ICSD), 2010 10th IEEE International Conference on, 2010.
- [CRI 05] J. P. Crine, "Influence of electro-mechanical stress on electrical properties of dielectric polymers," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 12, pp. 791-800, 2005.
- [DIA 04] R. Díaz-Calleja and E. Riande, "Comparative study of mechanical and dielectric relaxations in polymers," *Materials Science and Engineering A*, vol. 370, pp. 21-33, 2004.
- [DIA 07] S. Diahm, *Étude du comportement sous haute température de matériaux polyimides en vue de la passivation de composants de puissance à semi-*

- conducteur grand gap*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2007.
- [DIS 96] L.A. Dissado, J.C. Fothergill, *Electrical degradation and breakdown in polymers*. Editor Peter Peregrinus Ltd., London, 1996.
- [DIS 97] L. A. Dissado, G. Mazzanti, and G. C. Montanari, "The role of trapped space charges in the electrical aging of insulating materials," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 4, pp. 496-506, 1997.
- [DIS 02] L. A. Dissado, "Understanding electrical trees in solids: from experiment to theory," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 9, pp. 483-497, 2002.
- [DOD 95] J. V. C. a. S. J. Dodd, "The effect of voltage and material age on the electrical tree growth and breakdown characteristics of epoxy resins," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 28, pp. 398, 1995.
- [DOD 01] J. V. C. a. S. J. Dodd, "Simulation of partial discharges in conducting and non-conducting electrical tree structures," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 34, pp. 1235, 2001.
- [DOU 00] P. Doumalin, *Microextensométrie locale par corrélation d'images numériques : Application aux études micromécaniques par microscopie électronique à balayage*, thèse de doctorat, École Polytechnique, Palaiseau, 2000.
- [EHR 00] G.W. Ehrenstein, F. Montagne, *Matériaux polymères – Structure, propriétés et applications*. HERMES Science Publications, Paris, 2000, ISBN: 2-7462-0149-6.
- [EUR 99] S. Eury, R. Yimnirun, V. Sundar, P. J. Moses, S.-J. Jang, and R. E. Newnham, "Converse electrostriction in polymers and composites," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 61, pp. 18-23, 1999.
- [FOT 91] J. C. Fothergill, "Filamentary electromechanical breakdown," *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 26, pp. 1124-1129, 1991.
- [FOT 92] J. C. Fothergill, "Filamentary electromechanical breakdown in polymers," presented at Conduction and Breakdown in Solid Dielectrics, 1992., Proceedings of the 4th International Conference on, 1992.
- [FOT 03] J. C. Fothergill, G. C. Montanari, G. C. Stevens, C. Laurent, G. Teyssedre, L. A. Dissado, U. H. Nilsson, and G. Platbrood, "Electrical, microstructural, physical and chemical characterization of HV XLPE cable peelings for an electrical aging diagnostic data base," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 10, pp. 514-527, 2003.
- [FOW 28] R. H. Fowler and L. Nordheim, "Electron Emission in Intense Electric Fields," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Containing Papers of a Mathematical and Physical Character*, vol. 119, pp. 173-181, 1928.
- [FRA 97] J. L. Franceschi and V. Haas, "Laser thermoacoustic modulation for space charge measurement," *Applied Physics Letters*, vol. 70, pp. 2236-2237, 1997.
- [FRA 00] J. L. Franceschi, D. Marty-Dessus, C. Biellmann, L. Berquez, and M. Mousseigne, "Profils de charges d'espace dans les isolants polymères minces par une méthode d'excitation thermique avec laser focalisé," *communication à SFE, Montpellier*, 2000.
- [FRA 02] J. L. Franceschi, A. Petre, L. Boudou, and D. Marty-Dessus, "Residual fields

- characterization with a virtual space charge model," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2002 Annual Report Conference on, 2002.
- [FUK 88] T. Fukuda, "Technological progress in high-voltage XLPE power cables in Japan. I," *Electrical Insulation Magazine, IEEE*, vol. 4, pp. 9-16, 1988.
- [FUK 04] K. Fukunaga, "Innovative PEA space charge measurement systems for industrial applications," *Electrical Insulation Magazine, IEEE*, vol. 20, pp. 18-26, 2004.
- [GAL 04] O. Gallot-lavallée, *Étude de la charge d'espace et des phénomènes luminescents comme précurseurs du vieillissement électrique d'une résine époxy utilisée dans l'isolation haute tension*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2004.
- [GAR 01] D. Garcia, *Mesure de formes et de champs de déplacements tridimensionnels par stéréo-corrélation d'images*, thèse de doctorat, Institut National Polytechnique de Toulouse, 2001.
- [GAU 01] G. Gaudette, J. Todaro, I. Krukenkamp, and F.-P. Chiang, "Computer Aided Speckle Interferometry: A Technique for Measuring Deformation of the Surface of the Heart," *Annals of Biomedical Engineering*, vol. 29, pp. 775-780, 2001.
- [GOH 04] J. Y. L. Goh, M. C. Pitter, C. W. See, M. G. Somekh, and D. Vanderstraeten, "Sub-pixel image correlation: an alternative to SAM and dye penetrant for crack detection and mechanical stress localisation in semiconductor packages," *Microelectronics Reliability*, vol. 44, pp. 259-267, 2004.
- [GOL 95] H. T. Goldrein, S. J. P. Palmer, and J. M. Huntley, "Automated fine grid technique for measurement of large-strain deformation maps," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 23, pp. 305-318, 1995.
- [GOO] <http://www.goodfellow.com/PDF/TAB304F.pdf>
- [GRI 02] V. Griseri, L. Levy, D. Payan, T. Maeno, K. Fukunaga, and C. Laurent, "Space charge behaviour in electron irradiated polymers," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2002 Annual Report Conference on, 2002.
- [GRI 06] V. Griseri, C. Perrin, K. Fukunaga, T. Maeno, D. Payan, L. LevyLevy, and C. Laurent, "Space-Charge Detection and Behavior Analysis in Electron Irradiated Polymers," *Plasma Science, IEEE Transactions on*, vol. 34, pp. 2185-2190, 2006.
- [GRI 09] V. Griseri, C. Perrin, and C. Laurent, "Study of the charge build up and transport in electron beam irradiated dielectric films," *Journal of Electrostatics*, vol. 67, pp. 400-406, 2009.
- [GRI 10] V. Griseri, P. Malaval, L. Berquez, **T. A. Tung**, S. Le Roy, L Boudou, A. Boulanger, "Charge Build-Up and Transport in Electron Beam Irradiated Polymers in a New Irradiation Chamber," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2010 Annual Report Conference on, 2010.
- [GUA 99] J. Guastavino, E. Krause, and C. Mayoux, "Influence of aging on electrical properties of polyethylene naphthalate-2,6 dicarboxylate films," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 6, pp. 792-797, 1999.
- [GUI 06] B. Guiffard, L. Seveyrat, G. Sebald and D. Guyomar, "Enhanced electric field-induced strain in non-percolative carbon nanopowder/polyurethane

- composites," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 39, no. 14, pp. 3053-3057, 2006.
- [GUI 09] B. Guiffard and et al., "Enhanced electroactive properties of polyurethane films loaded with carbon-coated SiC nanowires," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 42, no. 5, 055503 (6 pages), 2009.
- [GUL 01] G. Gülker, K. D. Hinsch, and A. Kraft, "Deformation monitoring on ancient terracotta warriors by microscopic TV-holography," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 36, pp. 501-513, 2001.
- [HAA 97] V. Haas, *Caractérisation 3D des charges électriques dans les isolants polymères minces par imagerie thermoacoustique*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 1997.
- [HAN 93] P. C. Hansen and D. P. O'Leary, "The use of the L-curve in the regularization of discrete ill-posed problems," *SIAM Journal on Scientific Computing*, vol. 14, pp. 1487-1503, 1993.
- [HAN 00] P. Hansen, B. Jacobsen, K. Mosegaard, P. Hansen, M. Jacobsen, J. Rasmussen, and H. Sorensen, "The PP-TSVD algorithm for image restoration problems," in *Methods and Applications of Inversion*, vol. 92, *Lecture Notes in Earth Sciences*: Springer Berlin / Heidelberg, 2000, pp. 171-186.
- [HEL 04] J. D. Helm and J. R. Deanner, "Off-axis two-dimensional digital image correlation," presented at SEM X International Congress & Exposition on Experimental & Applied Mechanics, 2004.
- [HIL 02] F. O. Hild, B. Raka, M. Baudequin, S. Roux, and F. Cantelaube, "Multiscale Displacement Field Measurements of Compressed Mineral-Wool Samples by Digital Image Correlation," *Appl. Opt.*, vol. 41, pp. 6815-6828, 2002.
- [HIN 07] K. D. Hinsch, G. Gülker, and H. Helmers, "Checkup for aging artwork--Optical tools to monitor mechanical behaviour," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 45, pp. 578-588, 2007.
- [HOL 03] S. Hole, T. Ditchi, and A. Lewiner, "Non-destructive methods for space charge distribution measurements: what are the differences?," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 10, pp. 670-677, 2003.
- [HUA 07] T. Hua, H. Xie, B. Pan, X. Qing, F. Dai, and X. Feng, "A new micro-tensile system for measuring the mechanical properties of low-dimensional materials--Fibers and films," *Polymer Testing*, vol. 26, pp. 513-518, 2007.
- [HUA 08] T. Hua, H. Xie, B. Pan, Q. Wang, and F. Dai, "A new mark shearing technique for strain measurement using digital image correlation method," *Review of Scientific Instruments*, vol. 79, pp. 105101-5, 2008.
- [HUB 00] W. S. Hubert, R. B. Joachim, and A. S. Michael, "Systematic errors in digital image correlation caused by intensity interpolation," *Optical Engineering*, vol. 39, pp. 2915-2921, 2000.
- [HUN 03] P. C. Hung and A. S. Voloshin, "In-plane strain measurement by digital image correlation," *Journal of the Brazilian Society of Mechanical Sciences and Engineering*, vol. 25, pp. 215-221, 2003.
- [IMA 95] Y. Imaizumi, K. Suzuki, Y. Tanaka, and T. Takeda, "Three-dimensional space charge distribution measurement in solid dielectrics using pulsed electroacoustic method," presented at Electrical Insulating Materials, 1995. International Symposium on, 1995.

- [ISH 96] M. Ishikawa, K. Ushui, Y. Kondo, K. Hatada, and S. Gima, "Effect of tie molecules on the craze strength of polypropylene," *Polymer*, vol. 37, pp. 5375-5379, 1996.
- [JER 10] M. Jerabek, Z. Major, and R. W. Lang, "Strain determination of polymeric materials using digital image correlation," *Polymer Testing*, vol. 29, pp. 407-416, 2010.
- [JIN 05a] H. Jin and H. A. Bruck, "Pointwise digital image correlation using genetic algorithms," *Experimental Techniques*, vol. 29, pp. 36-39, 2005.
- [JIN 05b] H. Jin and H. A. Bruck, "Theoretical development for pointwise digital image correlation," *Optical Engineering*, vol. 44, pp. 067003-14, 2005.
- [JON 05] J. P. Jones, J. P. Llewellyn, and T. J. Lewis, "The contribution of field-induced morphological change to the electrical aging and breakdown of polyethylene," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 12, pp. 951-966, 2005.
- [JUR 77] H. J. Juretschke, "Simple derivation of the Maxwell stress tensor and electrostrictive effects in crystals," *American Journal of Physics*, vol. 45, pp. 277-280, 1977.
- [KEI 66] H. D. Keith, F. J. Padden, and R. G. Vadimsky, "Intercrystalline links in polyethylene crystallized from the melt," *Journal of Polymer Science Part A-2: Polymer Physics*, vol. 4, pp. 267-281, 1966.
- [KIS 00] S. Kishimoto, X. Huimin, and N. Shinya, "Electron moiré method and its application to micro-deformation measurement," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 34, pp. 1-14, 2000.
- [KNA 03] W. G. Knauss, I. Chasiotis, and Y. Huang, "Mechanical measurements at the micron and nanometer scales," *Mechanics of Materials*, vol. 35, pp. 217-231, 2003.
- [KUB 94] T. Kubota, Y. Takahashi, S. Sakuma, M. Watanabe, M. Kanaoka, and H. Yamanouchi, "Development of 500-kV XLPE cables and accessories for long distance underground transmission line-Part I: insulation design of cables," *Power Delivery, IEEE Transactions on*, vol. 9, pp. 1741-1749, 1994.
- [LAB 05] F. Labbe and R. R. Cordero, "Monitoring the plastic deformation progression of a specimen undergoing tensile deformation by moiré interferometry," *Measurement Science and Technology*, vol. 16, pp. 1469, 2005.
- [LAH 07a] N. Lahoud, L. Boudou, C. Mayoux and J. Martinez-Vega, "Modèles de vieillissement électrique et de durée de vie : tendances et perspectives," in *Matériaux diélectriques pour le génie électrique. 1, Propriétés, vieillissement et modélisation*. Paris: Hermes – Lavoisier, 2007.
- [LAH 07b] N. Lahoud, L. Boudou, and J. Martinez-Vega, "A multi-dimensional model to describe the ageing process in polymers used for electrical insulation," presented at Solid Dielectrics, 2007. ICSD '07. IEEE International Conference on, 2007.
- [LAH 09a] N. Lahoud, *Modélisation du vieillissement des isolants organiques sous contrainte électrique – Applications à la fiabilité des matériaux*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2009.
- [LAH 09b] N. Lahoud, L. Boudou, and J. Martinez-Vega, "A description of the various parameters at play during the electrical ageing process of organic insulators," *Journal of optoelectronics and advanced materials – symposia*, vol. 1, pp. 958-

- 962, 2009.
- [LAH 09c] N. Lahoud, L. Boudou, and J. Martinez-Vega, "Electrical ageing of polymers: The role of micro-domains," *European Journal of Electrical Engineering*, vol. 14, no. 4, pp. 515-524, 2009.
- [LAH 10] N. Lahoud, L. Boudou, and J. Martinez-Vega, "A new approach to describe the electrical ageing by considering the distributed nature of processes in polymeric materials," *Journal of Non-Crystalline Solids*, vol. 356, pp. 652-656, 2010.
- [LAN 81] S. B. Lang and D. K. Das-Gupta, "A technique for determining the polarization distribution in thin polymer electrets using periodic heating," *Ferroelectrics*, vol. 39, pp. 1249-1252, 1981.
- [LAN 91] S. B. Lang, "Laser intensity modulation method (LIMM): Experimental techniques, theory and solution of the integral equation," *Ferroelectrics*, vol. 118, pp. 343 - 361, 1991.
- [LAN 98] S. B. Lang, "An analysis of the integral equation of the surface laser intensity modulation method using the constrained regularization method," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 5, pp. 70-76, 1998.
- [LAU 80] C. Laurent and C. Mayoux, "Analysis of the propagation of electrical treeing using optical and electrical methods," *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. EI-15, pp. 33-42, 1980.
- [LAU 98] C. Laurent, "Diélectriques solides et charge d'espace," *Traité de Génie Electrique - Techniques de l'ingénieur*, vol. D2, pp. 305-13, 1998.
- [LAU 03] C. Laurent and G. Teysse, "Hot electron and partial-discharge induced ageing of polymers," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section B: Beam Interactions with Materials and Atoms*, vol. 208, pp. 442-447, 2003.
- [LEB 05] T. Lebey, "Les décharges partielles dans le diagnostic des systèmes électriques," *J3eA*, vol. 4, 2005.
- [LEC 07] D. Lecompte, *Elastic and elasto-plastic material parameter identification by inverse modeling of static tests using digital image correlation*, thèse de doctorat, Vrije Universiteit Brussel, 2007.
- [LER 04] S. Le Roy, *Modélisation numérique des phénomènes de transport électrique dans un isolant polyéthylène sous contrainte électrique*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2004.
- [LER 05] S. Le Roy, G. Teysse, and C. Laurent, "Charge transport and dissipative processes in insulating polymers: experiments and model," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 12, pp. 644-654, 2005.
- [LER 09] S. Le Roy, F. Baudoin, L. Boudou, C. Laurent, and G. Teysse, "Numerical simulation of thermo-stimulated depolarization currents in polyethylene films," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2009. CEIDP '09. IEEE Conference on, 2009.
- [LER 10a] S. Le Roy and et al., "Charge transport modelling in electron-beam irradiated dielectrics: a model for polyethylene," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 43, pp. 315-402, 2010.
- [LER 10b] S. Le Roy, F. Baudoin, L. Boudou, C. Laurent, and G. Teysse, "Thermo-Stimulated Depolarization Currents in polyethylene films. Numerical

- simulations and experiments," presented at Solid Dielectrics (ICSD), 2010 10th IEEE International Conference on,2010.
- [LEW 90] T. J. Lewis, "Charge transport, charge injection and breakdown in polymeric insulators," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 23, pp. 1469, 1990.
- [LEW 01] T. J. Lewis, "Ageing-a perspective," *Electrical Insulation Magazine, IEEE*, vol. 17, pp. 6-16, 2001.
- [LEW 02] T. J. Lewis, "Polyethylene under electrical stress," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 9, pp. 717-729, 2002.
- [LI 01] J. Li, Y. Zhang, Z. Xia, X. Qin, and Z. Peng, "Action of space charge on aging and breakdown of polymers," *Chinese Science Bulletin*, vol. 46, pp. 796-800, 2001.
- [LI 05] X. Li, C. Wei, and Y. Yang, "Full field and microregion deformation measurement of thin films using electronic speckle pattern interferometry and array microindentation marker method," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 43, pp. 869-884, 2005.
- [LI 07] X. Li, W. Xu, M. A. Sutton, and M. Mello, "In situ nanoscale in-plane deformation studies of ultrathin polymeric films during tensile deformation using atomic force microscopy and digital image correlation techniques," *Nanotechnology, IEEE Transactions on*, vol. 6, pp. 4-12, 2007.
- [LU 00] H. Lu and P. Cary, "Deformation measurements by digital image correlation: Implementation of a second-order displacement gradient," *Experimental Mechanics*, vol. 40, pp. 393-400, 2000.
- [LUC 97] A. C. Lucia, P. M. Zanetta, and M. Facchini, "Electronic speckle pattern interferometry applied to the study and conservation of paintings," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 26, pp. 221-233, 1997.
- [LUO 04] J. Luo, J. Bai, P. He and K. Ying, "Axial strain calculation using a low-pass digital differentiator in ultrasound elastography," *Ultrasonics, Ferroelectrics and Frequency Control, IEEE Transactions on*, vol. 51, pp. 1119-1127, 2004.
- [LUO 05] J. Luo, K. Ying, and J. Bai, "Savitzky-Golay smoothing and differentiation filter for even number data," *Signal Processing*, vol. 85, pp. 1429-1434, 2005.
- [LUO 05] H. Luoquan, Z. Yewen, and Z. Feihu, "Novel numerical methods for measuring distributions of space charge and electric field in solid dielectrics with deconvolution algorithm," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 12, pp. 809-814, 2005.
- [LUS 83] A. Lustiger and R. L. Markham, "Importance of tie molecules in preventing polyethylene fracture under long-term loading conditions," *Polymer*, vol. 24, pp. 1647-1654, 1983.
- [MAE 85] T. Maeno, H. Kushibe, T. Takada, and C. M. Cooke, "Pulsed electro-acoustic method for the measurement of volume charges in e-beam irradiated PMMA," *Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 1985 Annual Report Conference on*, pp. 389-397, 1985.
- [MAE 88] T. Maeno, T. Futami, H. Kushibe, T. Takada, and C. M. Cooke, "Measurement of spatial charge distribution in thick dielectrics using the pulsed electroacoustic method," *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 23, pp. 433-439, 1988.
- [MAE 01] T. Maeno, "Three-dimensional PEA charge measurement system," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 8, pp. 845-848, 2001.

- [MAK 10] K. Makasheva, B. Despax, L. Boudou, C. Laurent, and G. Teysse, "A discussion on the likely mechanisms for dielectric charging in AFM," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), 2010 Annual Report Conference on, 2010.
- [MAL 97] S. Malrieu, P. Notinger, Jr., F. Pacreau, and A. Toureille, "Influence of space charge on the breakdown of multilayered epoxy: a study by the thermal step method," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 1997. IEEE 1997 Annual Report., Conference on, 1997.
- [MAM 04a] P. R. Mamy, *Etude de la réponse mécanique des isolants organiques solides au cours de l'application d'un champ électrique : cas du PET semi-cristallin*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2004
- [MAM 04b] P. R. Mamy, L. Boudou, and J. J. Martinez-Vega, "Correlation between electrical conduction and mechanical deformation induced by an electrical field to PET," presented at Solid Dielectrics, 2004. ICSD 2004. Proceedings of the 2004 IEEE International Conference on, 2004.
- [MAM 04c] P. R. Mamy, J. Martinez-Vega, J. C. Dupre, and N. Bretagne, "Quantification of mechanical deformations induced by an electric field in a semicrystalline organic insulator," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 93, pp. 2313-2321, 2004.
- [MAR 86] J. J. Martinez-Vega, *Etude par relaxation mécanique du vieillissement physique et de la déformation plastique du PMMA au voisinage de la T_g*, thèse de doctorat, Science des matériaux, Poitiers, 1986.
- [MAR 01a] J. J. Martinez-Vega, N. Zouzou, L. Boudou, and J. Guastavino, "Molecular mobility in amorphous and partially crystalline PEN after isothermal crystallization," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 8, pp. 776-784, 2001.
- [MAR 01b] J. J. Martinez-Vega, N. Zouzou, J. Guastavino, and L. Boudou, "Influence of morphology on dielectric properties of PEN," presented at Solid Dielectrics, 2001. ICSD '01. Proceedings of the 2001 IEEE 7th International Conference on, 2001.
- [MAR 02] J. J. Martinez-Vega, H. Trumel, and J. L. Gacougnolle, "Plastic deformation and physical ageing in PMMA," *Polymer*, vol. 43, pp. 4979-4987, 2002.
- [MAR 10] J. Martinez-Vega, *Dielectric materials in electrical engineering*. Editor ISTE Ltd & John Wiley, 2010.
- [MAR 00] D. Marty-Dessus, L. Berquez, M. Mousseigne, C. Biellmann, and J. L. Franceschi, "Space charge and polarization profiles determination in thin polymer insulators by FLIMM," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2000 Annual Report Conference on, 2000.
- [MAR 02] D. Marty-Dessus, L. Berquez, A. Petre, M. Mousseigne, and J. L. Franceschi, "Three-dimensional cartography of space charge by FLIMM," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2002 Annual Report Conference on, 2002.
- [MAR 07] D. Mary, S. Mbarga, D. Malec, and L. Boudou, "Current conduction instabilities in polyethylene during heat cycles," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2007. CEIDP 2007. Annual Report - Conference on, 2007.
- [MAY 01] C. Mayoux, J. J. Martinez-Vega, J. Guastavino, and C. Laurent, "Towards a

- better knowledge of insulating polymers under stress," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 8, pp. 58-71, 2001.
- [MAY 10] C. Mayoux, N. Lahoud, L. Boudou and J. Martinez-Vega, "Precursory phenomena and dielectric breakdown," in *Dielectric materials in electrical engineering*. ISTE & J. Wiley, 2010, pp. 165-189.
- [MAZ 04] G. Mazzanti, G. C. Montanari, and S. Serra, "Aging model of polyethylene-based materials for HV cables founded on damage inception and growth from air-filled voids," presented at Solid Dielectrics, 2004. ICSD 2004. Proceedings of the 2004 IEEE International Conference on, 2004.
- [MAZ 05] G. Mazzanti and G. C. Montanari, "Electrical aging and life models: the role of space charge," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 12, pp. 876-890, 2005.
- [MAZ 07] G. Mazzanti, G. C. Montanari, and F. Civenni, "Model of inception and growth of damage from microvoids in polyethylene-based materials for HVDC cables. 1. Theoretical approach," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 14, pp. 1242-1254, 2007.
- [MEL 05] A. Mellinger, R. Singh, M. Wegener, W. Wirges, R. Gerhard-Multhaupt, and B. S. Lang, "Three-dimensional mapping of polarization profiles with thermal pulses," *Applied Physics Letters*, vol. 86, pp. 082903, 2005.
- [MEN 06] L. B. Meng, G. C. Jin and X. F. Yao, "Errors caused by misalignment of the optical camera axis and the object surface in the DSCM," *Journal- Tsinghua University*, vol. 46, no. 11, pp. 1930-1932, 2006.
- [MEN 07] L. B. Meng, G. C. Jin, and X. F. Yao, "Application of iteration and finite element smoothing technique for displacement and strain measurement of digital speckle correlation," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 45, pp. 57-63, 2007.
- [MER 96] J.B. Mercier, E. Maréchal, *Chimie des polymères – Synthèses, réactions, dégradations*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes (PPUR), 1996, ISBN: 2-88074-240-4.
- [MIC 09] M. A. Michael A, J. J. Orteu, and H. W. Schreier, "Digital Image Correlation (DIC)," in *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements*, 2009, pp. 1-37.
- [MIY 07] H. Miyake, Y. Tanaka, and T. Takada, "Characteristic of charge accumulation in glass materials under electron beam irradiation," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 14, pp. 520-528, 2007.
- [MOL 05] J. Molimard, *Application de méthodes optiques à la mécanique expérimentale*, habilitation à diriger des recherches, Université Jean Monnet, Saint-Etienne, 2005.
- [MON 00] G. C. Montanari and D. Fabiani, "Evaluation of dc insulation performance based on space-charge measurements and accelerated life tests," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 7, pp. 322-328, 2000.
- [MOU 97] M. Mousseigne, L. Berquez, D. Marty-Dessus, and J. L. Franceschi, "Sondage thermoacoustique submicronique," *présenté Journée de la société française des thermiques : La thermique à l'échelle micronique et submicronique*, 1997.
- [MOU 00] M. Mousseigne, *Application du sondage thermoacoustique submicronique à la cartographie 3D des défauts et des charges électriques*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2000.

- [MOU 07] R. Moulart, *Développement et mise en œuvre d'une méthode de mesure de champs de déformation à l'échelle micrométrique*, thèse de doctorat, Ecole Nationale Supérieure d'Arts et Métiers, Paris, 2007.
- [MUC 78] J. Muccigrosso and P. J. Phillips, "The morphology of cross-linked polyethylene insulation," *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. EI-13, pp. 172-178, 1978.
- [NAG 08] K. Nagasawa, R. Watanabe, Y. Tanaka, and T. Takada, "Charge accumulation in electron beam irradiated various polymers," presented at Electrical Insulating Materials, 2008. (ISEIM 2008). International Symposium on, 2008.
- [NIC 02] G. Nicoletto, "On the visualization of heterogeneous plastic strains by Moiré interferometry," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 37, pp. 433-442, 2002.
- [NOT 01a] P. Notingher, Jr., S. Agnel, and A. Toureille, "Thermal step method for space charge measurements under applied dc field," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 8, pp. 985-994, 2001.
- [NOT 01b] P. Notingher, Jr., A. Toureille, J. Santana, L. Martinotto, and M. Albertini, "Study of space charge accumulation in polyolefins submitted to ac stress," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 8, pp. 972-984, 2001.
- [NOT 09] P. Notingher, A. Toureille, S. Agnel, and J. Castellon, "Determination of electric field and space charge in the insulation of power cables with the thermal step method and a new mathematical processing," *Industry Applications, IEEE Transactions on*, vol. 45, pp. 67-74, 2009.
- [ODW 73] J. J. O'Dwyer, *The theory of electrical conduction and breakdown in solid dielectrics / by J. J. O'Dwyer*. Oxford :: Clarendon Press, 1973.
- [OGA 90] K. Ogawa, T. Kosugi, N. Kato, and Y. Kawawata, "The world's first use of 500 kV XLPE insulated aluminium sheathed power cables at the Shimogo and Imaichi power stations," *Power Delivery, IEEE Transactions on*, vol. 5, pp. 26-32, 1990.
- [OLA 07] M. A. Olariu, R. C. Ciobanu, S. Ursache, and S. Aradoaei, "Experimental regarding the evolution of space charge in polyolefins insulation," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2007. CEIDP 2007. Annual Report - Conference on, 2007.
- [PAN 06] B. Pan and et al., "Performance of sub-pixel registration algorithms in digital image correlation," *Measurement Science and Technology*, vol. 17, pp. 1615, 2006.
- [PAN 07] B. Pan, H. Xie, Z. Guo, and T. Hua, "Full-field strain measurement using a two-dimensional Savitzky-Golay digital differentiator in digital image correlation," *Optical Engineering*, vol. 46, pp. 033601-10, 2007.
- [PAN 08] B. Pan, H. Xie, Z. Wang, K. Qian, and Z. Wang, "Study on subset size selection in digital image correlation for speckle patterns," *Opt. Express*, vol. 16, pp. 7037-7048, 2008.
- [PAN 09a] B. Pan and et al., "Two-dimensional digital image correlation for in-plane displacement and strain measurement: a review," *Measurement Science and Technology*, vol. 20, pp. 062001, 2009.
- [PAN 09b] B. Pan, A. Asundi, H. Xie, and J. Gao, "Digital image correlation using iterative least squares and pointwise least squares for displacement field and strain field measurements," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 47, pp. 865-

- 874, 2009.
- [PAN 09c] B. Pan, "Reliability-guided digital image correlation for image deformation measurement," *Appl. Opt.*, vol. 48, pp. 1535-1542, 2009.
- [PAN 09d] B. Pan, X. Hui-min, H. Tao, and A. Asundi, "Measurement of coefficient of thermal expansion of films using digital image correlation method," *Polymer Testing*, vol. 28, pp. 75-83, 2009.
- [PAN 10] B. Pan, D. Wu, and Y. Xia, "High-temperature deformation field measurement by combining transient aerodynamic heating simulation system and reliability-guided digital image correlation," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 48, pp. 841-848, 2010.
- [PAR 82] C. H. Park, M. Hara, and M. Akazaki, "Effects of temperature and voltage on dielectric breakdown strengths of PET and FRP under mechanical stresses," *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. EI-17, pp. 546-553, 1982.
- [PEL 98] R. E. Pelrine, R. D. Kornbluh, and J. P. Joseph, "Electrostriction of polymer dielectrics with compliant electrodes as a means of actuation," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 64, pp. 77-85, 1998.
- [PET 81] W. H. Peters and W. F. Ranson, "Digital imaging techniques in experimental stress analysis," *Optical Engineering*, vol. 21, pp. 427-431, 1981.
- [PET 83] W. H. Peters, W. F. Ranson, M. A. Sutton, T. C. Chu, and J. Anderson, "Application of digital correlation methods to rigid body mechanics," *Optical Engineering*, vol. 22, pp. 738-742, 1983.
- [PET 04a] A. Petre, *Optimisation de la méthode FLIMM pour la caractérisation en volume des charges d'espace dans les isolants polymères minces*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2004.
- [PET 04b] A. Petre, D. Marty-Dessus, L. Berquez, and J. L. Franceschi, "A comparison of different mathematical treatments for solving the inverse problem in Focused laser Intensity Modulation Method," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 43, pp. 2572-2579, 2004.
- [PET 04c] A. Petre, D. Marty-Dessus, L. Berquez, J. L. Franceschi, S. Agnel, P. Notingher, Jr., J. Castellon, N. Didon, and A. Toureille, "FLIMM and TSM: two thermal methods for space charges investigation," presented at Solid Dielectrics, 2004. ICSD 2004. Proceedings of the 2004 IEEE International Conference on, 2004.
- [PET 07] A. Petre, D. Mary, C. D. Pham, and L. Berquez, "3D cartography of space charges induced by UV irradiation," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2007. CEIDP 2007. Annual Report - Conference on, 2007.
- [PET 09] A. Petre, C. D. Pham, D. Marty-Dessus, and L. Berquez, "Three-dimensional space charge cartographies by FLIMM in electron irradiated polymers," *Journal of Electrostatics*, vol. 67, pp. 430-434, 2009.
- [PET 10] A. Petre, D. Marty-Dessus, L. Berquez and J. L. Franceschi, "FLIMM and FLAMM Methods : localization of 3D space charges at the micrometer scale," in *Dielectric materials in electrical engineering*. ISTE & J. Wiley, 2010, pp. 251-299.
- [PHA 09a] C.D. Pham, *Cartographie de charges d'espace par méthode FLIMM / Complémentarité avec les méthodes PEA et TPT*, thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 2009

- [PHA 09b] C. D. Pham, V. Griseri, and L. Berquez, "Space charge distribution detection by FLIMM and PEA method on electron beam irradiated dielectric films," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2009. CEIDP '09. IEEE Conference on, 2009.
- [PHA 09c] C. D. Pham, A. Petre, L. Berquez, R. Flores-Suarez, A. Mellinger, W. Wirges, and R. Gerhard, "3D high-resolution mapping of polarization profiles in thin Poly(vinylidene fluoride-trifluoroethylene) (PVDF-TrFE) films using two thermal techniques," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 16, pp. 676-681, 2009.
- [PIL 04] A. Pilch, A. Mahajan, and T. Chu, "Measurement of whole-field surface displacements and strain using a genetic algorithm based intelligent image correlation method," *Journal of Dynamic Systems, Measurement, and Control*, vol. 126, pp. 479-488, 2004.
- [PIN 66] I. M. W. a. P. R. Pinnock, "The mechanical properties of solid polymers," *British Journal of Applied Physics*, vol. 17, pp. 3, 1966.
- [PLO 92] B. Ploss, R. Emmerich, and S. Bauer, "Thermal wave probing of pyroelectric distributions in the surface region of ferroelectric materials: A new method for the analysis," *Journal of Applied Physics*, vol. 72, pp. 5363-5370, 1992.
- [POS 94] D. Post, B. Han, and P. Ifju, "High Sensitivity Moiré: Experimental Analysis for Mechanics and Materials," *Experimental Techniques*, vol. 18, pp. 45-46, 1994.
- [QIN 96] X. Qing, Y. Qin, and F. Dai, "Experimental investigation of micromechanical behavior of advanced materials by moiré interferometry," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 25, pp. 179-189, 1996.
- [RAB 10] A. Rabouhi, A. Boukerrou, M. Kaci, H. Djidjelli, and J. J. Martinez-Vega, "Chemical modification of olive pomace by various esters and silane," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 116, pp. 535-540, 2010.
- [RAM 03] S. Ramachandran and R. A. Reed, "TR-XLPE cables for utility power distribution: 20 years of field proven, value added performance," presented at Rural Electric Power Conference, 2003, 2003.
- [RAS 00] P. Rastogi, M. Sutton, S. McNeill, J. Helm, and Y. Chao, "Advances in Two-Dimensional and Three-Dimensional Computer Vision," in *Photomechanics*, vol. 77, *Topics in Applied Physics*: Springer Berlin / Heidelberg, 2000, pp. 323-372.
- [REY 09] M. E. Reyes-Melo, M. A. Garza-Navarro, V. A. González-González, C. A. Guerrero-Salazar, J. Martínez-Vega, and U. Ortiz-Méndez, "Application of fractional calculus to the modeling of the complex magnetic susceptibility for polymeric-magnetic nanocomposites dispersed into a liquid media," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 112, pp. 1943-1948, 2009.
- [ROW 07] S. W. Rowe, "Electrical Ageing of Composites: An Industrial Perspective," presented at Solid Dielectrics, 2007. ICSD '07. IEEE International Conference on, 2007.
- [SAB 06] N. Sabaté and et al., "Digital image correlation of nanoscale deformation fields for local stress measurement in thin films," *Nanotechnology*, vol. 17, pp. 5264, 2006.
- [SAN 08] F. M. Sánchez-Arévalo and G. Pulos, "Use of digital image correlation to determine the mechanical behavior of materials," *Materials Characterization*,

- vol. 59, pp. 1572-1579, 2008.
- [SAT 93] T. Sato, K. Muraki, N. Sato, and Y. Sekii, "Recent technical trends of 500 kV XLPE cable," presented at Power Cables and Accessories 10kV - 500kV, 1993., Third International Conference on, 1993.
- [SAT 06] Y. Saturu, K. Hisao, K. Akikazu, and K. Koji, *Lens distortion correction for digital image correlation by measuring rigid body displacement*, vol. 45: SPIE, 2006.
- [SAV 64] A. Savitzky and M. J. E. Golay, "Smoothing and differentiation of data by simplified least squares procedures," *Analytical Chemistry*, vol. 36, pp. 1627-1639, 1964.
- [SCH 00] H. W. Schreier, J. R. Braasch, and M. A. Sutton, "Systematic errors in digital image correlation caused by intensity interpolation," *Optical Engineering*, vol. 39, pp. 2915-2921, 2000.
- [SCH 02] H. Schreier and M. Sutton, "Systematic errors in digital image correlation due to undermatched subset shape functions," *Experimental Mechanics*, vol. 42, pp. 303-310, 2002.
- [SCH 03] H.W. Schreier, *Investigation of two and three-dimensional image correlation techniques with applications in experimental mechanics*, thèse de doctorat, Université South Carolina, 2003.
- [SCH 04] H. Schreier, D. Garcia, and M. Sutton, "Advances in light microscope stereo vision," *Experimental Mechanics*, vol. 44, pp. 278-288, 2004.
- [SEG 00] I. Segui, "Diélectriques. Courants de conduction " *Traité de Génie Electrique - Techniques de l'ingénieur*, vol. D2, pp. 301-312, 2000.
- [SER 01] S. Serra, G. C. Montanari, and G. Mazzanti, "Theoretical study of inception mechanism and growth of defect-induced damages in XLPE cable," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2001 Annual Report. Conference on, 2001.
- [SER 05] S. Serra, G. C. Montanari, and G. Mazzanti, "Theory of inception mechanism and growth of defect-induced damage in polyethylene cable insulation," *Journal of Applied Physics*, vol. 98, pp. 034102-034102-15, 2005.
- [SES 82] G. M. Sessler, J. E. West, R. Gerhard-Multhaupt, and H. von Seggern, "Nondestructive Laser Method for Measuring Charge Profiles in Irradiated Polymer Films," *Nuclear Science, IEEE Transactions on*, vol. 29, pp. 1644-1649, 1982.
- [SES 97] G. M. Sessler, "Charge distribution and transport in polymers," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 4, pp. 614-628, 1997.
- [SHI 77] Y. Shibuya, S. Zoledziowski, and J. H. Calderwood, "Void formation and electrical breakdown in epoxy resin," *Power Apparatus and Systems, IEEE Transactions on*, vol. 96, pp. 198-207, 1977.
- [SHK 98] Y. M. Shkel and D. J. Klingenberg, "Electrostriction of polarizable materials: Comparison of models with experimental data," *Journal of Applied Physics*, vol. 83, pp. 415-424, 1998.
- [SIM 71] J. G. Simmons, "Conduction in thin dielectric films," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 4, pp. 613, 1971.
- [SIR 91] J. Sirkis and T. Lim, "Displacement and strain measurement with automated grid methods," *Experimental Mechanics*, vol. 31, pp. 382-388, 1991.
- [SJO 93] M. Sjö Dahl and L. R. Benckert, "Electronic speckle photography: analysis of

- an algorithm giving the displacement with subpixel accuracy," *Appl. Opt.*, vol. 32, pp. 2278-2284, 1993.
- [SJO 94a] M. Sjö Dahl, "Electronic speckle photography: increased accuracy by nonintegral pixel shifting," *Appl. Opt.*, vol. 33, pp. 6667-6673, 1994.
- [SJO 94b] M. Sjö Dahl and L. R. Benckert, "Systematic and random errors in electronic speckle photography," *Appl. Opt.*, vol. 33, pp. 7461-7471, 1994.
- [SJO 97] M. Sjö Dahl, "Accuracy in electronic speckle photography," *Appl. Opt.*, vol. 36, pp. 2875-2885, 1997.
- [STA 55] K. H. Stark and C. G. Garton, "Electric Strength of Irradiated Polythene," *Nature*, vol. 176, pp. 1225-1226, 1955.
- [STE 70] F. Stern, C Weaver, "Dispersion of dielectric permittivity due to space-charge polarization, " *Journal of Physics C: Solid State Physics*, vol. 3, pp. 1736-1746, 1970.
- [STE 98] W. Steinchen, L. Yang, G. Kupfer, P. Mäckel, and F. Vössing, "Strain analysis by means of digital shearography: potential, limitations and demonstration," *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 33, pp. 171-182, 1998.
- [STE 88] G. C. Stevens, E. Perkins, and J. V. Champion, "Microvoid formation and growth in epoxy resins under mechanical and electrical stress by laser light scattering," presented at Dielectric Materials, Measurements and Applications, 1988., Fifth International Conference on, 1988.
- [SUN 05] Y. Sun, J. H. L. Pang, C. K. Wong, and F. Su, "Finite element formulation for a digital image correlation method," *Appl. Opt.*, vol. 44, pp. 7357-7363, 2005.
- [SUT 86] M. A. Sutton, C. Mingqi, W. H. Peters, Y. J. Chao, and S. R. McNeill, "Application of an optimized digital correlation method to planar deformation analysis," *Image and Vision Computing*, vol. 4, pp. 143-150, 1986.
- [SUT 88] M. A. Sutton, S. R. McNeill, J. Jang and M. Babai, "Effects of subpixel image restoration on digital correlation error estimate," *Optical Engineering*, vol. 27, pp. 870-877, 1988.
- [SUT 91] M. Sutton, J. Turner, H. Bruck, and T. Chae, "Full-field representation of discretely sampled surface deformation for displacement and strain analysis," *Experimental Mechanics*, vol. 31, pp. 168-177, 1991.
- [SUT 08] M. A. Sutton, J. H. Yan, V. Tiwari, H. W. Schreier, and J. J. Orteu, "The effect of out-of-plane motion on 2D and 3D digital image correlation measurements," *Optics and Lasers in Engineering*, vol. 46, pp. 746-757, 2008.
- [TAK 87] T. Takada, T. Maeno, and H. Kushibe, "An Electric Stress-Pulse Technique for The Measurement of Charges in A Plastic Plate Irradiated by an Electron Beam," *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. EI-22, pp. 497-501, 1987.
- [TAK 98] T. Takada, Y. Tanaka, N. Adachi, and Q. Xiaokui, "Comparison between the PEA method and the PWP method for space charge measurement in solid dielectrics," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 5, pp. 944-951, 1998.
- [TAK 99] T. Takada, "Acoustic and optical methods for measuring electric charge distributions in dielectrics," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 1999 Annual Report Conference on, 1999.

- [TAO 09] H. Tao and et al., "A new dynamic device for low-dimensional materials testing," *Review of Scientific Instruments*, vol. 80, pp. 126108, 2009.
- [TEI 72] TEIJIN Limited, Netherlands Patent, 1972, 72-16920.
- [TEY 05] G. Teysedre and C. Laurent, "Charge transport modeling in insulating polymers: from molecular to macroscopic scale," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 12, pp. 857-875, 2005.
- [TEY 07a] G. Teysedre, J. L. Franceschi, and C. Laurent, "Cathodo- and electro-luminescence spectra in insulating polymers: A parallel approach for inferring electrical ageing mechanisms," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, 2007. CEIDP 2007. Annual Report - Conference on, 2007.
- [TEY 07b] G. Teysedre, C. Laurent, G. C. Montanari, A. Campus, U. H. Nilsson, "Analysis of Photoluminescence in Thermo-Electrically Aged Cross-Linked Polyethylene Cables," presented at Solid Dielectrics (ICSD), 2007 9th IEEE International Conference on, 2007.
- [TEY 09] G. Teysedre, C. Laurent, G. Perego, and G. Montanari, "Charge recombination induced luminescence of chemically modified cross-linked polyethylene materials," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 16, pp. 232-240, 2009.
- [TEY 10] G. Teysedre and L. Boudou, "Polymères et composites pour l'électrotechnique," *Traité de Génie Electrique - Techniques de l'ingénieur*, vol. D2, pp. 335-19, 2010.
- [TIK 77] A. N. Tikhonov and V. Y. Arsenin, "Solution of Ill-Posed Problems," *Washington, DC : Winston*, 1977.
- [TIW 07] V. Tiwari, M. Sutton, and S. McNeill, "Assessment of High Speed Imaging Systems for 2D and 3D Deformation Measurements: Methodology Development and Validation," *Experimental Mechanics*, vol. 47, pp. 561-579, 2007.
- [TON 97] W. Tong, "Detection of plastic deformation patterns in a binary aluminum alloy," *Experimental Mechanics*, vol. 37, pp. 452-459, 1997.
- [TOU 76] Y.S. Touloukian, R.K. Kirby, R.E. Taylor and P.D. Desai, *Thermophysical Properties of Matters. Thermal Expansion of Metallic Elements and Alloys*, vol. 12, Plenum, New York (1976).
- [TOU 87] A. Toureille, "Sur une méthode de détermination de densité spatiale de charge d'espace dans le PE," *Communication à JICABLE 87 (2nd Int Conf. On Polymer Insulated power cables)*, Versailles, pp. 98-103, 1987.
- [TOU 07] A. Toureille, S. Agnel, P. Nothinger et J. Castellon, "La méthode de l'onde thermique pour la mesure des charges d'espace," in *Matériaux diélectriques pour le génie électrique. 1, Propriétés, vieillissement et modélisation*. Paris: Hermes – Lavoisier, 2007.
- [TOU 06] M. Touzin, D. Goeuriot, C. Guerret-Piecourt, D. Juve, D. Treheux, and H. J. Fitting, "Electron beam charging of insulators: A self-consistent flight-drift model," *Journal of Applied Physics*, vol. 99, pp. 114110-14, 2006.
- [TU 97] M. Tu, P. Gielisse, and W. Xu, "Grating holographic interferometry," *Experimental Mechanics*, vol. 37, pp. 188-196, 1997.
- [UCH 80] K. Uchino, S. Nomura, L. E. Cross, S. J. Jang, and R. E. Newnham, "Electrostrictive effect in lead magnesium niobate single crystals," *Journal of Applied Physics*, vol. 51, pp. 1142-1145, 1980.

- [VEL 06] W. P. Vellinga, R. Timmerman, R. van Tijum, and J. T. M. De Hosson, "In situ observations of crack propagation mechanisms along interfaces between confined polymer layers and glass," *Applied Physics Letters*, vol. 88, pp. 061912-3, 2006.
- [VEN 98a] G. Vendroux and W. Knauss, "Submicron deformation field measurements: Part 1. Developing a digital scanning tunneling microscope," *Experimental Mechanics*, vol. 38, pp. 18-23, 1998.
- [VEN 98b] G. Vendroux and W. Knauss, "Submicron deformation field measurements: Part 2. Improved digital image correlation," *Experimental Mechanics*, vol. 38, pp. 86-92, 1998.
- [VEN 98c] G. Vendroux, N. Schmidt, and W. Knauss, "Submicron deformation field measurements: Part 3. Demonstration of deformation determinations," *Experimental Mechanics*, vol. 38, pp. 154-160, 1998.
- [VOG 02] D. Vogel, A. Gollhardt, and B. Michel, "Micro- and nanomaterials characterization by image correlation methods," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 99, pp. 165-171, 2002.
- [WAK 90] K. Wakino, Y. Tsujimoto, K. Morimoto, and N. Ushio, "Technological progress in materials application for electronic capacitors in Japan," *Electrical Insulation Magazine, IEEE*, vol. 6, pp. 29-43, 1990.
- [WAN 00] J. Wang, H. K. Kim, F. G. Shi, B. Zhao, and T. G. Nieh, "Thickness dependence of morphology and mechanical properties of on-wafer low-k PTFE dielectric films," *Thin Solid Films*, vol. 377-378, pp. 413-417, 2000.
- [WAN 07] Z. Wang, H. Li, J. Tong, and J. Ruan, "Statistical Analysis of the Effect of Intensity Pattern Noise on the Displacement Measurement Precision of Digital Image Correlation Using Self-correlated Images," *Experimental Mechanics*, vol. 47, pp. 701-707, 2007.
- [WAN 09] M. Wang, Y. Cen, X. Hu, X. Yu, N. Xie, Y. Wu, P. Xu, and D. Xu, "A weighting window applied to the digital image correlation method," *Optics & Laser Technology*, vol. 41, pp. 154-158, 2009.
- [WAN 02] Y. Wang and A. M. Cuitiño, "Full-field measurements of heterogeneous deformation patterns on polymeric foams using digital image correlation," *International Journal of Solids and Structures*, vol. 39, pp. 3777-3796, 2002.
- [WAT 01] B. Wattrisse, A. Chrysochoos, J. M. Muracciole, and M. Némoz-Gaillard, "Analysis of strain localization during tensile tests by digital image correlation," *Experimental Mechanics*, vol. 41, pp. 29-39, 2001.
- [WEA 70] F. S. a. C. Weaver, "Dispersion of dielectric permittivity due to space-charge polarization," *Journal of Physics C: Solid State Physics*, vol. 3, pp. 1736, 1970.
- [WIL 41] A. J. C. Wilson, "The thermal expansion of aluminium from 0° to 650°C," *Proceedings of the Physical Society*, vol. 53, pp. 235, 1941.
- [XIE 09] H. Xie and et al., "Generalized spatial-gradient-based digital image correlation for displacement and shape measurement with subpixel accuracy," *The Journal of Strain Analysis for Engineering Design*, vol. 44, pp. 659, 2009.
- [XUN 04] S. Xunqing, H. L. J. Pang, X. R. Zhang, Q. J. Liu, and M. Ying, "In-situ micro-digital image speckle correlation technique for characterization of materials' properties and verification of numerical models," *Components and Packaging Technologies, IEEE Transactions on*, vol. 27, pp. 659-667, 2004.

- [YAN 06] F. Yang, X. He, and C. Quan, "Characterization of dynamic microgyroscopes by use of temporal digital image correlation," *Appl. Opt.*, vol. 45, pp. 7785-7790, 2006.
- [YAS 96] S. Yasufuku, "Application of poly(ethylene naphthalate) films to electrical and audio-visual uses in Japan," *Electrical Insulation Magazine, IEEE*, vol. 12, pp. 8-14, 1996.
- [YEW 96] Z. Yewen, J. Lewiner, C. Alquie, and N. Hampton, "Evidence of strong correlation between space-charge buildup and breakdown in cable insulation," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 3, pp. 778-783, 1996.
- [ZEG 07] B. Zegnini, L. Boudou, J. Martinez-Vega, "An experimental study of the mechanical strains induced by a dc electric field in amorphous and partially crystallized PEN films," presented at Solid Dielectrics (ICSD), 2007 9th IEEE International Conference on, 2007.
- [ZEG 08a] B. Zegnini, L. Boudou, and J. Martinez-Vega, "The influence of Crystallization and Morphology on the Field Mechanical Induced Strain of Poly(Ethylene 2,6-Naphthalene Dicarboxylate) Thin Films," *Journal of Applied Science*, vol. 8, pp. 1206-1213, 2008.
- [ZEG 08b] B. Zegnini, N. Lahoud, L. Boudou, and J. Martinez-Vega, "Visualization and quantification of the mechanical deformation induced by an electrical field in poly(ethylene naphthalene 2,6-dicarboxylate) (PEN) films," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 110, pp. 23-29, 2008.
- [ZEL 84] H. R. Zeller and W. R. Schneider, "Electrofracture mechanics of dielectric aging," *Journal of Applied Physics*, vol. 56, pp. 455-459, 1984.
- [ZEL 88] H. R. Zeller, T. Baumann, and F. Stucki, "Microscopic models for ageing in solid dielectrics," presented at Properties and Applications of Dielectric Materials, 1988. Proceedings., Second International Conference on Properties and Applications of, 1988.
- [ZHA 99] D. Zhang, X. Zhang, and G. Cheng, "Compression strain measurement by digital speckle correlation," *Experimental Mechanics*, vol. 39, pp. 62-65, 1999.
- [ZHA 06] D. Zhang, M. Luo, and D. D. Arola, "Displacement/strain measurements using an optical microscope and digital image correlation," *Optical Engineering*, vol. 45, pp. 033605-9, 2006.
- [ZHA 03] J. Zhang, G. Jin, S. Ma, and L. Meng, "Application of an improved subpixel registration algorithm on digital speckle correlation measurement," *Optics & Laser Technology*, vol. 35, pp. 533-542, 2003.
- [ZHA 06] Z. F. Zhang, Y. L. Kang, H. W. Wang, Q. H. Qin, Y. Qiu, and X. Q. Li, "A novel coarse-fine search scheme for digital image correlation method," *Measurement*, vol. 39, pp. 710-718, 2006.
- [ZHA 07] X. Zhao, W. Hong, and Z. Suo, "Electromechanical hysteresis and coexistent states in dielectric elastomers," *Physical Review B*, vol. 76, pp. 134113, 2007.
- [ZHA 09] X. Zhao and Z. Suo, "Electromechanical instability in semicrystalline polymers," *Applied Physics Letters*, vol. 95, pp. 031904-3, 2009.
- [ZHE 94] M. Zhenyi, J. I. Scheinbeim, J. W. Lee, and B. A. Newman, "High field electrostrictive response of polymers," *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics*, vol. 32, pp. 2721-2731, 1994.
- [ZHO 01] P. Zhou and K. E. Goodson, "Subpixel displacement and deformation gradient

- measurement using digital image/speckle correlation (DISC)," *Optical Engineering*, vol. 40, pp. 1613-1620, 2001.
- [ZHU 72] S. N. Zhurkov, V. A. Zakrevskiy, V. E. Korsukov, and V. S. Kuksenko, "Mechanism of submicrocrack generation in stressed polymers," *Journal of Polymer Science Part A-2: Polymer Physics*, vol. 10, pp. 1509-1520, 1972.
- [ZHU 74] S. N. Zhurkov and V. S. Kuksenko, "Micromechanics of polymer fracture," *Mechanics of Composite Materials*, vol. 10, pp. 687-694, 1974.

CORRELATION BETWEEN SPACE CHARGE ACCUMULATION AND INDUCED MECHANICAL DEFORMATION IN SOLID ORGANIC INSULATORS SUBJECTED TO AN ELECTRIC FIELD

ABSTRACT : The accumulation of space charge and the mechanical deformation induced by an electrical stress are two potential factors of ageing of insulating organic solids through the degradation of physical and chemical microstructures. Over time, the properties of insulating materials can change under the action of these two factors leading to a decrease in insulation performance up to the complete failure. Ours results show that the effects of space charge and induced mechanical deformation are not independent. There is a correlation between them and the aim of our work is to highlight this aspect.

We thus developed an original set-up which makes it possible to take two measurements consecutively : that of space charge by the FLIMM (Focused Laser Induced Modulation Method) and that of mechanical deformation induced by the DIC (Digital Image Correlation). The particularity of this experimental set-up is the fact that the measurements are carried out without any manipulation of the tested sample during the measurements.

Initially, the performance of the DIC in the follow-up of displacements and the detection of the plane deformation were analyzed. This allowed us to properly quantify the limits of the displacements or deformation measurements. Then, a smoothing technique of the displacement field was implemented, it allows, by the suppression of the noise, to improve the resolution of detection of the deformation. In a second time, the experimental validation of the DIC was carried out. Measurements of the thermal expansion coefficients of known materials were undertaken, making it possible to validate the proposed technique.

Finally, the correlation between space charge and induced mechanical deformation in insulating polymers has been demonstrated experimentally. For this, measurements of induced mechanical deformation and space charge of PEN, PU and PTFE films polarized under electric field or irradiated by an electron beam were performed.

Key words : FLIMM, DIC, space charge, induced mechanical deformation, solid organic insulator, displacement field, strain field, thermal expansion coefficient, electron beam, cartographies.

AUTEUR : Tung TRAN ANH

DIRECTEUR DE THESE : Juan MARTINEZ-VEGA, Laurent BERQUEZ, Laurent BOUDOU

LIEU DE SOUTENANCE : Toulouse

DISCIPLINE ADMINISTRATIVE : Génie Electrique

TITRE : Corrélation entre les charges d'espace accumulées et les déformations mécaniques induites dans des isolants organiques solides soumis à un champ électrique.

RÉSUMÉ : L'accumulation de charges d'espace et les déformations mécaniques induites sous contraintes électriques sont deux facteurs potentiels du vieillissement des isolants organiques solides à travers les dégradations des microstructures tant physiques que chimiques. Au fil du temps, les propriétés des matériaux isolants peuvent changer sous l'action de ces deux facteurs conduisant à une baisse des performances d'isolation qui peut aller jusqu'à la défaillance complète. Nos résultats montrent que les effets de charges d'espace et de déformations mécaniques induites ne sont pas indépendants. Il existe une corrélation entre eux et l'objectif de notre travail est de la mettre en évidence.

Nous avons ainsi mis en place un banc de mesure original qui permet d'effectuer consécutivement les deux mesures : mesure de charges d'espace par la FLIMM (Focused Laser Induced Modulation Method) et mesure des déformations mécaniques induites par la DIC (Digital Image Correlation). La particularité de ce banc de mesure réside dans le fait que l'échantillon testé n'est pas manipulé pendant les mesures.

Dans un premier temps, la performance de la DIC dans le suivi des déplacements et la détection des déformations planes a été analysée. Ceci nous a permis de bien quantifier les limites des mesures de déplacements ou de déformations. Ensuite, une technique de lissage du champ de déplacement a été mise en œuvre, elle permet par la suppression du bruit, d'améliorer la résolution de détection des déformations. Dans un second temps, la validation expérimentale de la DIC a été effectuée. Des mesures des coefficients d'expansion thermique des matériaux connus ont été effectuées permettant de valider la technique proposée.

Enfin, la corrélation entre les charges d'espace et les déformations mécaniques induites dans des isolants polymères a été mise en évidence expérimentalement. Pour cela, des mesures de déformations mécaniques induites et de charges d'espace des films de PEN, de PU et de PTFE polarisés sous champ électrique ou irradiés par un faisceau d'électrons ont été réalisées.

Mots clés : FLIMM, DIC, charges d'espace, déformations mécaniques induites, isolants organiques solides, champ de déplacement, champ de déformation, coefficient d'expansion thermique, faisceau d'électrons, cartographies.

LABORATOIRE PLASMA ET CONVERSION D'ÉNERGIE (UMR 5213)

Université Toulouse III – Paul Sabatier

118 route de Narbonne – bâtiment 3R3

31062 Toulouse cedex 9