HAL
open science

Étude de matériaux irradiés sous faisceau d'électrons par méthode Électro-acoustique Pulsée (PEA)

Xuan Truong Nguyen

To cite this version:

Xuan Truong Nguyen. Étude de matériaux irradiés sous faisceau d'électrons par méthode Électro-acoustique Pulsée (PEA). Energie électrique. Université Toulouse III Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier), 2014. Français. NNT : . tel-01096769

HAL Id: tel-01096769

https://theses.hal.science/tel-01096769

Submitted on 18 Dec 2014

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

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 Électrique*

Présentée et soutenue par

Xuan Truong NGUYEN

Le 13 janvier 2014

Titre : *Étude de matériaux irradiés sous faisceau d'électrons par méthode Électro-acoustique Pulsée (PEA)*

JURY

D. KOURTICHE, Professeur à l'Université de Lorraine, Nancy, président
P. NOTINGHER, Professeur à l'Université Montpellier II, rapporteur
A. SYLVESTRE, Professeur à l'Université Joseph Fourier Grenoble 1, rapporteur
V. GRISERI, Maître de conférences à l'Université Paul Sabatier, Toulouse III, directrice de thèse
L. BERQUEZ, Professeur à l'Université Paul Sabatier, Toulouse III, co-directeur de thèse

---

École doctorale : *Génie électrique, Électronique, Télécommunications du système au nanosystème*
Unité de recherche : *Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie (UMR 5213)*
Directeur(s) de Thèse : *Virginie GRISERI, Laurent BERQUEZ*
Rapporteurs : Petru NOTINGHER, Alain SYLVESTRE

À mes parents, à ma famille

À ma femme, à ma petite fille

Remerciements

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

Je remercie tout d'abord le Ministère de l'éducation et de la formation du Vietnam, pour avoir supporté financièrement ce travail de recherche pendant cette période de travail. Je remercie le Gouvernement français pour son aide financière concernant les frais de scolarité et la couverture sociale.

Mes premières pensées se dirigent tout naturellement vers mes directeurs de thèse, Madame Virginie GRISERI, Maître de Conférences à l'Université Paul Sabatier, Toulouse III et Monsieur Laurent BERQUEZ, professeur à l'Université Paul Sabatier, Toulouse III, pour m'avoir guidé, encouragé, conseillé et pour le formidable encadrement qu'ils m'ont accordé tout au long de ce travail. Je ne peux que leur remercier, non seulement pour leur compétences scientifiques, mais aussi pour qualités humaines et pour ses conseils judicieux et son attention aux détails.

Je remercie sincèrement Monsieur Djilali KOURTICHE, professeur à l'Université de Lorraine, de m'avoir fait l'honneur de présider mon jury de thèse.

J'adresse également ma profonde reconnaissance à Monsieur Petru NOTINGHER, professeur à l'Université Montpellier II et à Monsieur Alain SYLVESTRE, professeur à l'Université Joseph Fourier Grenoble 1, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon travail et pour leurs observations et conseils mais aussi pour leurs questions pertinentes qui suscitent des pistes intéressantes de recherche.

Je tiens aussi à mentionner le plaisir que j'ai eu à travailler au sien du LAPLACE et j'en remercie tous les membres, particulièrement Monsieur Christian LAURENT, directeur du laboratoire, ainsi que Monsieur Gilbert TEYSSEDRE, responsable de l'équipe DSF où j'ai été accueilli.

Je tiens 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.

Je remercie bien évidemment mes collègues de bureau et à mes collègues Laplaciens : Siham, Jonathan, Bertrand, Xiaolin, Mohamad, Lucie, Abderrahmane,… pour leur aide, leur soutien quotidien et pour des bons moments passés ensemble.

Mes remerciements s'adressent aussi à tous mes amis vietnamiens, d'ici et d'ailleurs.

Et enfin, qu'il me soit permis d'exprimer ici mes sentiments de profonde reconnaissance à mes Parents et à toute ma famille qui m'ont soutenu et encouragé avec amour durant tout mon séjour en France, à Montpellier, Grenoble et Toulouse.

Table des matières

Table des figures ..... *X*

Liste des tableaux ..... *XIV*

Introduction générale **1**

Chapitre 1 ..... **5**

Contexte général **5**

1. Introduction **6**

2. Environnement du satellite **6**

2.1. La terre et son enveloppe protectrice 6

2.2. Plasma spatial dans la magnétosphère autour de la terre 8

2.3. Satellites artificiels dans la magnétosphère 10

2.3.1. Satellites en orbites 10

a) Satellites en orbite circulaire *11*

b) Satellites en orbite elliptique *12*

c) Satellites en orbite inclinée *12*

2.3.2. Structure du satellite et contrôle thermique 13

2.3.3. Matériau diélectrique utilisé pour l'étude 15

3. Phénomènes électrostatiques en environnement spatial **16**

3.1. Processus de charge d'un satellite 16

3.2. Phénomènes électrostatiques des revêtements thermiques 19

3.2.1. Émission électronique secondaire sous faisceaux d'électrons 20

3.2.2. Conductivité 22

a) Conductivité intrinsèque et induite sous rayonnement *22*

b) Conductivité induite différée sous rayonnement *24*

3.2.3. Décharges électrostatiques 25

a) Décharges vers l'espace : blow-off *25*

b) Décharges de surface : flash-over *26*

c) Décharges internes : punch-through *26*
d) Mécanisme de la décharge électrostatique d'un diélectrique *26*

4. Conclusion **27**

Chapitre 2 ..... **29**

Moyens expérimentaux et méthode de caractérisation **29**

1. Introduction **30**
2. Moyens expérimentaux et systèmes de mesures **30**
2.1. Chambre d'irradiation MATSPACE 30
2.1.1. Dispositif d'irradiation et contrôle du faisceau 30
2.1.2. Canon à électron thermoïonique 31
2.1.3. Cavité de Faraday 34
2.2. Enceinte d'irradiation sous vide et dispositifs de mesure 36
2.2.1. Dispositif d'Electro Acoustique Pulsée 38
2.2.2. Dispositif de mesure LIMM 45

3. Conclusions **47**

Chapitre 3 ..... **49**

Analyse du traitement de signal de mesure PEA **49**
1. Introduction **50**
2. Analyse du traitement de signal **50**
2.1. Procédure du traitement de signal classique 50
2.2. Identification de la fréquence de coupure du filtre gaussien 54
2.3. Identification du facteur d'étalement du profil de charge estimée 57
2.4. Relation entre le facteur de résolution et le facteur d'étalement 58
2.5. Signal PEA expérimental enregistré sur des échantillons post-irradiation 60
2.5.1. Énergie d'irradiation dans la gamme [15-50] keV 61
2.5.2. Énergie d'irradiation dans la gamme [50-100] keV 62
3. Calibration du signal d'un système PEA sans contact 66
3.1. Enregistrement du signal de référence 66
3.2. Relation entre le facteur de résolution et le facteur d'étalement 67
4. Calibration du signal PEA par PEADC **69**
4.1. Interface graphique du logiciel 69

4.2. Relation entre le facteur de résolution et la fréquence de coupure du filtre gaussien…. 71

5. Conclusion..... 74

Chapitre 4..... 77

Analyse de la distribution de charge d'espace dans les films PTFE irradiés 77

1. Introduction..... 78

2. Simulation des trajectoires d'électrons dans les matériaux diélectriques 78

2.1. Interaction d'électron-matière et simulation Monte Carlo..... 78

2.2. Calcul des trajectoires d'électrons dans le PTFE par Casino..... 80

3. Mesure de la distribution de charge d'espace des films PTFE irradiés..... 83

3.1. Étude de la distribution de charges par PEA sans contact 83

3.2. Mesure de la distribution de charges par LIMM classique..... 89

3.3. Mesure de la distribution de charges par LIMM in-situ 95

4. Étude de l'effet cumulatif des irradiations in-situ par PEA sans contact..... 100

4.1. Distribution des charges d'espaces par l'effet d'irradiation sous des énergies croissantes 100

4.2. Distribution des charges d'espaces par l'effet d'irradiation sous des énergies décroissantes..... 107

5. Phénomène de la décharge électrostatique in-situ 111

5.1. Effet du temps d'irradiation sur le phénomène de décharge électrostatique 111

5.2. Identification du mécanisme de décharge électrostatique..... 117

6. Conclusion..... 120

Conclusion générale et Perspectives 122

Références Bibliographies 125

Table des figures

Figure 1-1 : Représentation du champ magnétique de la Terre en l'absence de perturbations extérieures 7
Figure 1-2 : Schéma de la magnétosphère terrestre et de ses différentes régions (échelle non respectée). 8
Figure 1-3 : Écoulement du plasma autour et dans la magnétosphère terrestre 10
Figure 1-4 : Orbites des satellites artificiels dans la magnétosphère en fonction de l'altitude : GEO à 36000 km, MEO à 20000 km et LEO à 2000 km (échelle non respectée) 11
Figure 1-5 : Exemples d'orbites inclinées des satellites artificiels dans la magnétosphère (échelle non respectée) 12
Figure 1-6 : a) Variation de la température nominale des composants du Spot 4 en mission, b) Statistique des pannes des satellites causées par : décharge électrostatique (ESD), effets singuliers (SEU), dégradation par radiation et autre panne. 15
Figure 1-7 : Structure chimique du PolyTétraFlouroEthylène - Téflon® 16
Figure 1-8 : Mécanismes de charge d'un satellite en environnement spatial 17
Figure 1-9 : Représentation schématique des périodes de fonctionnement d'un satellite : période exposée au soleil et période pendant l'éclipse (échelle non respecté). 19
Figure 1-12 : a) Représentation schématique du processus d'émission d'électrons secondaires à partir d'un faisceau d'électrons primaires qui impacte un diélectrique dans le vide. b) Rendement d'émission secondaire du diélectrique, avec $\delta_{\max}$ le rendement maximal, atteint pour E_{max} ; E_1 et E_2 sont les énergies du premier et second point de cross – over [LEUN 81] 20
Figure 1-13 : Mécanismes de piégeage et de recombinaison suite à une radiation ionisante d'un isolant. 23
Figure 1-14 : Décharge dans un diélectrique adjacent à un métal : a) Électrons émis loin du diélectrique vers l'espace 'blow-off' ; b) Électrons émis vers le métal (qui est positif par rapport au diélectrique) ; c) Décharge 'flash-over' propage le long de la surface du diélectrique. 25
Figure 1-15 : Mécanisme de la décharge électrostatique d'un diélectrique solide 26
Figure 2-1: Dispositif d'irradiation MATSPACE 31
Figure 2-2 : Schéma de principe du canon à électrons à émission thermoïonique 32
Figure 2-3 : Schéma définissant le travail de sortie du métal ϕ_m, l'énergie dans le niveau du vide ϕ_V et le niveau de Fermi ϕ_F. 33
Figure 2-4 : Caractéristique du courant d'émission en fonction du courant du filament et de la résistance de polarisation 34
Figure 2-5 : Cavité de Faraday pour l'enregistrement du courant de faisceau d'électrons pendant l'irradiation 35
Figure 2-6 : Profil du courant de faisceau d'électrons enregistré pour un faisceau d'électrons d'énergies 60 keV avec une Cavité de Faraday de 1 cm^2 de surface 36
Figure 2-7 : Ensemble des éléments de l'enceinte d'irradiation Matspace 37
Figure 2-8 : Vue du dessus du porte échantillon : a) la tâche du faisceau d'électron, b) comprenant le dispositif PEA sans contact, la Cavité de Faraday, le dispositif LIMM et les plaques phosphorescentes. 37
Figure 2-9 : Schéma de principe de la méthode PEA 38
Figure 2-10 : Schéma de principe de la cellule PEA sans contact implantée dans l'enceinte Matspace 39

Figure 2-11 : Pont diviseur capacitif permettant le calcul de l'amplitude de l'impulsion appliquée à l'échantillon. 40
Figure 2-12 : Impulsion de tension vue par l'échantillon en fonction de celle appliquée à l'électrode supérieure du PEA sans contact 42
Figure 2-13 : Impulsion de tension mesurée (a) en sortie du générateur (montage direct) (b) en sortie de l'électrode PEA sans contact (montage indirect). 44
Figure 2-14 : Schéma de principe de la technique LIMM classique [PHAM 09a, PHAM 09b, GRIS 12] 45
Figure 2-15 : Schéma de principe de la technique LIMM in-situ 47
Figure 3-1 : Synoptique du traitement de signal PEA pour une cellule de mesure PEA classique 53
Figure 3-2 : Profil de charge obtenu pour un PTFE, polarisé sous 3 kV, en variant du facteur de résolution 54
Figure 3-3 : Schéma représentatif de la procédure d'identification de fréquence de coupure du filtre gaussien 56
Figure 3-4 : Forme calculée du filtre gaussien (cercles) et courbe ajustée en utilisant la fonction gaussienne (ligne pleine) dans le cas du facteur de résolution $R = 12\ \mu m$ 57
Figure 3-5 : Pic négatif de charge étalée pour un facteur de résolution $R = 12\ \mu m$ (carrées) et la courbe ajustée (ligne pleine) permettant de remonter le facteur d'étalement de charge $\Delta x = 11{,}85\ \mu m$. 58
Figure 3-6 : Facteur d'étalement de charge capacitive au niveau de l'électrode inférieure et facteur de résolution par rapport à la fréquence de coupure du filtre gaussien..... 59
Figure 3-7 : a) Profil de la densité de charge d'espace dans un échantillon de PTFE 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV, avec un facteur de résolution varie de 4 à 12 µm et b) Zoom du pic de charge implantée et de charge induite. 61
Figure 3-8 : a) Profil de densité de charge d'espace dans l'échantillon irradiée sous 50 keV, en fonction du facteur de résolution variant de 4 µm à 12 µm. b) Zoom du pic de charge implantée et de charge induite..... 63
Figure 3-9 : Profil de densité de charge d'espace dans l'échantillon irradiée sous 100 keV en fonction du facteur de résolution variant de 4 µm à 12 µm; b) Zoom du pic de charge implantée et de charge induite..... 64
Figure 3-12 : Évolution de la position du pic négatif de charge selon le facteur de résolution... 65
Figure 3-11 : Schéma d'une cellule PEA sans contact : configuration utilisée lors de l'enregistrement d'un signal de référence par l'application d'une tension de polarisation HT et des impulsions sondes (la surface métallisée de l'échantillon est exposée à l'électrode d'excitation). 66
Figure 3-12 : Densité de charge, champ électrique et potentiel obtenus avec le système PEA sans contact sur un échantillon de PTFE d'épaisseur de 198 µm, polarisé sous une tension continue de 1 kV. 67
Figure 3-13 : Facteur d'étalement de charge capacitive au niveau de l'électrode de détection et facteur de résolution par rapport à la fréquence de coupure du filtre gaussien pour un système PEA sans contact..... 68
Figure 3-14 : Copie d'écran du logiciel PEADC 69
Figure 3-15 : Profils de charge, de champ électrique et de potentiel en utilisant le traitement des données PEADC ; référence d'un échantillon de PTFE non chargé de 200 µm, polarisé sous 3 kV. 70
Figure 3-16 : Facteur de résolution en fonction de la fréquence de coupure du filtre gaussien pour le traitement des données PEADC..... 72

Figure 3-17 : Distribution de la charge estimée en fonction des différentes valeurs de la fréquence de coupure du filtre gaussien en utilisant le logiciel PEADC pour le traitement des données dans la Figure 3-15. 73
Figure 4-1 : Simulation par le logiciel Casino 2.42 de l'interaction de 40000 d'électrons d'énergie de 30 keV et un rayon du faisceau de 10 nm avec un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur : a) Trajectoires des électrons dans l'échantillon; b) Distribution normalisée des électrons en fonction de la profondeur. 81
Figure 4-2 : Profondeur de pénétration maximale des électrons et profondeur de position du pic maximum, dans un échantillon PTFE en échelle logarithmique simulés par Casino 2.42 pour un faisceau d'électrons dans la gamme [10-100] keV, un rayon du faisceau de 10 nm, et 40000 trajectoires d'électrons. 82
Figure 4-3 : Profil de courant de faisceau d'électrons pour une irradiation sous 100 keV, pendant 30 minutes 84
Figure 4-4 : Profil de charge en configuration PEA sans contact sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 222 µm irradié pendant 30 minutes sous 100 keV 84
Figure 4-5 : Profil de charge en configuration PEA sans contact sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 222 µm irradié pendant 30 minutes sous 70 et 50 keV 85
Figure 4-6 : Profil de charge en configuration PEA sans contact sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 222 µm irradié pendant 30 minutes sous 10 keV. 86
Figure 4-7 : Comparaison des résultats obtenus par PEA sans contact et PEA classique. 88
Figure 4-8 : a) Comparaison des résultats obtenus par PEA sans contact et le calcul par logiciel Casino, b) Comparaison des résultats obtenus par PEA classique et le calcul par logiciel Casino 88
Figure 4-9 : Profil de charge en configuration LIMM classique sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 100 µm irradié pendant 10 minutes sous 15 keV 89
Figure 4-10 : Profil de charge en configuration LIMM classique sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 100 µm irradié pendant 10 minutes : a) Sous 30 keV, b) Sous 40 keV. 90
Figure 4-11 : Profil de charge en configuration LIMM classique sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 100 µm irradié pendant 10 minutes sous 50 keV. 91
Figure 4-12 : Profil de charge en configuration LIMM classique sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 100 µm irradié pendant 10 minutes : a) Sous 60 keV, b) Sous 70 keV. 92
Figure 4-13 : Position des charges en fonction de l'énergie d'irradiation calculée par Casino et enregistrée par les mesures de la LIMM classique des échantillons de PTFE irradiés en échelle logarithmique. 93
Figure 4-14 : Position des charges en fonction de l'énergie d'irradiation enregistrée par les mesures de la LIMM classique et PEA classique des échantillons de PTFE irradiés en échelle logarithmique. 95
Figure 4-15 : Mesures LIMM effectuées sur un échantillon de PTFE de 50 µm irradié sous 30 keV pendant 30 minutes : a) Évolution du profil de charge ; b) Évolution du champ électrique 96
Figure 4-16 : Mesures LIMM effectuées sur un échantillon de PTFE de 50 µm irradié sous 50 keV pendant 30 minutes : évolution du profil de charge 97
Figure 4-17 : Mesures LIMM effectuées sur un échantillon de PTFE de 50 µm irradié sous 70 keV pendant 30 minutes : a) Évolution du profil de charge ; b) Évolution du champ électrique 98
Figure 4-18 : Mesures LIMM effectuées sur un échantillon de PTFE de 50 µm irradié sous 100 keV pendant 30 minutes : évolution du profil de charge 99
Figure 4-19 : PTFE de 220 µm irradié successivement pendant 30 minutes sous énergie dans la gamme [10-30] keV : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique 101

Figure 4-20 : PTFE de 220 µm irradié successivement pendant 30 minutes sous énergie dans la gamme [40-60] keV : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique 102
Figure 4-21 : PTFE de 220 µm irradié successif pendant 30 minutes sous énergie dans la gamme [70-90] keV : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique 103
Figure 4-22 : PTFE de 220 µm irradié successif pendant 30 minutes sous 100 keV : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique 104
Figure 4-23 : Quantité de charge théoriquement implantée et quantité de charge mesurée en fonction de l'énergie (en valeur absolue) 105
Figure 4-24 : Comparaison de la profondeur de pénétration des charges mesurée pour deux cas : irradiations uniques et irradiations sous énergies croissantes : a) Position du maximum du pic négatif de charge avec la profondeur de pénétration maximale en Casino ; b) Position de la fin du pic négatif de charge. 106
Figure 4-25 : PTFE de 220 µm irradié sous énergie décroissante dans la gamme [100-80] keV de 30 minutes pour chaque irradiation : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique 107
Figure 4-26 : PTFE de 220 µm irradié sous énergie décroissante avec le temps de 30 minutes pour chaque irradiation, dans la gamme [70-50] keV : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique 109
Figure 4-27 : Évolution des profils de charge et de champ électrique sur un échantillon PTFE de 220 µm irradié successif pendant 30 minutes sous : a) 40 et 30 keV ; b) 20 et 10 keV.... 110
Figure 4-28 : Échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV après une période d'irradiation variée [2-6] minutes : a) Profil de charge, b) Profil de potentiel 112
Figure 4-29 : Profil de charge obtenu après [8-28-36] minutes d'irradiation pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV 113
Figure 4-30 : Éclair lors d'un claquage électrique en surface du PTFE à mesurer pendant l'irradiation sous 30 keV 114
Figure 4-31 : Profil de charge obtenu après [10-12] minutes d'irradiation pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV. 114
Figure 4-32 : Profil de charge obtenu après [14-16] minutes d'irradiation pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV. 115
Figure 4-33 : Valeur du potentiel en surface après chaque période d'irradiation pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV. 116
Figure 4-34 : Modification du système PEA sans contact implanté dans l'enceinte Matspace avec un espace de 1 mm entre l'échantillon et le support connecté à la masse 117
Figure 4-35 : Profil de charge obtenu après des périodes d'irradiation successives pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV : a) Processus de charge, b et c) Périodes d'apparition de la décharge électrique..... 118
Figure 4-36 : Potentiel en surface pour chaque irradiation d'un PTFE de 225 µm irradié sous 30 keV 119

Liste des tableaux

Tableau 2-1. Amplitude des impulsions de tension appliquée à l'électrode d'excitation du système PEA sans contact et l'amplitude réellement vue par l'échantillon 42
Tableau 3-1. Récapitulatif des valeurs expérimentales du facteur de résolution et du facteur d'étalement de la charge en fonction de la fréquence de coupure du filtre gaussien utilisé dans la déconvolution du signal de mesure PEA classique 59
Tableau 3-2. Récapitulatif des conditions d'irradiation électronique d'un PTFE de 200 µm d'épaisseur post-irradiation 60
Tableau 3-3. Récapitulatif des valeurs expérimentales du facteur d'étalement et la fréquence de coupure du filtre gaussien 68
Tableau 3-4. Récapitulatif des valeurs expérimentales du facteur d'étalement et de la fréquence de coupure du filtre gaussien 72
Tableau 4-1. Résumé des conditions d'irradiation pour les mesures in-situ par PEA sans contact 83
Tableau 4-2. Résultats obtenus par PEA sans contact et PEA classique sur des échantillons irradiés sous faisceau d'électrons. 87
Tableau 4-3. Récapitulatif des conditions d'irradiation électronique d'un PTFE 100 µm post-irradiation pour les mesures LIMM classique 89
Tableau 4-4. Récapitulatif des données pour deux techniques de mesures : PEA classique et LIMM classique 94
Tableau 4-5. Conditions de mesures pour des irradiations sous énergie croissante 100
Tableau 4-6. Densité de charge implantée dans l'échantillon pour chaque irradiation 105
Tableau 4-7. Conditions de mesures pour des irradiations décroissantes 107
Tableau 4-8. Densité de charge implantée dans l'échantillon pour chaque irradiation 111
Tableau 4-9. Résumé des claquages pour la configuration initiale et configuration modifiée et les valeurs du potentiel de surface d'amorçage d'un claquage 120

Introduction générale

Les matériaux diélectriques, tels des polymères, sont largement utilisés dans l'industrie spatiale comme revêtement de contrôle thermique et d'isolation électrique dans l'électronique embarquée ou les câbles. L'interaction des particules chargeantes présentes en environnement spatial avec ces matériaux peut conduire à des phénomènes critiques de charge sur le satellite. Quand le champ électrique ou le potentiel de surface dépasse un certain seuil, des décharges électrostatiques peuvent se produire, générer des arcs électriques responsables de la plupart des pannes de satellites, pouvant aller du vieillissement prématuré du matériau à la perte totale de la mission spatiale. La protection des systèmes spatiaux implique donc de qualifier et de prédire le comportement électrique des polymères spatiaux, de manière à minimiser les risques de fort gradient de potentiel. Des études sont donc nécessaires pour comprendre l'accumulation de charges et les mécanismes de leur transport à la surface et dans le volume du matériau.

Dans ce contexte, notre équipe « Diélectrique Solides et Fiabilité », du Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie, a développé depuis quelques années un dispositif expérimental nommé Matspace permettant de reproduire les conditions d'irradiation électronique rencontrées dans l'espace. L'instrumentation du dispositif comprend une source d'électrons d'énergie variable entre 0 et 100 keV et une enceinte sous vide. Le dispositif Matspace a pour but d'étudier le vieillissement des matériaux sous irradiation et intègre donc diverses méthodes de caractérisation dont deux techniques complémentaires de mesure de charge d'espace sur des diélectriques irradiés par faisceau d'électrons : la technique acoustique PEA (Electro-Acoustique Pulsée) utilisée sur des échantillons de 100 à 1000 µm d'épaisseur et la technique LIMM (Focused Laser Intensity Modulation Method) ayant une bonne résolution spatiale pour des échantillons de moins de 100 µm d'épaisseur.

L'objectif de notre étude est de caractériser le comportement électrique des matériaux isolants irradiés par faisceau d'électrons, d'étudier les phénomènes de stockage et de transport de charge pour prévoir les décharges électrostatiques. Pour cela, nous travaillons sur la caractérisation de films diélectriques comme le Poly Tétra Fluoro Ethylène (PTFE). Les échantillons sont soumis à des irradiations dans la gamme de [10-100] keV puis la densité de charge est mesurée par la méthode PEA. Le principe de la PEA consiste à exciter un matériau

par des impulsions de tension de courte durée (typiquement 9 ns) et d'une amplitude de quelques centaines de Volts. Par effet coulombien du champ impulsionnel sur les charges internes, des ondes acoustiques sont générées. Un capteur piézoélectrique placé sous l'électrode de détection transforme les ondes acoustiques en signal électrique. Grâce à un traitement des signaux adéquat, la distribution de la charge d'espace en fonction de la profondeur de l'échantillon peut être estimée.

Ce manuscrit est structuré en quatre chapitres :

Dans le premier chapitre, nous décrirons brièvement l'environnement spatial des satellites en orbite comme les caractéristiques thermique et électrique. L'origine et la dynamique des particules ionisantes présentes dans cet environnement seront expliquées. Nous nous intéresserons particulièrement à l'impact des électrons sur les matériaux diélectriques utilisés pour la régulation thermique des satellites. Nous décrirons les phénomènes physiques de charge et de décharge électrostatique des diélectriques à l'origine d'une partie des anomalies observées sur satellite. En effet, la connaissance des conditions critiques de décharges électrostatiques passe par l'étude des phénomènes de transport de charges dans les diélectriques irradiés par faisceau électronique et plus précisément par l'étude des mécanismes d'injection ou de stockage des électrons dans les échantillons irradiés à mesurer.

Dans le deuxième chapitre, nous viserons à présenter les moyens expérimentaux installés dans Matspace permettant de réaliser des caractérisations électriques des matériaux diélectriques irradiés. L'enceinte Matspace est constituée d'un caisson sous vide et d'un canon à électrons de type d'émission thermoïonique. Cette enceinte est également équipée d'une cavité de Faraday, d'une sonde de potentiel et de deux techniques de mesure de charge d'espace PEA et LIMM. Nous décrirons donc ces deux techniques de mesure de charge d'espace permettant la détection des charges implantées dans les échantillons. La technique PEA permet de réaliser des mesures de charges ex-situ en configuration classique et des mesures in-situ entre deux périodes d'irradiation en configuration sans contact. La technique LIMM offre la possibilité d'effectuer des mesures ex-situ après l'irradiation à l'air et des mesures in-situ pendant l'irradiation électronique. Nous détaillerons donc le principe de fonctionnement et les principales caractéristiques de ces deux techniques, ainsi que les modifications adaptées pour les implanter dans l'enceinte de mesure sous vide.

La méthode de mesure PEA présente une limite de détection en particulier lorsque les charges sont localisées proche de la surface. Le troisième chapitre est destiné à l'analyse approfondie de la méthode de déconvolution basée sur la caractérisation de la fonction de transfert du système PEA. Il vise à montrer l'influence des paramètres intervenant dans le traitement du signal issu de la cellule PEA tels que le facteur de résolution et le facteur d'étalement. Des mesures expérimentales ont montré que le choix du facteur de résolution est particulièrement important pour l'analyse et l'interprétation du signal lorsque la charge est localisée près de la surface. Une conclusion importante de cette partie concerne donc le choix du facteur de résolution sur le profil de charge obtenu. Nous établirons une relation entre ce facteur de résolution, l'étalement des charges et la fréquence de coupure du filtre gaussien utilisé lors de la déconvolution. En fonction des deux systèmes de mesures, PEA classique et PEA sans contact, nous déterminerons les facteurs de résolution adaptés.

Le quatrième chapitre sera consacré à la présentation et l'interprétation des mesures expérimentales réalisées sur les échantillons de PTFE sous irradiation et en relaxation pour diverses conditions d'irradiation électronique.

Dans un premier temps, une seule irradiation monoénergétique entre 10 keV et 100 keV est effectuée. Les profils de charge d'espace mesurés par les techniques PEA et LIMM permettent de visualiser la profondeur maximale d'implantation et la position d'un maximum de charges implantées. Ces valeurs expérimentales obtenues par les deux techniques sont comparables et similaires aux valeurs théoriques simulées par le logiciel CASINO. Il apparaît cependant quelques différences. Lorsque les charges sont proches de la surface, la méthode LIMM est plus précise, quand les charges se situent plus en profondeur, la technique PEA est mieux adaptée.

Par la suite, des irradiations successives sont réalisées soit avec des énergies d'irradiation croissante (10 keV – 100 keV) soit décroissantes (100 keV-10 keV). Il apparaît une influence de l'historique de l'irradiation. Lors d'irradiation à énergie croissante, on détecte un profil de charge qui ne dépend que de la dernière énergie d'irradiation. Pour des irradiations à énergie décroissante, on observe une influence prépondérante de la première irradiation.

Enfin, une conclusion générale ainsi que quelques perspectives de recherche, ouvertes par ce travail terminent ce mémoire.

Chapitre 1

Contexte général

1. Introduction

Ce premier chapitre a pour objectif de présenter la problématique du travail de thèse dans son contexte. Les caractéristiques thermique et électrique de l'environnement spatial où se trouvent les satellites lors de leurs missions seront abordées. Comment les satellites se chargent électriquement et la conséquence ?

Dans une première partie, nous commencerons par la description générale de la magnétosphère qui entoure la terre et de ses composantes où siègent de nombreux satellites depuis les orbites basses altitudes jusqu'aux orbites géostationnaires. L'origine de la présence des particules chargées et leur dynamique dans cette région sera expliquée.

Nous nous intéressons particulièrement à la nécessité de mettre le contrôle thermique du satellite dans lequel contribuant aux diélectriques comme revêtement de régulation thermique. Les phénomènes électrostatiques ces diélectriques spatiaux comme les processus de charge pouvant entraîner une décharge seront présentés dans une troisième partie. Durant cette étude, nous définirons pourquoi nous avons besoin de caractériser électriquement les matériaux utilisés dans les couvertures thermiques des satellites, seul l'impact des électrons sur les derniers sera pris en compte.

2. Environnement du satellite

2.1. La terre et son enveloppe protectrice

La Terre est une planète qui possède un champ magnétique interne, appelé le champ magnétique terrestre. En l'absence de perturbations extérieures, ce champ magnétique peut être vu comme un dipôle ayant un axe incliné d'environ 11,5 degrés par rapport à l'axe de rotation de la Terre [TECH] (Figure 1-1). Le pôle nord magnétique se trouve au Canada, relativement loin du pôle nord géographique défini par l'axe de rotation.

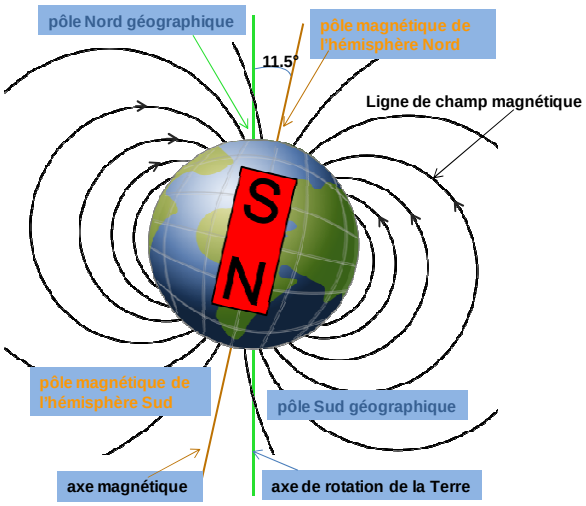


Figure 1-1 : Représentation du champ magnétique de la Terre en l'absence de perturbations extérieures

Cependant sous l'action du vent solaire, le champ magnétique terrestre est fortement perturbé. Le vent solaire est composé principalement d'électrons, de protons H^+, et d'une petite quantité d'hélium He^{++}, en provenance du Soleil. Ces ions s'échappent continuellement de la surface du Soleil dans toutes les directions. Le vent solaire est un vent supersonique (sa vitesse est de 400 à 800 km/s). Il se déplace plus vite que les ondes sonores et que les ondes de pression et de déformation des lignes de champ magnétique. Il est très peu dense (5 cm^{-3}).

Le vent solaire interagit avec le champ magnétique de la Terre, qui forme alors une région appelée magnétosphère**.** Elle est comprimée du côté du Soleil, appelé côté jour et très étendue dans la direction opposée, appelée côté nuit. La distance entre la frontière extérieure de la magnétosphère et la Terre est d'environ 10 rayons terrestres ($1R_T = 6371\ km$) côté jour, et de plusieurs centaines de rayons terrestres R_T du côté nuit. Une représentation schématique des différentes régions de la magnétosphère est donnée dans la Figure 1-2 [HANN 12]. En partant de la terre on trouve [CNES 1, SPOF] :

- Les cornets polaires : ce sont deux régions de la magnétosphère, situées du côté jour de la magnétosphère terrestre (une au Nord et une au Sud). Les particules du vent solaire peuvent entrer directement dans la magnétosphère interne par ces zones.

- La magnétopause : c'est la frontière extérieure de la magnétosphère terrestre.

- La magnétogaine : c'est la zone qui entoure la magnétopause. Cette région est peuplée principalement de particules du vent solaire. Elle limite l'absorption des

particules du vent solaire dans la magnétosphère. Elle débute environ à $10R_T$ dans la direction du Soleil et elle forme une longue queue de plasma dans la direction opposée.

- Une onde de choc : c'est l'enveloppe de la magnétogaine en direction du soleil. Elle est située à environ $12R_T$. Le vent solaire supersonique est ralenti à son contact et devient subsonique.

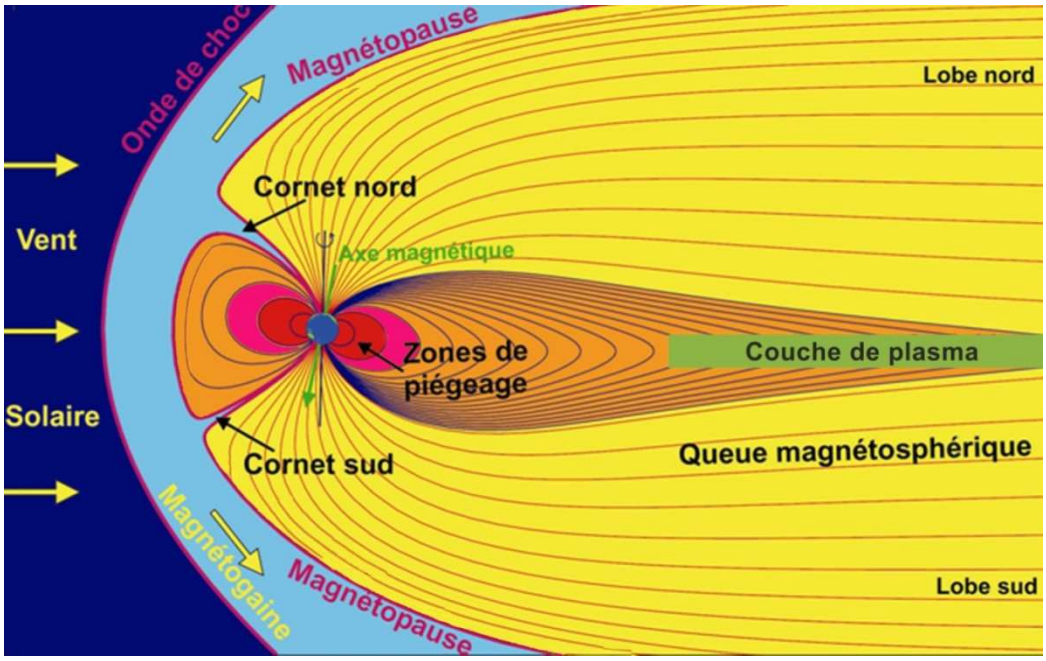


Figure 1-2 : Schéma de la magnétosphère terrestre et de ses différentes régions (échelle non respectée).

2.2. Plasma spatial dans la magnétosphère autour de la terre

La magnétosphère est composée de particules piégées et transportées suivant le champ magnétique. Ces particules ont pour principale origine le vent solaire décrit précédemment. Sur les lignes de champ fermées de la magnétosphère interne, entre 1000 et 65000 km d'altitude, nous distinguons : une population froide constituant la plasmasphère et une population chaude composant les ceintures de radiations :

- La plasmasphère est une région toroïdale de la magnétosphère située juste au-dessus de l'ionosphère (Figure 1-3). On dit qu'elle est constituée par du plasma froid car les particules qui la composent ont une énergie cinétique inférieure à 2 keV et une

densité de l'ordre de $\sim 10^3$ cm^{-3}. Ces particules proviennent du plasma ionosphérique. La surface externe de la plasmasphère est limitée par la plasmapause. Elle s'étend entre 3 et $5R_T$. Au-delà de cette frontière une brutale chute de la densité des particules chargées est notée, elle passe d'environ 100 à 1 e^-.cm^{-3}. Cette diminution de la densité de plasma correspond à la convection des tubes de plasma vers les frontières de la magnétosphère sous l'action du champ de convection. Les différences de charges entre côté jour et côté nuit de la magnétopause créent un champ électrique qualifié de champ de convection [LEMA 02].

- Les ceintures de radiations sont constituées de particules énergétiques piégées dans le champ magnétique terrestre. Elles se décomposent en deux sous-régions. La première ceinture, appelée ceinture interne, située entre 300 km et 10000 km d'altitude par rapport à la Terre. Cette ceinture est constituée principalement de protons très énergétiques (E >100 MeV) et d'électrons d'énergie pouvant atteindre une valeur de 1 MeV. La deuxième ceinture, appelée ceinture externe, se situe entre 13000 km et 65000 km d'altitude et est également constituée d'électrons de forte énergie (E < 10 MeV). La densité des électrons dans la ceinture externe est 100 fois inférieure à celle de la ceinture interne. Du côté nuit, la ceinture externe est enveloppée par une zone appelée dépression plasmique. Cette zone est fine et se situe dans les lignes fermées du champ magnétique terrestre. Elle est constituée de plasma chaud, de densité comprise entre 0,1 et 1 e^-.cm^{-3} et d'énergie de 1 à 10 keV. En amont de la zone de dépression plasmique, se trouve une zone fortement agitée appelé le feuillet plasmique. Cette partie de la magnétosphère est une réserve de plasma énergétique de plus de 12 keV, avec des flux supérieurs à 480 pA.cm^{-2} [BEIG 09].

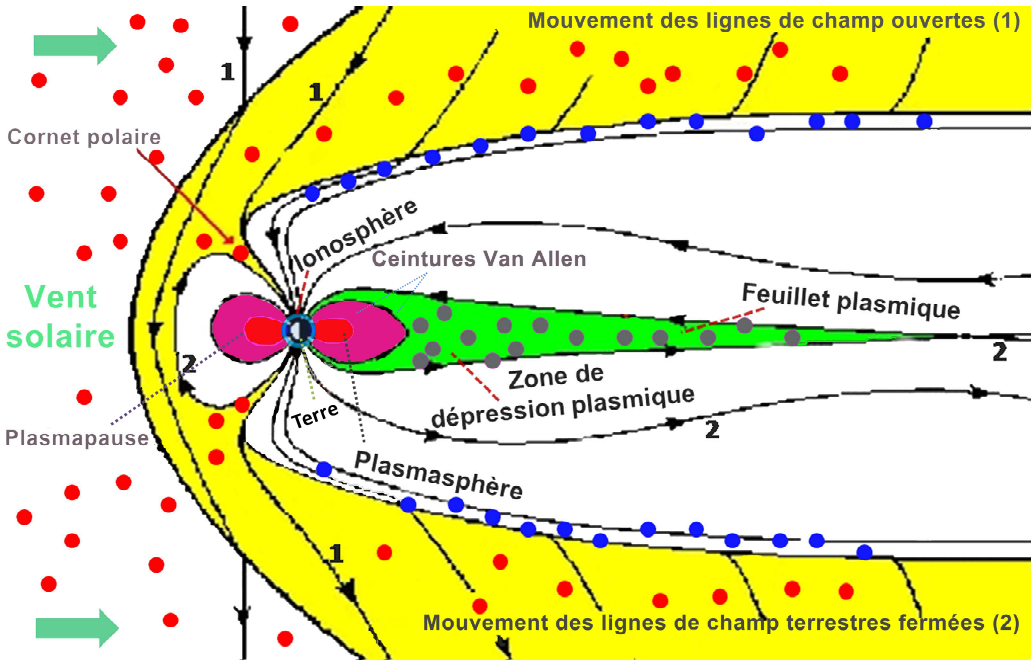


Figure 1-3 : Écoulement du plasma autour et dans la magnétosphère terrestre

La Figure 1-3 représente la circulation du plasma dans la magnétosphère terrestre. Les *points rouges* correspondent aux particules chargées issues du vent solaire. Ces particules s'écoulent en contournant la magnétosphère terrestre. La majeure partie des particules est déviée par le champ magnétique et par l'atmosphère terrestre. Cependant une petite partie de ces particules chargées peut entrer dans la magnétosphère terrestre en passant par les cornets polaires (environ 2%) [MAGE 07]. Les particules pénètrent dans la magnétosphère terrestre et se propagent (*points en bleu*) sur le bord interne (appelé manteau). Une partie de ces particules rejoint les régions centrales de la queue magnétosphèrique et revient vers la terre (*points en gris*). Ce plasma devient de plus en plus dense avec des particules de 1 à 100 keV.

2.3. Satellites artificiels dans la magnétosphère

2.3.1. Satellites en orbites

Les satellites artificiels autour de la terre sont nombreux et ont des missions très variées. Ceci explique la grande diversité des orbites de vol qui se caractérisent par leur forme (circulaire ou elliptique), leur altitude et leur inclinaison par rapport au plan de l'équateur.

a) Satellites en orbite circulaire

En fonction de l'altitude on retrouve (Figure 1-4) :

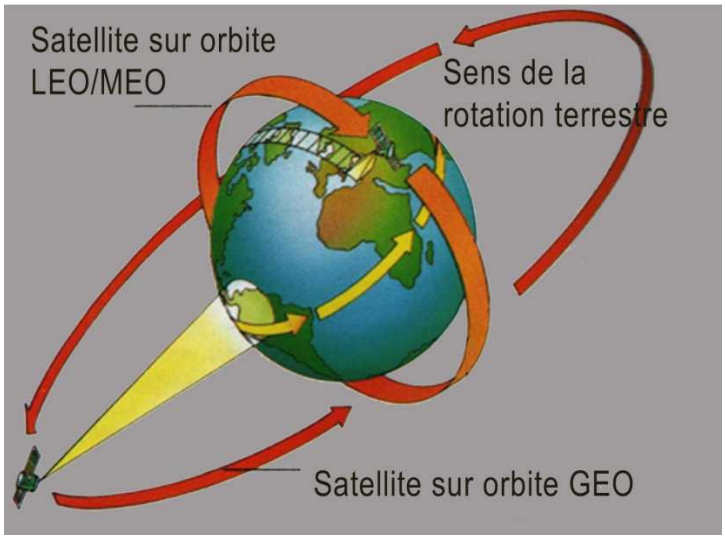


Figure 1-4 : Orbites des satellites artificiels dans la magnétosphère en fonction de l'altitude : GEO à 36000 km, MEO à 20000 km et LEO à 2000 km (échelle non respectée)

- L'orbite basse, dite LEO (Low Earth Orbit) entre 600 et 2000 km. Elle est utilisée par les satellites scientifiques d'observation. Par exemple, pour l'observation de la Terre SPOT 6 a été lancé en 2012 et SPOT 7 sera en orbite en 2014 à l'altitude de 694 km. On trouve également sur ce type d'orbite les satellites de radioamateur et les constellations de téléphonie mobile ou de télédétection terrestre.

- L'orbite moyenne, dite MEO (Middle Earth Orbit) pour toutes les altitudes intermédiaires jusqu'à 20000 km. Les signaux envoyés par le satellite peuvent être reçus sur une grande partie de la surface du globe terrestre. C'est l'altitude retenue pour les satellites de navigation comme le système GPS, par exemple.

- L'orbite géostationnaire, dite GEO (Geostationary Orbit) située à 36 000 km. Un satellite sur cette orbite est toujours dans la même position par rapport à la Terre en rotation, c'est-à-dire dans le même plan que celui de rotation de la Terre (plan équatorial). A cette altitude, la période de révolution du satellite (temps écoulé lors d'une orbite) correspond à la période de rotation de la Terre, soit 23 heures, 56 minutes et 4 secondes. Un satellite placé en orbite GEO permet de suivre un point fixe à la surface de la Terre. Il donne des vues « grande angle » de la Terre

qui permet de localiser les événements météo-logiques, par exemple Météosat 10 placé en orbite à 35786 km. On trouve également sur ce type d'orbite les satellites de télécommunications, par exemple HYLAS (Highly Flexible Satellite) qui est principalement dédié aux liaisons internet haut débit en Europe.

b) Satellites en orbite elliptique

Une orbite elliptique est utilisée pour le transfert des satellites vers les orbites les plus éloignées. C'est le cas des satellites GEO qui avant d'atteindre l'orbite finale passe par une orbite de transfert GTO (Geostationary Transfert Orbit), qui se situe entre 200 et 36000 kilomètres d'altitude. C'est la seule technique qui permet d'atteindre l'orbite GEO avec une dépense raisonnable d'énergie.

c) Satellites en orbite inclinée

On distingue différents types d'orbite selon leurs inclinaisons par rapport à la Terre, comme dans la Figure 1-5 [EDUS, THAL].

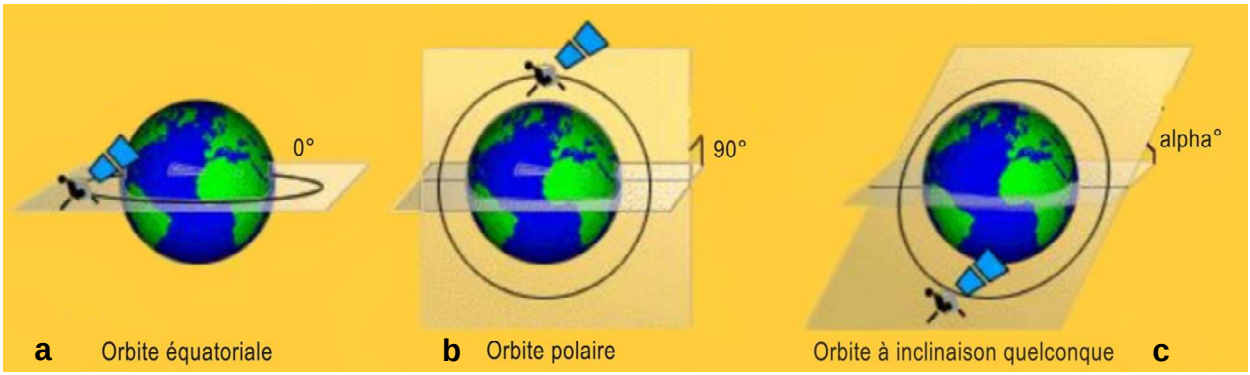


Figure 1-5 : Exemples d'orbites inclinées des satellites artificiels dans la magnétosphère (échelle non respectée)

Une trajectoire à 0° par rapport à l'équateur est dite équatoriale (Figure 1-5a), par exemple un satellite de télécommunication GSAT-8 a été lancé en 2011 à une altitude de 35817 km. Un satellite est en orbite polaire (Figure 1-5b) si l'angle de sa trajectoire est à 90°. Les satellites en orbite polaire tournent autour de la Terre avec une inclinaison proche des pôles, par exemple ELISA W11 placé en orbite à 692 km. C'est un microsatellite de 121kg réalisé par EADS Astrium pour une mission de démonstration en vue d'acquérir une capacité opérationnelle ROEM (Renseignement d'Origine Electromagnétique). Les orbites inclinées (Figure 1-5c) ont une inclinaison entre 0 degré et 90 degrés. Par exemple, le projet français

Globalstar prévoit de lancer 48 satellites en orbite circulaire inclinée à 50° par rapport à l'équateur, afin d'assurer des communications mobiles dans la plupart des pays. Depuis 2011, Globalstar M092 était en orbite à 1400 km d'altitude.

2.3.2. Structure du satellite et contrôle thermique

Dans la structure d'un satellite, il est possible de distinguer deux parties principales : la charge utile et la plate-forme.

La charge utile d'un satellite représente l'ensemble des équipements permettant au satellite de réaliser sa mission principale. Elle est composée des équipements électroniques de traitement image, de mémorisation et de transmission des données vers le sol. Pour un satellite de communications par exemple, la charge utile peut représenter les antennes réfléchissant le signal TV ou le signal téléphonique.

La plate-forme ou module de service, comporte l'ensemble des sous-systèmes permettant au satellite de fonctionner comme :

- L'alimentation électrique : composée des panneaux solaires et de batteries. La plupart des satellites sont dotés de panneaux solaires qui convertissent la lumière en énergie électrique. Des batteries sont cependant nécessaires pour stocker l'énergie. Un système de distribution alimente ensuite en électricité chaque instrument en fonction des besoins.
- Le système de commande : c'est un système de contrôle de toutes les fonctions du satellite. C'est le cerveau du satellite.
- Le contrôle d'altitude, d'orbite et les équipements de propulsion : ce système permet au satellite de rester stable à une position dans l'espace et de toujours être orienté dans la bonne direction. Le satellite a aussi besoin de pouvoir se déplacer pour corriger sa position, c'est pourquoi il possède un mécanisme de propulsion.
- Les équipements de télémesure et de télécommande : ces équipements se composent d'un système émetteur, d'un système récepteur, ainsi que de diverses antennes permettant de communiquer les informations entre la Terre et le satellite. Le contrôle au sol utilise ces équipements pour transmettre de nouvelles instructions à l'ordinateur du satellite. Ce système permet aussi d'envoyer des images ou autres formes de données enregistrées, aux ingénieurs se trouvant sur Terre.

- Le contrôle thermique : le système protège tous les équipements du satellite des dommages dus à l'environnement spatial. En orbite, un satellite est exposé à de brutaux changements de températures (d'environ – 150°C lorsque le satellite est dans l'obscurité, jusqu'à + 150°C lorsque le satellite se trouve exposé au soleil). Le contrôle de la température utilise une unité de distribution de chaleur ainsi qu'un système de couverture thermique pour protéger les équipements électroniques du satellite de ces changements de température.

Les composants d'un satellite (panneau solaire, batterie, électronique embarqué, antenne, capteur de mesure…) peuvent fonctionner que sur des gammes de températures différentes (Figure 1-6a). L'électronique embarquée ne peut fonctionner que sur d'étroites plages de température. Pour cela une couverture thermique a été mise au point pour assurer une régulation adaptée, elle est essentiellement composée de polymères. En général, les diélectriques utilisés ont de bonnes propriétés thermo-optiques comme l'émissivité et l'absorptivité. Ils sont directement soumis à l'environnement spatial et peuvent alors stocker les charges présentes dans le plasma environnant jusqu'à un seuil au-delà duquel des décharges électrostatiques peuvent se produire [GRIS 09a]. Il est à noter que ces décharges sont responsables de nombreuses pannes de satellites [KOON 00, MIYA 07] (Figure 1-6b). En effet, elles peuvent entraîner des perturbations dans le fonctionnement de l'électronique embarquée. Historiquement, les études de charge de matériaux diélectriques soumis au bombardement de faisceaux d'électrons ont été initiées par la perte d'un satellite en orbite GEO, l'analyse de l'événement ayant conclu à la charge électrique d'un des éléments par les électrons du milieu, puis à sa décharge électrique. Il est donc considéré comme essentiel d'éliminer tout risque de charge et à défaut de décharge avec couplage sur l'électronique fonctionnelle du satellite [PERR 07].

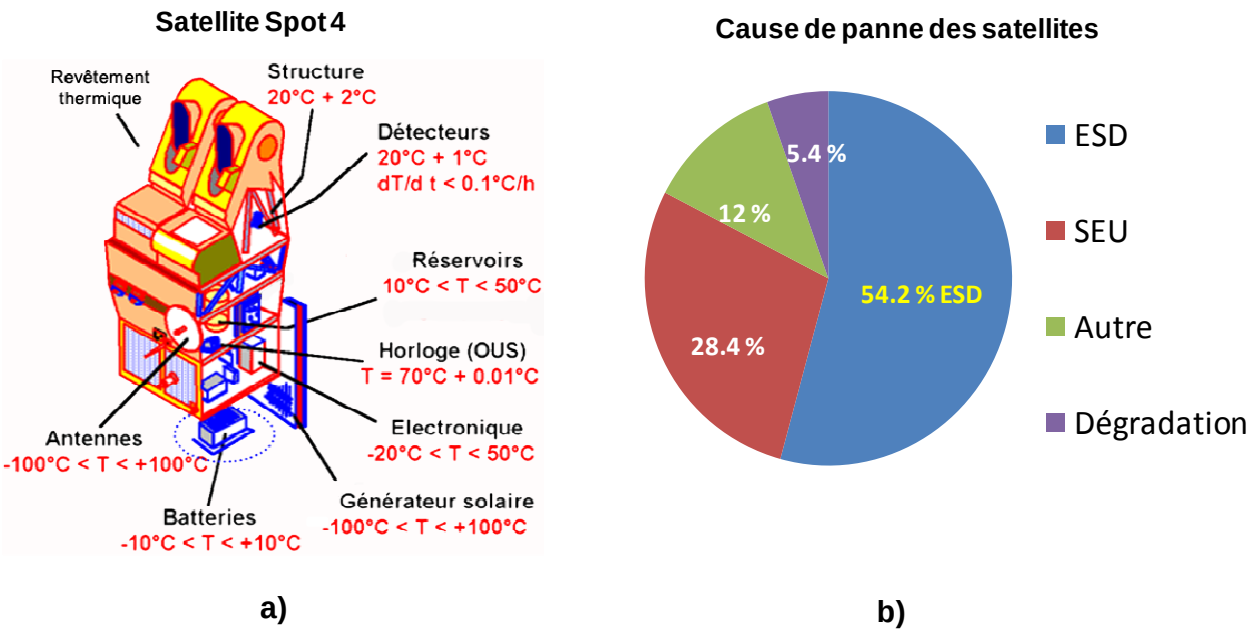


Figure 1-6 : a) Variation de la température nominale des composants du Spot 4 en mission, b) Statistique des pannes des satellites causées par : décharge électrostatique (ESD), effets singuliers (SEU), dégradation par radiation et autre panne.

2.3.3. Matériau diélectrique utilisé pour l'étude

Afin de pouvoir garantir la fiabilité des satellites, il est nécessaire de connaître les limites d'utilisation des isolants employés dans le domaine spatial et leur évolution à long terme notamment lorsqu'ils doivent résister à de forts gradients de tension de l'ordre de quelques kV/ mm.

Parmi les matériaux utilisés en environnement spatial, nous trouvons le PolyTétraFluoroEthylène (PTFE), que nous avons sélectionné dans nos études. Le PTFE ou Téflon® est un polymère fluorocarboné, dont la formule chimique est présentée sur la Figure 1-7.

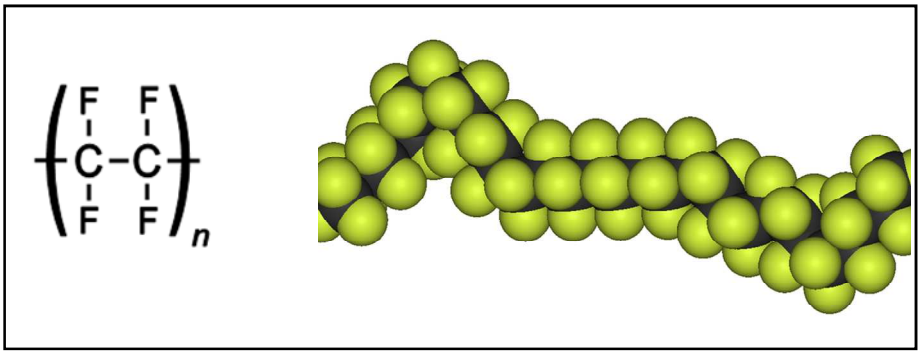


Figure 1-7 : Structure chimique du PolyTétraFlouroEthylène - Téflon®

Concernant les propriétés électriques, ils offrent une très bonne résistance électrique : sa rigidité diélectrique est d'environ 160 kV/mm et sa constante diélectrique est de 2,2 à 1 kHz. On le retrouve dans de nombreuses applications (aérospatiales, alimentaires, industrielles et médicales). Il est notamment utilisé comme isolant dans les câbles électriques des systèmes d'électroniques embarqués des satellites.

3. Phénomènes électrostatiques en environnement spatial

3.1. Processus de charge d'un satellite

Les satellites fonctionnant dans le plasma spatial peuvent subir des perturbations induites par leur environnement. L'état de charge d'un satellite dépend de la nature et de la quantité de particules chargées avec lesquelles il est mis en contact. Ces particules chargées présentent des distributions d'énergie en fonction de l'orbite considérée. En orbite basse (LEO) par exemple, l'énergie moyenne des particules est de 0,1 eV. Ces particules ont le pouvoir d'induire un potentiel de 0,1 V sur le satellite. L'énergie moyenne des particules en orbite polaire (PEO) se situe à 10 keV. L'orbite géostationnaire a des particules chargées extrêmement variées. Le type, l'énergie moyenne et la densité des particules dépendent des périodes calmes ou périodes d'orages magnétiques, et de la position du satellite du côté jour ou du côté nuit. En période calme, le satellite est exposé à des particules d'énergie allant de 1 keV à 10 MeV mais de très faible flux (inférieure à 1 pA.cm^{-2}), et donc leur contribution à la charge du satellite est très faible. En période d'orages, les satellites sont principalement exposés à des électrons dont l'énergie moyenne est inférieure à 50 keV et de flux moyen de l'ordre de 300 pA.cm^{-2} [HANN 12].

Les potentiels induits sont déterminés par les intensités des courants associés à ces énergies. Il est possible de distinguer deux types d'interactions entre les satellites et les particules chargées [BAKE 01]:

- Les phénomènes de charge de surface par des électrons d'énergie moyenne dans la gamme 10 à 200 keV.

- La charge interne par des électrons de hautes énergétiques de 0,2 MeV à 5 MeV, les éléments singuliers dus aux protons de très forte énergie (10 MeV à 300 MeV) ou aux ions lourds.

L'interaction de ces particules avec les satellites conduit à une accumulation de charge électrique dans les matériaux diélectriques constituant le satellite. Des différences de potentiel peuvent alors apparaître entre un diélectrique et la structure du satellite, aussi bien qu'entre une surface à l'ombre et une surface diélectrique éclairée, et peuvent induire des décharges électrostatiques. Les principaux éléments de la charge sur les satellites sont présentés par la Figure 1-8.

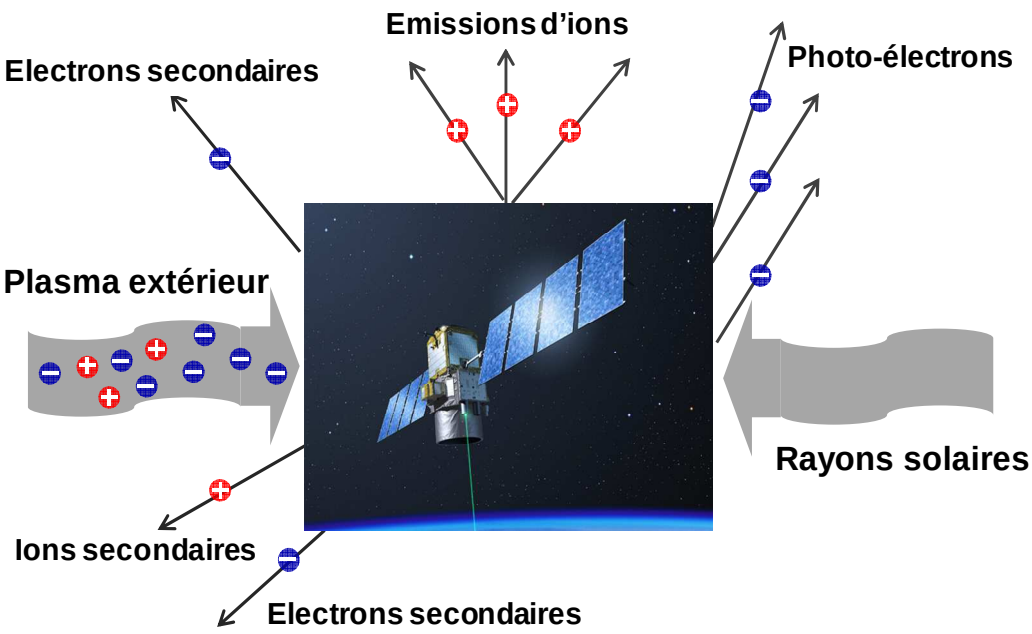


Figure 1-8 : Mécanismes de charge d'un satellite en environnement spatial.

Il en résulte un courant total J_{total} constitué de celui des photons, des photoélectrons émis par la surface du satellite, des électrons, des ions du plasma extérieur qui sont mis en contact avec la surface du satellite et des particules chargées émises par le satellite. L'équation de la densité de courant à la surface du satellite peut être écrite comme :

$$J_{total} = J_e + J_i + J_{pe} + J_{\sec} + J_{bank} \qquad \text{Équation 1-1}$$

Avec :

- J_e le courant des électrons, J_i le courant des ions du plasma extérieur,
- J_{pe} le courant net de photoélectrons (électrons émis sous l'effet d'un rayon lumineux),
- $J_{\sec}$ est le courant net dû aux électrons secondaires (électrons arrachés à la surface du satellite), produits par des électrons et des ions primaires énergétiques sur la surface du satellite,
- J_{back} le courant des électrons réémis de la surface avec une certaine perte d'énergie (électrons rétrodiffusés).

La charge d'un satellite donc son potentiel induit de surface est déterminée par les collections simultanées de plusieurs courants correspondant aux particules présentes dans l'environnement spatial. Alors que les électrons tendent à induire des potentiels négatifs, la collection d'ions et l'émission de photoélectrons tend soit à induire des potentiels positifs, soit à modérer les valeurs des potentiels négatifs induits par les électrons. L'équilibre atteint dépend des poids respectifs de chaque type de particule.

Le plasma spatial est neutre, les électrons et les ions ont la même énergie :

$$K.E_{ion} = K.E_e \Leftrightarrow \frac{1}{2} m_{ion}.v_{ion}^2 = \frac{1}{2} m_e.v_e^2 \Rightarrow \frac{v_e}{v_{ion}} = \sqrt{\frac{m_{ion}}{m_e}} \qquad \text{Équation 1-2}$$

Avec, K le nombre d'électrons et d'ions ; m_{ion} la masse d'un ion, m_e la masse d'un électron ; v_e la vitesse de propagation de l'électron dans le plasma, v_{ion} la vitesse de propagation de l'ion dans le plasma. La masse d'un ion est la masse totale des électrons, des protons et des neutrons. Si nous considérons que le rapport entre les masses du proton et de l'électron est d'environ 1836, il est clair que la masse d'un ion est beaucoup grande que celle

d'un électron. En conséquence, les électrons se déplacent à des vitesses plus élevées que celles des ions. Donc, la surface du satellite tend à se charger négativement par les électrons du plasma ambiant [LEAC 95].

En orbite GEO, pendant les éclipses (Figure 1-9), c'est-à-dire les périodes où le satellite passe dans l'ombre de la Terre, nous observons un potentiel négatif sur les surfaces [GARR 81]. En effet, les conditions de charges sont maximales dans cette région. En revanche en dehors des périodes d'éclipse, les surfaces exposées au soleil se chargent positivement à cause de l'émission de photoélectrons. Les décharges électrostatiques sont donc favorisées lors de la sortie de l'éclipse à cause de la photoémission [PERR 07]. Par la suite, nous allons focaliser notre travail sur le chargement des matériaux par faisceau d'électron qui représente l'état d'éclipse.

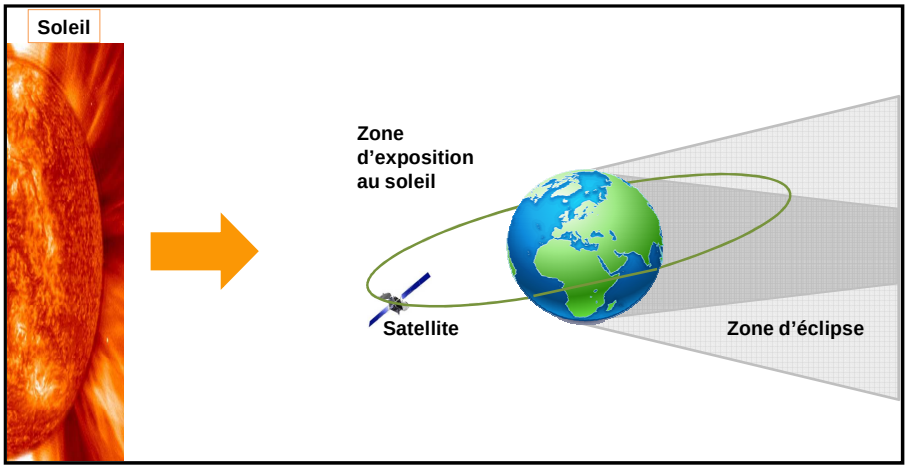


Figure 1-9 : Représentation schématique des périodes de fonctionnement d'un satellite : période exposée au soleil et période pendant l'éclipse (échelle non respecté).

3.2. Phénomènes électrostatiques des revêtements thermiques

Nous considérerons ici le satellite comme une boite métallique recouverte de matériau diélectrique. Ces matériaux diélectriques sont bombardés par un faisceau électronique, l'état d'équilibre du potentiel de surface est essentiellement déterminé par leur conductivité et le phénomène d'émission d'électrons secondaires [LEUN 81]. Au cours des irradiations des électrons de forte énergie peuvent traverser le diélectrique et produire le long de leur parcours de la conductivité induite [BEIG 09]. Pour comprendre les phénomènes de charges/décharges

électrostatiques provoqués par ces charges il faut tenir compte des propriétés des diélectriques.

3.2.1. Émission électronique secondaire sous faisceaux d'électrons

Lors de l'impact des électrons incidents ou électrons primaires avec la surface d'un matériau, une partie pénètre dans le volume à une profondeur d , une partie est réémise à partir de la surface quasiment sans perte d'énergie (électrons rétrodiffusés) ou avec perte d'énergie depuis le volume (électrons secondaires) [BOER 88, GROS 91, HOFF 10, PAUL 11]. L'émission d'électrons secondaires à la surface des diélectriques irradiés se décompose en trois étapes : en impactant la matière les électrons primaires excitent les atomes et arrachent des électrons dans le volume, ces électrons dit secondaires se dirigent vers la surface d'où ils sont extraient [CAZA 05] (Figure 1-12a). La densité et la distribution énergétique du rayonnement électronique des électrons secondaires dépendent de l'énergie, de la direction des électrons primaires ainsi que des propriétés intrinsèques du matériau [CAZA 05; BALC 12]. Pour les matériaux irradiés, deux paramètres importants sont à considérer : E_1 l'énergie du premier et E_2 l'énergie du second point de cross-over. Pour lesquels le rendement d'émission secondaire $\delta(E)=1$. Elles sont aussi appelées première et deuxième énergie critique [LEUN 81] (Figure 1-12b).

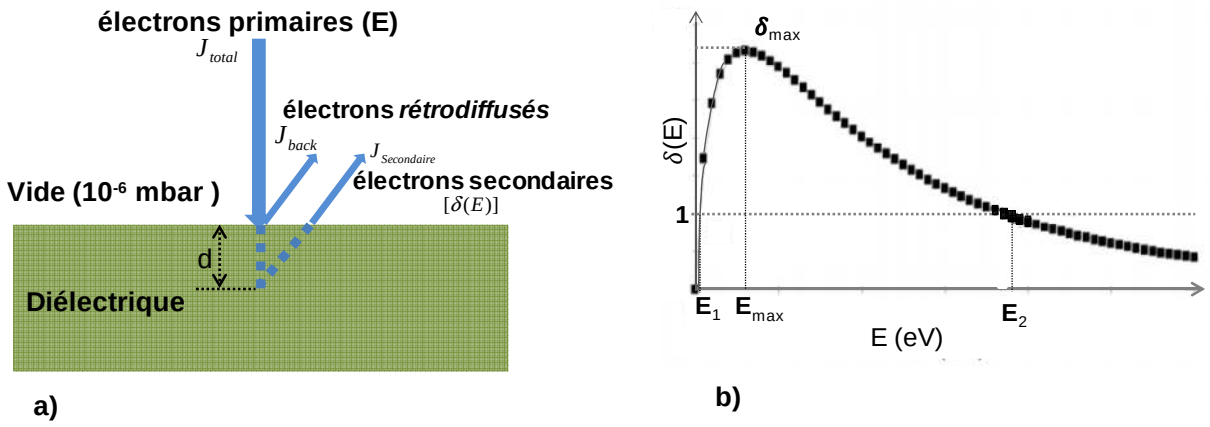


Figure 1-12 : a) Représentation schématique du processus d'émission d'électrons secondaires à partir d'un faisceau d'électrons primaires qui impacte un diélectrique dans le vide. b) Rendement d'émission secondaire du diélectrique, avec δ_{max} le rendement maximal, atteint pour E_{max} ; E_1 et E_2 sont les énergies du premier et second point de cross – over [LEUN 81]

Lorsque les électrons primaires ont une énergie E supérieure à E_2, le rendement d'émission secondaire est inférieur à 1, le matériau se charge négativement. Le potentiel de surface augmente, les électrons incidents doivent vaincre la barrière de potentiel de surface créée par leurs prédécesseurs. Ils arrivent alors à la surface du diélectrique avec une énergie E' plus faible, se rapprochant petit à petit de E_2. Lorsque l'énergie des électrons incidents est égale à E_2, il y a autant d'électrons secondaires que d'électrons primaires, la surface du diélectrique ne charge plus et le potentiel de surface du diélectrique n'évolue plus. Si un seul électron arrive à la surface avec une énergie au-dessous du second point cross-over E_2, le rendement d'émission secondaire devient supérieur à 1. La quantité d'électrons émise par la surface devient donc supérieure à la quantité d'électrons implantés dans le volume du diélectrique. Le potentiel de surface décroît. La barrière de potentiel de surface, cette fois ci, devient moins importante, les électrons peuvent venir à la surface de l'échantillon avec une énergie E'' qui augmente, se rapprochant de E_2, de manière à ce qu'un équilibre s'établisse autour du second point de cross-over E_2. L'expression de $\delta(E)$ en fonction de l'énergie des électrons primaires, du maximum du rendement d'émission secondaire $E_{\max}$ et du second point de cross-over E_2 est donnée par équation Leung :

$$\delta(E) = \frac{E}{E_2}\exp\left(\frac{-2\left(E^{1/2} - E_2^{1/2}\right)}{E_{\max}^{1/2}}\right) \qquad \text{Équation 1-3}$$

Dues au phénomène d'émission secondaire d'électrons vers le vide, des charges positives peuvent apparaitre sur la surface du diélectrique exposé à l'irradiation. Ceci est le résultat de la génération de paires électrons-trous. Sous irradiation mono-énergétique, le potentiel de surface des diélectriques varie linéairement avec l'énergie des électrons incidents. Lors d'une irradiation avec un spectre d'électrons multi-énergétique, le potentiel de surface est déterminé par la convolution de la distribution des électrons injectés et de l'émission d'électrons secondaires [LEUN 81].

3.2.2. Conductivité

a) Conductivité intrinsèque et induite sous rayonnement

La conductivité électrique des diélectriques joue un rôle crucial pour déterminer l'état de charge piégée dans le volume. L'accumulation de charges d'espace dans les matériaux diélectriques exposés aux rayonnements énergétiques dépend des électrons déposés à la surface et dans le volume. Pour un matériau d'épaisseur d, l'estimation de la densité de charge interne $\rho(t)$ est proportionnelle à la conductivité du matériau et est décrite par l'équation de continuité [WENA 77] :

$$\rho(t) = \frac{J_i - J_o}{d} . \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r}{\sigma} (1 - \exp[(-\sigma / \varepsilon)t] \qquad \text{Equation 1-4}$$

Où, σ, J_i, J_o, ε, sont la conductivité du diélectrique, le courant des électrons dans le volume du matériau diélectrique, le courant à la sortie et la permittivité diélectrique du matériau irradié par faisceau d'électrons.

La conductivité du matériau diélectrique peut être affectée par de nombreux facteurs tels que la température, le champ électrique interne ou les radiations. Il faut considérer la génération des paires électrons-trous, des électrons piégés/dé-piégés, la mobilité des particules et la recombinaison des charges présentes dans le cas des matériaux irradiés sous rayonnement [MOLI 05]. La conductivité mesurée des matériaux diélectriques irradiés n'est plus uniquement égale à la conductivité intrinsèque du diélectrique $\sigma_i(E)\,[\Omega^{-1}.m^{-1}]$ en fonction du champ électrique $E\,[V/m]$ (Équation 1-5), la conductivité induite sous rayonnement (RIC) doit alors être pris en compte [FOWL 56, WILK 81, GROS 87, SESS 92, YANG 92]. La conductivité du diélectrique irradié est la somme de la conductivité intrinsèque $\sigma_i(E)$ et de la conductivité induite sous rayonnement σ_{RIC} comme :

$$\sigma_i.E + \varepsilon.\frac{\partial E}{\partial t} = 0 \qquad \text{Équation 1-5}$$

Les particules chargées dans l'environnement spatial peuvent modifier la conductivité des diélectriques spatiaux par une augmentation des porteurs de charge dans la bande de conduction. Cette augmentation est liée aux réactions ionisantes entre particules chargées et atomes du matériau, qui génère des paires électrons-trous. La conductivité est donc augmentée d'une valeur de la densité de porteurs par :

$$\sigma_{RIC} = \sum ne\mu \qquad \text{Équation 1-6}$$

Où n est le nombre d'électrons dans la bande de conduction par cm^3, e est la charge de l'électron et μ la mobilité. Le processus de conduction induite est schématisé dans la Figure 1-13.

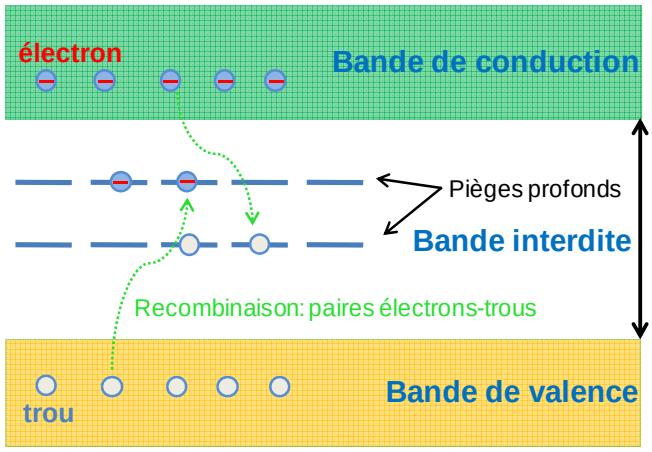


Figure 1-13 : Mécanismes de piégeage et de recombinaison suite à une radiation ionisante d'un isolant.

Lorsqu'un électron de la bande de valence est excité par une radiation suffisamment énergétique, il passe dans les niveaux de la bande de conduction. Il peut soit se recombiner directement avec un trou (dans la bande interdite), soit être piégé temporairement avant d'être thermiquement dé-piégé vers la bande de conduction. Le processus de piégeage/dé-piégeage peut se répéter plusieurs fois avant que l'électron ne tombe dans un niveau d'énergie suffisamment bas pour que sa recombinaison avec un trou soit plus probable qu'une excitation thermique.

L'effet de rayonnement de l'environnement spatial sur les propriétés électriques des matériaux diélectriques spatiaux, notamment la modification de leur conductivité, peut être paramétrée par la notion de dose. La dose de radiation absorbée $D[Gy]$ est l'énergie moyenne déposée par ionisation, par unité de masse du matériau irradié. On définit le débit de dose absorbée par le matériau $\frac{dD}{dt}$, c'est la quantité moyenne d'énergie transmise par les radiations ionisantes à un élément de volume divisée par la masse de ce volume et par unité de temps.

La RIC est fonction du débit de dose de radiation absorbée, elle suit la loi empirique de Rose-Fowler :

$$\sigma_{RIC} = K.\left[\frac{dD}{dt}\right]^{\Delta} \qquad \text{Equation 1-7}$$

Avec $K\,[\Omega^{-1}.m^{-1}.rad^{-1}.s^{-1}]$ le coefficient de conductivité induite sous rayonnement qui dépend de la nature du matériau irradié. L'exposant Δ est un coefficient sans unité, compris entre 0,5 et 1, dépendant de la distribution des niveaux d'énergie de pièges. La conductivité induite sous rayonnement augmente lors de l'ionisation du matériau. Cette augmentation cependant n'est pas linéaire avec le débit du rayonnement vue qu'elle dépend significativement de la distribution des densités et des énergies des pièges dans le matériau (piégeage/dépiégeage et piégeage/recombinaison). Dans la plupart des cas, la conductivité induite sous rayonnement est très importante et devient prépondérante par rapport à la conductivité intrinsèque [FOWL 56].

b) Conductivité induite différée sous rayonnement

Après l'arrêt de l'irradiation électronique, la conductivité induite différée sous rayonnement : DRIC (de l'anglais Delayed Radiation-Induced Conductivity) continue à opérer dans la zone irradiée du diélectrique et la conductivité reste supérieure à la conductivité intrinsèque du matériau [YANG 92]. La valeur de la DRIC diminue au cours du temps de relaxation. Ce temps dépend du matériau irradié, en général pour des polymères il est de plusieurs heures.

3.2.3. Décharges électrostatiques

La charge différentielle des surfaces d'un satellite peut conduire à des situations critiques. L'accumulation de charges dans un diélectrique ou une différence de potentiel importante peut engendrer un champ électrique suffisamment intense pour provoquer des décharges à la surface des satellites appelés Décharges ElectroStatiques (ESD de l'anglais ElectroStatic Discharge) [PAYA 96, PAYA 02]. Le potentiel absolu du satellite ne joue pas de rôle dans le déclenchement de la décharge mais impacte sur l'amplitude.

Au cours des 25 dernières années, il a été montré que plus de 50 % des accidents dans les missions des satellites proviennent des décharges électrostatiques [KOON 00]. Le type de décharge dépend de l'environnement du diélectrique (proche d'un métal ou d'un autre diélectrique, dans une zone d'ombre ou d'éclairée), et de ses propriétés électriques. Les décharges se caractérisent par des transferts de charges prenant la forme d'émission d'électrons. Généralement, on observe un transfert de charge depuis la surface chargée du satellite vers l'espace, ou un transfert de charge depuis une zone chargée vers une autre partie du satellite (Figure 1-14) :

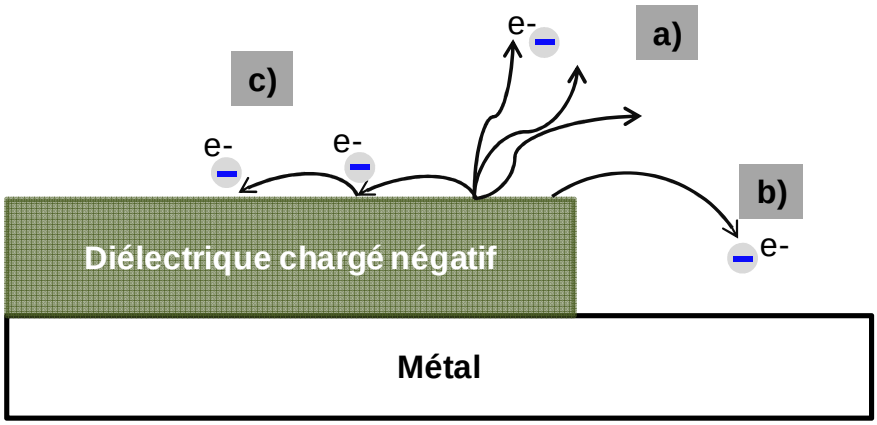


Figure 1-14 : Décharge dans un diélectrique adjacent à un métal : a) Électrons émis loin du diélectrique vers l'espace 'blow-off' ; b) Électrons émis vers le métal (qui est positif par rapport au diélectrique) ; c) Décharge 'flash-over' propage le long de la surface du diélectrique.

a) Décharges vers l'espace : blow-off

Les électrons ayant une énergie suffisante (une centaine de keV pour les satellites en orbite géostationnaire) peuvent s'implanter dans le diélectrique, de quelques microns à quelques dizaines de microns de profondeur. Quand le champ électrique créé par

l'accumulation de ces charges négatives est supérieur à une valeur seuil (de l'ordre de 10^7 V/m), des électrons sont émis depuis la surface par ce qu'on appelle une décharge vers l'espace « blow-off » [CATA 02]. Après cette décharge, les électrons implantés sont encore dans le matériau alors la surface d'où sont émis les électrons a une charge positive. Si, à proximité d'un diélectrique, il existe une surface métallique chargée à un potentiel différent, les électrons sont éjectés : c'est ce qu'on appelle une décharge de « blow-off ».

b) Décharges de surface : flash-over

C'est une décharge de surface dans laquelle les charges se propagent à partir du point d'amorçage. La surface du diélectrique devient conductrice (création d'un plasma), et le courant de décharge se referme sur la masse électrique la plus proche. C'est en général la métallisation du diélectrique, le courant de décharge de surface rejoignant la masse par le bord du matériau.

c) Décharges internes : punch-through

Des décharges internes à l'intérieur du diélectrique se produisent quand le champ électrique y dépasse la valeur de claquage. C'est le claquage classique d'un matériau diélectrique par avalanche d'électrons. Le matériau est percé dans toute son épaisseur, les charges accumulées de part et d'autre de la surface se recombinant par ce chemin.

d) Mécanisme de la décharge électrostatique d'un diélectrique

Lorsque le matériau diélectrique est soumis à un bombardement du faisceau d'électrons, un certain nombre des électrons sont piégés à l'intérieur de son volume. Ces électrons accumulés forment une couche de charge négative, source d'intenses champs électriques internes au sein du matériau irradié (Figure 1-15a).

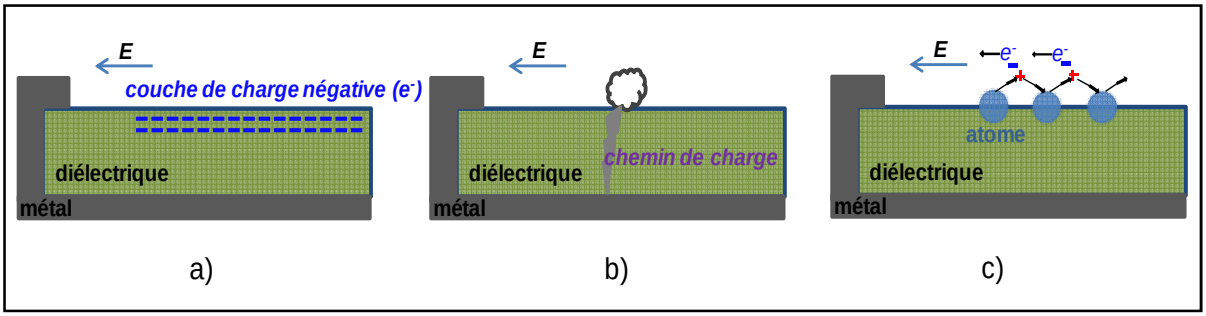


Figure 1-15 : Mécanisme de la décharge électrostatique d'un diélectrique solide

Si le champ devient trop intense, il en résulte un claquage du diélectrique (phénomène de perçage diélectrique). Dans ce cas, le matériau devient localement conducteur sur toute son épaisseur. Les charges situées de part et d'autre du matériau se recombinent. On assiste alors au début des phénomènes de décharge de surface (flash-over) et/ou d'expansion de charge d'espace (blow-off). En présence d'un gaz désorbé, la propagation de la décharge se produit (Figure 1-15b). Ce gaz peut être fourni lors du perçage diélectrique. En effet, au moment du perçage diélectrique, l'énergie dégagée à l'intérieur du diélectrique crée une élévation locale de la température qui conduit ensuite à la création d'un plasma conducteur. Sous l'effet du champ électrique transversal E (parallèle à la surface du matériau diélectrique étudié), un atome neutre désorbé est séparé en un ion (charge positive) et un électron (charge négative) (Figure 1-15c). L'électron suivant le champ électrique rejoint la masse environnante la plus proche et l'ion vient compenser la charge électronique en se déposant à la surface, désorbant alors un autre atome voisin. Cet atome, à son tour, est ionisé et la décharge peut recommencer jusqu'à compensation totale des charges. En même temps que la décharge de surface s'établit, le phénomène d'expansion de charge d'espace apparaît. L'expansion de charge d'espace génère des courants d'électrons discernables et mesurables dans la structure d'un satellite. Ces électrons sont attirés par les charges images positives se trouvant dans la métallisation ou dans le support du diélectrique, en créant un courant d'électrons se dirigeant des parties métalliques du satellite vers la métallisation du diélectrique. C'est en fait, un courant de rééquilibrage électrostatique qui se propage de la métallisation vers la structure.

4. Conclusion

Les satellites sont confrontés à des températures variables et baignent dans un environnement chargeant. Les revêtements de contrôle thermique composés de polymères sont souvent posés le problème de la charge électrostatique, et pouvant entraîner aux décharges électrostatiques qui peuvent induire des disfonctionnements au niveau des circuits électriques. C'est pourquoi notre travail est porté sur la caractérisation électrique des matériaux diélectriques spatiaux par des méthodes mises au point en laboratoire.

Chapitre 2

Moyens expérimentaux et méthode de caractérisation

1. Introduction

Ce chapitre visera à présenter les moyens expérimentaux qui permettent de caractériser les matériaux diélectriques irradiés. Nous débuterons par la description générale de la chambre d'irradiation, appelée Matspace, développée au laboratoire. Elle est équipée d'un canon à électrons permettant d'implanter des électrons d'énergie maximale de 100 keV. Le principe de ce canon fonctionnant par émission d'électrons à thermoïonique sera présenté. Des mesures de distribution de charge in-situ ont été effectuées par diverses techniques Electro Acoustique Pulsées (PEA) et Laser Induced Modulation Method (LIMM).

2. Moyens expérimentaux et systèmes de mesures

2.1. Chambre d'irradiation MATSPACE

2.1.1. Dispositif d'irradiation et contrôle du faisceau

Un dispositif permettant de réaliser des irradiations électroniques (Figure 2-1) a été développé au laboratoire [GRIS 10, NGUY 11]. Il est composé d'un canon à électrons pouvant fournir des électrons avec une énergie maximale de 100 keV, et d'une enceinte sous vide équipée de dispositifs de mesures électriques et de systèmes d'acquisitions des signaux. Ce dispositif a pour but d'étudier l'évolution des propriétés électriques des matériaux diélectriques irradiés par faisceau d'électrons.

Figure 2-1: *Dispositif d'irradiation MATSPACE*

2.1.2. Canon à électron thermoïonique

Le canon à électrons utilisé fonctionne sur le principe de l'émission thermoïonique. Il est constitué de trois éléments principaux : le filament de tungstène (cathode), l'anode et le wehnelt [MATT]. Ces trois pièces constituent une triode fonctionnant sous un vide avec la pression de l'ordre 10^{-6} mbar. Le schéma de principe du canon à électrons est présenté sur la Figure 2-2. Il dispose de son propre système de pompage, composé d'une pompe à palettes pour le vide primaire et d'une pompe turbo-moléculaire pour le vide secondaire.

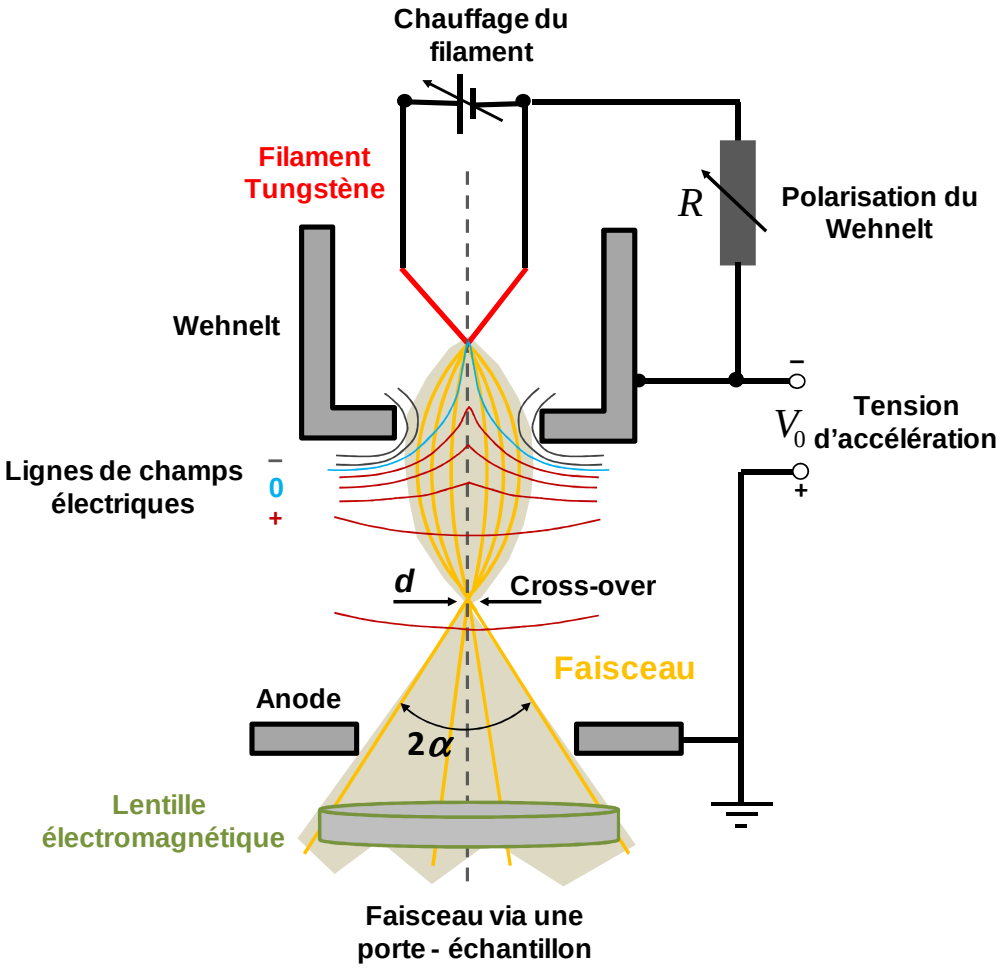


Figure 2-2 : Schéma de principe du canon à électrons à émission thermoïonique

Pour obtenir une émission d'électrons dans le vide, le filament (cathode) est chauffé par effet joule à l'aide d'une alimentation de courant électrique de 0 à 3 A. Lorsque la surface du métal est chauffée à une température suffisamment élevée, les électrons sont expulsés dans l'espace voisin. Il s'agit de l'énergie minimum, appelé travail de sortie du métal ϕ_m, mesurée en électronvolts, nécessaire pour arracher un électron depuis le niveau de Fermi d'un métal jusqu'à un point situé à l'infini en-dehors du métal (au niveau du vide) (Figure 2-3). Le filament tungstène est ici porté à une température supérieure à 2000°K. A cette température T les électrons qui sortent du métal vers le vide conduisent à une densité de courant dont l'expression est donnée par la formule de Richardson-Laue-Dushman [NOTT 56, KOEC 09] :

$$J(T) = A.T^2.\exp(\frac{-\phi_m}{k.T})$$ Équation 2-1

$J(T)$, A, k, sont la densité de courant, la constante de Richardson et la constante de Boltzmann. Pour le Tungstène pur (W) : $T = 2000\ °K$, $\phi_m = 4{,}5\ eV$, $J(T) = 0.005\ A/cm^2$. L'intérêt du Tungstène est lié à son faible de travail de sortie.

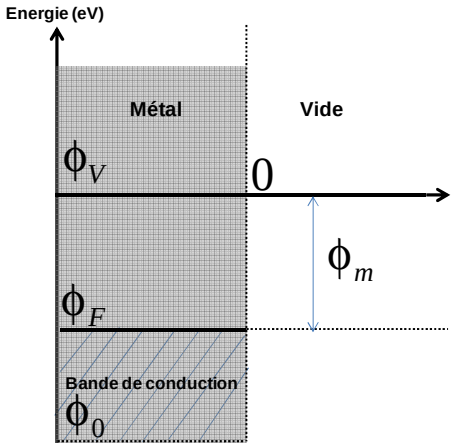


Figure 2-3 : Schéma définissant le travail de sortie du métal ϕ_m, l'énergie dans le niveau du vide ϕ_V et le niveau de Fermi ϕ_F.

Le faisceau d'électrons émis par le filament étant divergent, les électrons émis sont orientés et accélérés par le champ électrique grâce à la source de tension V_0 allant de 0 à 100 keV. Une électrode dite Wehnelt, entoure le filament. Elle est polarisée négativement par rapport à la cathode. En conséquence, les électrons extraits sont repoussés vers l'axe du canon (axe vertical au centre) où ils concentrent en point, appelé 'cross-over', grâce aux lignes de champ électrique crées (correspondant aux lignes équilibrées de champ électrique : signe négatif dans l'espace filament-Wehnelt, signe positif dans l'espace Wehnelt-Anode). Le diamètre du cross-over est d'approximativement 20 µm, il est fonction de la géométrie du canon et des polarisations appliquées.

Lorsque le courant filament augmente, l'émission d'électrons augmente également jusqu'au régime de saturation. Ce processus est réglé par le chauffage du filament, c'est-à-dire le courant du filament I_f et la tension de polarisation V_R réglée par la résistance de polarisation R du Wehnelt. Lors des irradiations, nous pouvons faire varier cette résistance de polarisation. Si elle diminue, le courant d'émission du faisceau d'électrons en régime de saturation est également abaissé (Figure 2-4).

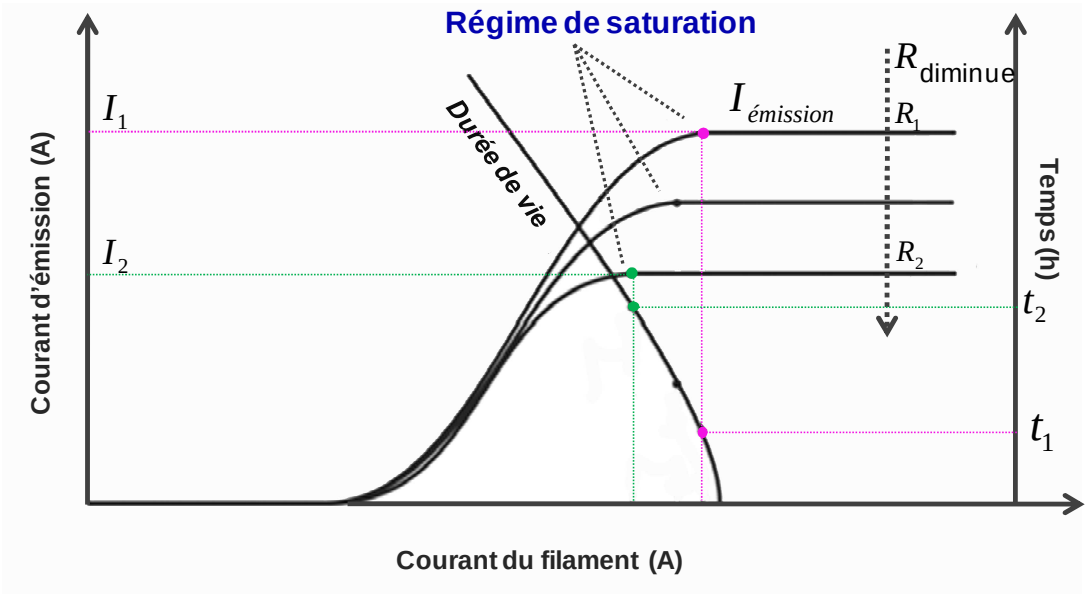


Figure 2-4 : Caractéristique du courant d'émission en fonction du courant du filament et de la résistance de polarisation

Comme indiqué sur la Figure 2-4, nous pouvons prendre un exemple des valeurs différentes de la résistance de polarisation R. Quand la résistance à une valeur R_1 cela correspond à un courant d'émission en régime de saturation I_1 et à une durée de vie du filament t_1. Si nous diminuons à une valeur de R_2, le courant d'émission en régime de saturation peut monter à I_2, nous voyons que la durée de vie du filament est maintenant diminuée à la valeur t_2.

Le flux du faisceau est enfin focalisé sur la surface de l'échantillon via une lentille électromagnétique, placée immédiatement après des lentilles de déflexions et un diaphragme. L'étalement du faisceau qui atteint la cible est réglable d'une surface maximale de 100 cm^2. Les plaques phosphorescentes sont utilisées pour contrôler la tâche du faisceau sur le porte échantillon.

2.1.3. Cavité de Faraday

Une Cavité de Faraday destinée à la mesure des courants d'électrons est connectée à un pico-ampèremètre Keithley 487 pour contrôler des conditions d'irradiation électronique. En effet, elle permet de déterminer le flux du faisceau d'électrons durant l'irradiation qui atteint les échantillons mesurés (Figure 2-5). Le temps d'irradiation choisi est fonction de la dose

implantée souhaitée et du flux du faisceau. La quantité de charge $Q\,[C/cm^2]$ est calculée par l'intégration du profil du courant du faisceau enregistré $i_b(t)$. L'électrode de collection du faisceau d'électrons a un diamètre D, tel que la surface de l'électrode collective $S\,[cm^2]$ soit égale à 1 cm^2. La mesure de $i_b(t)$ donne alors facilement le courant d'électrons moyen $I_{b\,moy}\,[pA]$ durant le bombardement électronique et l'intensité du flux moyen $Flux_{moy}\,[pA.cm^{-2}]$ par la formule :

$$Flux_{moy} = \frac{I_{b\,moy}}{S} = \frac{1}{t_2 - t_1}\int_{t_1}^{t_2} i_b(t).dt \qquad \text{Équation 2-4}$$

Avec une intervalle d'irradiation $[t_1; t_2]$,

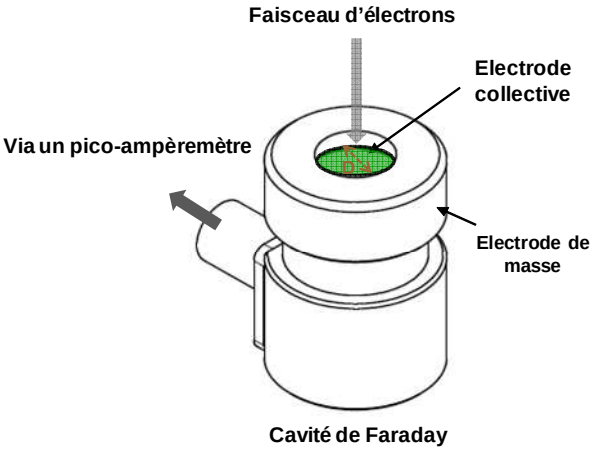


Figure 2-5 : Cavité de Faraday pour l'enregistrement du courant de faisceau d'électrons pendant l'irradiation

Sur la Figure 2-6 nous avons reporté un profil de courant typique enregistré pendant une irradiation. Nous observons une variation rapide du courant en début et fin d'irradiation et un courant relativement stable pendant l'irradiation. Ceci nous permet de contrôler le bon fonctionnement du canon à électrons et la dose injectée dans les matériaux.

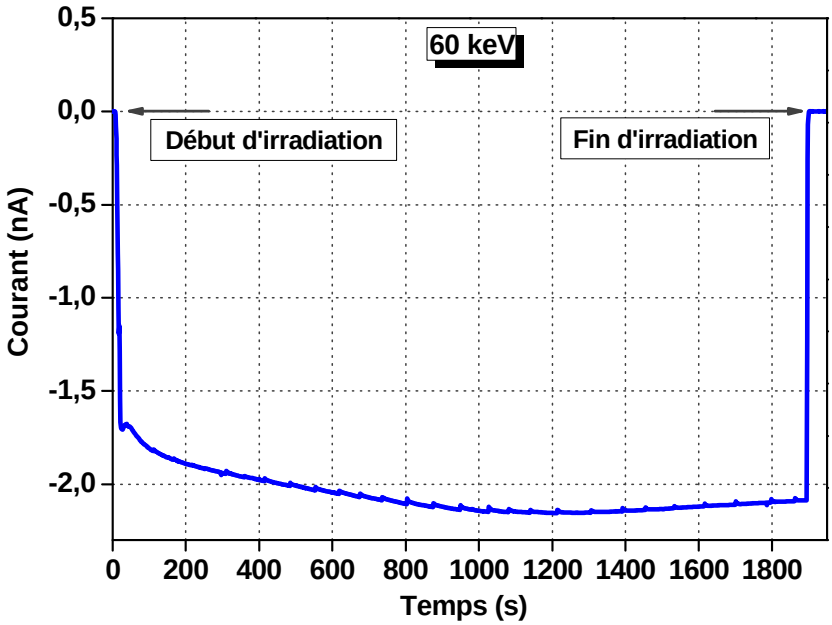


Figure 2-6 : Profil du courant de faisceau d'électrons enregistré pour un faisceau d'électrons d'énergies 60 keV avec une Cavité de Faraday de 1 cm^2 de surface

2.2. Enceinte d'irradiation sous vide et dispositifs de mesure

L'enceinte d'irradiation en inox est composée de deux cylindres : un cylindre fixe et un cylindre mobile. L'ouverture de cette enceinte s'effectue horizontalement. Le vide de l'enceinte est de l'ordre 10^{-6} mbar, assuré par le système de pompage, composé d'une pompe à palettes pour le vide primaire et d'une pompe turbo-moléculaire pour le vide secondaire. Une vue d'ensemble schématique de l'enceinte Matspace est représenté dans la Figure 2-7.

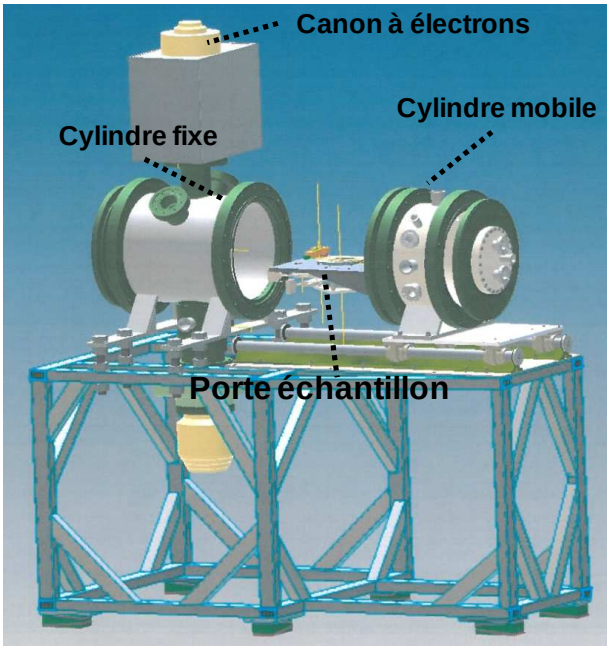
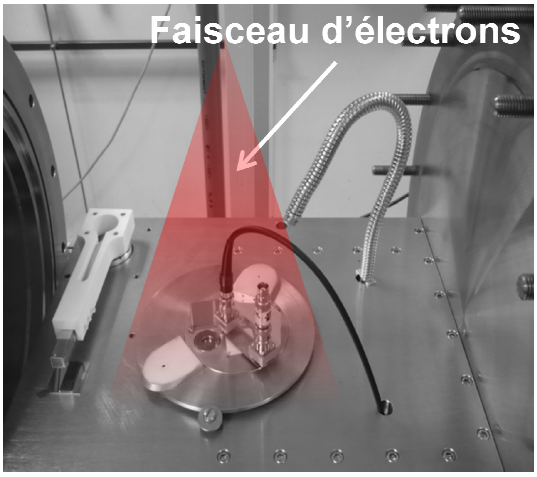
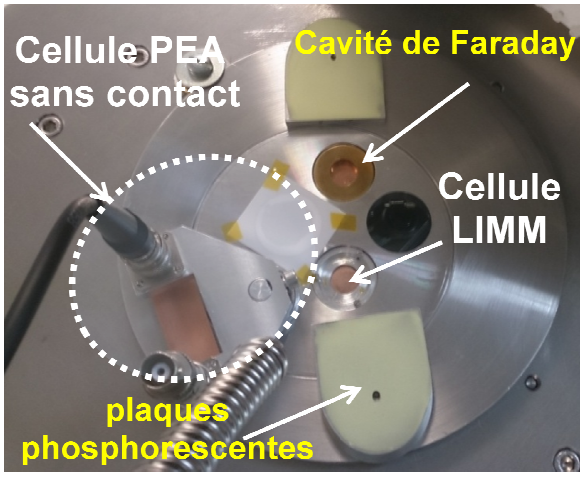


Figure 2-7 : Ensemble des éléments de l'enceinte d'irradiation Matspace

Sur la table porte-échantillon perpendiculaire au faisceau d'électrons sont placés les différents dispositifs de mesures : la cellule PEA sous vide, la LIMM, la Cavité de Faraday et les plaques phosphorescentes. La Figure 2-8 représente une photo de l'ensemble de ces dispositifs dont la description détaillée sera abordée dans les sections suivantes.



a)



b)

Figure 2-8 : Vue du dessus du porte échantillon : a) la tâche du faisceau d'électron, b) comprenant le dispositif PEA sans contact, la Cavité de Faraday, le dispositif LIMM et les plaques phosphorescentes.

2.2.1. Dispositif d'Electro Acoustique Pulsée

La méthode Electro-Acoustique Pulsée (PEA), a été développée au Japon dans les années 1980 [MAEN 88, GRIS 07]. Elle permet de déterminer la densité, la polarité et la position des charges présentes dans des films des matériaux d'une épaisseur variant de 100 µm à 1 mm [LAUR 99]. Les échantillons à étudier peuvent être polarisés par un fort champ électrique ou être soumis à une irradiation électronique. Cette technique de mesure de charges d'espace a connu de nombreuses modifications pour s'adapter à des différentes applications [FUKU 04, GRIS 04, PERR 08, GRIS 09b].

Le principe de cette méthode est illustré par la Figure 2-9. La méthode consiste à appliquer une impulsion de champ électrique (de l'ordre du kV/mm) de très courte durée (de l'ordre de quelques nanosecondes) à travers un échantillon mesuré. L'interaction coulombienne entre cette impulsion et la charge présente dans l'échantillon engendre deux ondes de pression de mêmes amplitudes (proportionnelles à la densité de charge nette) qui se propagent ensuite chacune dans deux directions opposées, notamment vers l'électrode de détection et l'autre vers l'électrode d'excitation. L'une de ces deux ondes part en direction du capteur piézoélectrique (placée sous l'électrode de détection) qui convertit le signal acoustique en signal électrique. Le signal électrique est ensuite amplifié par un amplificateur avant d'être enregistré au moyen d'un oscilloscope numérique. Un traitement de signal adéquat permet alors de remonter au profil de charge d'espace au sein de l'échantillon.

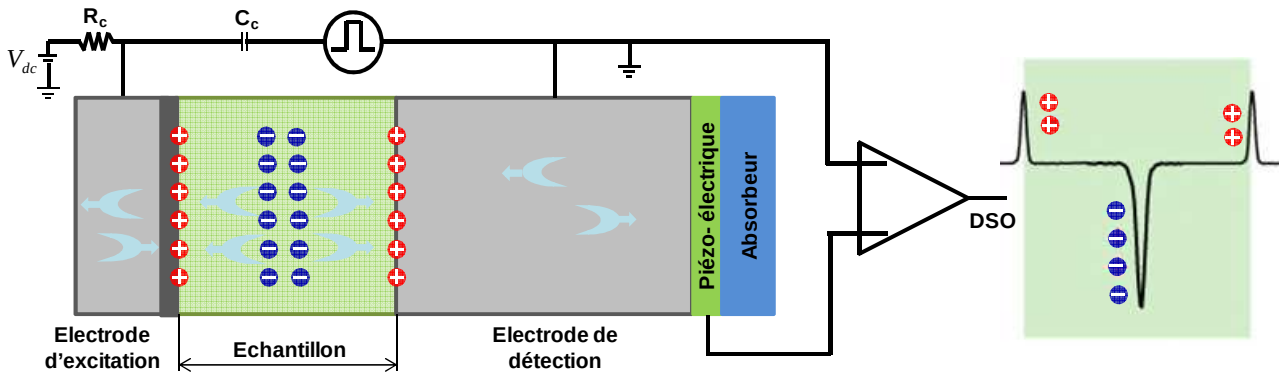


Figure 2-9 : Schéma de principe de la méthode PEA

La résolution spatiale dans le volume des échantillons est liée à la propagation de l'onde acoustique. Elle peut être améliorée en réduisant la largeur du signal acoustique. L'onde acoustique étant générée par l'application d'un champ électrique, la durée pendant laquelle le champ électrique est appliqué doit être inférieure à quelques nanosecondes pour générer une onde acoustique aussi étroite que possible. D'autres facteurs doivent être pris en compte comme par exemple la bande passante de l'oscilloscope, l'épaisseur des échantillons et la géométrie du capteur, puisque l'onde acoustique est détectée par un capteur piézoélectrique et son épaisseur est déterminant sur la résolution en volume du signal. Les systèmes classiques offrent généralement une résolution de l'ordre de 10 µm.

Afin de bien comprendre l'effet des décharges électrostatiques de surface du matériau diélectrique, un système PEA sans contact a été mis au point durant la thèse de Charlotte Perrin [PERR 07]. Au cours de nos travaux, nous avons implanté ce système de mesure sans contact dans l'enceinte d'irradiation Matspace en y apportant quelques améliorations. Ce dispositif permet d'effectuer des mesures de distribution de charge in-situ, c'est-à-dire entre deux périodes d'irradiation ou pendant la relaxation des charges sous vide (Figure 2-10).

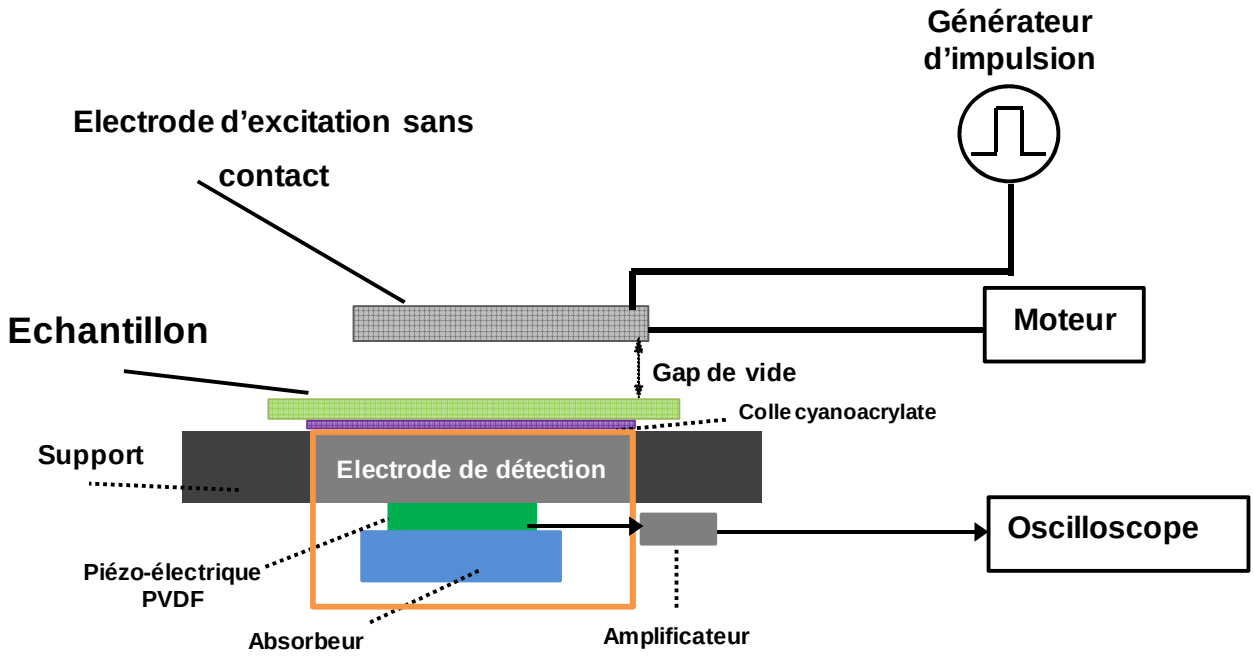


Figure 2-10 : Schéma de principe de la cellule PEA sans contact implantée dans l'enceinte Matspace

Pour la mesure sans contact sous vide mise en place dans notre laboratoire, l'échantillon à mesurer est maintenu sur l'électrode de détection par une fine couche de colle cyanoacrylate pour assurer une bonne transmission des ondes acoustiques entre l'échantillon et la partie de détection. Elle est facile à appliquer et s'élimine facilement à l'acétone.

L'impulsion de tension à partir d'un générateur d'impulsion pour sonder l'échantillon est appliquée par un ruban métallique placé au dessus de la surface de l'échantillon une distance de h. L'électrode excitatrice a été conçue de manière à pouvoir tourner dans un plan en parallèle au dessus de la surface de l'échantillon à cette distance. Le mouvement de l'électrode de la position irradiation à la position mesure et inversement est contrôlé par un moteur à pas. Il faut ainsi s'assurer que l'électrode d'excitation sans contact permet une transmission des impulsions à l'échantillon sans les déformer. Pour cela, l'adaptation d'impédance est à contrôler en fonction des épaisseurs des échantillons utilisés [PERR 07]. Il faut noter que la distance h doit être choisie en tenant compte de certains paramètres qui s'opposent comme la largeur du ruban et son impédance. En effet, pour ne pas trop réduire l'amplitude des impulsions qui atteignent la surface de l'échantillon la distance h doit être la plus petite possible. Cependant au cours des irradiations successives, le potentiel de surface de l'échantillon augmente et les risques de claquage entre la surface de l'échantillon et l'électrode s'amplifient. Pour cela il faut maintenir une valeur de h raisonnable. Nous avons évalué l'influence de la distance du gap d'air entre la surface de l'échantillon et l'électrode d'excitation sur l'amplitude de l'impulsion de tension transmissible à l'échantillon comme dans la Figure 2-11 :

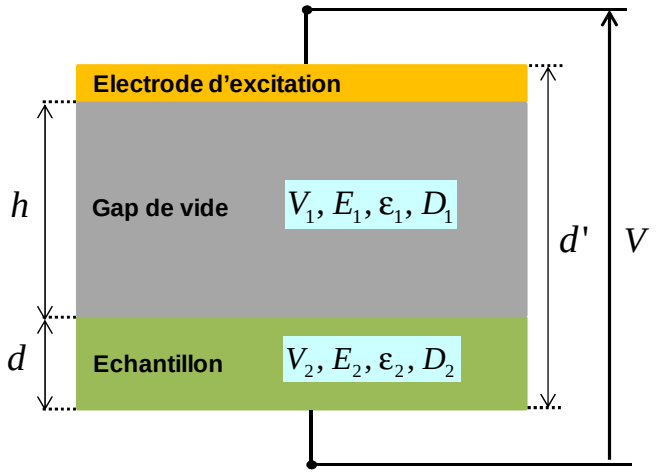


Figure 2-11 : Pont diviseur capacitif permettant le calcul de l'amplitude de l'impulsion appliquée à l'échantillon.

Nous considérons maintenant une région composée le gap d'air h et l'échantillon d'épaisseur d soumis à un champ électrique uniforme. En conséquence, le déplacement électrique D est identique pour ces deux couches. Cette configuration représente deux capacités en série correspondant au gap de vide et à un échantillon diélectrique lors du passage de l'électrode d'excitation à cet échantillon, de permittivité ε_1 et ε_2. L'application d'une impulsion de tension d'amplitude V $[Volt]$ à l'électrode d'excitation, à travers un gap de vide (ou d'air) donne une impulsion de tension réduite en surface de l'échantillon. Les paramètres E_1, V_1, D_1, E_2, V_2, D_2 sont respectivement le champ électrique, le potentiel, le déplacement électrique dans le gap du vide et dans l'échantillon. Les équations suivantes nous permettent de calculer l'impulsion de tension appliquée à la surface de l'échantillon :

$$D = D_1 = D_2 \Leftrightarrow \varepsilon_1 E_1 = \varepsilon_2 E_2 \qquad \text{Équation 2-6}$$

$$V = V_1 + V_2 = E_1 h + E_2 d \qquad \text{Équation 2-7}$$

Nous pouvons en déduire les valeurs de champ électrique, de tension vue à la surface de l'échantillon en fonction de la tension appliquée, des différentes constantes diélectriques et des épaisseurs des couches :

$$E_2 = \frac{U}{d'}\left[\frac{1}{\frac{h}{d'}(\frac{\varepsilon_2}{\varepsilon_1} - 1) + 1}\right] \qquad \text{Équation 2-12}$$

$$d' = h + d \,;\, V_2 = E_2 d \qquad \text{Équation 2-13}$$

Nous prenons l'exemple d'un échantillon PTFE de 200 µm d'épaisseur, grâce aux calculs effectués à partir des équations 2-6 et 2-7, le tableau 2-1 présente l'amplitude des impulsions de tension atténuées à la surface de l'échantillon lors d'une impulsion appliquée à l'électrode d'excitation de la cellule PEA sans contact.

Tableau 2-1. Amplitude des impulsions de tension appliquée à l'électrode d'excitation du système PEA sans contact et l'amplitude réellement vue par l'échantillon

Impulsion appliquée à l'électrode d'excitation V [*Volt*]	**Impulsion appliquée à l'échantillon** V_2 [*Volt*]			
	$h = 0{,}5\ mm$	$h = 1\ mm$	$h = 2\ mm$	$h = 2{,}5\ mm$
300	46	25	13	10
600	92	50	26	21
900	138	75	39	31

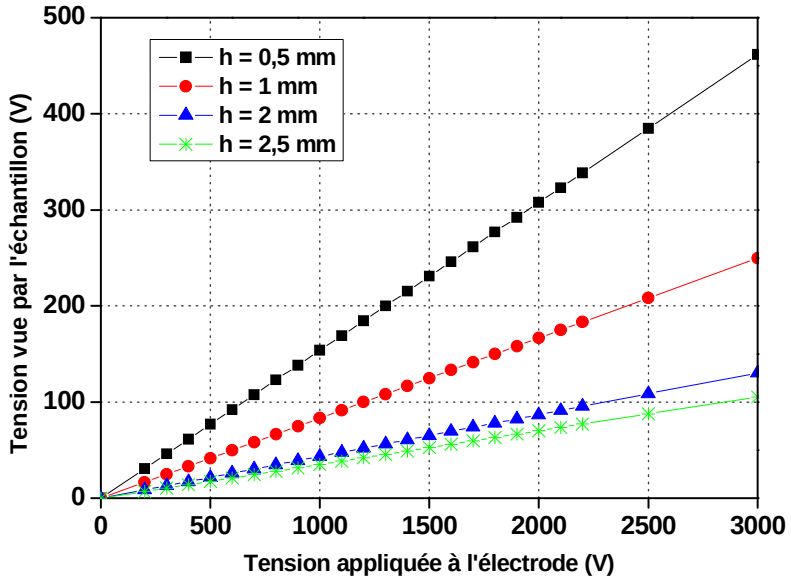


Figure 2-12 : Impulsion de tension vue par l'échantillon en fonction de celle appliquée à l'électrode supérieure du PEA sans contact

La Figure 2-12 présente pour les différentes distances h l'impulsion de tension vue aux bornes de l'échantillon en fonction de celle appliquée à l'électrode d'excitation. Le champ électrique E_2 créé dans l'échantillon par une impulsion de tension, donc l'amplitude des impulsions de tension appliquée à la surface de l'échantillon est inversement proportionnel à la distance h. Plus la distance entre l'électrode d'excitation et la surface de l'échantillon est élevée, plus l'amplitude de l'impulsion transmise à l'échantillon est faible.

D'après les travaux initiaux [PERR 07], un compromis nous amène à choisir la largeur de l'électrode d'excitation $W = 12{,}6\,mm$ et la dimension du gap de vide à $h = 2\ mm$. Nous avons réalisés des tests sur table pour des échantillons préalablement chargés avec la cellule PEA sans contact à l'air, l'objectif étant de montrer que des impulsions de telles amplitudes suffisent à obtenir des signaux PEA d'amplitudes convenables. Il est possible d'utiliser des impulsions de tension de 600 V pour sonder les échantillons de PTFE d'épaisseur de 200 µm.

Pour vérifier l'adaptation d'impédance de l'électrode d'excitation aux dimensions choisies, nous avons réalisé des mesures de profils d'impulsions sortant du générateur et en bout d'électrode. Pour cela, deux atténuateurs haute tension de type 102-GPL-20dB (impédance de 50 Ω) connectés en série sont utilisés pour visualiser le profil de courte durée et de haute tension avec un oscilloscope large bande type Lecroy 204MXi-A. Le générateur d'impulsion a été directement connecté à l'oscilloscope par l'atténuateur de la haute tension, le signal en sortie est enregistré dans la mémoire de l'oscilloscope pour le montage dit 'direct'. Dans le second montage dit 'indirect', le générateur d'impulsion a été branché en entrée de l'électrode sans contact. En sortie de l'électrode, l'oscilloscope est connecté pour visualiser l'impulsion de tension se propageant le long de cette dernière. La Figure 2-13 illustre les deux montages :

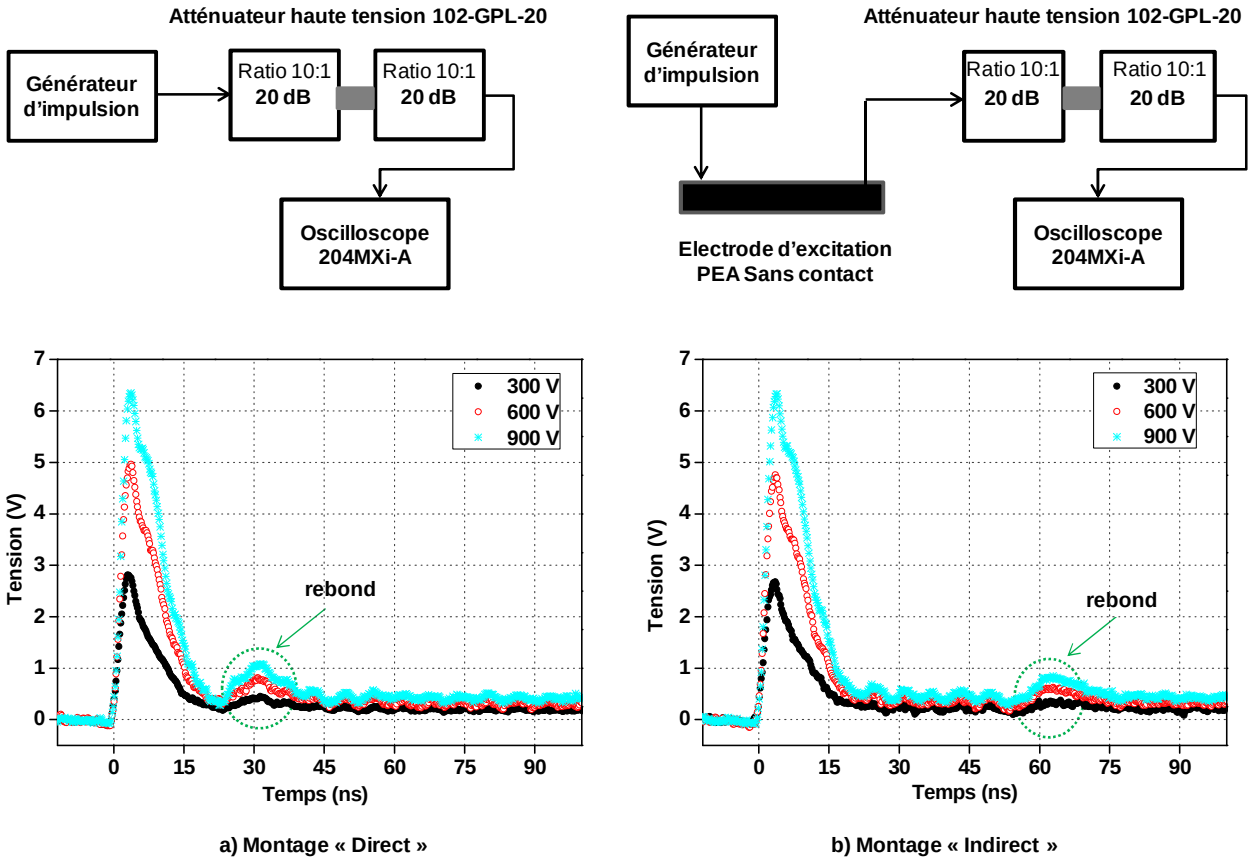


Figure 2-13 : Impulsion de tension mesurée (a) en sortie du générateur (montage direct) (b) en sortie de l'électrode PEA sans contact (montage indirect).

Le ratio entre le signal affiché à l'oscilloscope et la tension délivrée par le générateur est de 100 à cause des atténuateurs. Nous prenons ici un exemple de mesure réalisée avec le générateur d'impulsion développé au Laplace, basé sur des technologies FET [THOM 08b].

Trois tensions ont été testés 300 V, 600 V et 900 V Les impulsions de tension mesurées en sortie du générateur d'impulsion et en sortie de l'électrode PEA sans contact sont comparables, nous pouvons observer une bonne corrélation du point de vue de la forme de l'impulsion et de son amplitude. Par contre, sur la Figure 2-13b, les rebonds positifs sont repoussées plus loin par rapport avec ceux de la Figure 2-13a. Cela peut expliquer par l'impact de la longueur des câbles de transmission, les inter-connecteurs, ainsi que du passage BNC-HT présent dans le schéma de mesure indirect. Les rebonds peuvent traîner sur les signaux acoustiques tels qu'un phénomène de non retour à zéro du signal de référence ou l'augmentation des bruits induits. Il est possible d'utiliser un câble coaxial plus long pour pousser ces rebonds hors de la zone utile du signal [THOM 08a].

2.2.2. Dispositif de mesure LIMM

Dans l'enceinte d'irradiation un second dispositif de mesure de charge d'espace a été introduit. Il est basé sur la méthode LIMM 'Laser Intensity Modulation Method' initialement développé par Lang et Das-Gupta [LANG 86, LANG 04, PETR 04, PHAM 09c]. Elle consiste à exposer la surface de l'échantillon, muni d'une électrode opaque, à un faisceau laser modulé en intensité dont le but est de créer un gradient thermique à l'intérieur de l'échantillon. L'énergie du faisceau laser est alors absorbée par l'électrode exposée et la chaleur diffuse dans l'échantillon. Cela produit ainsi une distribution en température non uniforme qui interagit avec les charges présentes dans l'échantillon, que l'on veut déterminer, en produisant un courant pyroélectrique. A partir du courant mesuré (amplitude et phase par rapport à l'excitation thermique), il est possible de retrouver la distribution de charges dans l'échantillon par un détecteur synchrone. La LIMM offre une résolution spatiale en profondeur de l'ordre de 1 µm et est particulièrement adaptée aux échantillons peu épais (50 à 100 µm). Elle n'est pas destructrice est offre de bons résultats lorsque les charges sont localisées proche de la surface (jusqu'à 40 µm). Le dispositif expérimental Figure 2-14, appelé la LIMM classique, est complémentaire du dispositif PEA.

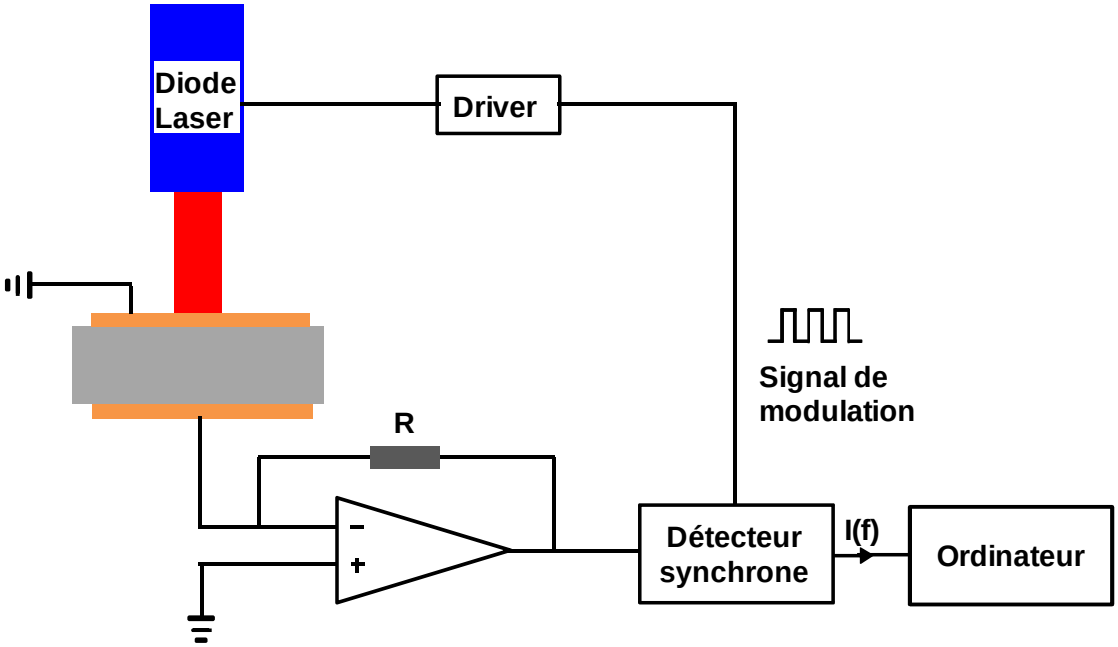


Figure 2-14 : Schéma de principe de la technique LIMM classique [PHAM 09a, PHAM 09b, GRIS 12]

L'échantillon à mesurer, métallisé sur ses deux faces, est placé dans une cellule de mesure entre deux électrodes en laiton. L'onde thermique générée par le faisceau laser à la surface de l'échantillon crée une dilatation thermique du matériau mais surtout une variation locale de la permittivité diélectrique. Ceci est à l'origine de la variation des deux charges images au niveau des électrodes, ce qui donne ensuite le courant pyroélectrique I_{cc} en conditions de court-circuit. Ce courant mesuré nous permet par déconvolution, en utilisant une modélisation de la température à l'intérieur de l'échantillon, de remonter à la fonction de charge r_z et en conséquence à la densité de charge par le biais du champ électrique interne. Les équations suivantes donnent les expressions du courant de court-circuit I_{cc} et de la charge r_z :

$$I_{cc}(f) = j\omega \frac{S}{L} \int_0^L r(z) T(z, f) dz \qquad \text{Équation 2-27}$$

$$r(z) = \alpha_p \, p(z) - \alpha_\varepsilon E(z) \qquad \text{Équation 2-28}$$

Nous retrouvons *f* [Hz] la fréquence de modulation du faisceau laser, *S* [m²] la surface du faisceau , *L* [m] l'épaisseur de l'échantillon, *T*(z,*f*) [K] la température simulée, *r(z)* [C.m^{-3}] la fonction de charge, *p(z)* [C.m^{-3}.K^{-1}] le coefficient pyroélectrique dans la direction de l'épaisseur de l'échantillon *z*, *E(z)* [V.m^{-1}] le champ électrique interne, α_p et α_ε [K^{-1}] respectivement le coefficient de dilatation thermique du matériau et le coefficient de dépendance à la température de la permittivité du matériau.

La cellule de mesure LIMM classique a été modifiée afin de la mettre en place dans l'enceinte d'irradiation. Elle a pour but de déterminer la distribution de charge dans l'échantillon irradié in-situ [BOUC 12, GRIS 12]. Le faisceau laser dédié à l'échauffement de l'échantillon est maintenant amené à l'intérieur de l'enceinte par une fibre optique via un passage sous vide. Le nouveau dispositif de mesure de la LIMM in-situ est présenté sur la Figure 2-15.

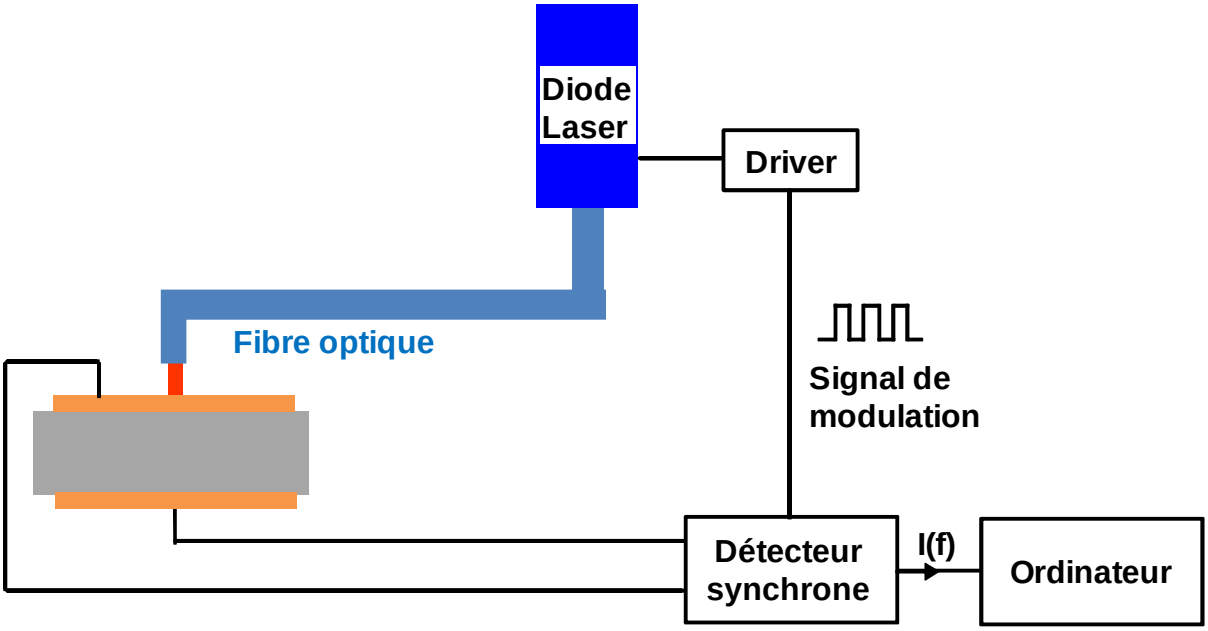


Figure 2-15 : Schéma de principe de la technique LIMM in-situ

3. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons décrit le dispositif d'irradiation développé au laboratoire et les différentes techniques implantées in-situ pour mesurer les charges d'espaces dans les échantillons irradiés sous faisceau d'électrons. La technique PEA a été sélectionnée pour ce travail. Le système de mesure PEA sans contact permet de réaliser des mesures de profil de charge entre deux périodes d'irradiation et de suivre la relaxation des charges sous vide. La configuration de l'échantillon irradié est proche de celle dans laquelle se trouvent les matériaux de revêtement spatiaux.

En complément des mesures par la technique LIMM seront réalisées. Ce dispositif est en cours d'implantation dans l'enceinte.

Chapitre 3

Analyse du traitement de signal de mesure PEA

1. Introduction

Pour l'étude de la distribution de charges d'espace dans l'échantillon irradié à partir de données expérimentales obtenues par la mesure PEA, un traitement de signal est nécessaire. Dans ce chapitre, une analyse approfondie de la méthode de déconvolution basée sur la caractérisation de la fonction de transfert du système PEA a été décrite. Notre étude analysera l'influence du choix du facteur de résolution sur le profil de charge obtenu. Généralement, un filtre gaussien est utilisé pour éliminer les bruits induits dans le profil de charge obtenu. Nous établirons la relation entre ce facteur et la fréquence de coupure du filtre. Un compromis entre la précision et la forme du signal déconvolué sera discuté.

2. Analyse du traitement de signal

2.1. Procédure du traitement de signal classique

Le principe du traitement du signal PEA est basé sur la caractérisation de la fonction de transfert du système de mesure, c'est-à-dire la réponse impulsionnelle du système. La tension électrique générée en sortie par le capteur $v_S(t)$ comporte l'information de la distribution des charges dans l'échantillon mesuré. Ce signal est un produit de convolution entre la densité de charge $\rho(t)$ et la fonction de transfert du capteur piézo-électrique de la cellule PEA $h_{PEA}(t)$, dans le domaine temporel t [LI 95] :

$$v_S(t) = \rho(t) * h_{PEA}(t) \qquad \text{Équation 3-1}$$

Avec $t = \dfrac{x}{v_{sa}}$

Où v_{sa} est la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans l'échantillon.

Dans le domaine fréquentiel, nous avons l'expression :

$$V_S(f) = R(f).H_{PEA}(f) \qquad \text{Équation 3-2}$$

Avec, $V_S(f)$, $R(f)$, $H_{PEA}(f)$ les transformées de Fourier de $v_S(t)$, $\rho(t)$ et $h_{PEA}(t)$. Le but est de retrouver la distribution de charge $R(f)$. Une seule inconnue qui doit être identifiée est $H_{PEA}(f)$. Cette étape est appelée la déconvolution. La réponse impulsionnelle du système PEA est caractérisée par la fonction de transfert du piézo-électrique. Elle est obtenue par une étape de calibration au cours de laquelle un signal de référence est enregistré. En général, un échantillon non chargé est utilisé et polarisé sous une tension continue V_{dc} de quelques kV. Nous pouvons donc contrôler la densité de charges capacitives aux interfaces électrodes/échantillon, respectivement $+\sigma_0$ et $-\sigma_0$. L'expression analytique est donnée pour un condensateur plan :

$$\sigma_0 = C_s.V_{dc} \;\; ; \;\; C_s = \frac{\varepsilon_0\varepsilon_r}{d} \;\Rightarrow\; \sigma_0 = \frac{\varepsilon_0\varepsilon_r.V_{dc}}{d} \qquad \text{Équation 3-3}$$

Avec C_s la capacité surfacique du matériau, ε sa permittivité et d son épaisseur. Le signal de référence due à la charge induite en sortie du capteur lors de l'étape de calibration dans le domaine fréquentiel est $V_{ref}(f)$. Il est exprimé comme :

$$V_{ref}(f) = R_0(f).H_{PEA}(f) \qquad \text{Équation 3-4}$$

Où $R_0(f)$ est la transformée de Fourier de la charge induite dans le domaine fréquentiel. En combinant les Équations de 3-2 à 3-4, nous obtenons la densité de charge dans le domaine fréquentiel :

$$R(f) = \frac{\varepsilon_0\varepsilon_r V_{dc}}{dv_{sa}}\left[\frac{V_s(f)}{V_{ref}(f)}\right] \qquad \text{Équation 3-5}$$

Finalement, la répartition de la charge en fonction de la profondeur de l'échantillon, $\rho(x)$, s'obtient par la transformée Fourier inverse :

$$\rho(x) = TF^{-1}[R(f)] = TF^{-1}\left(\frac{\varepsilon_0\varepsilon_r V_{dc}}{dv_{sa}}\left[\frac{V_s(f)}{V_{ref}(f)}\right]\right) \qquad \text{Équation 3-6}$$

La distribution de charge est obtenue en deux étapes : l'enregistrement de la référence au cours de laquelle nous obtenons $v_{ref}(t)$. $v_{ref}(t)$ est converti par transformée de Fourier en $V_{ref}(f)$. Le signal à la sortie $v_S(t)$ est converti en $V_S(f)$. L'Équation 3-6 permet de calculer la densité de charge en fonction de l'épaisseur de l'échantillon.

A partir de cette densité de charge électrique estimée, il est possible de retrouver le profil du champ électrique interne $E(x)$ et la distribution du potentiel électrique en fonction de l'épaisseur de l'échantillon $V(x)$:

$$E(x) = \int_0^d \frac{\rho(x)}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} dx \qquad \text{Équation 3-7}$$

$$V(x) = -\int_0^d E(x) dx \qquad \text{Équation 3-7}$$

La Figure 3-1 schématise l'ensemble de la procédure de traitement de signal du PEA. La calibration du signal a été faite avec la cellule de mesure PEA classique. Les données utilisées sont celles obtenues pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur avec une permittivité relative de 2,2 et une vitesse de propagation de l'onde acoustique de 1300 m/s. Le signal de tension est obtenu $v_S(t)$ en sortie du système PEA pour un échantillon non chargé et polarisé sous une tension de 3 kV avec des impulsions de tension de 400 V. Les charges aux interfaces électrodes-échantillon sont dues aux charges capacitives (Figure 3-1a). Le signal de référence $v_{ref}(t)$ composé par le premier pic de charge capacitive située à l'électrode de détection est présenté dans la Figure 3-1b. Ce signal permet d'identifier la fonction de transfert du système. La division spectrale entre ces deux signaux est réalisée en appliquant sur le signal de référence (au dénominateur dans l'Équation 3-5) un filtre de Wiener afin d'éliminer toute division par zéro. Le signal obtenu par division spectrale est ensuite multiplié par une constance $R(f)$, et représente sur la Figure 3-1c. Nous pouvons observer que le signal est fortement bruité à haute fréquence (> 100 MHz). Si la transformée inverse de Fourier est appliquée à ce signal, le signal utile du profil de charge sera masquée par la présence du bruit important. Généralement, un filtre passe-bas de type gaussien est nécessairement appliqué avant la transformée de Fourier inverse pour éliminer les parasites induits par des fréquences supérieures à la fréquence de coupure de ce filtre. En conséquence,

le signal après filtrage est caractérisé par la fréquence de coupure $f_c\ [MHz]$ (Figure 3-1d). Il faut noter que la fréquence de coupure du filtre gaussien devra être choisie soigneusement. C'est un point délicat de cette méthode de traitement de signal. Si la fréquence de coupure du filtre gaussien est trop élevée, le filtre ne peut éliminer qu'une partie du bruit induit sur le profil de charge obtenue. Inversement, lorsque cette fréquence de coupure est faible, le filtre élimine tout l'ensemble des parasites mais élimine également une partie du signal utile.

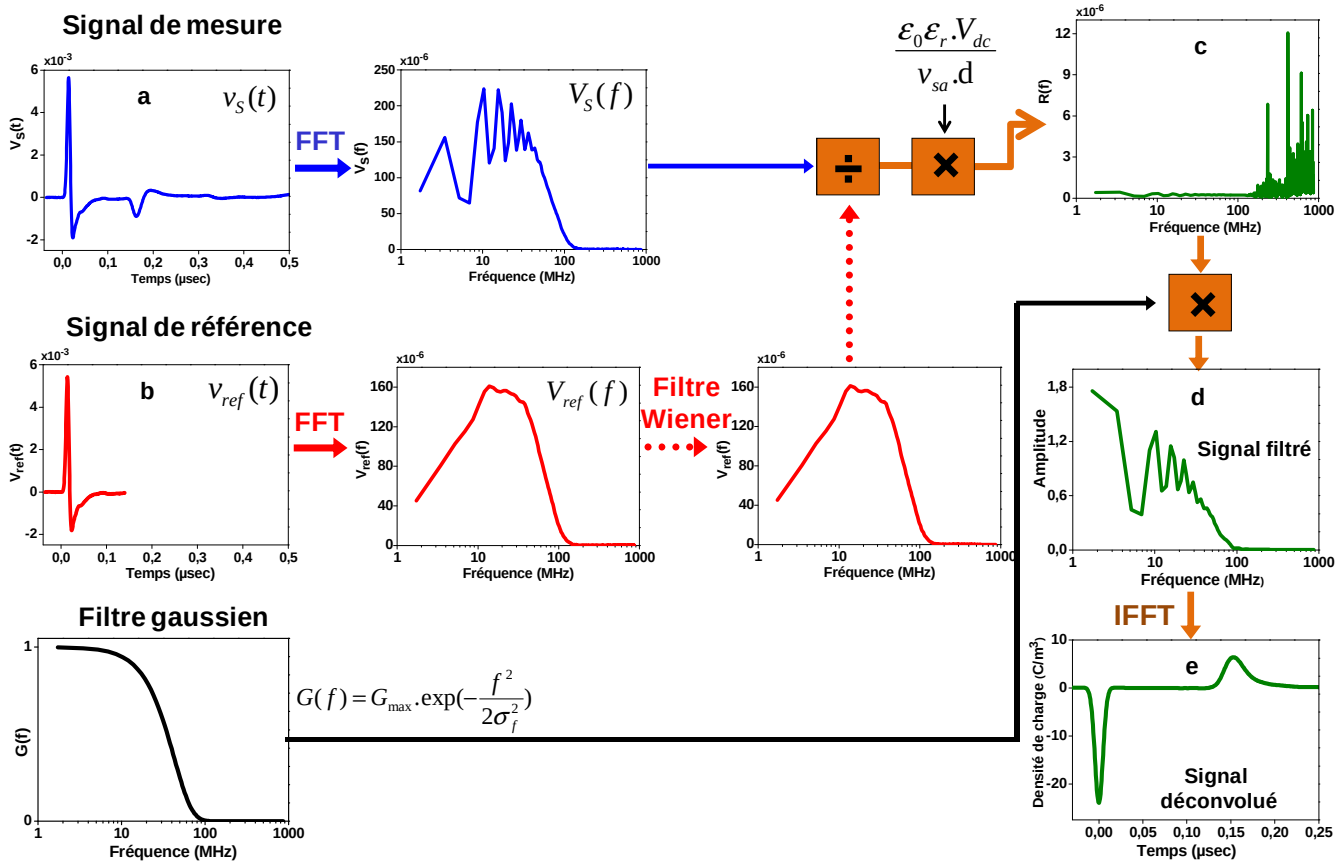


Figure 3-1 : Synoptique du traitement de signal PEA pour une cellule de mesure PEA classique

Dans notre étude, nous avons utilisé le logiciel d'acquisition du signal PEANUTS (Pulsed ElectroAcoustic NondestrUctive Test System) développé par Fivelab pour obtenir la distribution spatiale des charges dans l'échantillon. Il permet, à partir du signal enregistré à la sortie du détecteur piézo-électrique (signal visualisé sur l'oscilloscope), de recalculer et de visualiser instantanément la distribution spatiale de la densité de charge, du champ électrique et du potentiel. Dans ce logiciel, nous n'avons pas accès à la valeur de la fréquence de coupure du filtre gaussien mais au facteur de résolution $R\ [\mu m]$. Ce facteur est directement lié à la bande passante du système de mesure, donc à la fréquence de coupure du filtre

gaussien $f_c\,[MHz]$. Sur la Figure 3-1e, la distribution de charge a été calculée avec un facteur de résolution de 12 µm. Le but de ce travail est de déterminer le lien entre la fréquence de coupure du filtre gaussien et le paramètre $R\,[\mu m]$ défini dans le logiciel d'acquisition [GRIS 13].

2.2. Identification de la fréquence de coupure du filtre gaussien

La première approche consiste à faire varier le facteur de résolution R dans le logiciel PEANUTS de 1 µm à 12µm avec un pas de 1. Les profils de charges obtenues par la déconvolution sont présentés dans la Figure 3-2. Comme observé sur cette figure, si R diminue de 12 µm (signal en noir) à 1 µm (signal en vert), le pic négatif de charge capacitive devient plus étroit mais les oscillations importantes apparaissent sur la forme du signal de charge d'espace. Ces oscillations sont dues au bruit induit qui est superposé au profil de charge obtenu. Quand le facteur R diminue, la capacité de filtrage du filtre gaussien sur le profil de charge est aussi diminuée. Si le facteur de résolution égale à 1 µm, l'amplitude maximale des oscillations sur le profil de charge est de 15 % par rapport à l'amplitude du pic de charge négatif (la partie utile du signal calibré).

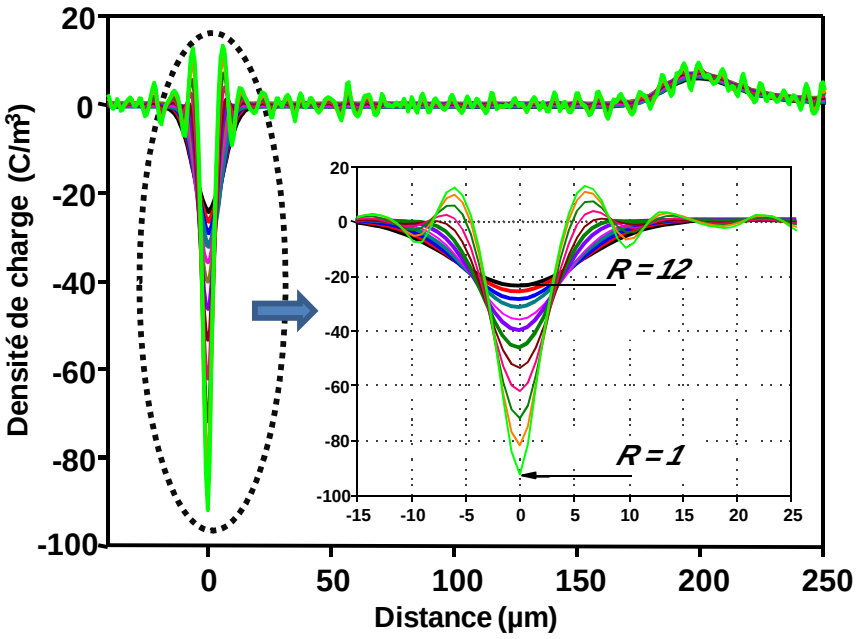


Figure 3-2 : Profil de charge obtenu pour un PTFE, polarisé sous 3 kV, en variant du facteur de résolution

Pour identifier la forme du filtre gaussien dans la méthode de déconvolution, le profil de charge après déconvolution est utilisé (Figure 3-1e). La transformation de Fourier inverse de ce dernier donne le profil de charge dans le domaine fréquentiel, c'est-à-dire le signal de FFT (Figure 3-1d). Le même calcul est effectué pour tous les profils obtenus pour les différentes valeurs du facteur $R\,[\mu m]$. Dans notre approche, nous considérons que pour une valeur de $R = 1\,\mu m$, le signal FFT $\rho_{R=1}(f)$ obtenu est sensiblement identique au signal avant filtrage car l'efficacité du filtre gaussien pour $R = 1\,\mu m$ est faible pour toute la gamme de fréquence utile. Les signaux FFT $\rho_{Ri}(f)$ correspondants aux valeurs du facteur de résolution $R = 2\,\mu m$ à $R = 12\,\mu m$ sont les signaux après filtrage en utilisant les filtres gaussiens caractérisés par la fréquence de coupure f_{ci}.

Finalement, nous considérons que les réponses du filtre gaussien $G_{Ri}(f)$ pour les différentes valeurs R_i sont données par l'expression :

$$\rho_{Ri}(f) = G_{Ri}(f).\rho_{R=1}(f) \qquad \text{Équation 3-8}$$

$$G_{Ri}(f) = \frac{\rho_{Ri}(f)}{\rho_{R=1}(f)} \qquad \text{Équation 3-9}$$

La Figure 3-3 illustre un schéma de la procédure d'identification du filtre gaussien. Dans les Figures 3-3a et 3-3b, nous retrouvons les signaux obtenus avant de filtrage dans le domaine spatial et fréquentiel. Dans la Figure 3-1d, nous retrouvons un exemple le signal FFT du profil de charge avec le facteur de résolution $R = 12\,\mu m$. La forme du filtre gaussien calculée à partir de l'équation 3-9 est donnée pour ce signal dans la Figure 3-3e.

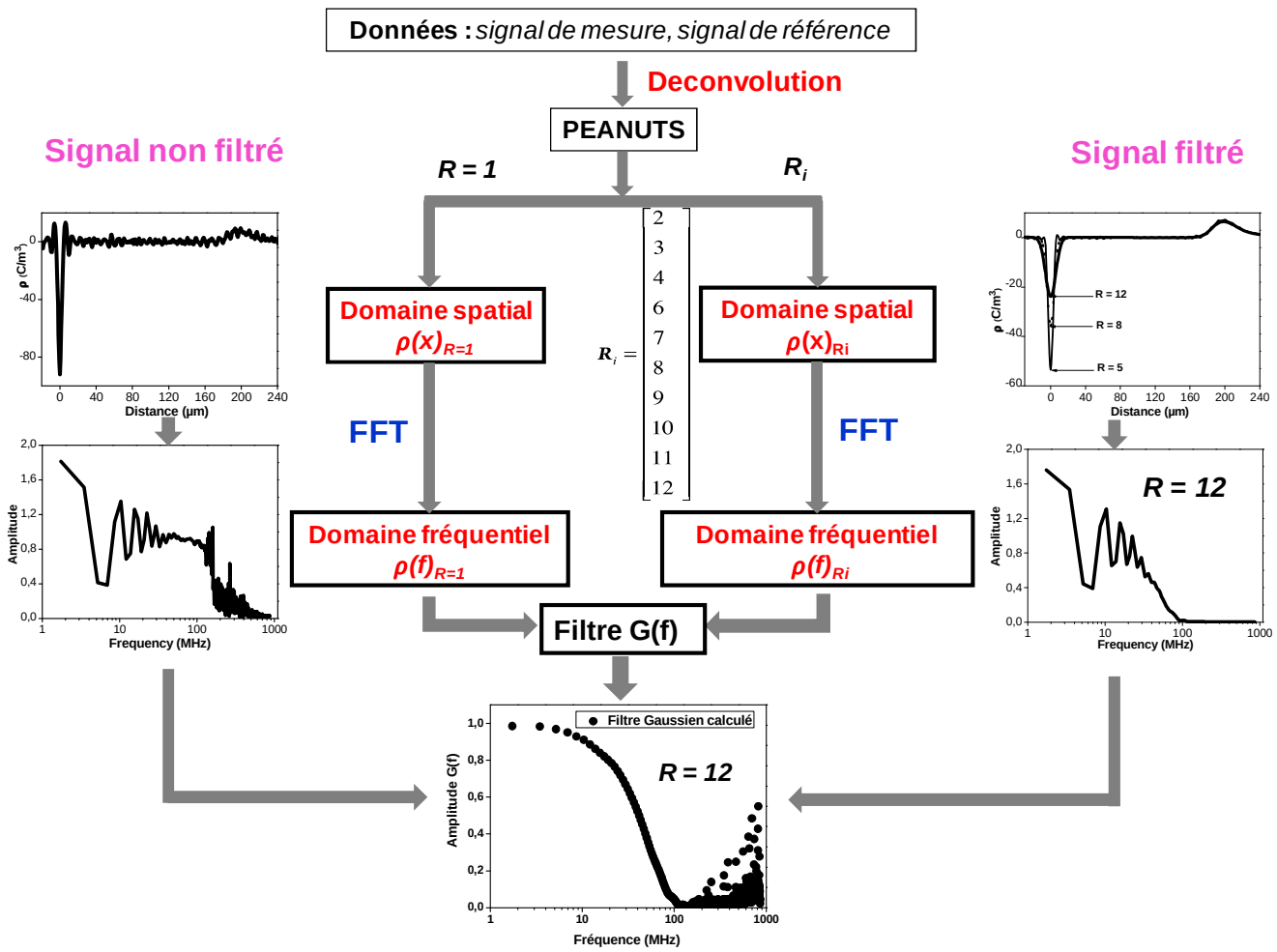


Figure 3-3 : Schéma représentatif de la procédure d'identification de fréquence de coupure du filtre gaussien

La fonction gaussienne peut également être définit dans le domaine fréquentiel $G(f)$ comme :

$$G(f) = G_{\max}.\exp(-\frac{f^2}{2\sigma_f^2}) \qquad \text{Équation 3-9}$$

Avec $G_{\max}$ l'amplitude maximum, σ_f la variable qui lie à la fréquence de coupure du filtre f_c tel que pour $f_c = \sigma_f$ à $G(f_c) = \frac{G_{\max}}{\sqrt{e}}$. La Figure 3-4 présente la forme calculée du filtre gaussien correspondant au facteur de résolution $R = 12\ \mu m$. En effectuant d'un ajustement de courbe calculée par la fonction gaussienne $G(f)$, nous pouvons déterminer la variable $\sigma_f = 30{,}5\ MHz$, c'est-à-dire que la fréquence de coupure du filtre gaussien utilisé est estimée à $f_c = 30{,}5\ MHz$. La même procédure de calcul de la fréquence de coupure du filtre

gaussien a été réalisée pour tous les profils de charge correspondant au facteur de résolution de 2 µm à 12 µm.

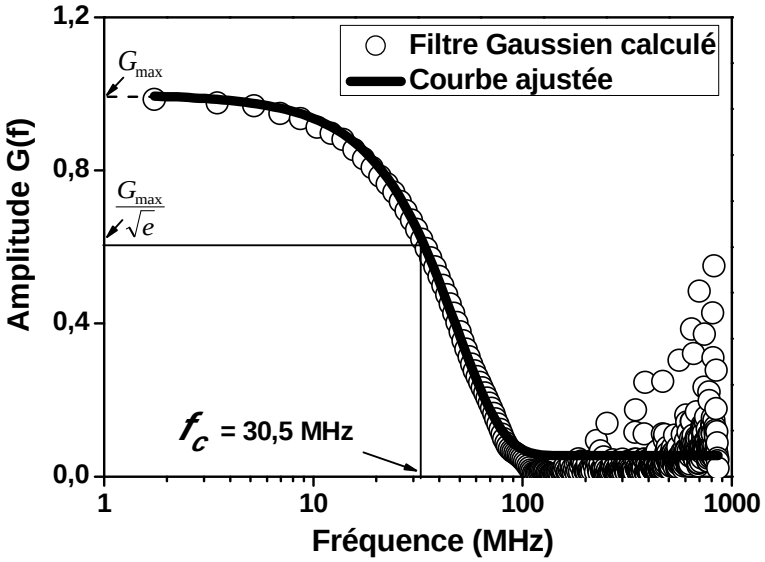


Figure 3-4 : Forme calculée du filtre gaussien (cercles) et courbe ajustée en utilisant la fonction gaussienne (ligne pleine) dans le cas du facteur de résolution $R = 12\ \mu m$

2.3. Identification du facteur d'étalement du profil de charge estimée

Expérimentalement, le profil de charge pour une charge capacitive au niveau des électrodes présente une forme étalée. Lorsque le facteur de la résolution choisi dans le logiciel PEANUTS augmente, le profil de charge mesuré tend à s'étaler d'autant plus. Pour toutes les valeurs du facteur de résolution utilisé, la forme des charges capacitives obtenues expérimentalement ne ressemble pas à une fonction Dirac comme considéré initialement [MAEN 88] mais elle a une forme qui ressemble à une gaussienne. Si nous assimilons le plan de charge capacitive à la distribution gaussienne, elle est modélisée comme :

$$\rho_\sigma(x) = \rho_{\max}.\exp(-\frac{(x-x_0)^2}{2\sigma_x^2}) \qquad \text{Équation 3-10}$$

Avec $\rho_{\max}$ l'amplitude maximale de la charge (la hauteur maximale de la gaussienne); x_0 la position du pic de charge ; σ_x la variance pour estimer le facteur d'étalement (la largeur de la gaussienne) qui correspond à une amplitude de $\frac{\rho_{\max}}{\sqrt{e}}$: $\Delta x = 2\sigma_x$.

La Figure 3-5 représente le pic négatif de charge capacitive obtenue à l'interface de l'électrode de détection-échantillon avec le facteur de résolution de $R = 12\ \mu m$ (carrées) en fonction de l'épaisseur de l'échantillon. Nous faisons un ajustement de ce pic de charge capacitive en utilisant de la distribution gaussienne (Équation 3-10). Cette courbe ajustée nous permet d'identifier l'étalement du pic de charge égale à $\Delta x = 11{,}85\,\mu m$. Finalement, le facteur d'étalement a été calculé pour tous les profils de charges correspondant aux facteurs de résolution variant de $R = 2\ \mu m$ à $R = 12\ \mu m$.

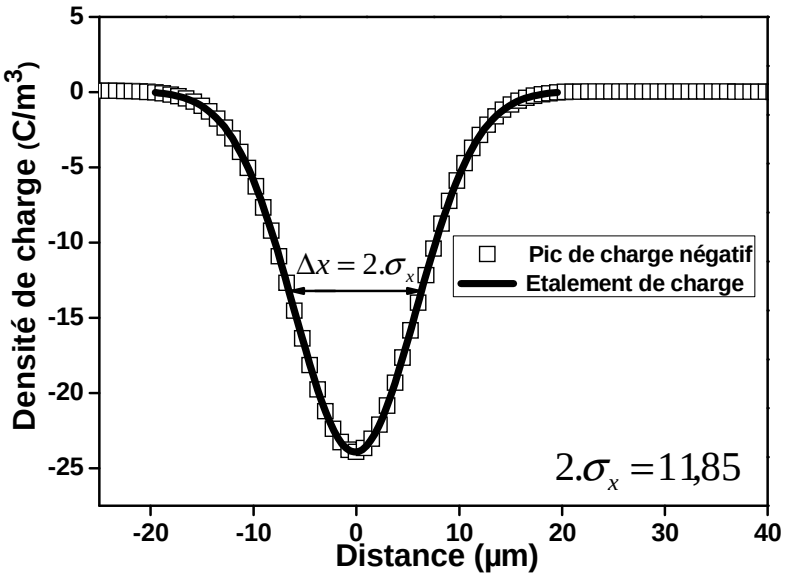


Figure 3-5 : Pic négatif de charge étalée pour un facteur de résolution $R = 12\ \mu m$ (carrées) et la courbe ajustée (ligne pleine) permettant de remonter le facteur d'étalement de charge $\Delta x = 11{,}85\,\mu m$.

2.4. Relation entre le facteur de résolution et le facteur d'étalement

Nous souhaitons établir un lien entre le facteur de résolution R et le facteur d'étalement de charge capacité Δx en fonction de la fréquence de coupure du filtre gaussien utilisé. Les résultats sont représentés dans le Tableau 3-1.

Tableau 3-1. Récapitulatif des valeurs expérimentales du facteur de résolution et du facteur d'étalement de la charge en fonction de la fréquence de coupure du filtre gaussien utilisé dans la déconvolution du signal de mesure PEA classique

f_c (MHz)	261	143	105,5	80,3	68	59	50,5	45	36,5	34	30,5
R	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Δx	3,85	4,50	5,80	5,36	6,15	7,04	7,98	8,94	9,91	10,88	11,85

Dans la Figure 3-6, le facteur de résolution et le facteur d'étalement du pic de charge par rapport à la fréquence de coupure du filtre gaussien sont reportés en échelle logarithmique.

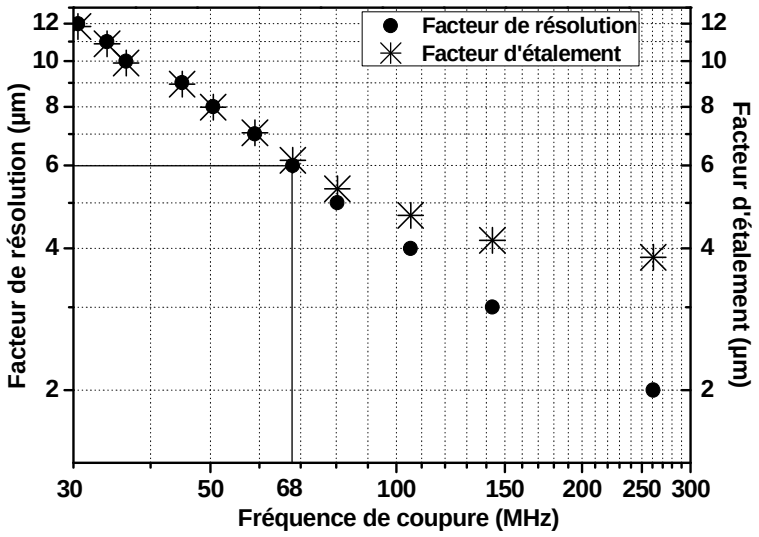


Figure 3-6 : Facteur d'étalement de charge capacitive au niveau de l'électrode inférieure et facteur de résolution par rapport à la fréquence de coupure du filtre gaussien

A partir de cette figure, il est observé que pour une fréquence de coupure du filtre gaussien de 68 MHz, qui correspond au facteur de résolution de 6 µm, il y a une convergence du facteur d'étalement et facteur de résolution. Au delà de cette valeur, nous observons une divergence des deux facteurs. Il est également observé que pour une bande passante élevée ($f_c > 68\,MHz$) correspondant au facteur de résolution inférieure à 6 µm, le pic de charge capacitive est plus fin mais le profil de charge calibrée présente beaucoup plus de bruit induit.

Cela produit une mauvaise estimation du profil de la densité de charge au sein de l'échantillon. Lorsque le facteur de résolution est supérieur à 6 µm, le profil de charge présente moins de bruit mais le pic négatif de charge est plus large. Pour $R = 6\ \mu m$ la même valeur du facteur de résolution et d'étalement est obtenue. Nous pouvons donc définir un bon compromis pour le facteur de résolution. Cette valeur est choisie pour la déconvolution du signal de notre système de mesure PEA classique.

2.5. Signal PEA expérimental enregistré sur des échantillons post-irradiation

Pour valider le choix du facteur de résolution, une série de mesures expérimentales de charge d'espace sur des échantillons post-irradiés a été effectuée. Des échantillons de PTFE de 200 µm d'épaisseur ont été irradiés avec un faisceau d'électrons mono énergétique dans la gamme [15, 100] keV pendant 10 minutes. A partir du courant de faisceau enregistré par la cavité de Faraday, nous pouvons déterminer les flux d'électrons émis pendant les irradiations (Tableau 3-2).

Tableau 3-2. Récapitulatif des conditions d'irradiation électronique d'un PTFE de 200 µm d'épaisseur post-irradiation

Energie (keV)	15	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Flux (pA/cm^2)	157	111	34	54	50	50	37	23	42	43

Après l'irradiation des échantillons, nous avons effectué les mesures de charge d'espace à l'air à la température d'ambiante avec la cellule PEA classique. Pour évaluer l'influence du paramètre défini R dans le traitement de signal, nous avons fait varier ce facteur R de 2 µm à 12 µm. L'évolution de la distribution de charge d'espace de ces échantillons pré-irradiés a été enregistrée. Deux catégories de résultats sont présentées en fonction de deux gammes d'énergie d'irradiation. Dans tous les cas, les profils de charges détectées en PEA ont montré un pic négatif dans l'échantillon dû aux charges implantées et deux pics positifs situés au niveau de l'électrode étant les charges images dues aux charges induites.

2.5.1. Énergie d'irradiation dans la gamme [15-50] keV

Le profil de charge obtenu est présenté dans la Figure 3-7 pour une irradiation sous 30 keV avec les différentes valeurs du facteur de résolution R. Les charges implantées sont localisées proche de la surface irradiée. Nous voyons que la position du maximum du pic négatif de charge varie fortement avec la valeur du facteur R. Elle s'approche de plus en plus vers l'électrode de détection, si le facteur de résolution diminue. Elle est détectée à environ de 13 µm pour une valeur $R = 12\ \mu m$ et se déplace à 8 µm pour une valeur de R de 4 µm. L'amplitude du pic de charge négative augmente. Les deux pics de charges de signe opposé (charge induite et charge implantée) deviennent plus étroits, la résolution du système est améliorée.

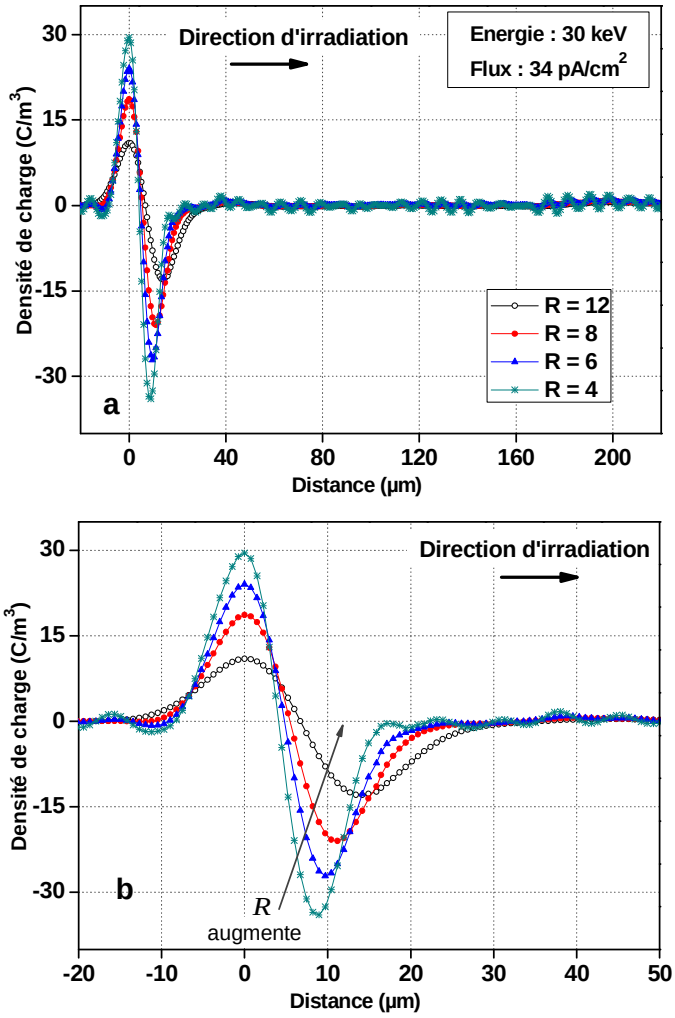


Figure 3-7 : a) Profil de la densité de charge d'espace dans un échantillon de PTFE 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV, avec un facteur de résolution varie de 4 à 12 µm et b) Zoom du pic de charge implantée et de charge induite.

Un autre changement a été observé, si nous nous intéressons à la densité de charge détectée en fonction du facteur de résolution, obtenue en intégrant l'aire sous les pics de charges négatives, nous trouvons une densité de charge de – 156 µC/m^2 correspondant à une valeur de $R = 12\ \mu m$ et de – 231 µC/m^2 correspondante à une valeur de $R = 4\ \mu m$. Alors, pour cette énergie d'irradiation, la position du pic de charges négatives détectées et leur quantité sont directement liées au choix du facteur de résolution, c'est-à-dire à la fréquence de coupure du filtre gaussien. Dans cette mesure, le facteur de résolution à 6 µm correspondant à la fréquence de coupure du filtre gaussien de 68 MHz utilisé est suffisant pour obtenir un bon profil de charge, dont la position du maximum de charge implantée égale à 9,7 µm et la quantité de charge estimée à -215 C/m^2.

La même remarque est faite pour tous les autres irradiations sous 15, 20 et 40 keV. Nous pouvons confirmer que pour la gamme d'énergie de [15-50] keV le choix du facteur de résolution est important sur l'interprétation des profils de charges d'espace obtenue. L'effet du facteur de résolution influence la position du maximum du pic de charge implantée, la quantité et l'amplitude du pic de charge estimée.

2.5.2. Énergie d'irradiation dans la gamme [50-100] keV

Lors des irradiations dans la gamme d'énergie de [50-100] keV, le pic négatif de charges est détecté plus profondément dans le volume de l'échantillon. La distinction des charges induites positives au niveau de l'interface échantillon-électrode de détection et des charges négatives injectées à proximité est alors bien claire. Dans la Figure 3-8, le profil de charge détecté après une irradiation sous 50 keV est montré en fonction du facteur de résolution.

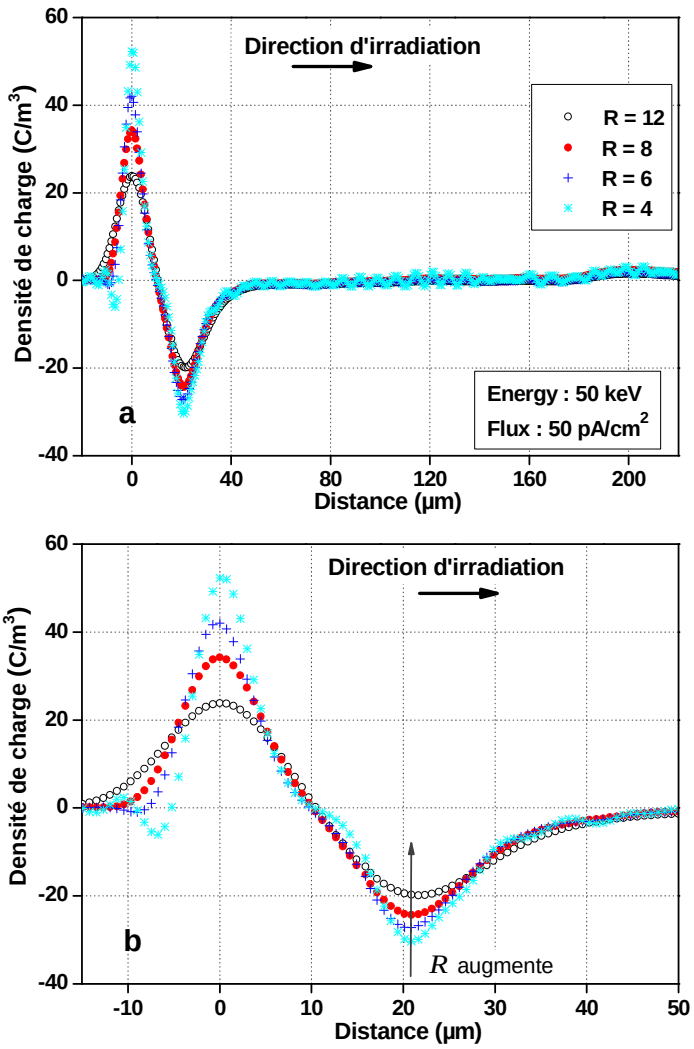


Figure 3-8 : a) Profil de densité de charge d'espace dans l'échantillon irradiée sous 50 keV, en fonction du facteur de résolution variant de 4 µm à 12 µm. b) Zoom du pic de charge implantée et de charge induite

Nous voyons ici que la position du maximum du pic négatif de charge implantée reste inchangée. Tandis que l'amplitude et la densité de charges implantées en intégrant l'aire sous les pics négatifs changent légèrement. De plus, comme observé sur la Figure 3-10b, les deux pics de charges en signe opposés (charges induites positives et charges implantées négatives) sont mieux séparés quand le facteur de résolution diminue.

Les profils de charge obtenue en fonction du facteur de résolution sont aussi analysés pour les irradiations sous 60, 70, 80 et 90 keV. Les charges implantées sont localisées en profondeur dans le volume de l'échantillon, la position du maximum du pic de charge négative reste inchangée. Quand le facteur de résolution diminue, la séparation du pic de charge image et de charge implantée est plus claire.

Sur la Figure 3-9, nous voyons le profil de charge de l'échantillon irradié sous 100 keV.

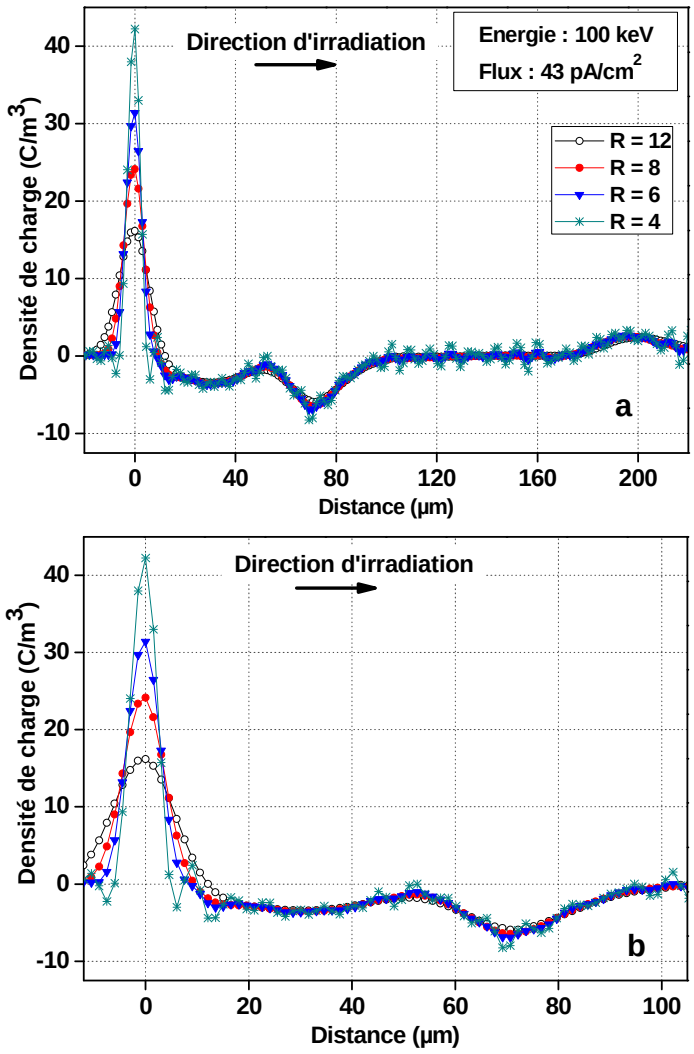


Figure 3-9 : Profil de densité de charge d'espace dans l'échantillon irradiée sous 100 keV en fonction du facteur de résolution variant de 4 µm à 12 µm; b) Zoom du pic de charge implantée et de charge induite

Nous constatons que les trois valeurs restent inchangées pour les facteurs R différents comme la position du pic de charge injectée, son amplitude et leur densité de charge calculée. Un seul paramètre, c'est l'amplitude du pic positif de charge induite à l'électrode de détection qui devient de plus en plus fin avec la diminution du facteur de résolution. La densité de charge positive calculée ne change pas. Avec un facteur de résolution inférieur de 6 µm, du bruit apparaît sur les charges estimées. Le bon choix pour notre mesure est d'utiliser le facteur de résolution à 6 µm qui permet d'obtenir un bon profil de charge avec la position du maximum du pic de charge implantée à environ 71 µm et leur quantité de charge estimée de -275,6 C/m^2.

Sur la Figure 3-10 nous avons reporté l'évolution de la position du maximum du pic de charge négative en fonction du facteur de résolution.

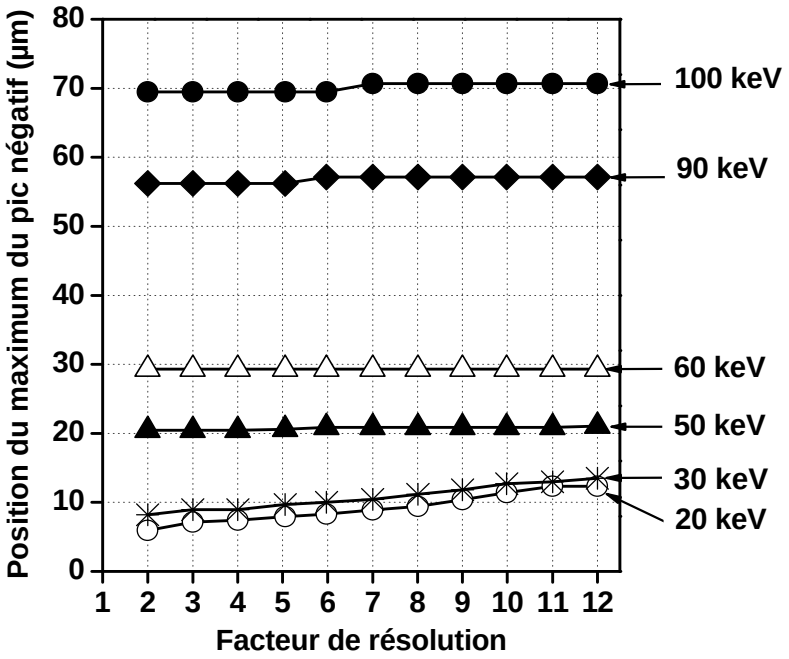


Figure 3-12 : Évolution de la position du pic négatif de charge selon le facteur de résolution

Pour les irradiations dans la gamme [15-30] keV, la position du maximum du pic de charge négative augmente avec le facteur de résolution. Nous pouvons en conclure que dans cette gamme d'énergie d'irradiation, la location des charges implantées est influencée par le choix du paramètre de résolution R, et en conséquence par la fréquence de coupure du filtre gaussien. En ce qui concerne les irradiations sous une énergie supérieure à 30 keV, les charges sont implantées plus profondément dans le volume de l'échantillon et la position du maximum du pic de charges négatives ne dépend plus de R. Nous avons conclu qu'il faut fixer et utiliser toujours la même valeur de $R=6\,\mu m$ pour des études de la distribution de charges d'espace.

De plus, pour des irradiations sous faibles énergies, les charges implantées sont localisées proches de la surface irradiée. Elles sont compensées par une partie des charges positives induites au niveau de l'électrode de détection à proximité. Le PEA ne mesurant qu'une densité nette de charge, il y a une difficulté pour déterminer précisément la quantité de charge implantée dans ce cas là.

3. Calibration du signal d'un système PEA sans contact

3.1. Enregistrement du signal de référence

Pour étudier les matériaux irradiés sous vide, la cellule PEA sans contact a été implantée. Notre travail dans un premier temps a consisté à analyser la calibration du signal de ce système. Dans la configuration sans contact, il n'est pas possible d'enregistrer un signal de référence en polarisant l'échantillon par l'application d'une haute tension à partir de l'électrode d'excitation flottante comme pour le système classique. Pour ce travail, un échantillon de PTFE non chargé de 198 µm d'épaisseur a été collé sur l'électrode de détection à travers une colle cyanoacrylate. L'échantillon est métallisé avec une couche d'or de 30 nm en face avant pour permettre l'application de la tension continue de polarisation en utilisant une petite électrode [PHAM 09b, NGUY 13]. Les impulsions de 900 V sont appliquées à partir de l'électrode d'excitation. Cette électrode est à 2 mm en dessus de la surface de l'échantillon. L'amplitude de l'impulsion pour sonder l'échantillon vu à la surface est de 39 V (tableau 2-1). Cette tension sonde est suffisante pour permettre d'enregistrer un signal de la référence. Le schéma de principe de cette procédure est représenté dans la Figure 3-11. Cette procédure a été réalisée à l'air, à la température d'ambiance.

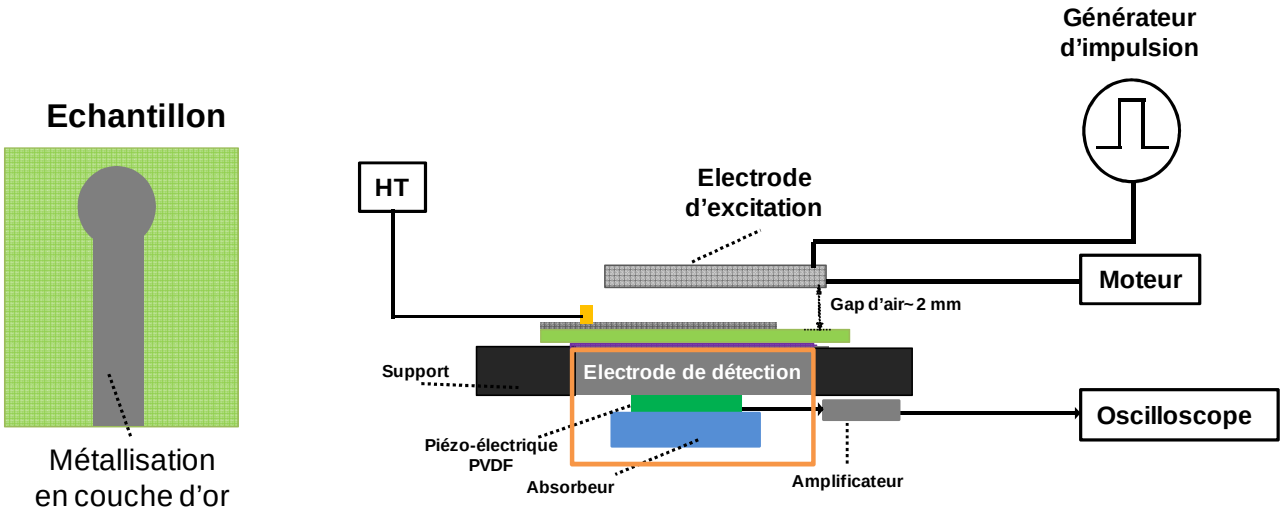


Figure 3-11 : Schéma d'une cellule PEA sans contact : configuration utilisée lors de l'enregistrement d'un signal de référence par l'application d'une tension de polarisation HT et des impulsions sondes (la surface métallisée de l'échantillon est exposée à l'électrode d'excitation).

Pour cette calibration du système de mesure, nous avons pris un facteur de résolution de 8 µm. Comme l'analyse du système PEA classique, cette valeur de résolution est suffisante pour obtenir un signal lissé. Dans cette configuration, il faut noter qu'il y a un phénomène de réflexion totale de l'onde acoustique à l'interface échantillon-couche métallisée [WADA 03, MAEN 04]. Pour interpréter précisément le profil de charge, le pic positif de charge au niveau de l'interface échantillon-couche de métallisation (à l'abscisse de 198 µm) doit être divisé par deux (Figure 3-12). Deux pics de charges capacitives de signe opposé correspondent à la charge négative à l'interface échantillon-électrode de détection et la charge positive à l'interface échantillon-couche de métallisation. Due à la caractéristique de l'atténuation du signal acoustique de l'échantillon PTFE, comme dans le cas du PEA classique, les deux plans de charges capacitives présentent un dissymétrique en amplitude.

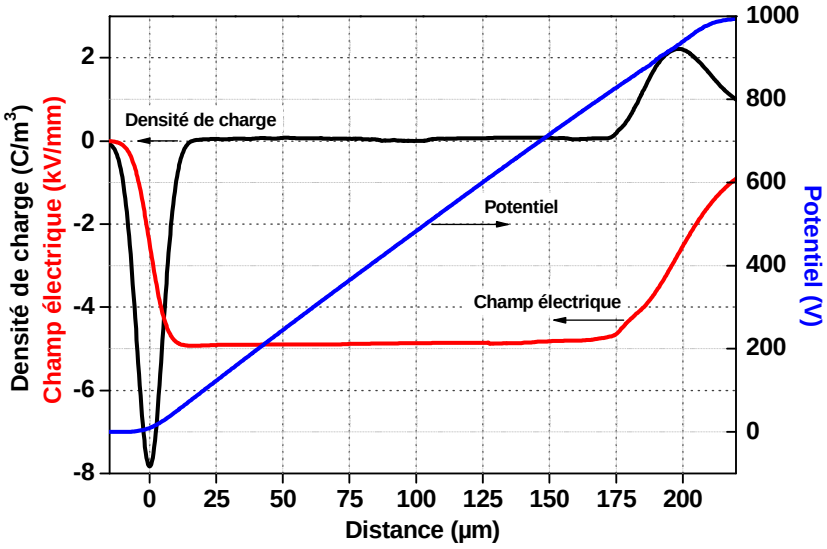


Figure 3-12 : Densité de charge, champ électrique et potentiel obtenus avec le système PEA sans contact sur un échantillon de PTFE d'épaisseur de 198 µm, polarisé sous une tension continue de 1 kV.

3.2. Relation entre le facteur de résolution et le facteur d'étalement

Comme pour la cellule PEA classique, nous souhaitons établir un lien entre le facteur de résolution R et le facteur d'étalement du profil de charge Δx. Pour ce faire, nous avons déterminé la valeur du facteur d'étalement pour les signaux enregistrés en faisant varier le facteur de résolution R de 2 µm à 12 µm. Les résultats sont représentés dans le Tableau 3-3.

Tableau 3-3. Récapitulatif des valeurs expérimentales du facteur d'étalement et la fréquence de coupure du filtre gaussien

f_c (MHz)	261	143	105,5	80,3	68	59	50,5	45	36,5	34	30,5
R	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12
Δx	1,81	2,39	3,44	4,68	5,76	6,72	8,015	9,01	10,01	10,99	11,98

Sur la Figure 3-13, nous avons tracé le facteur de résolution et le facteur d'étalement du pic de charge mesurée en fonction de la fréquence de coupure du filtre gaussien en échelle logarithmique.

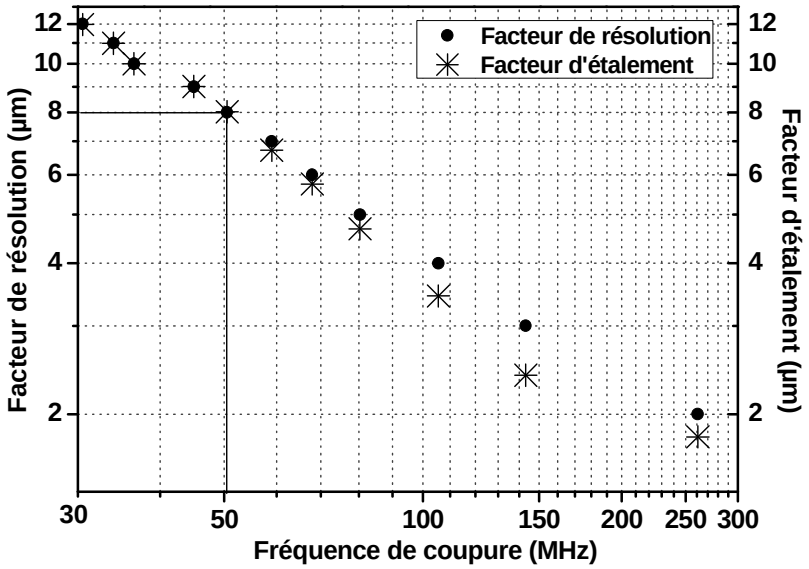


Figure 3-13 : Facteur d'étalement de charge capacitive au niveau de l'électrode de détection et facteur de résolution par rapport à la fréquence de coupure du filtre gaussien pour un système PEA sans contact

Dans cette configuration, nous observons que le facteur de résolution et la valeur de l'étalement sont identiques à partir de 8 µm. C'est donc cette valeur correspondant à la fréquence de coupure du filtre gaussien utilisé égale de 50,5 MHz que nous utilisons pour les études suivantes.

4. Calibration du signal PEA par PEADC

4.1. Interface graphique du logiciel

Le dispositif PEA installé dans l'enceinte d'irradiation ne permet plus d'utiliser le logiciel PEANUTS. En effet, l'oscilloscope choisi n'est pas compatible. Nous avons développé une nouvelle interface basé sur le même principe, appelé PEADC. Le logiciel de traitement de données PEADC, effectue le traitement numérique du signal électrique en sortie du PEA, issu du logiciel PEAdyn qui a été développé au sein de notre laboratoire [THOM 08a, THOM 08b]. Nous souhaitons utiliser ce logiciel sous contrainte continu en tension de polarisation ou sur les échantillons irradiés en volt-off. L'interface graphique a été réalisée à partir de la fonction 'guide' de Matlab, comme dans la Figure 3-14 :

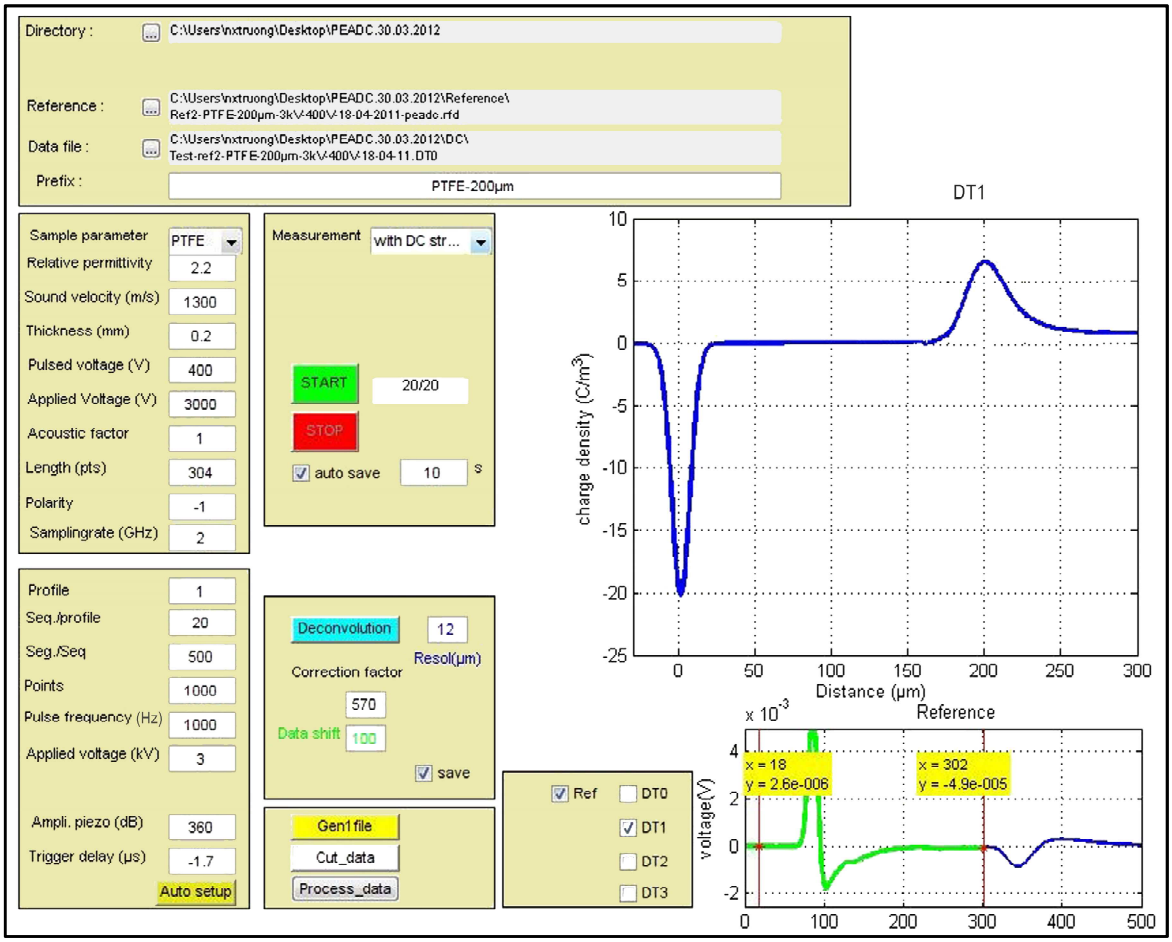


Figure 3-14 : Copie d'écran du logiciel PEADC

Pour le traitement du signal, il faut introduire dans l'interface les valeurs des paramètres comme la caractéristique de l'échantillon utilisé, la tension de polarisation, le réglage du générateur d'impulsion et de l'oscilloscope. A partir du signal enregistré en sortie du détecteur piézo-électrique de la cellule, quatre types de données sont fournis : signaux acoustiques moyennés (signaux bruts), le profil de densité de charge (signal déconvolué), le profil de champ électrique et le profil de potentiel.

Dans la Figure 3-15, nous retrouvons le profil de charge, de champ électrique et de potentiel obtenus par le logiciel PEADC enregistré en utilisant la cellule PEA classique. Un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur polarisé sous une tension continue de 3 kV et sondé avec des impulsions de tension de 300 V en amplitude et de fréquence de répétition de 1 kHz a été utilisé. Le résultat est similaire à celui obtenu par PEANUTS.

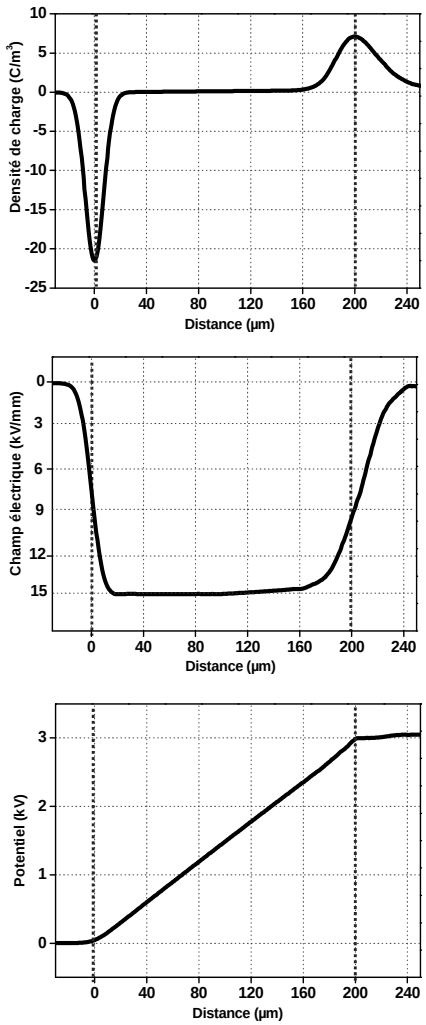


Figure 3-15 : Profils de charge, de champ électrique et de potentiel en utilisant le traitement des données PEADC ; référence d'un échantillon de PTFE non chargé de 200 µm, polarisé sous 3 kV.

4.2. Relation entre le facteur de résolution et la fréquence de coupure du filtre gaussien

La déconvolution des données brutes s'effectue selon l'équation de la méthode PEA (Équation 3-6). Les différentes transformées de Fourier et transformées de Fourier inverses se font à partir des fonctions de Matlab 'fft' et 'ifft'. L'équation utilise également les paramètres rentrés dans l'interface, notamment ceux relatifs au matériau étudié. En effet, au cours du calcul de l'équation 3-6, comme pour le traitement de signal faisant en PEANUTS, l'application d'un filtre passe-bas de type gaussien dans l'espace des fréquences est nécessaire. Le filtre gaussien $G(f)$ est défini dans l'espace fréquentiel par l'équation 3-9. La transformée de Fourier inverse $TF^{-1}[G(f)]$ donne dans l'espace temporel une gaussienne $g(t)$ avec la variable de temps σ_t comme :

$$g(t) = G_{t\,\max}.\exp\left(\frac{-t^2}{2\sigma_t}\right) \qquad \text{Équation 3-11}$$

σ_t est liée à la variable σ_f qui détermine la fréquence de coupure du filtre gaussien : $\sigma_f = \frac{1}{2\pi\sigma_t}$. A partir de la gaussienne (Equation 3-11), nous pouvons définir un facteur de résolution dans l'espace temporel $R_t = 2\sigma_t$. Pour la déconvolution de signal PEADC, le paramètre du facteur de résolution qui est introduit dans l'interface (Figure 3-14), a une relation avec la fréquence de coupure du filtre gaussien utilisé par la formule :

$$f_c = \sigma_f = \frac{1}{2\pi\sigma_t} = \frac{v_c}{\pi R} \qquad \text{Équation 3-12}$$

Avec v_c la vitesse de propagation des ondes acoustiques dans l'échantillon.

Le facteur de résolution en fonction de la fréquence de coupure du filtre gaussien a été reporté sur le tableau 3-4.

Tableau 3-4. Récapitulatif des valeurs expérimentales du facteur d'étalement et de la fréquence de coupure du filtre gaussien

f_c (MHz)	207	138	104	82,8	69	59	52	46	41,4	37,6	34,5
R	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12

La Figure 3-16 présente la relation entre le facteur de résolution et la fréquence de coupure du filtre gaussien pour le traitement de signal PEADC. En effet, le facteur de résolution est choisi dans l'interface du PEADC par l'utilisateur pour rendre lisse les profils de charges. Il représente la largeur à mi-hauteur de la charge capacitive aux électrodes de PEA. Ceci ne représente pas la résolution absolue de la méthode PEA, c'est-à-dire l'étalement de la charge capacitive, qui elle est régie par la largeur d'impulsion et de l'épaisseur du capteur piézo-électrique de la cellule PEA.

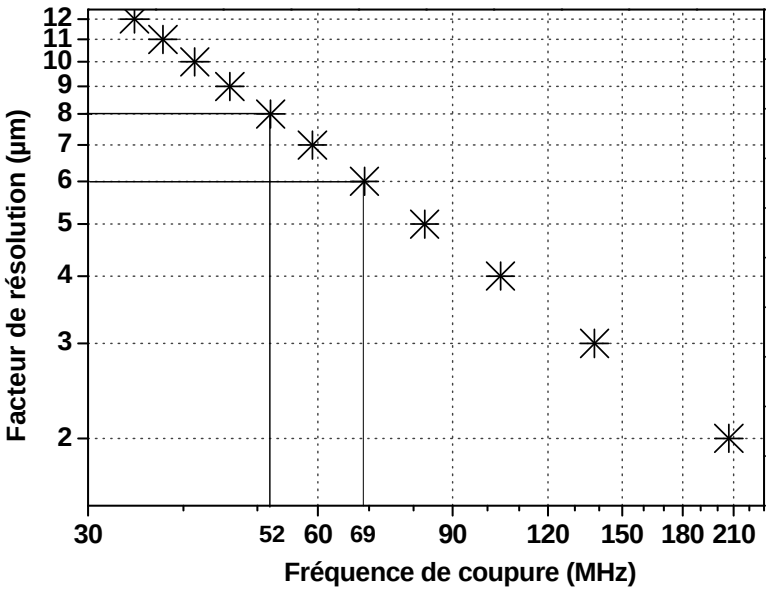


Figure 3-16 : Facteur de résolution en fonction de la fréquence de coupure du filtre gaussien pour le traitement des données PEADC

Comme observé sur la Figure 3-16, le facteur de résolution $R = 6\,\mu m$ correspond à une fréquence de coupure du filtre gaussien de 52 MHz. En comparaison avec l'analyse du traitement de signal par le logiciel PEANUTS, nous voyons qu'il est possible d'utiliser cette valeur pour le traitement de signal de notre système de mesure PEA classique en utilisant le PEADC. Pour le traitement de signal sur le système de mesure PEA sans contact, nous utilisons un facteur de résolution à 8 µm dans le PEADC.

Nous reprenons un exemple de traitement de signal avec le système de mesure PEA classique. Une procédure de traitement de signal similaire à celle présentée précédent, pour le traitement des données à partir du logiciel PEANUTS est réalisée avec le logiciel PEADC. Dans la Figure 3-17, nous présentons quatre profils de charges estimées en fonction des différentes valeurs de la fréquence de coupure du filtre gaussien utilisé.

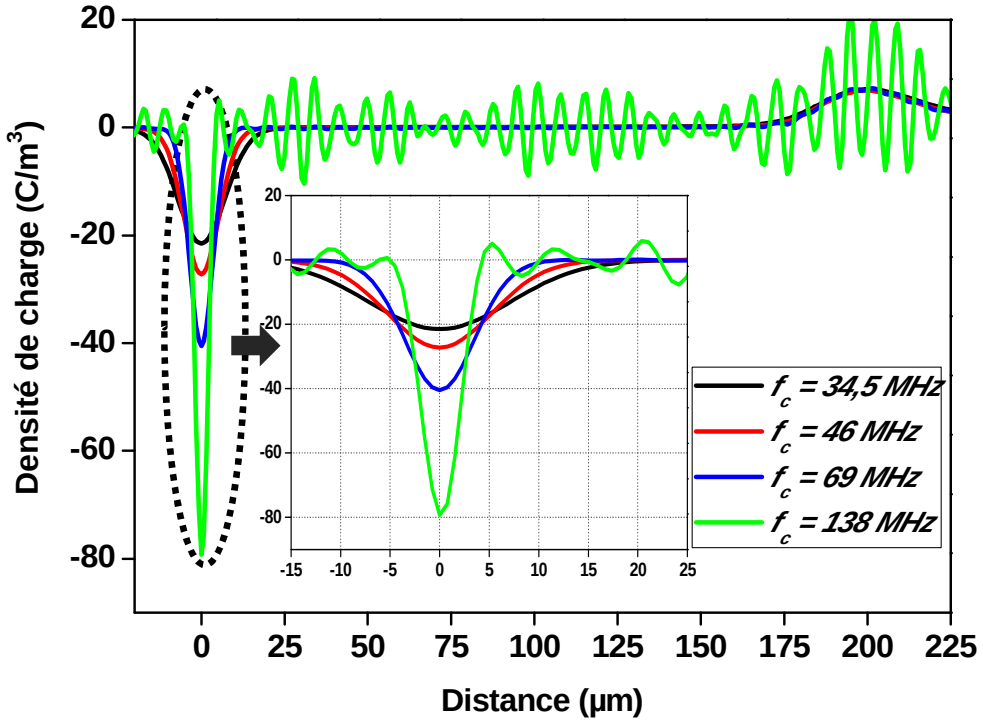


Figure 3-17 : Distribution de la charge estimée en fonction des différentes valeurs de la fréquence de coupure du filtre gaussien en utilisant le logiciel PEADC pour le traitement des données dans la Figure 3-15.

Il est évident qu'une bande passante élevée ($f_c = 138\,MHz$, signal en vert), permet d'améliorer la résolution du signal obtenu mais le bruit superposé sur le profil de charge est important. A l'inverse, lorsque la fréquence de coupure du filtre de gaussien diminue $f_c = 34{,}5\,MHz$, signal en noir, ce filtre élimine l'ensemble des oscillations dans le profil de charge, mais il élimine également une partie du signal utile. Il est nécessaire d'effectuer un choix de fréquence de coupure du filtre gaussien en faisant un compromis entre la précision et le lissage du signal la mesuré. Le choix est important puisqu'il est directement lié à la résolution finale de la mesure. Dans ce cas un facteur de résolution $R = 6\,\mu m$ correspondant à la fréquence de coupure du filtre gaussien $f_c = 69\ MHz$ est suffisant pour obtenir un bon signal calibré.

5. Conclusion

Pour caractériser la distribution de charge au sein de l'échantillon irradié par faisceau d'électrons, la méthode de mesure PEA a été utilisé. L'analyse du traitement de signal issu des données expérimentales des échantillons a été étudiée pour deux configurations de mesures : PEA classique et PEA sans contact.

Une analyse approfondie de la technique de traitement de signal a été réalisée pour comprendre l'importance du choix du facteur de résolution qui apparait dans les logiciels de traitement de signal PEANUTS. Le rôle important du facteur de résolution était primordial et appréciable pour le profil de charge obtenue lors que les charges injectées sont localisées proche de la surface. Le facteur de résolution est lié au filtre gaussien qui est utilisé dans le but d'éliminer les bruits induits pour la division spectrale des signaux dans la procédure de la calibration. Un bon compromis a été consisté à choisir la même valeur du facteur de résolution prédéfini dans le logiciel et le facteur d'étalement de la charge estimée, soit égale à 6 µm. L'étude préliminaire post-irradiation à l'air sur des mesures expérimentales a montré que le choix du facteur de résolution est en particulier important pour l'analyse et l'interprétation du signal lorsque la charge est localisée près de la surface.

A partir de l'approche précédente, nous avons également calibré un signal pour le système de mesure PEA sans-contact. Pour laquelle, en considérant que le système offre la même bande passante par rapport avec celle de la cellule PEA classique, le facteur de

résolution et le facteur d'étalement de la charge estimée en fonction de la fréquence de coupure du filtre gaussien ont été observé. Un bon compromis a été considéré à la convergence entre ces deux facteurs à 8 µm.

Le logiciel d'acquisition PEANUTS n'est plus adapté au dispositif installé dans l'enceinte d'irradiation. Il est intéressant de développer un logiciel que nous pouvons adapter et modifier à notre besoin, appelé PEADC. Une analyse de la calibration a abordé sur la relation entre le facteur de résolution utilisé et la fréquence de coupure du filtre gaussien. La conclusion montre que dans ce logiciel, il est possible d'utiliser la même valeur du facteur de résolution et de la fréquence de coupure dans le PEANUTS pour deux systèmes de mesure PEA classique et PEA sans contact.

Chapitre 4

Analyse de la distribution de charge d’espace dans les films PTFE irradiés

1. Introduction

Dans ce chapitre, nous analyserons les phénomènes de transport et d'accumulation de charges dans les échantillons de PTFE irradiés par faisceau d'électrons. Nous présenterons les mesures effectuées par la méthode PEA sans contact, entre deux périodes d'irradiation. En complément, nous présenterons les mesures de charges d'espace avec la technique LIMM. Les résultats obtenus par ces deux techniques ont mis en évidence leur complémentarité et sont comparés avec les données théoriques.

Nous décrirons les parcours théoriques des électrons dans le volume de l'échantillon. Les calculs des trajectoires et des profondeurs de pénétration des électrons primaires sont effectués par un programme de simulation Casino. Une analyse de la distribution de charge d'espace en fonction de l'énergie d'irradiation est effectuée pour des échantillons de PTFE irradiés par des irradiations monoénergiétiques et sous l'effet cumulatif des irradiations progressives. Enfin, des mesures pour un échantillon irradié à faible énergie en fonction du temps sont observées.

2. Simulation des trajectoires d'électrons dans les matériaux diélectriques

2.1. Interaction d'électron-matière et simulation Monte Carlo

L'interaction électron-échantillon peut être décrite par deux types de phénomène : la collision élastique et la collision inélastique. Les électrons primaires du faisceau du canon qui provoquent des collisions élastiques avec des atomes de l'échantillon ne perdent pas d'énergie, seule la direction de ces électrons est modifiée avec un angle entre 0 et π. La collision inélastique implique un transfert d'énergie des électrons primaires à des électrons d'une couche atomique interne ou externe des atomes de l'échantillon. Ce type de collision ne modifie pas la trajectoire des électrons, mais il est responsable de toutes les pertes énergétiques des électrons primaires.

Au grès de ces deux interactions, les électrons primaires empruntent des parcours aléatoires dans la cible jusqu'à la perte totale de leur énergie cinétique. La zone dans laquelle les électrons évoluent occupe un volume ayant la forme d'une poire. Les dimensions latérales

de ce volume peuvent varier de quelques dizaines de nm à quelques µm selon l'énergie du faisceau électronique primaire. Généralement la profondeur de ce volume est appelée profondeur de pénétration des électrons primaires dans le matériau de la cible.

Pour simuler l'interaction électron-isolant, une technique Monte Carlo est utilisée. Elle est basée sur une approche statistique pour le calcul numérique d'intégrale [CLUZ 10, DAPO 03, DROU 98, USHE]. Cette méthode requiert la connaissance des distributions de probabilités régissant les interactions des particules dans la matière afin de simuler aléatoirement et individuellement les trajectoires et les dépôts d'énergie de chaque particule étape par étape. Pour calculer la trajectoire de chaque électron dans le matériau, il faut connaître leur énergie initiale, l'angle de diffusion des électrons ainsi que la densité de la cible. Ce calcul effectué pour un grand nombre d'électrons, quelques milliers, donne une réponse statistique au problème. On s'efforce de simplifier le calcul à l'extrême en ne considérant comme aléatoire qu'un seul processus, la diffusion élastique. C'est en effet ce processus qui est à l'origine de l'essentiel de la déflexion des trajectoires électroniques dans la matière et de la forme générale du volume d'interaction qui en résulte. Les processus inélastiques sont responsables de la perte d'énergie des électrons au cours de leur parcours, et donnent lieu principalement à des diffusions aux petits angles (dix fois moins importantes que dans le cas de la diffusion élastique), ce qui permet de négliger leur influence sur la forme générale du volume d'interaction [BRIS 08].

Dans le programme de Monte Carlo, toutes les pertes d'énergies de l'électron sont englobées dans un modèle de perte d'énergie continue. Il définit le 'pouvoir d'arrêt' du matériau de la cible, comme la fraction d'énergie que l'électron perd par unité de distance parcourue dans la cible dx. Le modèle le plus répandu pour le calcul du taux de perte d'énergie est celui de Bethe, pour des électrons incidents d'énergie $E \geq 10\,keV$ [JOY 89, DROU 98] :

$$\frac{dE}{dx} = -785.\frac{\rho Z}{AE}\ln\left(\frac{1{,}166E}{J}\right) \qquad \text{Équation 4-1}$$

Avec $\frac{dE}{dx}\,[eV\,/\,A]$ le pouvoir d'arrêt, Z le nombre d'électrons de l'atome cible, A le numéro atomique du matériau de la cible, $\rho[g/cm^3]$ la densité de la cible, et $J\,[eV]$ la valeur moyenne de l'énergie d'excitation d'ionisation du matériau de la cible.

2.2. Calcul des trajectoires d'électrons dans le PTFE par Casino

Pour une irradiation électronique du matériau diélectrique considéré et pour une énergie donnée, notre but est d'estimer la profondeur de pénétration théorique des électrons du faisceau dans le matériau irradié. Le programme de simulation Casino (monte-Carlo Simulation of electroNs in sOlids) est utilisé [DROU 07, HOVI 97a, HOVI 97b, HOVI 97c]. Comme son nom l'indique, il est basé sur la méthode de Monte Carlo. Il permet de faire un calcul approximatif de la trajectoire des électrons et de donner la profondeur de pénétration maximale des électrons dans le matériau.

Le logiciel Casino, version 2.42 en deux dimensions axisymétriques, s'attache au calcul microscopique de la trajectoire d'un électron unique, interaction après interaction. Plusieurs centaines de milliers de trajectoires peuvent être calculées lors d'une simulation. La simulation d'une trajectoire d'un électron primaire peut se séparer en trois phases: la pénétration initiale de l'électron dans la cible sans subir de déviation angulaire, puis le régime permanent de diffusion et enfin la fin de la trajectoire. Cette dernière a lieu lorsque l'énergie de l'électron incident du faisceau primaire passe en dessous d'un seuil de 50 eV. C'est la limite de validité du modèle permettant de calculer le pouvoir d'arrêt, modèle choisi d'après les travaux de Joy et Luo et défini par l'Equation 4-1. En dessous de cette énergie, l'électron primaire est considéré comme thermalisé [JOY 89]. Les paramètres d'entrée de la simulation considérés sont les suivants :

- le nombre d'électrons simulés : en effet, pour générer un résultat précis, plusieurs dizaines de milliers de trajectoires doivent être simulées. Dans notre cas, nous avons fait des calculs avec 40000 particules.

- la trajectoire d'un électron ou la profondeur de pénétration maximale d'un électron dépend de son énergie. L'énergie de l'électron varie entre 10 et 100 keV dans notre simulation.

- l'angle entre la direction d'incidence du faisceau d'électrons et la normale à la surface de l'échantillon α. Le faisceau d'électrons arrive perpendiculairement à la surface de l'échantillon ($\alpha = 0$), le volume d'interaction est symétrique et la profondeur de pénétration de la trajectoire est maximale. Par contre, si $\alpha \neq 0$, le volume d'interaction est asymétrique et la trajectoire de l'échantillon est moins

profonde. Dans notre cas, nous considérons le faisceau d'électrons est perpendiculaire à la surface de l'échantillon.

- la composition chimique du matériau de la cible. Dans notre cas, nous utilisons le PTFE.

La Figure 4-1a représente la simulation des trajectoires de 40000 électrons de 30 keV pénétrant dans un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur.

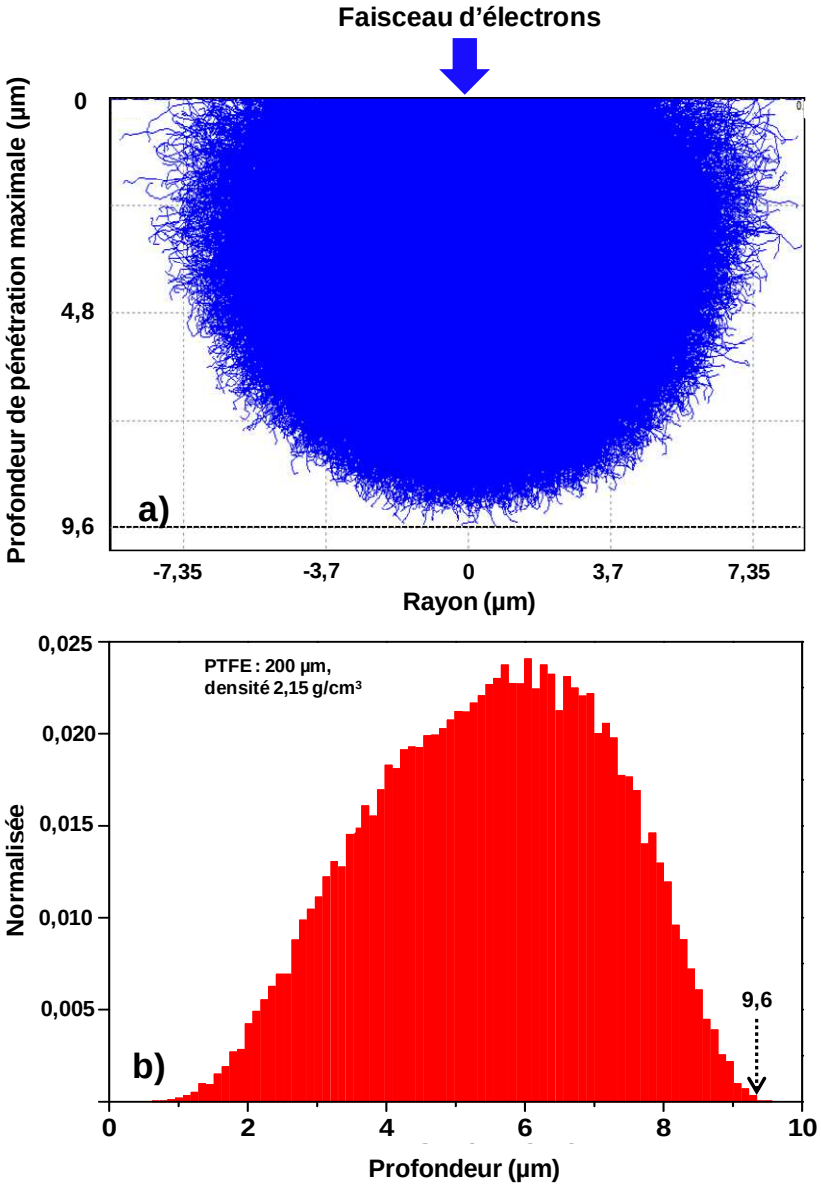


Figure 4-1 : Simulation par le logiciel Casino 2.42 de l'interaction de 40000 d'électrons d'énergie de 30 keV et un rayon du faisceau de 10 nm avec un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur : a) Trajectoires des électrons dans l'échantillon; b) Distribution normalisée des électrons en fonction de la profondeur.

Les trajectoires des électrons s'arrêtent à une profondeur maximale d'environ 9,6 µm de la surface irradiée. La distribution des électrons dans la Figure 4-1b, est normalisée sur le nombre d'électrons simulés. La profondeur de pénétration maximale des électrons est d'environ de 9,6 µm cela correspond à la profondeur maximale des trajectoires dans l'échantillon. Cette distribution dans le matériau donne un pic situé à 6 µm.

Ces calculs ont été répétés pour des électrons dans la gamme d'énergie [10-100] keV. La Figure 4-2 représente la variation de la profondeur de pénétration des électrons primaires en fonction de leur énergie dans des échantillons de PTFE. Nous distinguons la profondeur de pénétration maximale des électrons et la position du maximum du pic de répartition des électrons.

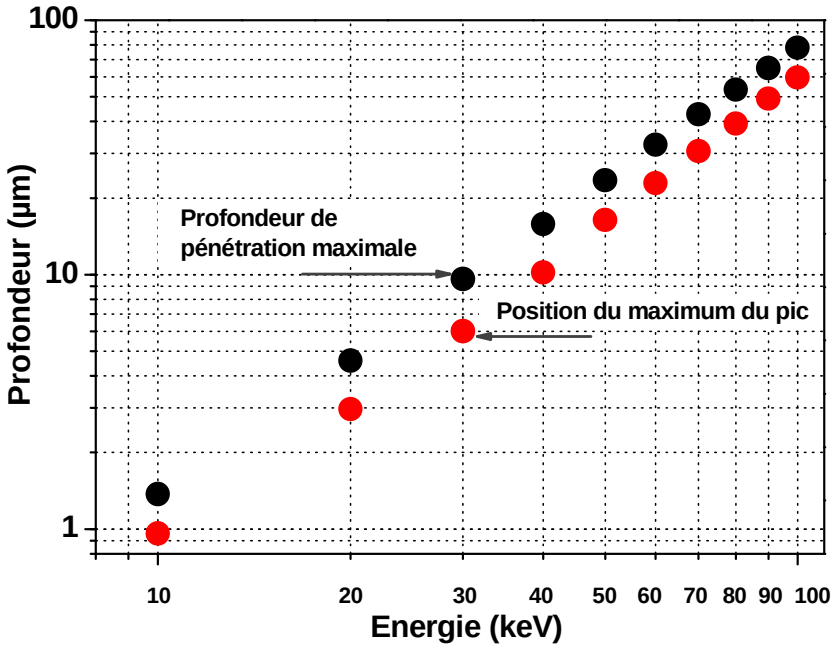


Figure 4-2 : Profondeur de pénétration maximale des électrons et profondeur de position du pic maximum, dans un échantillon PTFE en échelle logarithmique simulés par Casino 2.42 pour un faisceau d'électrons dans la gamme [10-100] keV, un rayon du faisceau de 10 nm, et 40000 trajectoires d'électrons.

3. Mesure de la distribution de charge d'espace des films PTFE irradiés

3.1. Étude de la distribution de charges par PEA sans contact

Dans cette étude sur les matériaux irradiés, l'énergie d'irradiation du faisceau d'électrons a été choisie en fonction de la profondeur théorique de pénétration des électrons. Nous nous intéressons à la forme des profils de distribution de charges d'espaces en fonction de l'énergie des électrons implantés. La cellule PEA sans contact permet d'effectuer les mesures post-irradiation ou entre deux périodes d'irradiation. Des échantillons de PTFE de 222 µm d'épaisseur sont utilisés pour les mesures PEA in-situ. Pour toutes les énergies du faisceau, le temps d'irradiation est fixé à 30 minutes. La quantité de charge implantée par le faisceau est estimée à la fin de chaque irradiation.

Les conditions d'irradiation sont données dans le tableau 4-1.

Tableau 4-1. Résumé des conditions d'irradiation pour les mesures in-situ par PEA sans contact

Énergie (keV)	Quantité de charge théoriquement implantée en 30 minutes (µC/cm^2)	Courant moyen du faisceau (nA)
10	0,83	0,42
50	1,76	0,9
70	18	9,9
100	6,64	3,67

Dans la Figure 4-3, nous retrouvons un profil de courant de faisceau d'électrons pour une énergie de 100 keV. Le courant moyen du faisceau est de 3,67 nA et la quantité de charge implantée théorique est de 6,64 µC/cm^2 en valeur absolue.

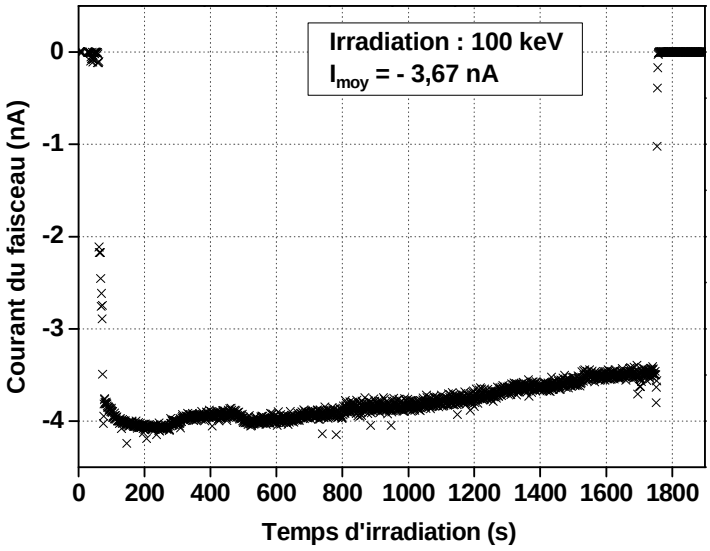


Figure 4-3 : Profil de courant de faisceau d'électrons pour une irradiation sous 100 keV, pendant 30 minutes

Pour toutes les mesures présentées dans cette partie, la surface non irradiée de l'échantillon est à l'abscisse 0 µm. Sur les profils de charge d'espaces obtenus pour différentes énergies d'irradiation, le faisceau vient de la droite.

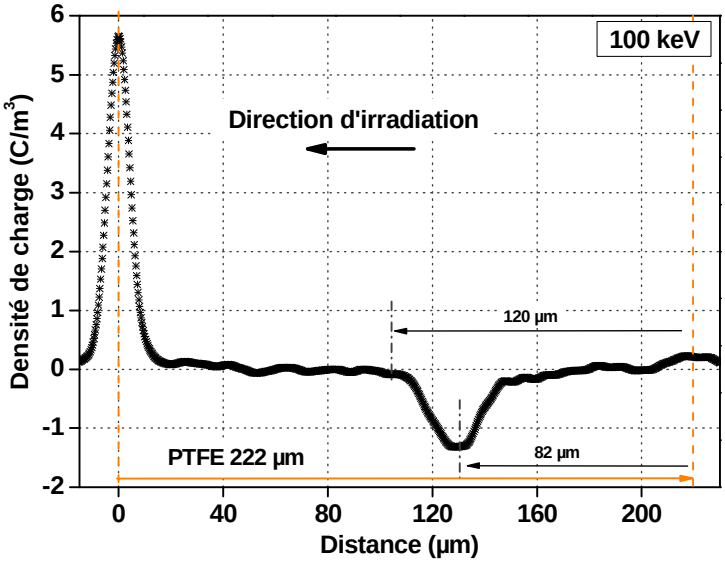


Figure 4-4 : Profil de charge en configuration PEA sans contact sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 222 µm irradié pendant 30 minutes sous 100 keV

La Figure 4-4 représente le profil de densité de charges obtenues pour une irradiation sous énergie de 100 keV. Nous pouvons voir un pic négatif de charges injectées dans le volume de l'échantillon. Le maximum est détecté à une profondeur de 82 µm par rapport la surface irradiée. Cette valeur est cohérente avec la profondeur de pénétration maximale des électrons dans l'échantillon calculée par le logiciel Casino. Des charges négatives sont observées jusqu'à environ 120 µm dans le volume de l'échantillon. Un pic positif est observé au niveau de l'électrode de détection. Il est dû aux charges induites. La surface irradiée de l'échantillon est exposée au vide, il n'y a pas de charge induite à cette interface.

Dans la Figure 4-5, nous présentons les profils de charges obtenus pour les échantillons irradiés sous 50 et 70 keV.

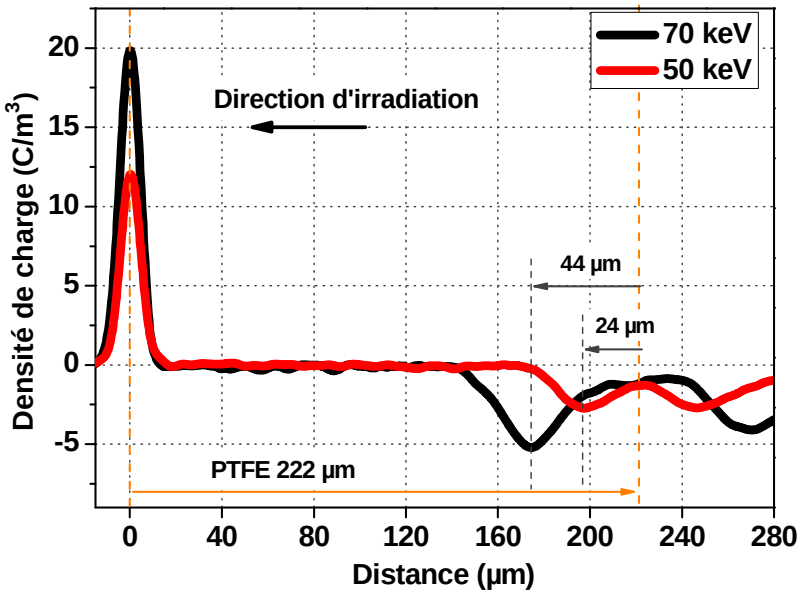


Figure 4-5 : Profil de charge en configuration PEA sans contact sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 222 µm irradié pendant 30 minutes sous 70 et 50 keV

Après une irradiation sous 70 keV, le pic négatif de charges injectées est situé à l'abscisse de 178 µm (44 µm de la surface irradiée). Nous voyons que la position du maximum du pic négatif de charge détecté est cohérente avec la profondeur de pénétration maximale des électrons simulée par le logiciel Casino. Des charges négatives sont observées dans la zone irradiée jusqu'à la fin du pic négatif situé à environ 77 µm de la surface.

Nous voyons également un second pic négatif en dehors de l'échantillon, du côté du vide, à l'abscisse de 266 µm. Ce pic correspond à la réflexion totale de l'onde acoustique à l'interface entre l'échantillon et le vide [WADA 03]. Il est symétrique par rapport à l'interface avec le pic négatif de charges injectées dans le volume de l'échantillon, mais ce n'est pas de la charge d'espace.

Sous 50 keV, le pic négatif de charges injectées est localisé à 24 µm de la surface. De façon générale, la position du maximum de ce pic détecté est en accord avec la simulation par Casino. Par rapport avec celui obtenu pour 70 keV, dans ce cas nous pouvons observer que les charges injectées ont tendance de rapprocher à la surface irradiée, moins profondeur. Un second pic négatif est aussi observé en dehors de l'échantillon à l'abscisse de 246 µm en dehors de l'échantillon, ce qui correspond également à la réflexion de l'onde acoustique à l'interface. Nous pouvons observer que quand l'énergie d'irradiation diminue, les pics négatifs de charges injectées et leurs images de réflexion d'acoustique se rapprochent vers l'interface de l'échantillon-vide.

Sous 10 keV, un seul pic négatif de charges injectées est détecté à la surface de l'échantillon (Figure 4-6). C'est pour cela que dans le tableau 4-2, le maximum du pic négatif est positionné à 0 µm.

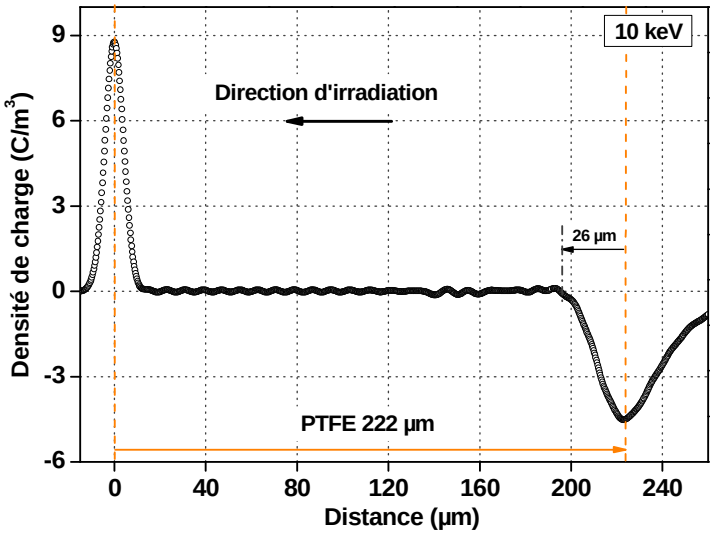


Figure 4-6 : Profil de charge en configuration PEA sans contact sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 222 µm irradié pendant 30 minutes sous 10 keV.

En effet, dans ce cas les charges injectées sont localisées proche de la surface irradiée. Le pic négatif dû à la réflexion de l'onde acoustique est superposé avec le pic négatif de charges injectées. La résolution de la mesure PEA étant de l'ordre de 8 µm, elle n'est pas suffisante pour distinguer ces deux pics comme observé pour les cas précédents. Pour l'interpréter précisément le résultat obtenu, le profil de charge détecté avec une irradiation sous 10 keV présente une amplitude double pour le pic négatif.

Nous pouvons maintenant comparer les résultats obtenus et présenté dans le chapitre 3 par PEA sans contact avec ceux obtenus par PEA classique. Nous nous intéressons tout d'abord uniquement à la position des charges injectées en fonction de l'énergie d'irradiation dans les deux configurations (Tableau 4-2). Pour la technique PEA sans contact, la résolution spatiale est choisie à 8 µm, et elle est fixée à 6 µm pour le système PEA classique.

Tableau 4-2. Résultats obtenus par PEA sans contact et PEA classique sur des échantillons irradiés sous faisceau d'électrons.

Énergie (keV)	**PEA sans contact**		**PEA classique**		Profondeur de pénétration maximale simulée par le logiciel Casino (µm)
	Maximum du pic négatif (µm)	Fin du pic négatif (µm)	Maximum du pic négatif (µm)	Fin du pic négatif (µm)	
10	0	26	-	-	1,4
50	24	48	21	48	23,5
70	44	77	39	67	43
100	82	120	72	105	78

A partir de 50 keV, nous pouvons observer que la position du maximum du pic de charge négative détectée par les deux méthodes est en accord en tenant compte de la résolution spatiale qui ne permet pas de distinguer le pic de charge implantée avec le pic de charge image au niveau de l'électrode (Figure 4-7). Elle est aussi proche de la profondeur de pénétration maximale théorique du logiciel Casino (Figure 4-8).

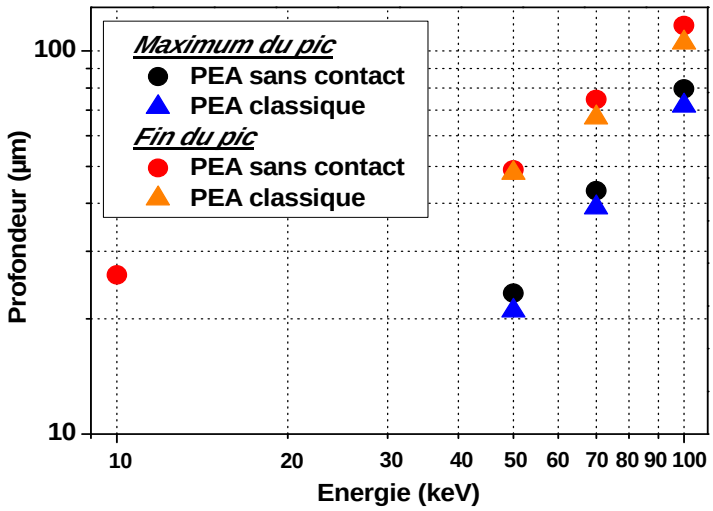


Figure 4-7 : Comparaison des résultats obtenus par PEA sans contact et PEA classique.

Si nous nous intéressons à la position de la fin du pic de charge négatif qui est détectée par PEA, nous voyons qu'elle est beaucoup plus élevée par rapport à la profondeur de pénétration maximale du logiciel Casino (Figure 4-8). Ceci peut être expliqué par la résolution du système de mesure mais également par le fait que dans la simulation, on ne tient pas compte du champ électrique dû aux charges injectées. En effet, pendant l'irradiation, sous l'influence du champ électrique important, les charges injectées peuvent déplacées plus profondément dans l'échantillon pour les mesures PEA.

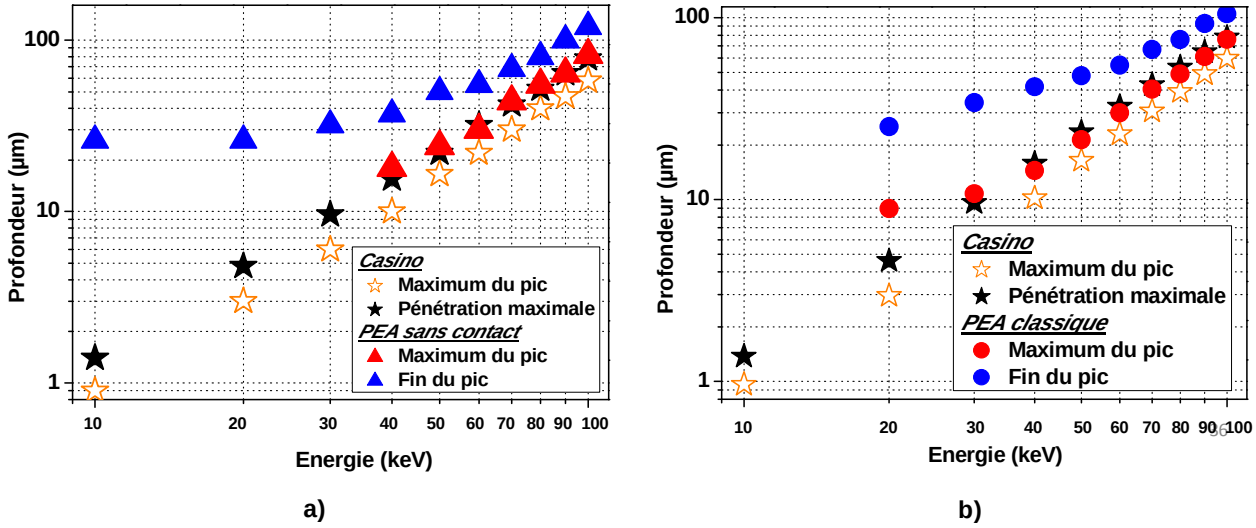


Figure 4-8 : a) Comparaison des résultats obtenus par PEA sans contact et le calcul par logiciel Casino, b) Comparaison des résultats obtenus par PEA classique et le calcul par logiciel Casino

3.2. Mesure de la distribution de charges par LIMM classique

Des échantillons de PTFE de 100 µm d'épaisseur sont utilisés dans la cellule de mesure LIMM classique. Ils sont métallisés sur les deux faces par une couche d'or de 30 nm, et la surface irradiée est exposée au faisceau laser. Des échantillons sont irradiés sous énergies différentes avec des flux variés. Le temps d'irradiation est de 10 minutes pour chaque énergie. Les mesures de charges d'espace ont été effectuées à l'air. Après une déconvolution adaptée, nous avons obtenu les profils de charges [BOUC 12, GRIS 12]. L'objectif de cette étude est d'observer la distribution de charge en fonction de l'énergie d'irradiation et de donner une continuité d'information par deux techniques de mesure ex-situ : LIMM et PEA classique.

Tableau 4-3. Récapitulatif des conditions d'irradiation électronique d'un PTFE 100 µm post-irradiation pour les mesures LIMM classique

Energie (keV)	15	30	40	50	60	70	80	90	100
Flux (pA/cm^2)	157	34	54	50	50	37	23	42	43

Comme observé sur la Figure 4-9, sous 15 keV, nous pouvons voir un pic négatif de charges injectées près de la surface irradiée. Le maximum est détecté à environ 2 µm de la surface. Des charges négatives sont observées jusqu'à environ 11 µm.

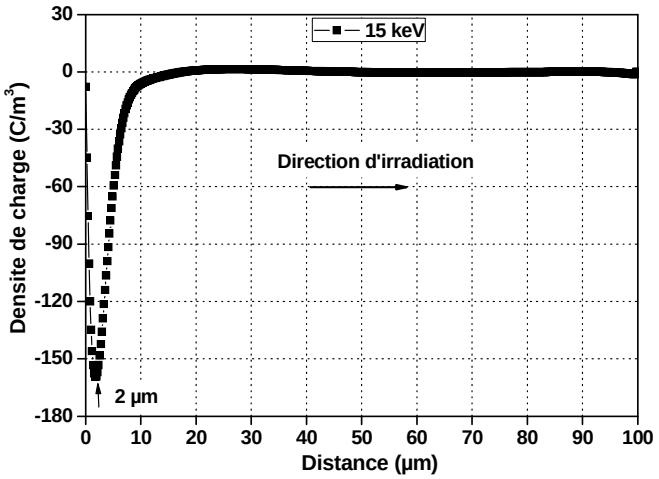


Figure 4-9 : Profil de charge en configuration LIMM classique sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 100 µm irradié pendant 10 minutes sous 15 keV

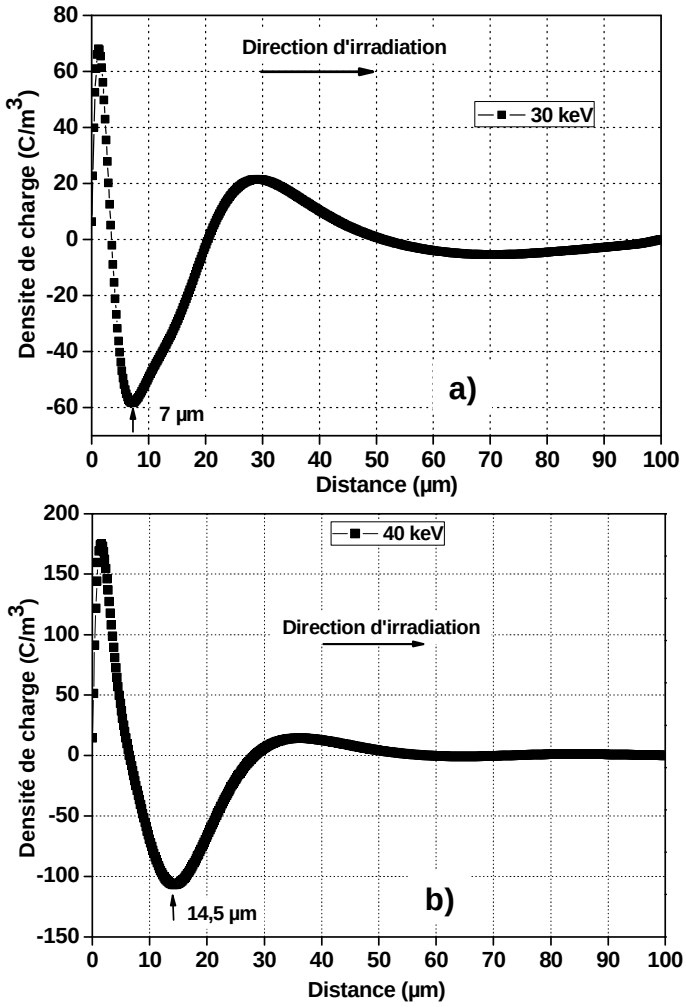


Figure 4-10 : Profil de charge en configuration LIMM classique sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 100 µm irradié pendant 10 minutes : a) Sous 30 keV, b) Sous 40 keV.

Dans la Figure 4-10, un pic négatif de charges injectées est détecté à une profondeur de 7 µm pour une irradiation sous 30 keV (Figure 4-10a) et de 14,5 µm pour l'énergie de 40 keV de la surface irradiée (Figure 4-10b). La fin du pic de charges négatives est respectivement observée jusqu'à une profondeur de 20 µm et 28 µm. Nous observons également un pic positif de charge localisé proche de la surface irradiée de l'échantillon.

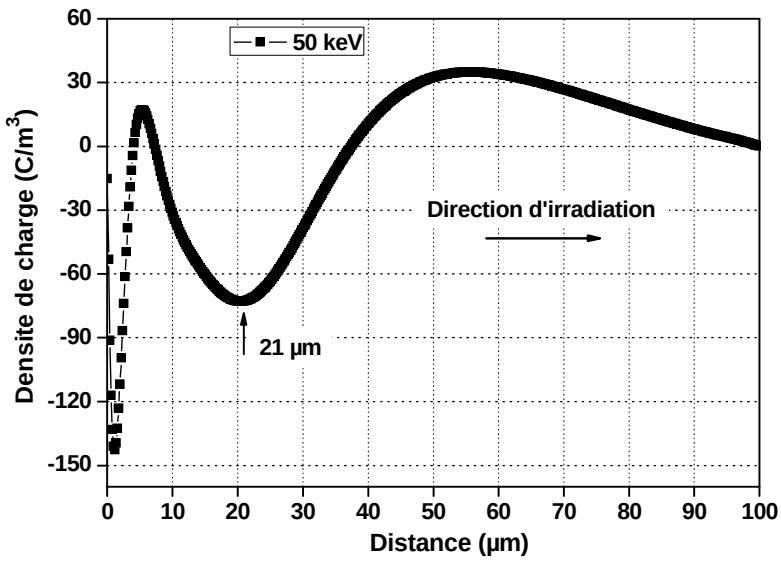


Figure 4-11 : Profil de charge en configuration LIMM classique sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 100 µm irradié pendant 10 minutes sous 50 keV.

Dans la Figure 4-11, le profil de charge obtenu sous 50 keV, les charges sont injectées plus profondément dans le volume de l'échantillon. La position du maximum du pic négatif de charges injectées est située à 21 µm. La fin du pic négatif de charges injectées est maintenant observée à une profondeur d'environ 38 µm.

Pour les énergies d'irradiations plus élevées, les charges négatives sont injectées plus en profondeur dans le volume. Comme observé dans la Figure 4-12, le maximum du pic négatif de charges est détecté à 26 µm sous 60 keV et 42,5 µm pour une irradiation sous 70 keV.

Au-delà de l'énergie d'irradiation de 80 keV, aucun profil de charge n'est détectable. En effet, le bruit de traitement de données par déconvolution trop important dans cette gamme d'énergie masque le signal. C'est aussi lié à la limite de la performance de la méthode ne permettant de détecter les charges plus loin dans le volume [GRIS 12].

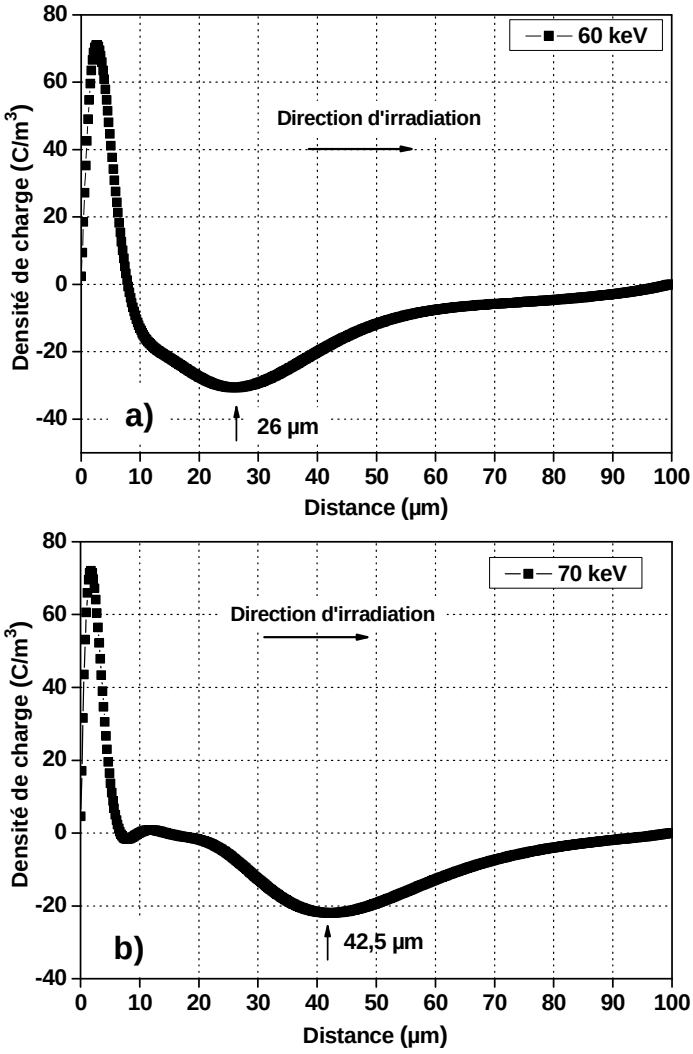


Figure 4-12 : Profil de charge en configuration LIMM classique sur un échantillon PTFE d'épaisseur de 100 µm irradié pendant 10 minutes : a) Sous 60 keV, b) Sous 70 keV.

La distribution des charges d'espace enregistrée par la LIMM classique est maintenant comparée avec les simulations du logiciel Casino. Pour cela, nous avons calculé la profondeur de pénétration maximale des électrons dans un échantillon de PTFE de 100 µm d'épaisseur, métallisé avec une couche d'or de 30 nm pour des énergies d'irradiation variantes dans la gamme d'énergie de 15 à 100 keV. Nous pouvons voir que dans la gamme d'énergie de 15 à 70 keV, la position du maximum des pics négatifs de charges est toujours en accord avec les valeurs de la profondeur de pénétration maximale calculées par le logiciel Casino. Cela confirme que la LIMM a une très bonne résolution spatiale pour les mesures de charge d'espace dans cette gamme d'énergie d'irradiation. La position de la fin du pic négatif est toujours détectée plus profondément dans l'échantillon. Ceci peut être expliqué par le fait que

l'effet du champ électrique sur les charges injectées n'est pas pris en compte dans la simulation par le logiciel Casino (Figure 4-13).

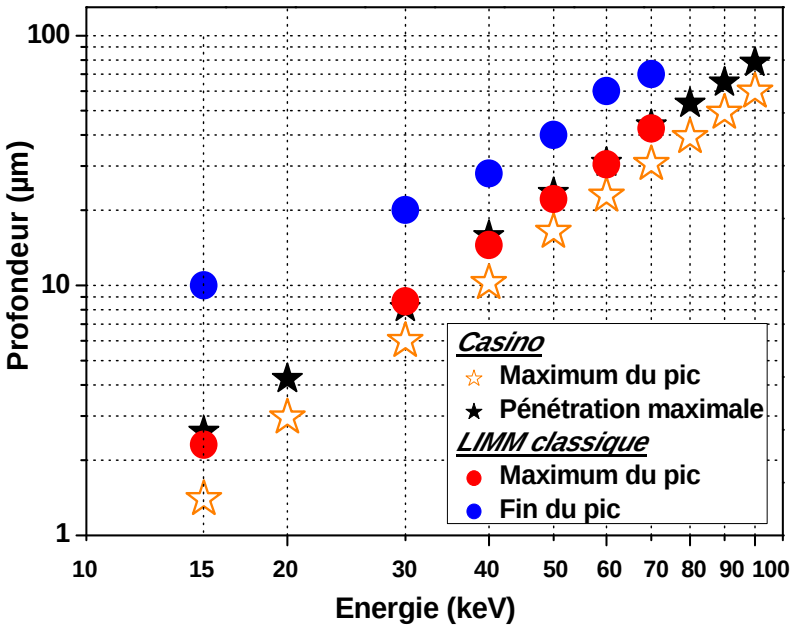


Figure 4-13 : Position des charges en fonction de l'énergie d'irradiation calculée par le logiciel Casino et enregistrée par les mesures de la LIMM classique des échantillons de PTFE irradiés en échelle logarithmique.

Nous comparons maintenant les résultats de mesure obtenus par la LIMM classique avec ceux obtenus par la méthode PEA classique (dans le chapitre 3). Les données pour les deux techniques de mesure sont présentées dans le tableau 4-4. Dans la Figure 4-14, la comparaison sur la profondeur de pénétration des charges injectées par les deux techniques de mesures est présentée. La forme de la distribution de charges d'espace obtenue par les deux systèmes est en bon accord pour la gamme d'énergie de 40 à 70 keV. Pour les deux irradiations sous 15 et 30 keV, la distribution de charges d'espace obtenue par la technique de mesure PEA classique semble être plus large par rapport aux résultats obtenus par la LIMM. En effet, la résolution spatiale est de l'ordre de 6 µm pour la PEA classique et 1 µm pour la LIMM. Donc nous pouvons confirmer que la LIMM offre une meilleure résolution pour la mesure des charges proches de la surface. Pour des énergies d'irradiation au-delà de 80 keV, la technique PEA classique offre une bonne résolution en volume, elle permet de détecter les charges en profondeur de l'échantillon.

Tableau 4-4. Récapitulatif des données pour deux techniques de mesures : PEA classique et LIMM classique

Énergie (keV)	Profondeur de pénétration des charges injectées (µm)			
	PEA classique		**LIMM classique**	
	Maximum du pic	Fin du pic	Maximum du pic	Fin du pic
15	7	20	2	10
30	9,5	21	7	20
40	14,5	28	14,5	28
50	21	48	21	40
60	28	52	26	90
70	39	67	42,5	90
80	41	70	-	-
90	58	95	-	-
100	72	105	-	-

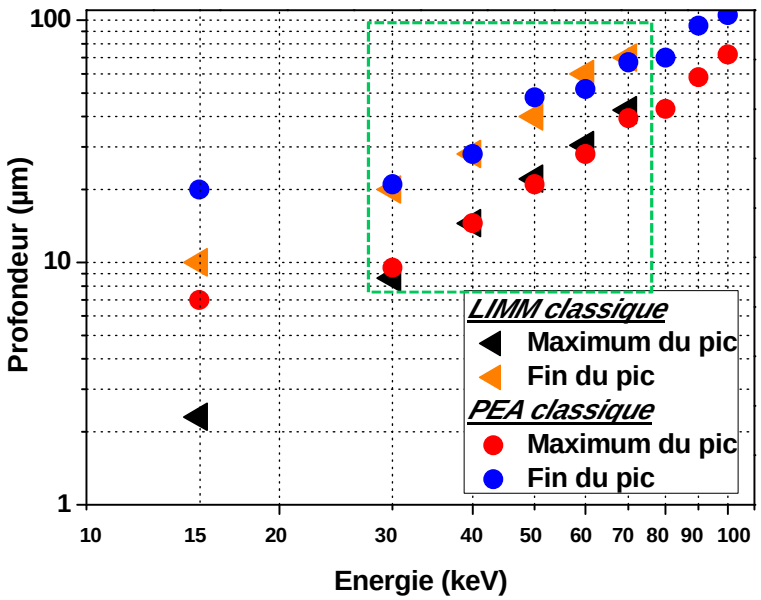


Figure 4-14 : Position des charges en fonction de l'énergie d'irradiation enregistrée par les mesures de la LIMM classique et PEA classique des échantillons de PTFE irradiés en échelle logarithmique.

3.3. Mesure de la distribution de charges par LIMM in-situ

Nous avons effectué des mesures de la distribution de charge sous vide des échantillons irradiés sous des énergies croissantes de 30, 50, 70 et 100 keV par la technique LIMM in-situ. Elle permet d'effectuer les mesures de charges d'espace pendant l'irradiation et/ou la relaxation des charges pendant quelques heures sous vide. Dans cette mesure, l'irradiation a été faite progressivement sur un seul échantillon de PTFE de 50 µm d'épaisseur métallisé sur les deux faces par une couche d'or de 30 nm d'épaisseur. Les conditions d'irradiations sont données dans le tableau 4-1. Nous étudions ici l'évolution de la distribution de charge au cours du temps d'irradiation.

La Figure 4-15 représente successivement les profils de charges et de champs électriques obtenus après quelques minutes d'irradiation, en fin d'irradiation et le suivi de relaxation pendant cinq heures sous vide pour une irradiation sous 30 keV. Sur la Figure 4-15a, nous pouvons observer en début d'irradiation un pic négatif de charges injectées près de la surface irradiée qui correspondent aux électrons 30 keV implantés. Le maximum du pic est détecté à environ 2,5 µm de la surface irradiée. Des charges négatives sont détectées dans une zone irradiée jusqu'à 10 µm. Cette valeur est cohérente avec la profondeur de pénétration maximale calculée par le logiciel Casino. La position du maximum du pic de charges

négatives reste inchangée pendant l'irradiation. A la fin d'irradiation, l'amplitude du pic négatif a diminué par rapport à la mesure initiale. Pour la configuration LIMM, la surface irradiée est métallisée et est connectée à la masse. Un écoulement des charges localisées près de la surface irradiée vers la masse est possible. De plus, un petit changement est observé sur le profil de charge dans la région [6-14] µm. Il semble que les électrons dans cette région soient injectés plus profondément dans le volume de l'échantillon au cours du temps.

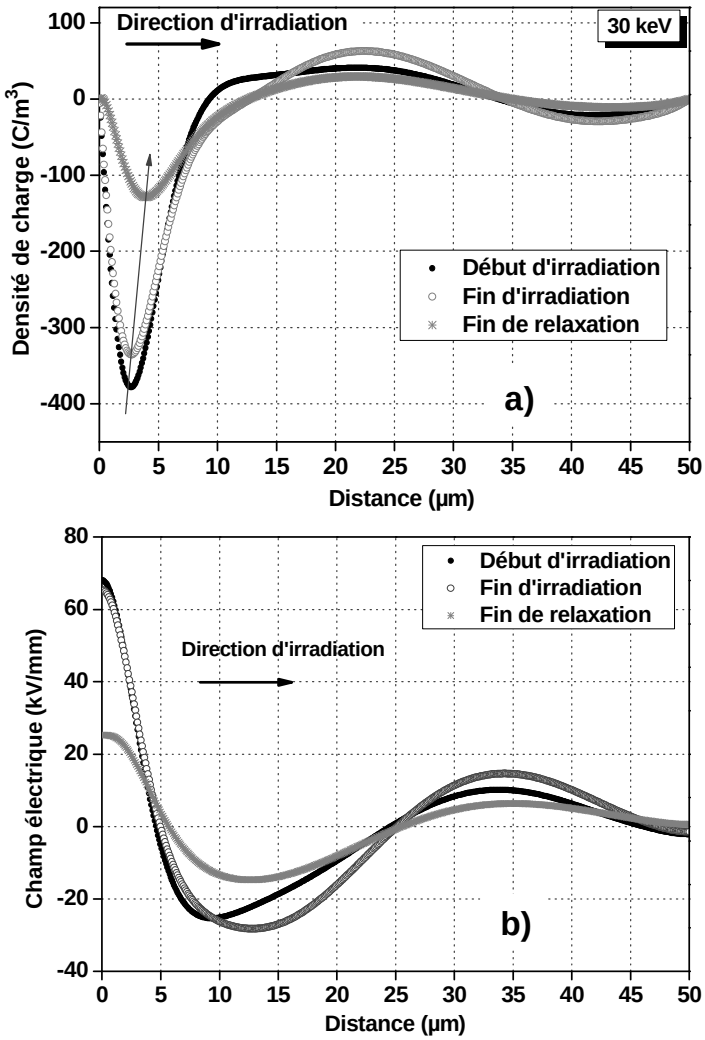


Figure 4-15 : Mesures LIMM effectuées sur un échantillon de PTFE de 50 µm irradié sous 30 keV pendant 30 minutes : a) Évolution du profil de charge ; b) Évolution du champ électrique

Pendant l'irradiation, la conductivité induite sous rayonnement RIC augmente. Combiné au fort champ électrique négatif qui atteint la valeur maximale de 30 kV/mm à la position 9 µm (Figure 4-15b), les charges négatives situées dans la région [6-14] µm auront alors tendance à se déplacer vers le volume de l'échantillon au cours du temps. Tandis que, le

champ électrique est positif dans la zone proche de la surface [0-5] µm. Il a tendance à faire déplacer les charges situées entre 0 et 5 µm vers la surface irradiée. Pendant la relaxation, les charges implantées proche de la surface sont extraites vers la masse. L'amplitude du pic négatif de charge diminue. Après 5 h de relaxation, les charges situées dans le volume de l'échantillon semblent piégées dans la zone [6-14] µm. Il n'y a aucun changement dans cette région.

Le même type de profils de charge et de champ électrique est enregistré après une irradiation sous 50 keV, pendant 30 minutes (Figure 4-16). Pendant l'irradiation, une petite quantité de charges est injectée dans le volume jusqu'à environ 15 µm. Pendant la relaxation, les charges localisées près de la surface irradiée sont extraites vers la masse. Le même comportement du champ électrique influence l'évolution des charges comme dans le cas d'irradiation sous 30 keV. Nous voyons le maximum du pic négatif de charge implantée qui diminue de - 640 C/m^3 en fin d'irradiation à - 145 C/m^3 en fin de relaxation.

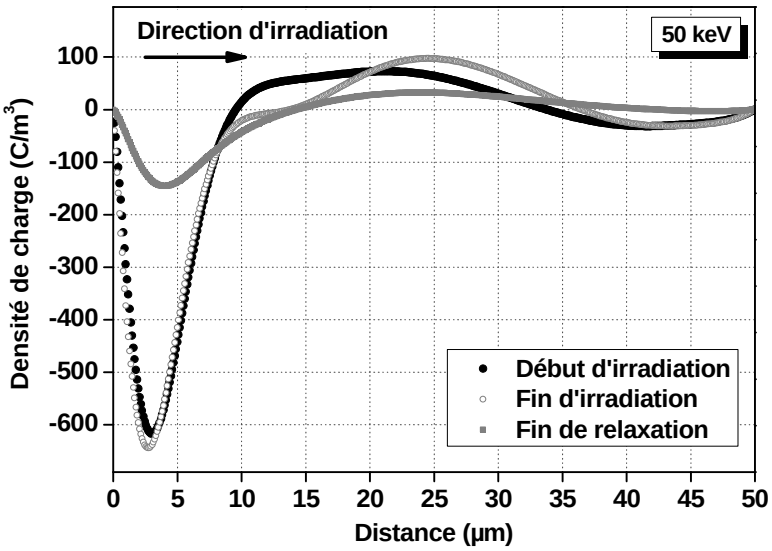


Figure 4-16 : Mesures LIMM effectuées sur un échantillon de PTFE de 50 µm irradié sous 50 keV pendant 30 minutes : évolution du profil de charge

Après une irradiation sous 70 keV, l'évolution du profil de charge est fortement modifiée (Figure 4-17). Un deuxième pic négatif est détecté à la profondeur de 14 µm. En fin d'irradiation, le pic négatif de charge implantée près de la surface irradiée, à la position de 2,5 µm, a été remplacé par un pic positif. Dans cette mesure, l'extraction des charges proches de la surface vers la masse est clairement observée. La majeur partie des charges proches de la

surface est soumise au champ positif établi entre 0 et 4 µm et est par conséquent évacuée vers la masse. Ceci explique l'apparition d'un pic de charge positif à la fin d'irradiation. Dans le volume, l'amplitude du pic négatif de charge stockée augmente pendant l'irradiation. Simultanément, des charges injectées dans le volume sont déplacées plus profondément à la position de 24 µm. L'amplitude du pic de charge négatif dans cette région augmente pendant l'irradiation. Durant la relaxation sous vide pendant quelques heures, l'amplitude des pics de charge négatifs et positifs diminuent.

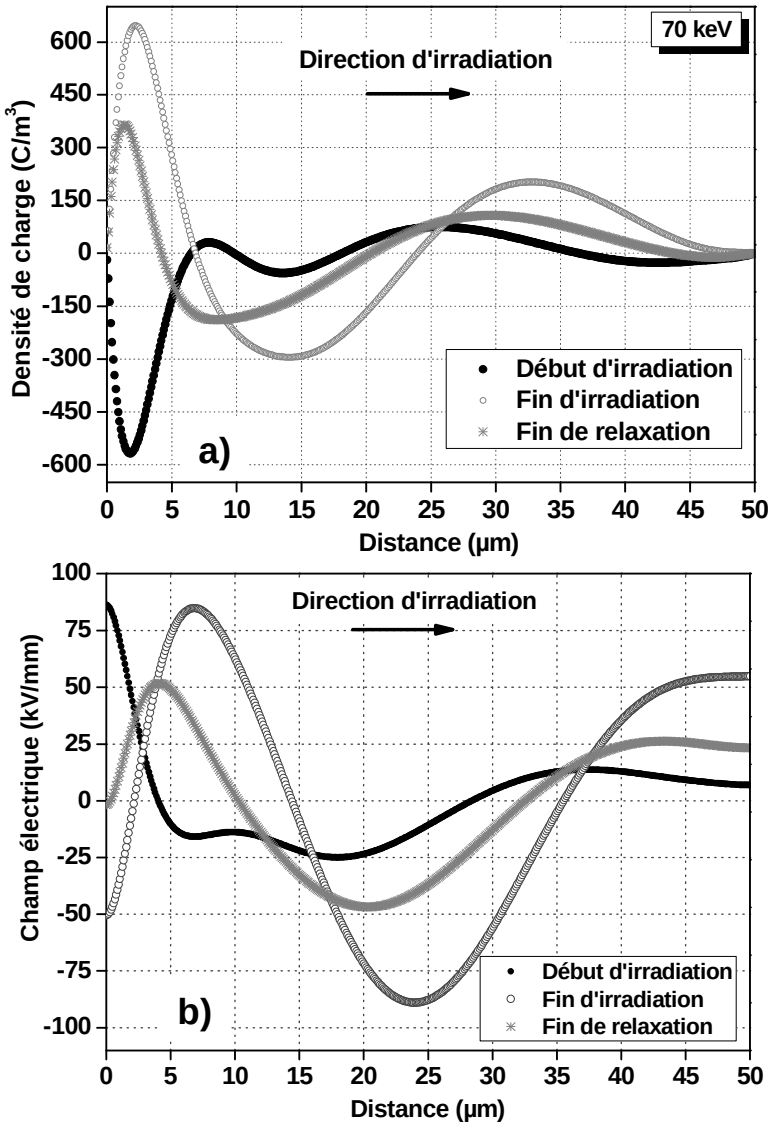


Figure 4-17 : Mesures LIMM effectuées sur un échantillon de PTFE de 50 µm irradié sous 70 keV pendant 30 minutes : a) Évolution du profil de charge ; b) Évolution du champ électrique

L'évolution de la distribution de charge d'espace pour l'échantillon irradié sous 100 keV est présentée dans la Figure 4-18. Le même comportement du champ électrique a été observé comme dans le cas d'irradiation sous 70 keV. En début d'irradiation, nous avons détecté un pic de charge positif à quelques micromètres de la surface. Le maximum du pic de charge négatif est situé à 6,5 µm et des charges sont détectées jusqu'à 15 µm. Enfin de l'irradiation, la position du maximum du pic négatif de charge est déplacée vers le volume de l'échantillon à 9,5 µm et des charges implantées se trouvent dans le zone irradiée jusqu'à une profondeur de 21,5 µm.

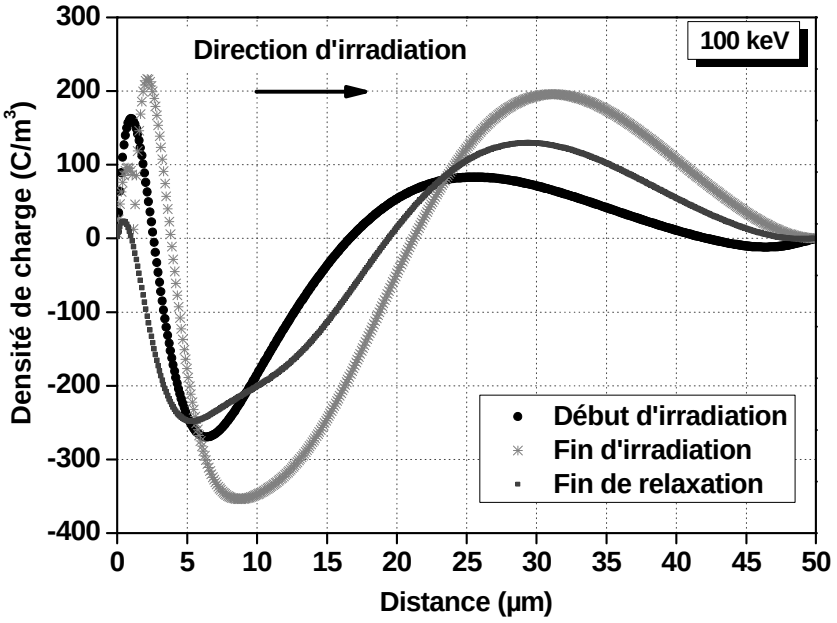


Figure 4-18 : Mesures LIMM effectuées sur un échantillon de PTFE de 50 µm irradié sous 100 keV pendant 30 minutes : évolution du profil de charge

Comme observé sur la Figure 4-18, nous pouvons voir que dans cette mesure, l'extraction des charges implantées se fait toujours par la surface irradiée dès le début de l'irradiation. Ce phénomène se produit plus rapidement par rapport à l'irradiation sous 70 keV. Celui peut être influencé par l'énergie du faisceau plus élevée. En effet, si nous remarquons la profondeur de pénétration maximale des électrons dans le matériau calculée par Casino, à environ 80 µm. Dans ce cas, l'échantillon est de 50 µm irradié sous multiple énergie, jusqu'à 100 keV. Nous voyons que les charges n'ont pas traversé l'échantillon. Nous supposons une barrière de potentiel entre la zone piégée des charges négatives dans le volume et la zone non irradiée qui peut empêcher l'injection des charges.

4. Étude de l'effet cumulatif des irradiations in-situ par PEA sans contact

Nous avons réalisé des mesures quantitative et qualitative de la distribution de charges d'espaces pour les échantillons irradiés pour des énergies différentes. Deux échantillons de PTFE non chargés issus de la même plaque d'épaisseur 220 µm, ont été sélectionnés pour étudier l'effet cumulatif des irradiations. Deux séries de mesures ont été effectués sous des irradiations d'énergies croissantes et décroissantes dans la gamme [10-100] keV. Les échantillons ont été irradiés pendant 30 minutes pour chaque énergie. Avec un temps de 90 minutes de relaxation entre deux bombardements. Les mesures de la distribution de charge d'espace par PEA sans contact ont été faites juste après chaque irradiation. Le but des deux séries de mesures était d'étudier l'effet d'irradiations d'énergie croissante et décroissante sur la profondeur maximale de pénétration des électrons, d'évaluer la quantité des électrons implantés dans l'échantillon. Les résultats sont également comparés avec ceux obtenus avec des irradiations monoénergétiques.

4.1. Distribution des charges d'espaces par l'effet d'irradiation sous des énergies croissantes

Nous avons commencé à irradier les échantillons avec des électrons de 10 keV. Nous avons augmenté l'énergie par pas de 10 keV jusqu'à 100 keV. Nous notons que dans cette série de mesure, le flux du faisceau d'électrons est variable entre 0,85 et 3,62 nA/cm^2. Les conditions de mesures sont présentées sur le tableau 4-5.

Tableau 4-5. Conditions de mesures pour des irradiations sous énergie croissante

Energie [keV]	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Flux [nA/cm^2]	0,85	1,36	1,83	1,88	2	2,2	2,12	2,04	2,46	3,62

Les profils de charges et de champs électriques sont reportés dans la Figure 4-19, après 30 minutes irradiations sous 10, 20 et 30 keV. Dans le cas des irradiations sous 10 et 20 keV, l'amplitude du pic négatif de charges injectées à proximité de la surface irradiée de l'échantillon a été divisée par deux. Nous pouvons voir que la résolution spatiale de la PEA sans contact qui est de l'ordre de 8 µm, n'est pas suffisante pour distinguer les différents pics de charges implantées pour ces deux niveaux énergies d'irradiation. A la fin de l'irradiation sous 30 keV, nous voyons un déplacement du pic négatif de charges injectées vers le volume. La position du maximum du pic négatif est observée à environ 10,5 µm et les charges injectées sont observées jusqu'à une profondeur de 37 µm de la surface.

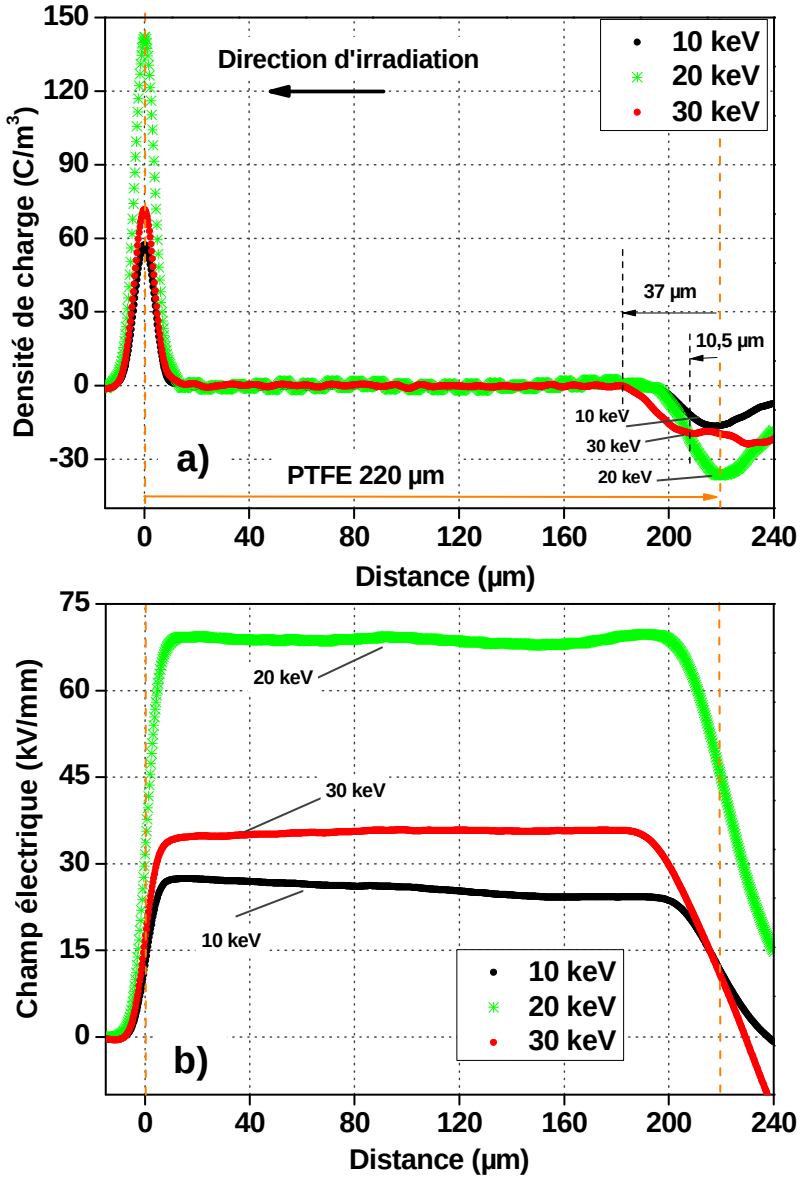


Figure 4-19 : PTFE de 220 µm irradié successivement pendant 30 minutes sous énergie dans la gamme [10-30] keV : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique

Quand l'énergie augmente, comme observé sur la Figure 4-20, la position du maximum du pic de charge implantée augmente également. Le pic négatif de charge est déplacé plus profondément dans le volume de l'échantillon. Un pic négatif de charges injectées est détecté à environ 18 µm sous 40 keV, 30 µm sous 50 keV et 37 µm sous 60 keV.

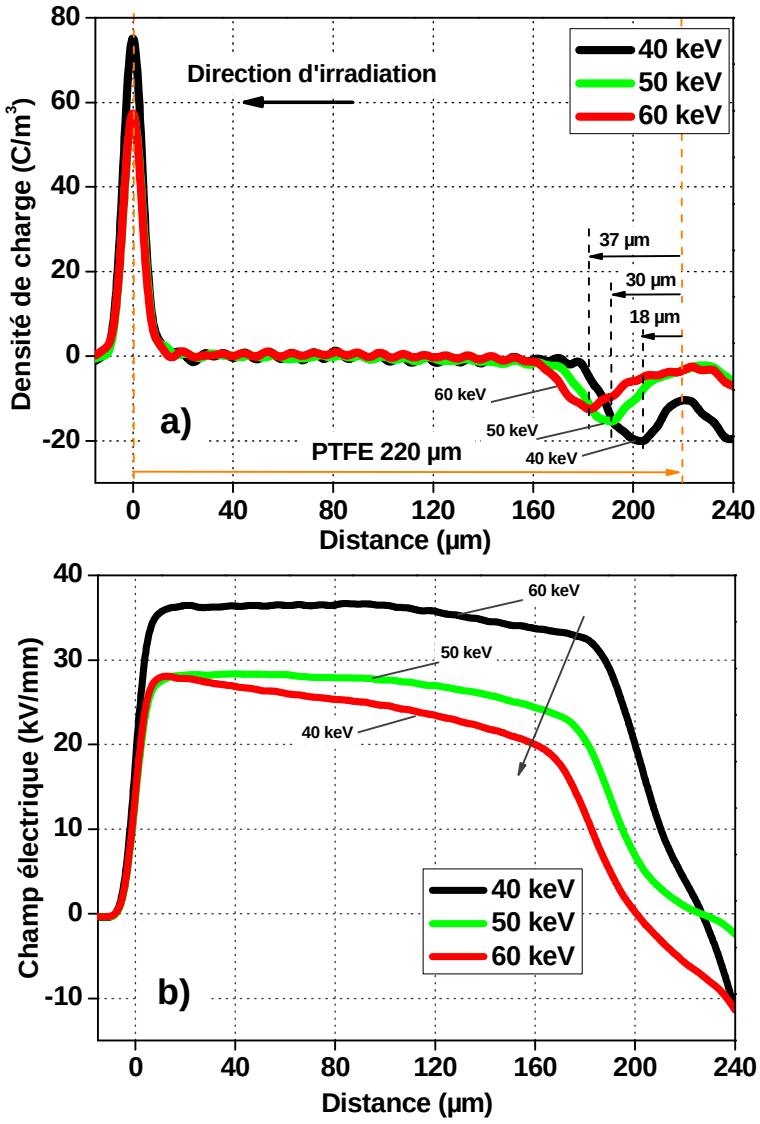


Figure 4-20 : PTFE de 220 µm irradié successivement pendant 30 minutes sous énergie dans la gamme [40-60] keV : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique

Pour les irradiations dans la gamme [70-90] keV, les profils de charges d'espace et de champ électrique sont présentés par la Figure 4-21. La position du maximum du pic négatif de charges implantées est déplacée vers le volume de l'échantillon avec l'augmentation d'énergie d'irradiation. L'amplitude des pics principaux de charges injectées augmente en valeur absolue avec l'énergie d'irradiation et le flux du faisceau. Les charges implantées dans la zone

préalablement irradiée (37 µm de la surface irradiée) [10-60] keV ont disparu. Il semble qu'un dépiégeage de charges stockées lors des irradiations précédentes se soit produit. Les charges sont poussées dans le volume de l'échantillon lors d'une nouvelle irradiation de plus haute énergie. En effet, l'augmentation du fort champ électrique à l'abscisse [0-180] µm de 20 kV/mm à 90 kV/mm en valeur maximale, combiné avec le phénomène de conductivité induite par rayonnement dans la zone irradiée, peut expliquer ce phénomène de dépiégéage des charges dans la zone préalablement irradiée.

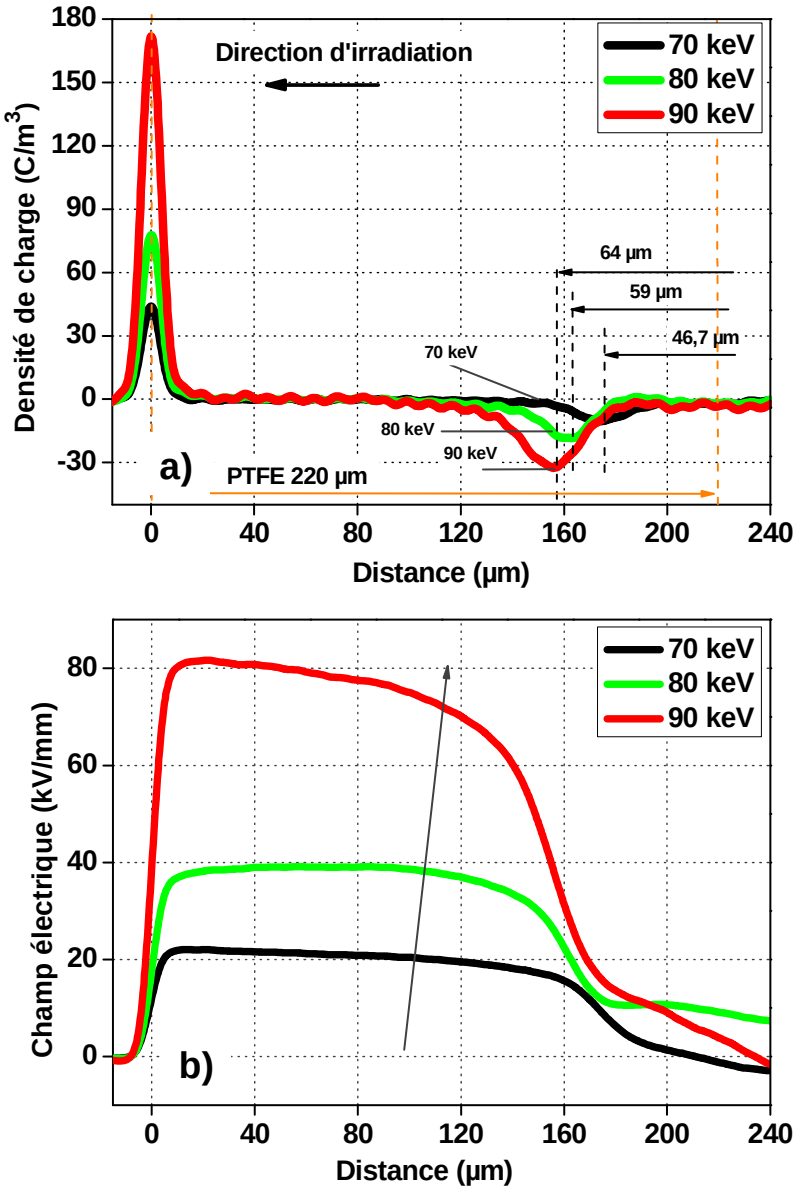


Figure 4-21 : PTFE de 220 µm irradié successif pendant 30 minutes sous énergie dans la gamme [70-90] keV : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique

Pour la dernière irradiation sous 100 keV, un pic négatif de charges est détecté à une profondeur de 82,5 µm par rapport à la surface irradiée (Figure 4-22). Il correspond aux électrons de 100 keV. Un deuxième pic négatif de charges injectées est localisé près de la surface irradiée de 20 µm. Un pic positif de charge est aussi observé à l'interface de l'échantillon-vide. Cela nous laisse penser à un phénomène de décharge en surface. La décharge électrique à la surface de l'échantillon a pour conséquence d'engendrer des charges positives à la surface. Ce phénomène sera détaillé par la suite.

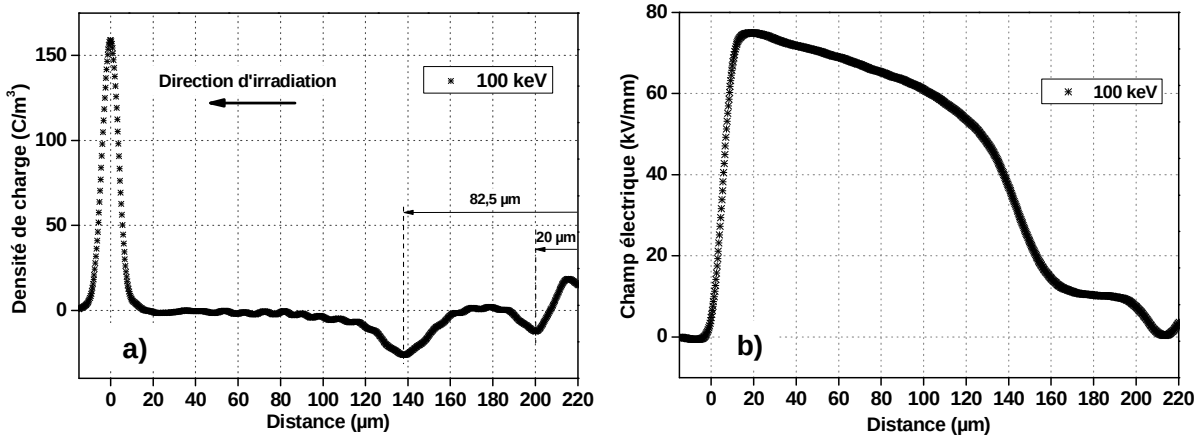


Figure 4-22 : PTFE de 220 µm irradié successif pendant 30 minutes sous 100 keV : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique

Nous nous intéressons maintenant à la quantité de charge détectée pour chaque irradiation, elle est obtenue en intégrant l'aire sous pics de charges négatifs ou l'aire des pics dus aux charges induites au niveau de l'électrode. Les résultats sont donnés dans le tableau 4-6. Pour chaque irradiation, nous voyons que la quantité de charge négative détectée (tableau 4-6) est beaucoup plus faible que la quantité théorique de charges implantées par le faisceau d'électrons. Dans ce protocole de mesure de charges d'espace, le phénomène permettant d'expliquer l'écart important (Figure 4-23) entre la charge mesurée et la charge théorique implantée est la saturation des charges injectées dans l'échantillon au cours de l'irradiation.

Tableau 4-6. Densité de charge implantée dans l'échantillon pour chaque irradiation

Energie (keV)	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100
Quantité de charge théorique implantée [µC/cm^2]	-1,18	-2,55	-3,65	-3,34	-3,8	-4,16	-4,05	-3,86	-4,73	-6,76
Quantité de charge détectée (µC/cm^2)	-0,054	-0,135	-0,067	-0,068	-0,056	-0,055	-0,041	-0,076	-0,167	-0,153

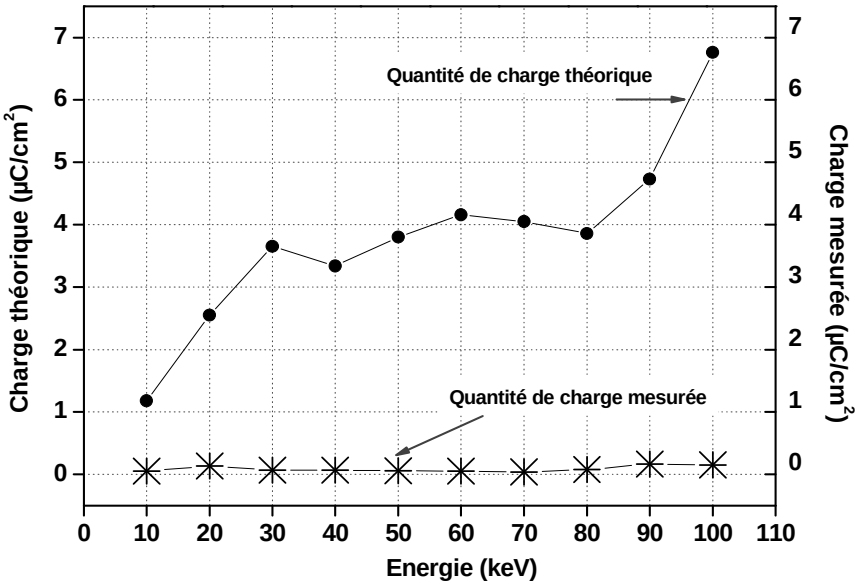


Figure 4-23 : Quantité de charge théoriquement implantée et quantité de charge mesurée en fonction de l'énergie (en valeur absolue)

La position du pic de charge implantée par ce protocole d'irradiation sous des énergies croissantes dans la gamme de [10-100] keV est comparée avec les valeurs obtenues pour des irradiations uniques ainsi qu'avec les valeurs théoriques obtenues par le logiciel Casino. La Figure 4-24, représente les courbes en échelle logarithmique.

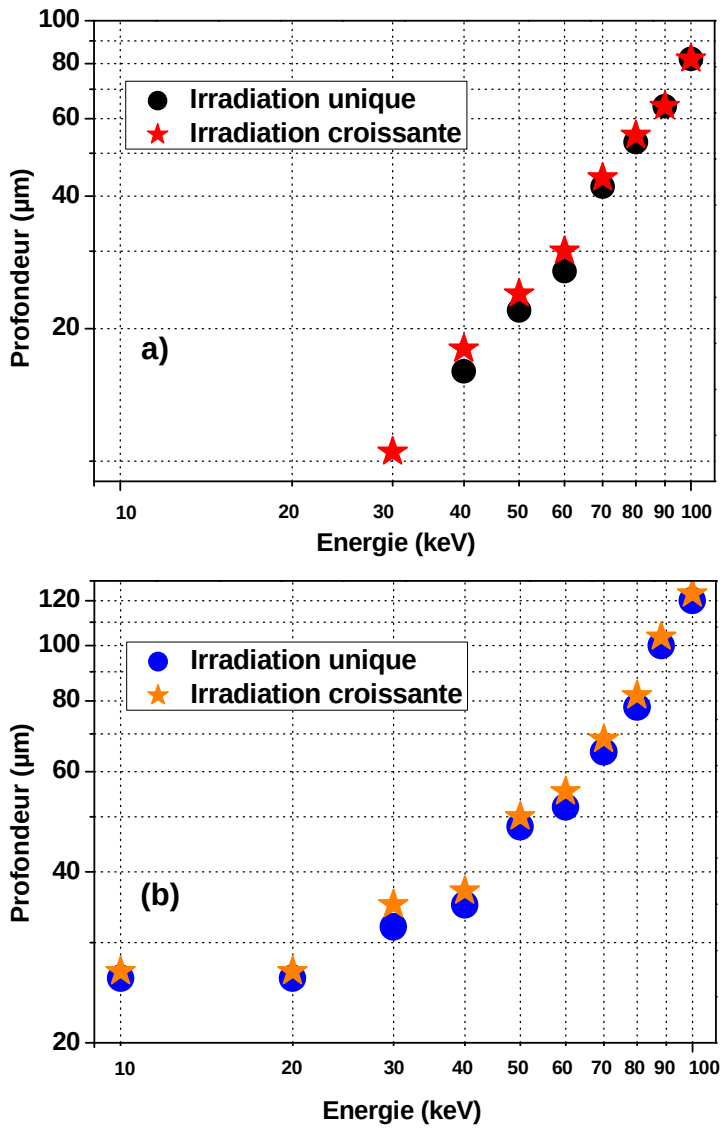


Figure 4-24 : Comparaison de la profondeur de pénétration des charges mesurée pour deux cas : irradiations uniques et irradiations sous énergies croissantes : a) Position du maximum du pic négatif de charge avec la profondeur de pénétration maximale en Casino ; b) Position de la fin du pic négatif de charge.

Nous pouvons voir que les résultats obtenus pour des irradiations successives avec des énergies croissantes et des énergies uniques sont quasi-similaires. La position du maximum du pic de charge implantée correspond à la profondeur de pénétration maximale des électrons calculée par Casino. Par l'effet cumulatif des irradiations dans cette étude, les électrons accumulés dans la zone de pré-stockage sont dépiégés et poussés plus profondément dans le volume de l'échantillon lors d'une nouvelle irradiation.

4.2. Distribution des charges d'espaces par l'effet d'irradiation sous des énergies décroissantes

L'échantillon est ici irradié sous des énergies décroissantes de [100-10] keV, les paramètres d'irradiations sont présentés sur le tableau 4-7.

Tableau 4-7. Conditions de mesures pour des irradiations décroissantes

Energie [keV]	100	90	80	70	60	50	40	30	20	10
Flux [nA/cm^2]	3,03	2,96	6,74	1,9	2,06	2,22	2,55	3,4	2,28	5,85

Nous commençons par une irradiation sous 100 keV, les profils de charge et de champ électrique sont présentés dans la Figure 4-25.

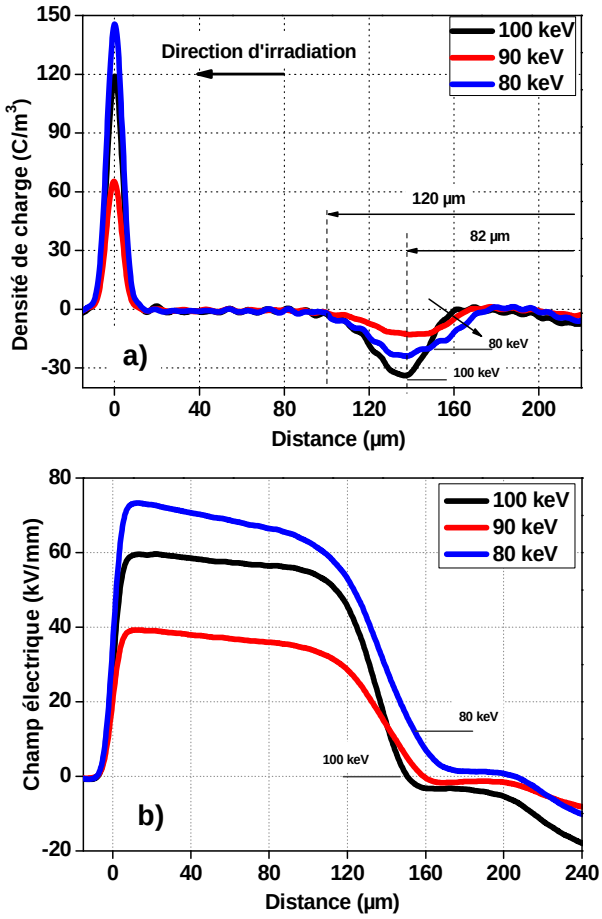


Figure 4-25 : PTFE de 220 µm irradié sous énergie décroissante dans la gamme [100-80] keV de 30 minutes pour chaque irradiation : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique

Le profil de charge montre deux zones d'accumulation. Les électrons sont stockés dans la première zone d'accumulation des charges à l'abscisse [100 -160] µm et le maximum du pic négatif de charge est estimé à environ 82 µm depuis la surface irradiée avec son amplitude de – 34 C/m^3 (pic de charge principal).

Lorsque les électrons incidents pénètrent dans le volume de l'échantillon, ils génèrent des porteurs secondaires, par dissociation de paires électron-trou dans la zone irradiée, qui augmentent la conductivité dans cette partie de l'échantillon. Pour le PTFE, les ordres de grandeur de la conductivité intrinsèque et de la conductivité induite sous rayonnement sont $\sigma_{\text{int}} = 10^{-22}\ \Omega^{-1}.m^{-1}$ et $\sigma_{RIC} = 10^{-13}\ \Omega^{-1}.m^{-1}$ [PERR 07]. Autrement dit, la conductivité dans la zone irradiée est forte. De plus, le champ électrique négatif dans les premiers 23 µm de la surface, atteint à la valeur maximale de - 12 kV/mm. Ce champ incite une partie des charges incidentes à retourner vers la surface irradiée. La présence des charges négatives dans les premiers 23 µm est possible. Nous avons observé des charges négatives près de la surface irradiée, à faible amplitude, à une profondeur de 23 µm, dans la zone de l'abscisse [197-220] µm (Figure 4-25a).

Pour la seconde irradiation sous 90 keV, nous observons un pic négatif de charge dans le volume et son maximum est détecté à la même profondeur de mesure initiale de 82 µm. Ce pic se compose des électrons piégés lors de la première irradiation de 100 keV et des électrons de 90 keV. La même position du maximum du pic de charge négatif est observée lors de la troisième irradiation sous 80 keV. Pour les irradiations sous énergies décroissantes, les charges négatives dans la première zone d'accumulation ont tendance à être repoussées vers la surface.

Dans la Figure 4-26, la première zone d'accumulation reste inchangée pour des irradiations sous 70, 60 et 50 keV. Dans la zone [100-170] µm et l'amplitude du pic négatif de charge piégée est égale à – 22 C/m^3. Dans la deuxième zone d'accumulation des charges (proche de la surface irradiée), les charges implantées se déplacent progressivement vers la surface et le pic augmente en amplitude.

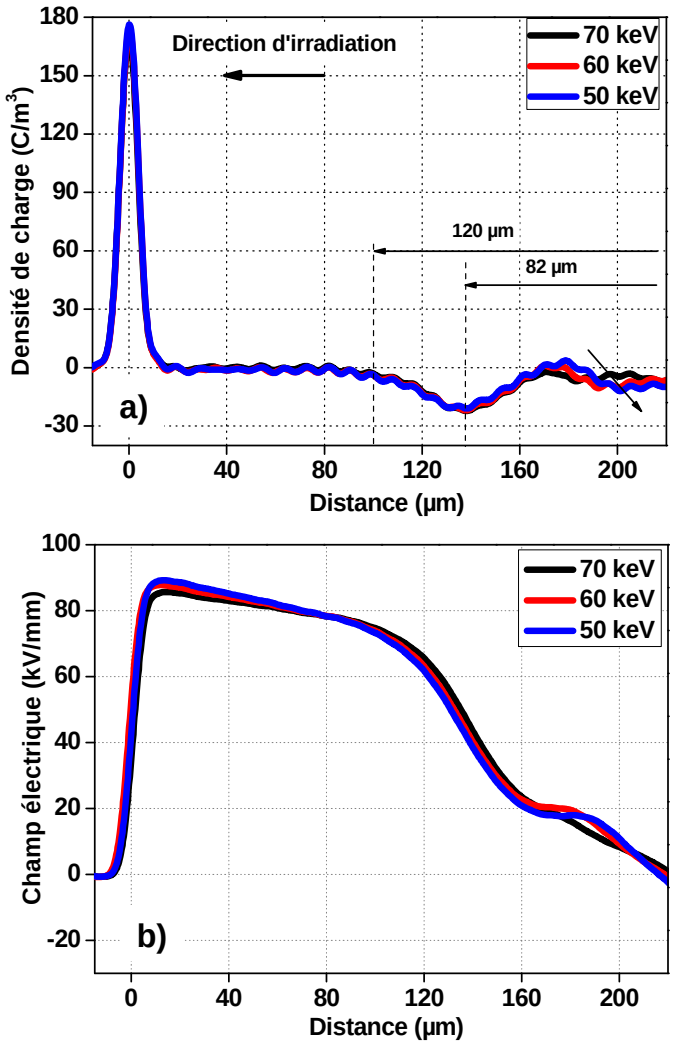


Figure 4-26 : PTFE de 220 µm irradié sous énergie décroissante avec le temps de 30 minutes pour chaque irradiation, dans la gamme [70-50] keV : a) Profil de charge d'espace, b) Profil de champ électrique

Pour des irradiations décroissantes de [40-10] keV (Figure 4-27), aucun changement n'est observé pour la première zone d'accumulation dans la région [100-160] µm. Néanmoins, nous pouvons remarquer que l'amplitude du pic négatif égale à – 19 C/m^3 diminue un petit peu par rapport à celle reporté dans la Figure 4-26. La deuxième zone d'accumulation des charges négatives est trouvée à la profondeur de 31 µm de la surface irradiée. L'amplitude du pic de charges négatif augmente pour une décroissance de l'énergie d'irradiation de 40 à 30 keV. Ceci est dû à l'augmentation du flux du faisceau d'électrons irradiés. Un pic positif apparait à une profondeur de 42 µm, en fin de l'irradiation sous 30 keV. Ce pic a gardé la même position jusqu'à la fin d'irradiation sous 10 keV.

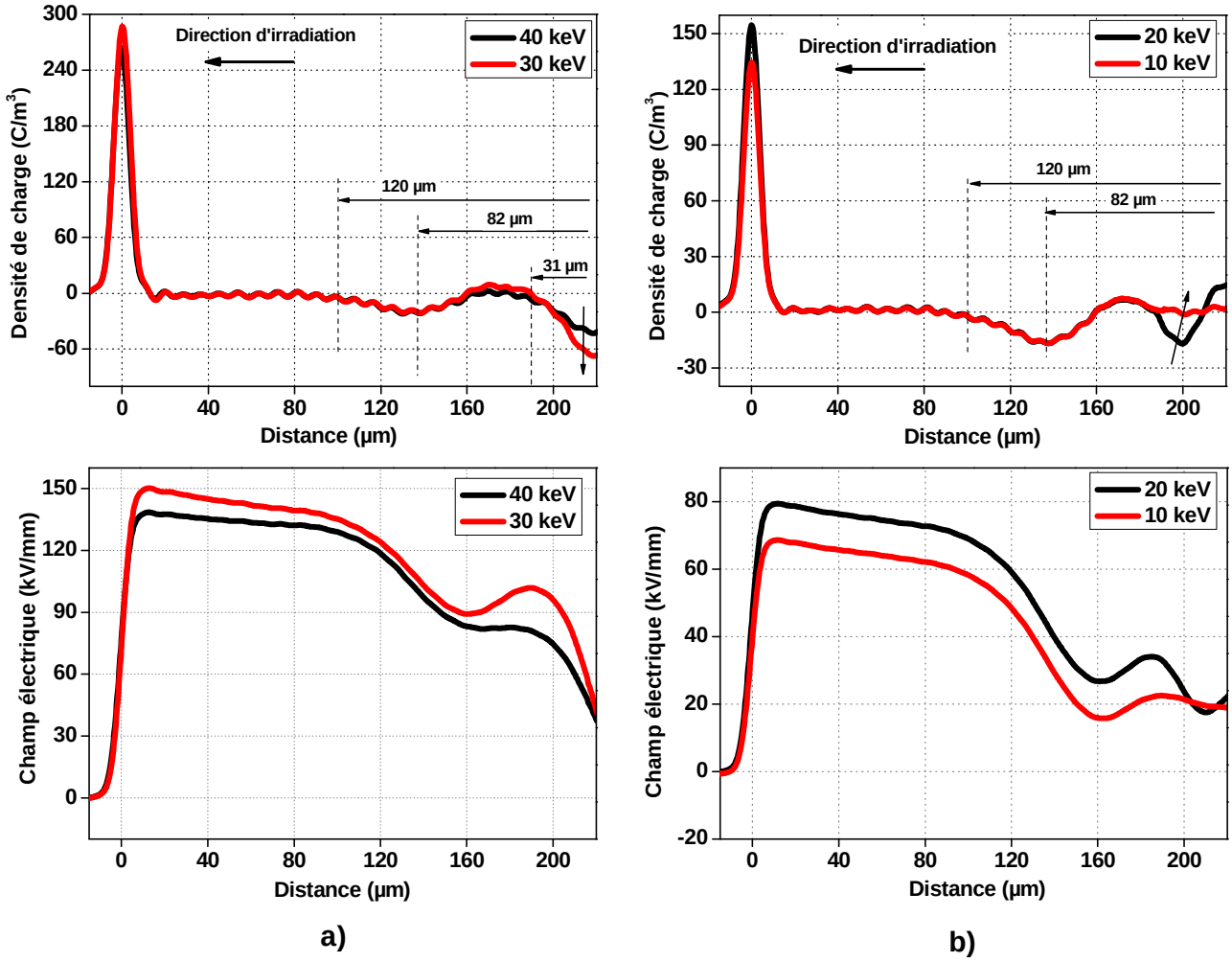


Figure 4-27 : Évolution des profils de charge et de champ électrique sur un échantillon PTFE de 220 µm irradié successif pendant 30 minutes sous : a) 40 et 30 keV ; b) 20 et 10 keV

Nous observons un pic de charge positif à l'interface échantillon-vide et un pic de charge négatif près de la surface irradiée à environ 20 µm, pour une irradiation sous 20 keV. Il est possible de prévoir que les charges positives à la surface dans ce cas sont liées au phénomène de décharge électrostatique. Ceci sera détaillé à la suite. Après la dernière irradiation sous 10 keV, il semble que toutes les charges implantées dans la deuxième zone aient disparues. Les charges positives engendrées par irradiation sous 20 keV, à l'interface de l'échantillon, sont alors compensées avec les électrons provenant lors d'une nouvelle irradiation sous 10 keV.

Nous avons calculé la quantité de charge détectée pour chaque irradiation dans cette étude, elle est donnée dans le tableau 4-8. Ici aussi un effet de saturation de charges implantées dans l'échantillon est observé. Pour travailler en-dessous du seuil de saturation, les irradiations avec un temps plus court ou des flux d'électrons plus faible seront nécessairement.

Tableau 4-8. Densité de charge implantée dans l'échantillon pour chaque irradiation

Energie (keV)	100	90	80	70	60	50	40	30	20	10
Quantité de charge théorique implantée ($\mu C/cm^2$)	-5,55	5,30	-5,37	-3,51	-3,87	-4.44	4,81	-6,35	-4,22	-5,21
Quantité de charge détectée ($\mu C/cm^2$)	-0,1	-0,06	-0,134	-0,158	-0,161	-0,165	-0,25	-0,27	-0,15	-0,132

5. Phénomène de la décharge électrostatique in-situ

5.1. Effet du temps d'irradiation sur le phénomène de décharge électrostatique

Dans les parties précédentes nous avons effectué des mesures de charge d'espace sur des échantillons irradiés pendant 30 minutes. Nous avons observé un phénomène de saturation pour l'implantation des charges. Dans cette partie, nous allons étudier l'effet du temps d'irradiation sur les profils de charges d'espace pour une énergie d'irradiation et un flux du faisceau fixé. Nous nous intéressons ici à l'évolution des charges injectées près de la surface irradiée correspondant à une énergie de 30 keV. Un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur est utilisé.

L'irradiation est effectuée pendant 2 minutes puis une mesure de profil de densité de charges d'espace par PEA in-situ est réalisée. L'opération est répétée 18 fois. La durée totale d'irradiation est de 36 minutes. Le flux du faisceau d'électrons est fixé à 1 nA/cm^2 pour toutes les irradiations. L'intégration de la densité de charge mesurée permet de remonter au profil de champ électrique. En intégrant le profil du champ électrique, nous pouvons trouver le profil de potentiel pour chaque mesure.

En fonction de l'instant de la mesure, nous avons observé trois types de distribution de densité de charge d'espace. Dans la Figure 4-28a, le profil de charge attendu comprend un seul pic négatif de charges injectées près de la surface irradiée.

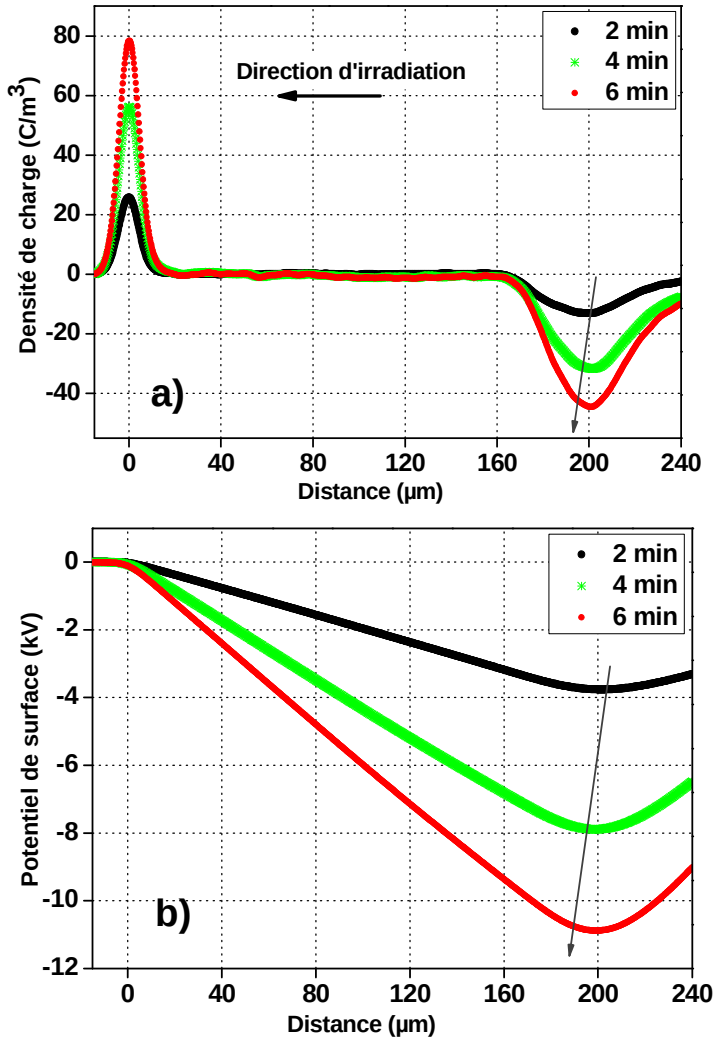


Figure 4-28 : Échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV après une période d'irradiation variée [2-6] minutes : a) Profil de charge, b) Profil de potentiel

Comme interprété dans le paragraphe 3.1.2, dans ce cas, le pic négatif de charges injectées présente une amplitude double à cause de l'effet de réflexion de l'onde acoustique à l'interface entre l'échantillon et le vide. L'amplitude du pic négatif de charges implantées augmente linéairement au cours du temps de 2 à 6 minutes sans montrer le signe de saturation. Le profil de potentiel de surface augmente également au cours de cette période d'irradiation (Figure 4-28b). Les mêmes observations ont aussi été trouvées pour les périodes d'irradiation progressive [18-26] et [28-32] minutes.

Nous avons observé un second type de profil de charges (Figure 4-29) pour le temps d'irradiation de 8, 28 et 36 minutes. Un pic positif de charges est détecté à la surface irradiée. Un pic négatif de charges injectées est localisé proche de la surface irradiée. Nous avons observé un deuxième pic négatif en dehors de l'échantillon. Ce dernier est dû à la réflexion de l'onde acoustique à l'interface entre l'échantillon et le vide. Ces profils de charge sont expliqués par un phénomène de décharge électrique. Grâce à la vidéo enregistrée, nous avons observé une décharge lumineuse très brève de l'ordre d'une seconde (Figure 4-30) à la fin de l'irradiation. On suppose une extraction des charges injectées proches de la surface irradiée de l'échantillon vers le vide. Le phénomène de décharge électrique génère par conséquent des charges positives à l'interface entre l'échantillon et le vide.

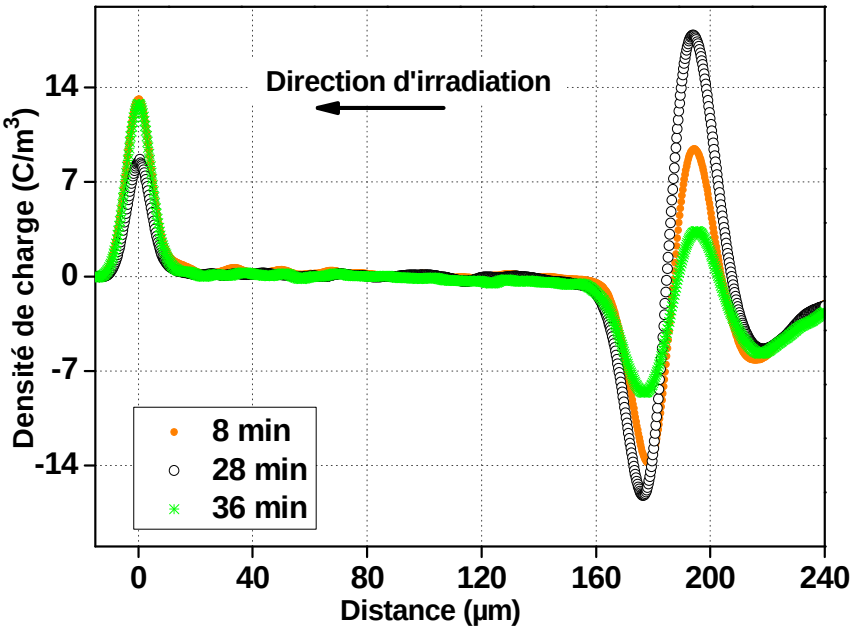


Figure 4-29 : Profil de charge obtenu après [8-28-36] minutes d'irradiation pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV

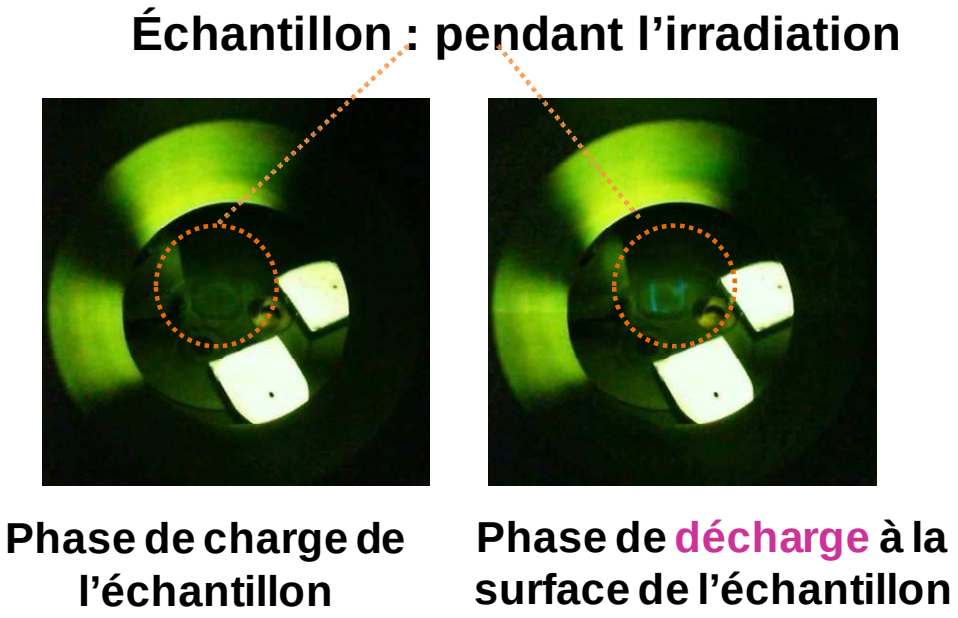


Figure 4-30 : Éclair lors d'un claquage électrique en surface du PTFE à mesurer pendant l'irradiation sous 30 keV

Nous avons observé le troisième type de distribution de la densité de charges entre 10 et 12 minutes (Figure 4-31) ou 14 et 16 minutes (Figure 4-32). L'amplitude du pic négatif de charges implantées décroît entre ces deux intervalles d'irradiation.

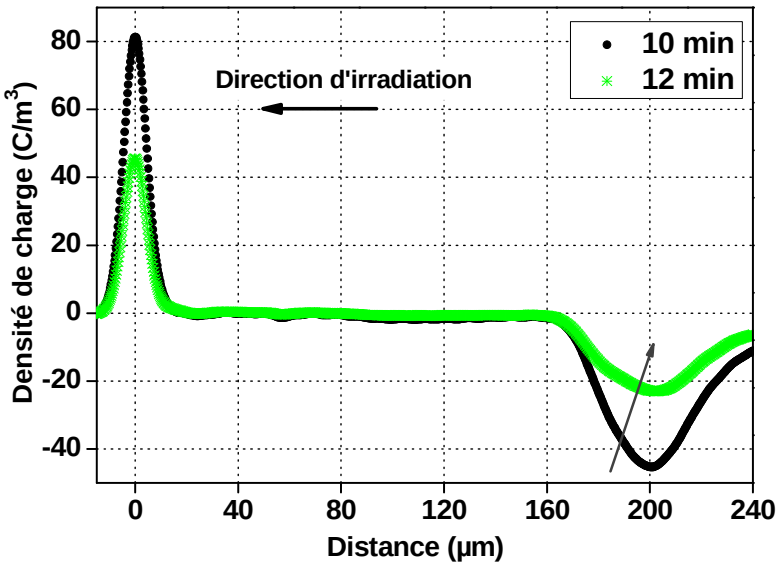


Figure 4-31 : Profil de charge obtenu après [10-12] minutes d'irradiation pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV.

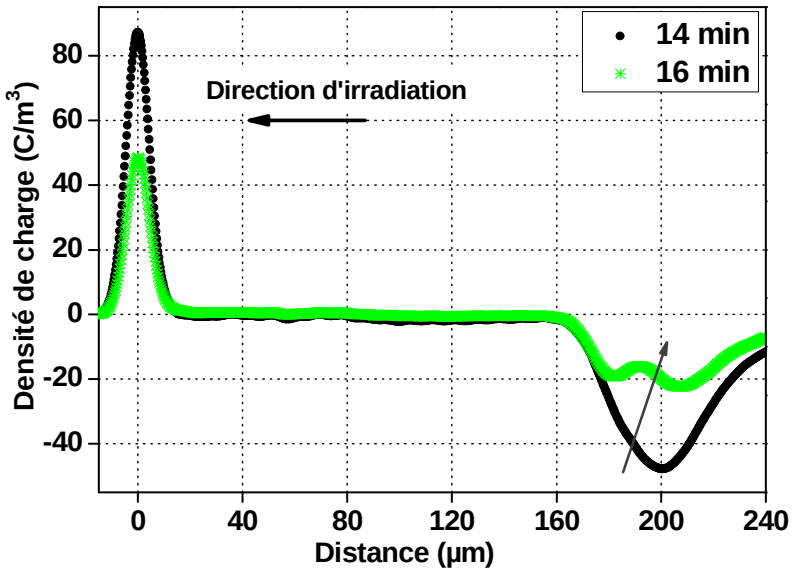


Figure 4-32 : Profil de charge obtenu après [14-16] minutes d'irradiation pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV.

Pour ces irradiations, la décroissance de l'amplitude du pic négatif observée est aussi liée au phénomène de décharge électrique. En effet, le claquage électrique a eu lieu pendant les deux intervalles d'irradiation, des charges positives apparaissent en surface puis sont compensées par les électrons qui continuent à être injectées. Le pic négatif recommence alors à se construire lentement.

Pour comprendre le phénomène responsable de l'évolution du profil de charge d'espace obtenu, nous nous intéressons à l'évolution du potentiel en surface irradiée en fonction du temps d'irradiation (Figure 4-33).

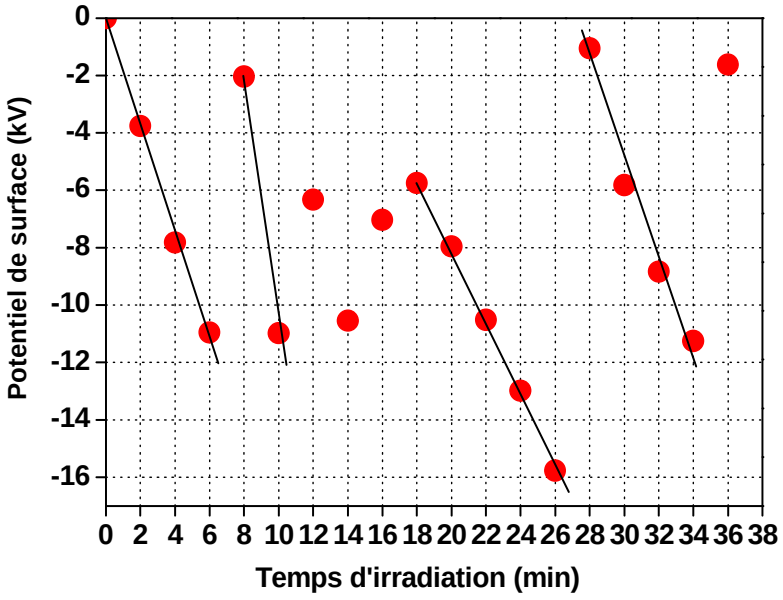


Figure 4-33 : Valeur du potentiel en surface après chaque période d'irradiation pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV.

A partir de cette figure, nous pouvons voir un lien entre l'évolution du potentiel en surface et l'évolution du profil de densité de charge obtenu au cours du temps d'irradiation. Une évolution linéaire décroissante du potentiel correspond à l'évolution du profil de charge observé pour le premier type de profil de charge. C'est la phase de charge de l'échantillon. Le potentiel en surface décroît au cours du temps, atteint à une valeur importante ceci peut engendrer une décharge électrique. Nous avons observé un seuil de potentiel à – 11 kV après 6 minutes. L'irradiation est prolongée jusqu'au 8 minutes, le claquage provoque une chute du potentiel à – 2 kV. Dans cette mesure, le phénomène de la chute et l'évolution linéaire de potentiel en surface se produit régulièrement au cours du temps d'irradiation. Alors, les processus de charge et de décharge électrique sont régulièrement reproduits. Les décharges peuvent se produire vers le vide, vers l'électrode de mesure du système PEA ou vers le porte-échantillon relié à la masse.

5.2. Identification du mécanisme de décharge électrostatique

Nous nous intéressons à déterminer le mécanisme qui est responsable de la décharge au cours de l'irradiation. Pour faire cela, un petit changement a été réalisé sur la configuration de l'électrode de détection de la cellule PEA. Nous avons laissé un espace plus grand entre l'échantillon et le support de la porte d'échantillon qui est connecté à la masse du système (Figure 4-34). Un gap de vide de 1 mm a été obtenu, l'électrode supérieure est toujours laissée flottante à 2 mm au-dessus de la surface de l'échantillon.

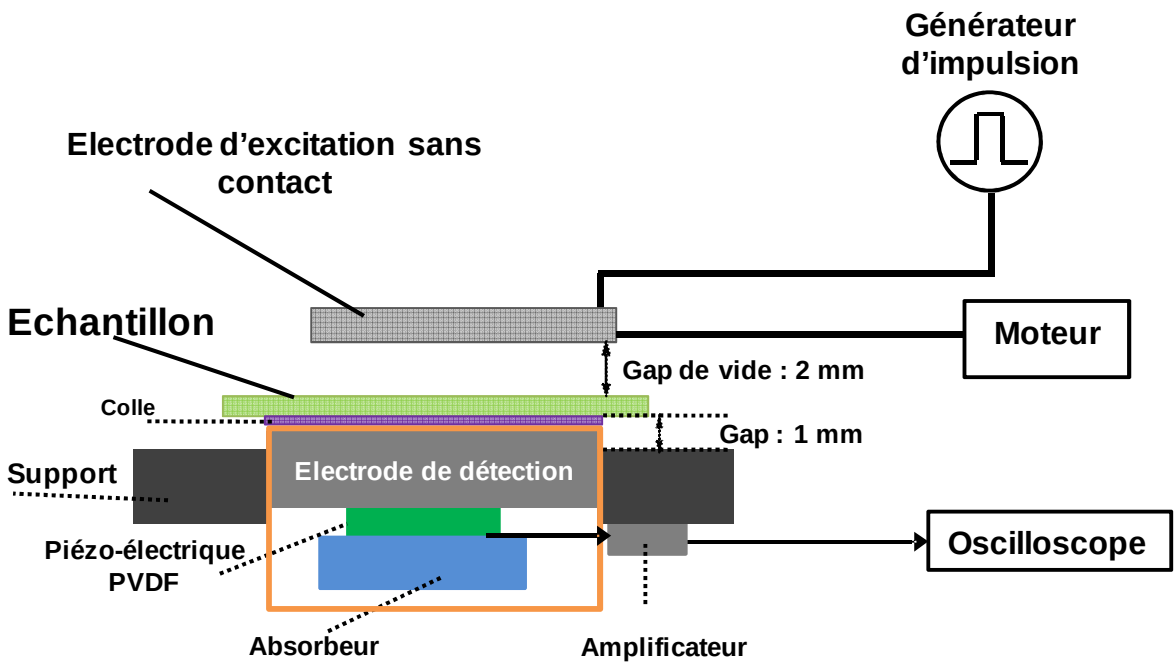


Figure 4-34 : Modification du système PEA sans contact implanté dans l'enceinte Matspace avec un espace de 1 mm entre l'échantillon et le support connecté à la masse

Un échantillon de PTFE de 225 µm d'épaisseur a été irradié sous 30 keV, avec flux d'électrons de 1,5 nA/cm^2. Le temps d'irradiation est de 30 secondes pour les premières irradiations, et puis d'une minute pour les dernières irradiations. De façon générale, la distribution de charges d'espace obtenue est similaire avec les résultats précédents. Les processus de charge et de décharge sont aussi observés. (Figure 4-35a et 4-35b). Dans ces mesures, après 2 minutes d'irradiation, nous avons observé le premier claquage. Le pic de charges positives est apparu à la surface irradiée. Dans ce cas, le flux d'électrons est plus important par rapport aux irradiations précédentes ce qui explique que la décharge électrique se soit produite plus tôt.

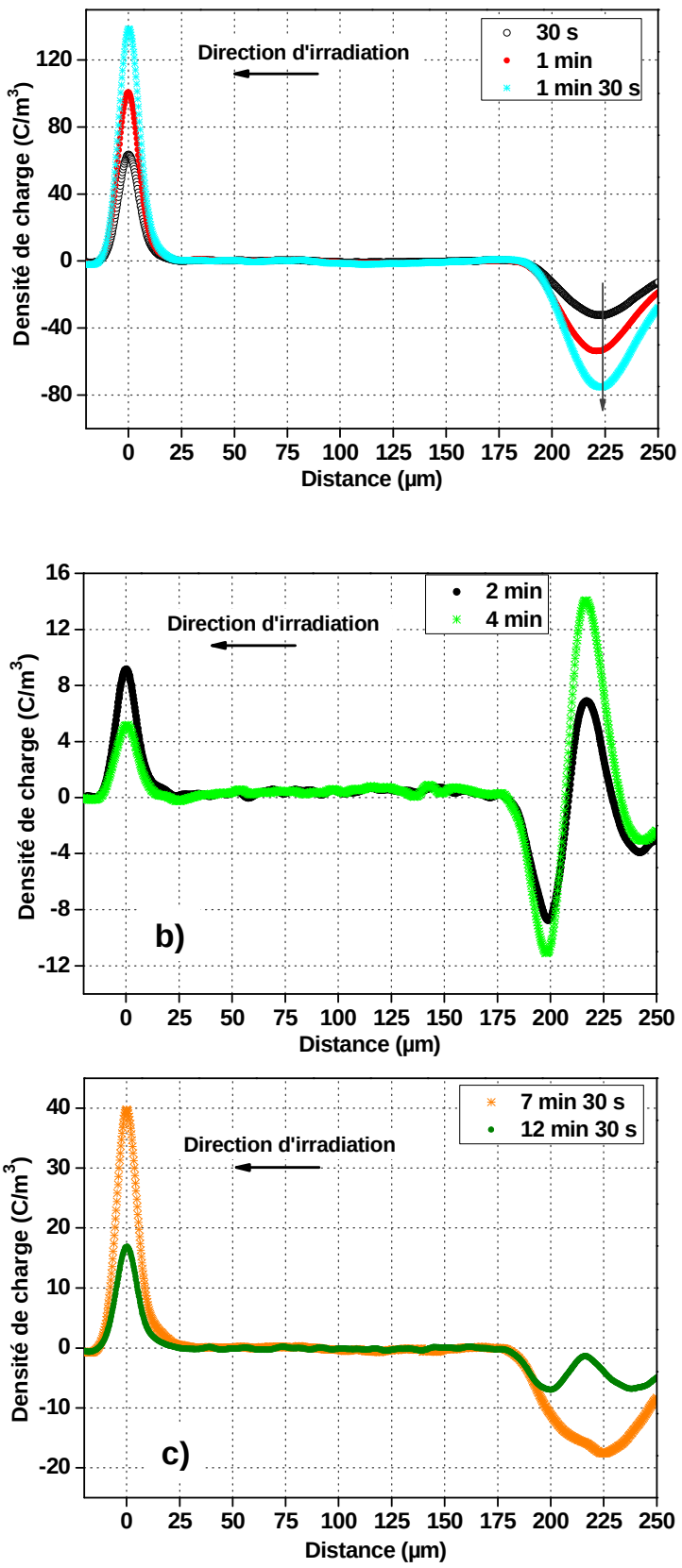


Figure 4-35 : Profil de charge obtenu après des périodes d'irradiation successives pour un échantillon de PTFE de 200 µm d'épaisseur irradié sous 30 keV : a) Processus de charge, b et c) Périodes d'apparition de la décharge électrique.

Comme observé dans la Figure 4-35, dans cette mesure, lorsqu'un claquage se produit en fin de l'irradiation, nous avons observé un pic positif de charges à la surface de l'échantillon pour deux périodes d'irradiations de 2 et 4 minutes. Le claquage a été observé pendant l'irradiation pour 7,5 et 12,5 minutes. Les charges positives dues à l'extraction de charges dans ce cas sont recombinées par des charges injectées. Donc, le profil de charge présente un seul pic après 7,5 minutes ou deux pics négatifs après 12,5 minutes.

L'évolution du potentiel en surface irradiée sont présentés dans la Figure 4-36.

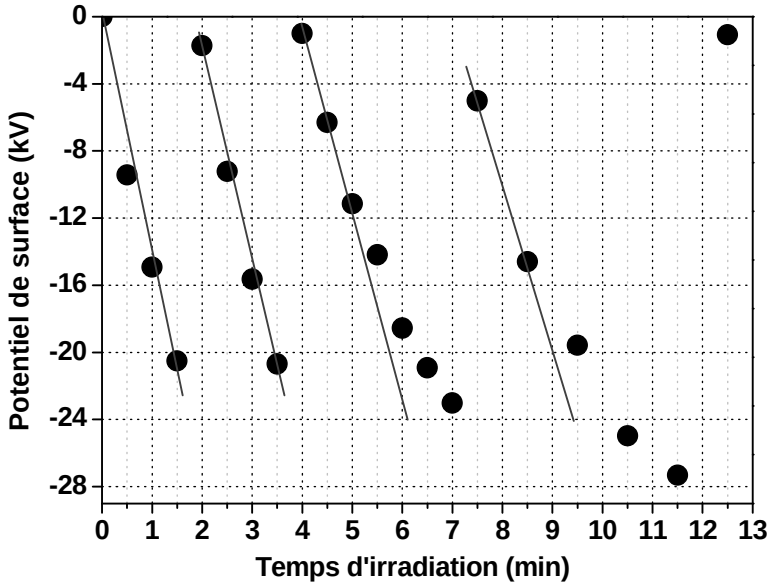


Figure 4-36 : Potentiel en surface pour chaque irradiation d'un PTFE de 225 µm irradié sous 30 keV

Nous avons pu mettre observer quatre périodes de charge avec une évolution linéaire du potentiel en surface. Entre ces périodes de charge, les décharges électriques ont été observées avec une chute du potentiel de surface.

Le premier claquage a été observé lorsque le potentiel de surface atteint, après 1 minute et 30 secondes d'irradiation, – 20,5 kV. Ce potentiel d'amorçage d'un claquage est plus important que celui trouvé pour la configuration initiale du PEA lors du premier claquage observé dans la Figure 4-33 (-11 kV).

En comparant avec la configuration initiale de mesure PEA, nous n'observons que les quatre valeurs du potentiel d'amorçage en surface irradiée avant de la décharge électrique sont plus importantes (Tableau 4-9). Lorsque la distance entre la surface irradiée et la plaque de support est augmentée, le potentiel en surface atteint est également augmenté. Dans ces mesures, nous pouvons confirmer que le claquage se produit entre la surface de l'échantillon et la masse du support.

Tableau 4-9. Résumé des claquages pour la configuration initiale et configuration modifiée et les valeurs du potentiel de surface d'amorçage d'un claquage

	Claquage	**Configuration initiale**	**Configuration modifiée**
Potentiel d'amorçage (kV)	Premier	-11	-20,5
	Deuxième	-11	-20,7
	Troisième	-11,4	-23
	Quatrième	-16	-27

Durant l'irradiation, pour éviter ce phénomène de décharge électrique, nous devrons protéger les bords de l'échantillon par un masque diélectrique. Nous pouvons aussi utiliser un diélectrique isolant pour réaliser une barrière physique au contournement ou augmenter la distance entre la surface de l'échantillon et le support métallique.

6. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons estimé la distribution des électrons dans un échantillon de PTFE étudié en réalisant la simulation des trajectoires des électrons par le logiciel Casino. A partir de cette simulation, la profondeur de pénétration maximale des électrons dans un PTFE de 200 µm d'épaisseur et la position du pic de charge théorique ont été calculées pour les irradiations monoénergies différentes dans la gamme de [10-100] keV.

Expérimentalement, nous avons dans un premier temps obtenu la distribution de charges injectées dans un échantillon en fonction de chaque énergie d'irradiation. Pour différentes configurations de mesure, nous avons eu une continuité d'informations sur la répartition de la charge. Nous avons observé une cohérence entre les mesures obtenues par la technique PEA classique et par le logiciel Casino au-delà d'une énergie de 50 keV. A faible énergie, [10-30] keV, nous avons observé un double en amplitude du pic négatif de charge. Cela est lié à la réflexion de l'onde acoustique à l'interface entre l'échantillon et le vide ce qui provoque un doublement pic de charge injectée. Une limite de la résolution spatiale de la technique PEA sans contact ne permet pas de distinguer les pics de charges injectées proches de la surface irradiée.

Des mesures par la technique LIMM classique apporte une information complémentaire sur la distribution de charges. Cette technique est en bon accord avec les mesures PEA classique, elle a montré une bonne résolution spatiale pour détecter les charges dans la gamme d'énergie allant de 15 à 70 keV. La méthode PEA offre une bonne résolution quand les charges sont implantées dans le volume, sous irradiation au-delà de 80 keV. Les mesures des charges par la technique LIMM in-situ ont été réalisées pendant l'irradiation et la relaxation après quelques heures sous vide. Nous avons observé une extraction de charges injectées proches de la surface irradiée vers la masse au cours du temps d'irradiation.

Dans un second temps, l'étude de l'influence des irradiations sous des énergies différentes pour un échantillon de PTFE irradié par un faisceau d'électrons ont été réalisées. Les résultats permettent donc une compréhension de l'effet d'irradiations multiples avec des énergies croissantes et des énergies décroissantes. A partir de cette étude, nous avons observé une saturation des charges injectées lors d'une irradiation pendant un temps de 30 minutes. Il est nécessaire d'effectuer les irradiations avec un courant du faisceau fixé et un temps d'irradiation plus court. La dernière partie a été concentrée à l'évolution de la densité de charges d'espace en fonction du temps d'irradiation pour une énergie de 30 keV. A partir de cette évolution, les valeurs de potentiel de surface ont été calculées et un phénomène de décharge électrique se produisant au cours de l'irradiation en surface irradiée vers la masse du système la plus proche a été observé. Deux processus de charge et de décharge électrique au cours de l'irradiation ont lieux. Nous avons mis en évidence que ces décharges se produisent en surface vers le porte-échantillon. Pour éviter ce type de décharges, il est nécessaire d'augmenter la distance entre la surface de l'échantillon et le support connecté à la masse.

Conclusion générale et Perspectives

L'objectif de ce travail, concernait l'étude de la charge des matériaux diélectriques utilisés comme revêtement thermique et/ou isolants électriques dans les systèmes d'électronique embarquée d'un satellite sous l'effet du bombardement du faisceau d'électrons. Depuis sa mise en place dans notre laboratoire, le dispositif Matspace permet de reproduire les conditions spatiales d'irradiation électronique dont le flux et l'énergie sont maitrisés. L'enceinte Matspace est constituée d'un caisson sous vide, d'un canon à électrons et d'un ensemble des dispositifs de caractérisation électrique comme les systèmes de mesure de charge d'espace PEA sans contact et LIMM. Cela nous permet d'observer avec précision la distribution spatiale des charges injectées en volume par le faisceau d'électrons.

Le premier objectif de cette thèse était d'utiliser et d'analyser le traitement de signal utilisé pour un système de mesure PEA classique. Une analyse approfondie de la technique de déconvolution basée sur la fonction de transfert du système de mesure a été réalisée.

De façon générale, le filtre passe-bas de type gaussien est utilisé dans le traitement de signal pour éliminer l'ensemble des bruits induits des fréquences supérieures à la fréquence de coupure de ce filtre après la division spectrale des signaux. Un des paramètres important, apparu dans notre analyse, est le choix de la fréquence de coupure du filtre gaussien. Cette étude a été montrée un lien entre la fréquence de coupure du filtre gaussien, le facteur de résolution et l'étalement de la charge. Il apparaît un choix optimal pour le facteur de résolution pour chaque cellule de mesure qui correspond à une fréquence de coupure du filtre gaussien. Ce choix est basé sur la convergence entre le facteur de résolution et l'étalement de la charge capacitive au niveau de l'électrode lors de l'étape de la calibration. Ce choix est ensuite validé par des mesures expérimentales qui montrent son importance pour l'analyse et l'interprétation lorsque la charge est localisée près de la surface. Cette analyse nous amène à faire un choix de facteur de résolution différent en fonction de la cellule de mesure sélectionnée.

Un des objectifs complémentaires était de contribuer à la simulation de l'interaction des électrons avec le matériau étudié, basé sur le logiciel CASINO. Les calculs des trajectoires des électrons dans le matériau diélectrique nous permettent de renseigner la distribution

normalisée des électrons en fonction de l'énergie bombardée. La profondeur de pénétration maximale des électrons dans un échantillon est estimée pour des énergies de 10 à 100 keV.

Pour les échantillons caractérisés sur le banc de PEA classique, il est observé que les profondeurs de pénétration de la charge en fonction de l'énergie sont conformes à celles observées par les mesures LIMM, et simulée à l'aide du logiciel CASINO. Il est également mis en évidence la complémentarité entre les techniques PEA et LIMM. Effet, il est préférable d'utiliser la méthode PEA si les charges sont localisées en profondeur et la méthode LIMM pour les charges localisées en surface. En PEA sans contact, in-situ, la détection des charges proches de la surface est améliorée car il n'y a plus de charges images au niveau de la surface irradiées.

Une partie importante du travail a été consacrée à l'analyse des profils de charge enregistrés par le système PEA in-situ. Ce système permet d'effectuer des mesures de charges injectées dans des échantillons irradiés entre deux périodes d'irradiation et de suivre l'évolution de charges sous l'effet cumulatif des irradiations. Cette étude nous a permis d'une part de remonter la profondeur des charges injectées dans le volume de l'échantillon en fonction des irradiations monoénergétiques dont les résultats sont en accord avec ceux obtenus par les mesures PEA classique, ainsi les calculs par le logiciel CASINO, et d'autre part d'en connaître la limite de la résolution spatiale du système de mesure lorsque les charges sont localisées proches de la face irradiée.

Par la suite, des irradiations successives sont réalisées soit avec des énergies d'irradiation croissante (10 keV – 100 keV) soit décroissantes (100 keV-10 keV). Il apparaît une influence de l'historique de l'irradiation. Lors d'irradiation à énergie croissante, on détecte un profil de charge qui ne dépend que de la dernière énergie d'irradiation. Pour des irradiations à énergie décroissante, on observe une influence prépondérante de la première irradiation.

Ce travail soulève un certain nombre de points à développer dans un futur proche. Nous avons vu qu'au niveau de la PEA sans contact, il est intéressant d'effectuer non seulement les mesures in-situ de charges sur des échantillons irradiés entre deux périodes d'irradiation, mais il faudrait également des mesures pendant l'irradiation. Pour cela, il faudrait concevoir une électrode d'excitation PEA permettant l'application d'impulsions de tension à travers un gap

de vide mais sans arrêt de l'irradiation pendant la mesure. Combiné à l'utilisation d'un oscilloscope avec des fréquences d'acquisition plus rapide et d'un générateur d'impulsions pour la fréquence de répétition plus élevée, nous pourrions remonter l'évolution des profils de charges avec précision pendant l'irradiation.

Références Bibliographies

[ASTR] http://www.astrium.eads.net/fr/programme/le-programme-spot.html

[ARNA 11] M. Arnaout, F. Baudoin, L. Berquez and D. Payan, "Study of signal treatment for a pulsed electro-acoustic measurement cell: a way of improving the transfer matrix condition number, " *J. Phys. D: Appl. Phys*. Vol. 44, pp.405-403, 2011.

[ARNA 12] M. Arnaout, "Caractérisation d'une cellule de mesure Electro-Acoustique Pulsée pour la qualification électrostatique des diélectriques spatiaux : modélisation électro-acoustique et traitement du signal, " *Thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier*, pp. 93-145, 2012.

[BAKE 01] D. N. Baker, "Satellite Anomalies due to Space Storms," *in I.A. DAGLIS. ed. Space Storms and Space Weather Hazards*. The Netherlands: Kluwer Academic, pp.285-311, 2001.

[BALC 12] N. Balcon, D. Payan, M. Belhaj, T. Tondu, and V. Inguimbert, "Secondary Electron Emission on Space Materials: Evaluation of the Total Secondary Electron Yield from Surface Potential Measurements," *Plasma Science, IEEE Transactions on*, vol. 40, pp. 282-290, 2012.

[BEIG 09] J. Beigbeder, "Etudes des propriétés physiques de nanocomposites à matrice polysiloxane : Application au développement d'un revêtement de contrôle thermique froid et antistatique," *Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier - Toulouse III*, 2009.

[BOER 88] E. R. Boerwinkle, "Measurements of the secondary electron emission from dielectric surfaces," *Thesis in physic, Faculty of Texas Tech University*, December 1988.

[BOUC 12] S. Bouchareb, L. Berquez et V. Griseri, "Implantation de la Méthode LIMM au Sein de l'Enceinte d'Irradiation Electronique Matspace," *8ème conférence de la Société Française d'Electrostatique*, Cherbourg-Octeville, France, 2012.

[BRIS 08] F. BRISSET, "Microscopie électronique à balayage et Microanalyse," publication du Groupement National de Microscopie électronique à balayage et Microanalyses, EDP Sciences 2008, pp. 13-38 et pp. 587-609.

[CATA 02] J. P. Catani, "*Spacecraft anormalies and failures attributed to spacecraft charging*," space technology course CNES/ONERA, Toulouse, 2002," Space environment: prevention of risks related to spacecraft charging," ed. CNES-CEPADUES, pp.9-35, 2002.

[CAZA 05] J. Cazaux, "A new model of dependence of secondary electron emission yield on primary electron energy for application to polymers," *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 38, pp. 2433, 2005.

[CNES 1] http://smsc.cnes.fr/Fr/shm.htm

[CNES 2] http://spot6.cnes.fr/satellite/architecture.htm

[CLUZ 10] R. Cluzel, "Etude de la passivation du silicium dans les conditions d'irradiation électronique de faible énergie," *Thèse de doctorat, Université Claude Barnard Lyon 1*, 2010.

[DAPO 03] M. Dapor, *Electron-Beam Interactions with Solids Application of the Monte Carlo Method to Electron Scattering Problems*, vol. 186: Springer Tracts in Modern Physics, 2003.

[DROU 98] D. Drouin, "Contributions à l'avancement de techniques de caractérisation de semiconducteur au microscope électronique à balayage," *Thèse de doctorat, Université de Sherbrooke – Québec, Canada*, 1998.

[DROU 07] D. Drouin, A. R. Couture, D. Joly, X. Tastet, V. Aimez, and R. Gauvin, "CASINO V2.42—A Fast and Easy-to-use Modeling Tool for Scanning Electron Microscopy and Microanalysis Users," Scanning, vol. 29, pp. 92-101, 2007.

[EDUS] http://eduscol.education.fr/orbito/orb/orbito/orbit1.htm

[FOWL 56] J. F. Fowler, "X-Ray Induced Conductivity in Insulating Materials," *Proceedings of the Royal Society of London. Series A. Mathematical and Physical Sciences*, vol. 236, pp. 464-480, 1956.

[FUKU 04] K. Fukunaga, "Innovative PEA space charge measurement systems for industrial applications," *Electrical Insulation Magazine, IEEE*, vol. 20, pp. 18-26, 2004.

[GALL 05] O. Gallot, V. Griseri, G.Teyssedre, C. Laurent, "The pulsed electro-acoustic technique in research on dielectrics for electrical engineering," *RS-RIGE*. Vol. 8 – No. 5, pp. 749-772, June 2005.

[GARR 81] H. B. Garrett, "The charging of spacecraft surfaces," *Reviews of Geophysics and Space Physics 19*, no. 4, pp. 577–616, 1981.

[GRIS 04] V. Griseri, K. Fukunaga, T. Maeno, C. Laurent, L. Levy and D. Payan "Pulsed Electro-acoustic Technique Applied to In-situ Measurement of Charge Distribution in Electronirradiated Polymers," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions* on, vol. 11, pp. 891-898, 2004.

[GRIS 07] V. Griseri, "Evolution et perspectives de dévoloppement de la méthode électroacoustique pulsée pour la mesure de charges d'espace " in *Matériaux diélectriques pour le génie électrique 1*, vol. 1. Paris: Hermes–Lavoisier, 2007, pp. 279-300.

[GRIS 09a] V. Griseri, "Behavior of Dielectrics in a Charging Space Environment and Related Anomalies in Flight," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 16, pp. 689-695, 2009.

[GRIS 09b] 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.

[GRIS 10] V. Griseri, P. Malaval, L. Berquez, T.A. Tung, S. Le Roy, L. Boudou, and A. Boulanger, "Charge build-up and transport in electron beam irradiated polymers in a new irradiation chamber," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Annual Report Conference on, pp. 688-691, October 2010.

[GRIS 12] V. Griseri, S. Bouchareb, and L. Berquez, "Adaptation of the LIMM technique data treatment to perform measurements in vacuum," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena (CEIDP), Annual Report Conference on, 2012.

[GRIS 13] V. Griseri, **X. T. Nguyen** and L. Berquez, "Analysis of the pulsed electro-acoustic signal treatment recorded on electron beam irradiated dielectrics," *Journal of Electrostatics*, vol. 71, pp. 422-428, 2013.

[GROS 87] B. Gross, "Radiation-induced charge storage and polarization effects," *in Electrets, Topics in Applied Physics: Springer Berlin Heidelberg*, vol. 33, pp. 217-284, 1987.

[GROS 91] B. Gross and R. Hessel, "Electron emission from electron-irradiated dielectrics," *Electrical Insulation, IEEE Transactions* on, vol. 26, pp. 18-25, 1991.

[HANN 12] R. Hanna, "Transport de charges et mécanismes de relaxation dans les matériaux diélectriques à usage spatial, " *Thèse de doctorat, Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace, Toulouse*, 2012.

[HOFF 10] R. C. Hoffmann "Electron-induced electron yields of uncharged insulating materials," *Thesis in Physics, Utah State University*, 2010.

[HOVI 97a] P. Hovington, D. Drouin, and R. Gauvin, "CASINO: A new monte carlo code in C language for electron beam interaction —part I: Description of the program," Scanning, vol. 19, pp. 1-14, 1997.

[HOVI 97b] P. Hovington, D. Drouin, R. Gauvin, D. C. Joy, and N. Evans, "CASINO: A new monte Carlo code in C language for electron beam interactions—part III: Stopping power at low energies," Scanning, vol. 19, pp. 29-35, 1997.

[HOVI 97c] D. Drouin, P. Hovington, and R. Gauvin, "CASINO: A new monte carlo code in C language for electron beam interactions—part II: Tabulated values of the mott cross section," Scanning, vol. 19, pp. 20-28, 1997.

[JOY 89] D. C. Joy and S. Luo, "An empirical stopping power relationship for low-energy electrons," Scanning, vol. 11, pp. 176-180, 1989.

[KOEC 09] F. A. M. Koeck, R. J. Nemanich, A. Lazea, and K. Haenen, "Thermionic electron emission from low work-function phosphorus doped diamond films," *Diamond and Related Materials*, vol. 18, pp. 789-791, 2009.

[KOON 00] H. C. Koons, J. E. Mazur, R. S. Selesnick, J. B. Blake, J. F. Fennell, J. L. Roeder and P. C. Anderson, "The impact of the space environment on space systems," *6th Spacecraft Charging Technology Conference, AFRL-VS-TR-20001578*, 1 September 2000.

[LANG 04] S. B. Lang, "Laser intensity modulation method (LIMM): review of the fundamentals and a new method for data analysis," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 11, pp. 3-12, 2004.

[LANG 86] S. B. Lang and D. K. Das-Gupta, "Laser-intensity-modulation method: A technique for determination of spatial distributions of polarization and space charge in polymer electrets," *Journal of Applied Physics*, vol. 59, pp. 2151-2160, 1986.

[LAUR 99] C. Laurent, "Diélectriques solides et charges d'espace," *Techniques de l'ingénieur*, D2 305, pp. 115, 1999.

[LEMA 02] J. Lemaire, "La plasmasphère," *Physicalia Magazine*, vol. 24, pp. 231-252, 2002.

[LEAC 95] R. D. Leach and M.B. Alexander, "Failures and anomalies attributed to spacecraft charging," *NASA RP-1375, Marshall Space Flight Center*, AL Aug, 1995.

[LEUN 81] M. S. Leung, M. B. Tueling, and E. R. Schnauss, "Effects of secondary electron emission on charging," *The Aerospace Corporation, 3rd session, Material Characterization*, pp. 163-178, 1981.

[LI 95] Y. Li, M. Aihara, K. Murata, Y. Tanaka, and T. Takada, "Space charge measurement in thick dielectric materials by pulsed electroacoustic method," *Review of Scientific Instruments*, vol. 66, pp. 3909-3916, 1995.

[MAEN 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 o*n, vol. 23, pp. 433-439, 1988.

[MAEN 04] T. Maeno and K. Fukunaga, "Open-PEA system for space charge measurement in dielectrics under irradiation," presented at Solid Dielectrics, ICSD 2004. Proceedings of the 2004 IEEE International Conference on, 2004.

[MAGE 07] V. Maget, "Développement et comparaison de méthodes d'assimilation de données appliquées à la restitution de la dynamique des ceintures de radiations terrestre," *Thèse de doctorat, Institut Supérieur de l'Aéronautique et de l'Espace*, *Toulouse*, pp. 22, 2007.

[MATT] http://www.matter.org.uk/tem/electron_gun/electron_gun_simulation.htm

[MIYA 07] H. Miyake, M. Honjoh, S. Maruta, Y. Tanaka, T. Takada, K. Koga, H. Matsumoto, T. Goka, B. Dirassen, L. Levy and D. Payan, "Space charge accumulation in polymeric materials for spacecraft irradiated electron and proton," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena. CEIDP 2007. Annual Report - Conference on, pp. 763-766, 2007.

[MOLI 05] P. Molinié, "Measuring and modeling transient insulator response to charging: the contribution of surface potential studies," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 12, pp. 939-950, 2005.

[NGUY 11] **X. T. Nguyen**, S. Bouchareb, V. Griseri and L. Berquez, "Post-electronic irradiation measurements by PEA and FLIMM methods on dielectric films," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Annual Report Conference on, pp. 812-815, 2011.

[NGUY 13] **X. T. Nguyen**, V. Griseri and L. Berquez, "In-situ space charge measurements on dielectrics during electronic irradiation by PEA," presented at Electrical Insulation and Dielectric Phenomena, Annual Report Conference on, 2013.

[NOTT 56] W. Nottingham, "Thermionic Emission," *in Electron-Emission Gas Discharges I / Elektronen-Emission Gasentladungen I, Encyclopedia of Physics / Handbuch der Physik: Springer Berlin Heidelberg*, vol. 4 / 21, pp. 1-175, 1956.

[PAUL 11] T. Paulmier, B. Dirassen, D. Payan, and N. Balcon, "Characterisation of electron surface emission from space used polymers after irradiation," presented at Electrets (ISE), *14th International Symposium on*, Montpellier, 2011.

[PAYA 96] D. Payan, "*Les décharges électrostatiques induites par l'environnement géostationnaire*," cours de technologie spatiale CNES, Toulouse, 1996," Environnement spatial: prévention des risques liés aux phénomènes de charges," ed. CNES-CEPADUES, pp.289-329, 1996.

[PAYA 02] D. Payan, "*Vacuum electrostatic discharges*," space technology course CNES/ONERA, Toulouse, 2002," Space environment: prevention of risks related to spacecraft charging," ed. CNES-CEPADUES, pp.317-366, 2002.

[PERR 07] C. Perrin, "Apport de la technique Electro-Acoustique Pulsée à la mesure et à l'analyse du transport de charges dans les diélectriques sous faisceau d'électrons," *Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier - Toulouse III*, 2007.

[PERR 08] C. Perrin, V. Griseri, and C. Laurent, "Measurement of Internal Charge Distribution in Dielectrics using the Pulsed Electro-acoustic Method in non Contact Mode," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions* on, vol. 15, pp. 958-964, 2008.

[PHAM 09a] C. D. Pham, "Cartographie de charges d'espace par méthode FLIMM / Complémentarité avec les méthodes PEA et TP*T*," *Thèse de doctorat, Université Toulouse III – Paul Sabatier*, pp. 63, 2009.

[PHAM 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. CEIDP 2009. Annual Report - Conference on, pp. 731-734, 2009.

[PHAM 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(vinylidenefluoride-trifluoroethylene) (PVDF-TrFE) films using two thermal techniques," *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 16, pp. 676-681, 2009.

[PETR 04] 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.

[SPOF] http://www-spof.gsfc.nasa.gov/Education/Fwms2.html

[SESS 92] G. M. Sessler, "Charge dynamics in irradiated polymers," *Electrical Insulation, IEEE Transactions* on, vol. 27, n. 5, pp. 961-973, 1992.

[TECH] http://www.techno-science.net/?onglet=glossaire&definition=8687

[THAL] https://www.thalesgroup.com/fr/node/25390

[THOM 08a] C. Thomas, "Développement de la méthode électro-acoustique pulsée pour des mesures sous contrainte périodique de forme arbitraire : caractérisation de la charge d'espace dans les isolants polymères," *Thèse de doctorat, Université Paul Sabatier - Toulouse III*, pp. 61-64, 2008.

[THOM 08b] C. Thomas, G. Teyssèdre and C. Laurent, A new method for space charge measurements under periodic stress of arbitrary waveform by the pulsed electro-acoustic method, *Dielectrics and Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol.15, pp. 554-559, 2008.

[WADA 03] M. Wadamori, M. Fukuma, T. Maeno, K. Fukunaga and N. Nagao, "Proposal of numerical analysis model of acoustic wave propagation and generation on PEA method," *7th Int. Conf. Properties and Applications of Dielectric Materials*, Nagoya, Japan, pp. 863-866, 2003.

[WENA 77] E. P. Wenaas, "Spacecraft Charging Effects by the High-Energy Natural Environment," *Nuclear Science, IEEE Transactions on*, vol. 24, pp. 2281-2284, 1977.

[WILK 81] J. Wilkenfeld, C. Mallon and J. Horne, "Conduction and Charge Storage in Electron Irradiated Spacecraft Insulators," July 1981.

[USHE] http://www.gel.usherbrooke.ca/casino/What.html

[YANG 92] G. M. Yang and G. M. Sessler, "Radiation-induced conductivity in electron-beam irradiated insulating polymer films," *Electrical Insulation, IEEE Transactions on*, vol. 27, pp. 843-848, 1992.