



HAL
open science

Développement, caractérisation et optimisation d'une source plasma pour la décontamination microbiologique

Aboubakar Koné

► **To cite this version:**

Aboubakar Koné. Développement, caractérisation et optimisation d'une source plasma pour la décontamination microbiologique. Plasmas. Université Paul Sabatier - Toulouse III, 2018. Français. NNT : 2018TOU30142 . tel-02301571

HAL Id: tel-02301571

<https://theses.hal.science/tel-02301571>

Submitted on 30 Sep 2019

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.

Université Fédérale



Toulouse Midi-Pyrénées

THÈSE

En vue de l'obtention du
DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :
Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

Présenté et soutenue par :

Aboubakar KONÉ

Le jeudi 19 juillet 2018

Titre :

**Développement, caractérisation et optimisation d'une source plasma pour
la décontamination microbiologique**

École doctorale et discipline ou spécialité :

ED GEET : Ingénierie des PLASMAS

Unité de recherche :

Diagnostics des Plasmas Hors Équilibre

Directeur/trice(s) de Thèse :

Philippe GUILLOT, Professeur des universités, Institut National Universitaire Champollion

Bruno CAILLIER, Maître de conférences, Institut National Universitaire Champollion

Jury :

Rapporteurs :

Jean-Michel POUVESLE, Directeur de Recherche, Université d'Orléans

Thierry DUFOUR, Maître de conférences, Université Pierre et Marie-Curie (UPMC)

Examineurs :

David MALEC, Professeur des universités, Université de Toulouse 3 Paul Sabatier

Delphine BESSIÈRES, Maître de conférences, Université de Pau et des Pays de l'Adour (UPPA)



**CENTRE
UNIVERSITAIRE
JEAN-FRANÇOIS
CHAMPOLLION**

ALLOCATIONS DE RECHERCHE

SOUTIEN AUX DOCTORANTS 2014

Par la délibération de l'assemblée du conseil régional, le 15/05/2014, une subvention régionale de 75.880 € a été attribuée au CUFR J.F. Champollion dans le cadre de la politique régionale d'aide à la recherche (dossier numéro 14050103). Cette mesure est destinée à soutenir la valorisation des connaissances et le transfert du savoir-faire au bénéfice notamment des laboratoires par la formation des jeunes docteurs.

L'objectif est de permettre à des étudiants préparant une thèse en Midi-Pyrénées d'effectuer un travail de recherche dans un des établissements du site. Dans le cadre de cette thèse, le complément de financement a été apporté par le CUFR J. F. Champollion.

Nous tenons à remercier la Région Midi-Pyrénées et le CUFR J. F. Champollion de leur soutien dans le cadre de ce travail de recherche.

REMERCIEMENTS

Tout d'abord, je commencerai par remercier *Philippe Guillot* et *Bruno Caillier*, mes directeurs de thèses qui m'ont permis d'effectuer mon stage de master 2, puis ma thèse au sein du laboratoire DPHÉ de l'INU Champollion à Albi. J'ai été ravi d'effectuer cette thèse dans un environnement familial et très convivial. Cette étude a pu aboutir à ce manuscrit grâce à leurs conseils, leur disponibilité, et leur bonne humeur quotidienne durant toutes les phases de ce travail.

Je tiens à remercier les membres du Jury de ma thèse et plus particulièrement *Thierry Dufour* et *Jean-Michel Pouvesle* qui ont été les rapporteurs de ce manuscrit. Leurs remarques pertinentes tant sur le manuscrit que la présentation orale ont grandement contribué à améliorer la qualité de ce travail.

Un grand Merci à *Cristina Muja* pour son énorme travail sur la partie microbiologique, la relecture de ce manuscrit. Grâce à ta pédagogie, j'ai pu aisément comprendre les principes de bases de la microbiologie. Merci à *Juslan Lo*, *Florent Sainct* et *Laurent Thérèse*, pour toutes les fois où je vous ai sollicité sur la partie plasma et avec la plus grande gentillesse, vous m'avez fait bénéficier de votre expérience.

Je tiens aussi à remercier *Laura Chavet* et *Christopher Laurent* qui m'ont chaleureusement accueilli au sein du bureau des doctorants et qui m'ont accompagné durant les premières années de cette thèse.

A *Abderrahmane KAIS* (mon petit Abdouch), *Laurent Invernizzi* (le charmeur de plasma) et *Manon Soulier* (la folle !), il me faudrait environs 100 pages pour vous remercier pour avoir à me supporter (et je sais que j'ai été pénible) lorsque je rédigeais ce mémoire. Vous avez fait preuve d'une grande gentillesse, surtout Laurent à qui j'ai pu « sous-traité » une bonne partie des expériences en bio. Je vous souhaite à tous beaucoup de réussite et de succès pour vos thèses.

Un Merci spécial à *Juslan Lo* et *Laura Chauvet*, vous avez toujours été disponible à chaque fois que je vous ai sollicité pour me filer un coup de main et m'avez toujours répondu avec le sourire.

Merci à *Patrick*, *Sylvie*, *Karen*, *Soraya*, *Francis*, *Jenny*, *Delphine* pour leur gentillesse.

Enfin, je tiens par remercier ma famille, mon père *Ibrahim Koné*, ma mère *Natenin Diarra*, mes frères et sœurs *Fah*, *Ami*, *Sékou*, *Nour* et mes proches *Mohamed* (docteur) et *Moussa* (kyubie) pour leur soutien et encouragement sans lequel rien n'aurait été possible.

SOMMAIRE

Résumé	1
Abstract	2
Contexte de l'étude.....	3
Chapitre 1 - État de l'art.....	7
I. Les plasmas	8
1. Généralités	8
2. Les claquages dans les gaz.....	9
2.1. Le claquage de type Townsend.....	9
2.2. Le claquage de type Streamers	13
II. Les jets plasmas à pression atmosphérique	14
1. Les configurations des jets plasmas.....	14
2. Les caractéristiques des jets plasmas.....	15
2.1. Les mécanismes de propagation.....	16
2.2. La forme annulaire de l'onde d'ionisation.....	17
2.3. La polarité du signal de tension.....	18
3. L'interaction des jets plasma avec des cibles.....	19
3.1. L'influence de la nature de la cible sur les propriétés des jets plasmas	21
3.2. La distance entre la sortie de la source plasma et la cible	23
III. Applications biologiques et médicales des plasmas froids	24
1. Les plasmas pour la décontamination microbienne.....	24
1.1. La température.....	25
1.2. Les radiations ultraviolettes	25
1.3. Les espèces réactives de l'oxygène et de l'azote (RONS)	26
1.4. Les charges électriques et le champ électrique	28
2. Les plasmas pour la thérapie médicale	29
2.1. Coagulation sanguine	29
2.2. Cicatrisation de plaies chroniques.....	30
2.3. Traitement de cellules cancéreuses	31
IV. Conclusion	32
Bibliographie.....	33
Chapitre 2 - Matériels et méthodes	41
I. Dispositif expérimental	42
1. Source plasma	42
2. Alimentation électrique.....	44
3. Echantillons en interaction avec le jet.....	46
II. Diagnostics électriques	47
1. Tension	47
2. Courant.....	47
3. Mesure du courant de décharge.....	48
3.1. Tension impulsionnelle	48

3.2.	Tension sinusoïdale.....	49
4.	Energie dissipée dans le plasma.....	51
III.	Diagnostics optiques.....	52
1.	Spectroscopie d'émission optique.....	52
2.	Imagerie par caméra ICCD (Intensified coupled charge device).....	54
2.1.	Caméra ICCD.....	54
2.2.	Evolution temporelle de la vitesse.....	55
2.3.	Couplage caméra ICCD et filtres optiques.....	58
	Bibliographie.....	59
	Chapitre 3 - RESULTATS – HELIUM.....	61
I.	Alimentation impulsionnelle.....	62
1.	Observations préliminaires.....	62
2.	Etude de la dynamique du jet plasma.....	64
2.1.	Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre).....	64
2.2.	Etude du jet plasma en présence d'une cible.....	72
2.2.1.	Cible diélectrique.....	72
2.2.1.1.	Interaction JPEP – cible diélectrique.....	72
2.2.1.2.	Interaction JPEN – cible diélectrique.....	79
2.2.2.	Cible conductrice.....	80
2.2.2.1.	Interaction JPEP – cible conductrice.....	80
2.2.2.2.	Interaction du JPEN – cible conductrice.....	86
3.	Etude des espèces réactives du jet plasma.....	88
3.1.	Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles.....	89
3.2.	Distributions spatiales des espèces générées par le jet.....	96
II.	Alimentation sinusoïdale.....	101
1.	Etude de la dynamique du jet plasma.....	103
1.1.	Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre).....	104
1.2.	Etude du jet plasma en présence d'une cible.....	107
1.2.1.	Interaction JPEP - cible diélectrique.....	107
1.2.2.	Interaction JPEP - cible conductrice.....	109
2.	Etude des espèces réactives du jet plasma.....	110
2.1.	Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles.....	110
2.2.	Distributions spatiales des espèces générées par le jet.....	112
3.	Energie dissipée dans le plasma.....	113
III.	Conclusion.....	114
	Bibliographie.....	115
	Chapitre 4 -Résultats –néon.....	121
I.	Alimentation impulsionnelle.....	122
1.	Etude de la dynamique du jet plasma.....	123
1.1.	Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre).....	123
1.2.	Etude du jet plasma en présence d'une cible.....	128
1.2.1.	Cible diélectrique.....	128
1.2.1.1.	Interaction JPEP – cible diélectrique.....	128
1.2.1.2.	Interaction JPEN – cible diélectrique.....	132
1.2.2.	Cible conductrice.....	133

1.2.2.1. Interaction JPEP – cible conductrice.....	133
1.2.2.2. Interaction JPEN – cible conductrice.....	136
2. Etude des espèces réactives du jet plasma.....	137
2.1. Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles.....	138
2.2. Distributions spatiales des espèces générées par le jet.....	144
II. Alimentation sinusoïdale.....	149
1. Etude de la dynamique du jet plasma.....	150
1.1. Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre).....	150
1.2. Etude du jet plasma en présence d'une cible.....	153
1.2.1. Interaction JPEP - cible diélectrique.....	153
1.2.2. Interaction JPEP - cible conductrice.....	154
2. Etude des espèces réactives du jet plasma.....	155
2.1. Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles.....	155
2.2. Distributions spatiales des espèces générées par le jet.....	157
3. Energie dissipée dans le plasma.....	159
III. Conclusion.....	161
Bibliographie.....	160
Chapitre 5 - Efficacité biocide des jets plasmas.....	163
I. Effet biocide des plasmas.....	164
1. Introduction sur le monde « invisible » des bactéries.....	164
2. Les sources plasmas pour la décontamination bactérienne.....	168
II. Matériels et méthodes.....	171
1. Souches bactériennes et techniques de culture.....	171
1.1. Souches bactériennes.....	171
1.2. Milieux et conditions de culture.....	171
2. Caractérisation de la distribution spatiale de l'effet biocide du jet.....	172
2.1. Évaluation de la zone d'inactivation générée par le jet.....	172
2.1.1. Évaluation de la zone d'inactivation avec le milieu complet (TSA).....	172
2.1.2. Évaluation de la zone d'inactivation avec le milieu restrictif (TSA + NaCl).....	172
2.2. Distribution spatiale des espèces réactives générées par le jet plasma.....	173
3. Évaluation de l'efficacité sporicide du jet.....	174
3.1. De l'inoculation de la cible à la récupération des spores.....	174
3.2. Modélisation mathématique des cinétiques de survie.....	175
4. Caractérisation des modifications morphologiques produites par l'exposition au jet plasma par microscopie électronique à balayage.....	178
4.1. Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB).....	178
4.2. Préparation des échantillons.....	179
III. Résultats et discussions.....	180
1. Influence de la nature de la cible traitée sur la distribution spatiale de l'effet biocide du jet plasma.....	180
2. Influence de la nature de la cible traitée sur la distribution spatiale des espèces réactives...	183
3. Influence de la nature de la cible traitée sur l'efficacité sporicide du jet plasma.....	185
4. Influence de la nature de la cible traitée sur la morphologie des spores.....	188
IV. Conclusion.....	191
Bibliographie.....	191

Conclusion générale	195
Perspectives	199
Publications	200

RESUME

Des études dans le domaine plasma-biologie ont démontré l'effet biocide des jets plasma à pression atmosphérique (JPPAs), faisant de ces dispositifs une alternative aux traitements classiques de décontamination microbiologique. Le gaz (ou mélange de gaz) utilisé et la puissance injectée dans le plasma ont été identifiés comme des paramètres importants influençant l'efficacité biocide des jets plasmas. Récemment, il a été rapporté qu'un autre facteur pouvait influencer l'effet biocide des jets plasmas : la nature de la cible en interaction avec le jet. Cette thèse propose d'étudier l'influence de la nature d'une cible sur les propriétés physiques et biocides des jets plasmas.

Dans un premier temps, le jet plasma a été caractérisé en l'absence de cible à l'aide d'outils de diagnostics électriques (sonde de tension, sonde de courant, oscilloscope) et optiques (caméra ICCD, spectromètre optique). Ainsi, la caméra ICCD a permis l'observation de la propagation d'une onde d'ionisation à des vitesses très élevées (de l'ordre du km.s^{-1}).

Dans un second temps, la caractérisation a porté sur l'interaction du jet plasma avec d'une part une cible diélectrique ($10^{-10} \text{ S.m}^{-1}$) et d'autre part une cible conductrice ($6.0 \cdot 10^7 \text{ S.m}^{-1}$). Les résultats montrent que lorsque l'onde d'ionisation atteint la cible diélectrique, celle-ci se propage de manière radiale sur la surface de la cible formant une onde d'ionisation surfacique. Pour la cible conductrice, un canal s'établit entre la source plasma et la surface de la cible, suivi éventuellement par la propagation d'une onde d'ionisation secondaire de la surface de la cible en direction de la sortie de la source plasma.

Enfin, afin d'évaluer l'influence de la nature de la cible sur l'efficacité biocide du jet plasma, des suspensions d'endospores de *Bacillus atrophaeus* et de bactéries *Escherichia Coli* ont été utilisées comme indicateur biologique. Les endospores et les bactéries ont été inoculées sur la surface des cibles diélectriques et conductrices, puis exposées au jet plasma. Les résultats montrent des modifications différentes sur le manteau des spores et une efficacité biocide plus élevée pour la cible conductrice comparée à la cible diélectrique. En résumé, cette thèse montre que les effets biocides des jets plasmas doivent être évalués dans les conditions expérimentales qui correspondent à l'application envisagée.

ABSTRACT

Studies in the plasma-biology field have demonstrated the biocidal effect of atmospheric pressure plasma jets (JPPAs), making these devices an alternative to conventional biological decontamination treatments. The gas (or gas mixture) used and the power injected into the plasma were identified as the parameters influencing the biocidal efficacy of plasma jets. Recently, it has been reported that another factor may influence the biocidal effect of plasma jets: the nature of the target in interaction with the jet. This thesis proposes to study the influence of the nature of a target on the biocidal properties of plasma jets.

Initially, the plasma jet was characterized in the absence of a target using electrical (voltage probe, current probe, oscilloscope) and optical (ICCD camera, optical spectrometer) diagnostic tools. The ICCD camera allowed the observation of the propagation of an ionization wave at very high velocities (of the order of $\text{km}\cdot\text{s}^{-1}$).

Secondly, the characterization focused on the interaction of the plasma jet with a dielectric target ($10^{-10} \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$) and a conductive target ($6.0 \cdot 10^7 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$). The results show that when the ionization wave reaches the dielectric target, it propagates radially on the surface of the target forming a surface ionization wave. For the conductive target, a channel is established between the plasma source and the target surface, possibly followed by propagation of a secondary ionization wave from the target surface towards the plasma source outlet.

Finally, the influence of the target nature on the biocidal efficacy of the plasma jet was studied. Endospores suspensions of *Bacillus atrophaeus* and *Escherichia coli* bacteria were used as biological indicator. Endospores and bacteria were inoculated on the surface of the dielectric and conductive target and exposed to the plasma jet. The results show different changes on the spores coat's and higher biocidal efficiency for the conductive target compared to the dielectric target.

In summary, this thesis shows that the biocide effects of plasma jets should be evaluated under the experimental conditions corresponding to the intended applications.

CONTEXTE DE L'ETUDE

Au cours de ces dernières années, les jets plasmas à pression atmosphérique (JPPAs) ont fait l'objet d'une attention particulière tant au niveau de la recherche scientifique que dans le domaine industriel. Les raisons de l'intérêt porté à ces sources peuvent être résumées comme suit :

- La possibilité de créer un plasma à la pression atmosphérique permet de s'affranchir de système de pompage et de réacteurs complexes utilisés pour les sources plasmas à basses pressions.

- Puisqu'ils sont générés à l'air ambiant, les JPPAs sont le siège d'une importante production d'espèces réactives.

- Lorsque la température du gaz est proche de la température ambiante, les JPPAs peuvent être utilisés directement au contact d'objets et de matériaux thermosensibles, y compris des tissus vivants.

Ces caractéristiques intéressantes ont rendu les JPPAs attractifs principalement dans le domaine du traitement de matériaux (dépôt en couche mince, modification des propriétés des surfaces, décontamination chimique ou biologique, etc.) ou dans le domaine biomédical (traitement de plaies chroniques, traitement de cellules cancéreuses, etc.).

Les JPPAs sont souvent générés à partir d'un tube diélectrique couplé à des électrodes. Ces dernières peuvent être enroulées autour du tube ou introduites à l'intérieur du tube. L'ensemble (tube diélectrique + électrodes) est alimenté par différents types de gaz tels que des gaz nobles (hélium, néon, argon, etc.), des gaz diatomiques (diazote, dioxygène), des mélanges de gaz nobles et de gaz diatomiques ou de l'air. Le plasma est créé en appliquant aux bornes du dispositif soit une tension alternative de fréquences de l'ordre du kHz, soit en utilisant des alimentations radiofréquences (MHz) ou micro-ondes (GHz). En fonction des conditions expérimentales, il est possible de produire un jet dont la longueur atteint plusieurs dizaines de millimètres.

Au départ, l'étude des JPPAs s'est faite en l'absence de cible (jet libre). Cela a permis de comprendre les phénomènes physiques liés à ce type de plasma. En effet, les jets plasmas qui apparaissent continu à l'œil nu, sont en réalité la conséquence de la propagation d'une onde d'ionisation guidée à des vitesses de l'ordre du km.s^{-1} .

De nombreux paramètres tels que les caractéristiques du signal d'alimentation (profil, polarité, amplitude, fréquence, etc.) ou celles du gaz précurseur (flux ou composition dans le cas d'un mélange de gaz) ont été identifiés comme influençant les propriétés des jets plasmas. Récemment, il a été prouvé que le type de surface en interaction avec le jet modifie également les propriétés de ce dernier. Ce résultat soulève un certain nombre de questions :

- La présence d'une cible quelconque en interaction avec un jet plasma modifie-t-elle uniquement la dynamique de propagation du jet ou affecte-t-elle également la production des espèces réactives ?

- Quelles sont les influences des paramètres comme la nature de la cible ou de la distance (entre la source et la surface de la cible) sur ces changements ?

- Dans le cas d'applications biologiques ou médicales telle que la décontamination microbienne de surface, l'efficacité biocide des JPPAs varie-t-elle en fonction du type de cible en interaction avec le jet ?

Cette thèse contribue à répondre à ces problématiques à travers l'étude expérimentale de l'interaction entre un jet plasma et deux cibles de natures différentes : une cible conductrice ($6.0 \cdot 10^7 \text{ S.m}^{-1}$) et une cible diélectrique ($10^{-10} \text{ S.m}^{-1}$). Ce travail se décline selon deux axes :

- Le premier axe consiste à caractériser l'interaction du jet plasma avec les cibles à l'aide d'outils de diagnostics optiques et électriques. Le but étant de comprendre les mécanismes physiques qui se produisent à la surface de la cible.

- Le second axe est lié à la microbiologie et s'inscrit dans le cadre de l'utilisation de sources plasmas pour la décontamination microbiologique des surfaces. L'effet biocide des jets plasmas ayant été démontré depuis une dizaine d'année, il s'agit pour ce travail de discuter de l'influence du support sur l'efficacité biocide des JPPAs.

Ce manuscrit est divisé en cinq chapitres. Le chapitre 1 introduit les concepts généraux à l'étude des plasmas. Puis, une synthèse de l'état de l'art sur les JPPAs et leurs applications dans les domaines biologique et médicale est présentée.

Le chapitre 2 décrit le dispositif expérimental, les outils et les méthodes de diagnostics utilisés durant ce travail.

Les chapitres 3 et 4 ont pour objectif de comprendre les mécanismes physiques liés à l'interaction du jet plasma avec les cibles diélectrique et conductrice. Dans le chapitre 3, le jet plasma est généré avec de l'hélium comme gaz précurseur. Nous nous sommes intéressés à l'influence de paramètres comme le profil et la polarité du signal de tension, la distance entre la source plasma et la cible sur certaines caractéristiques du jet (longueur, vitesse de propagation de l'onde d'ionisation, espèces réactives). Le chapitre 4 présente les résultats obtenus en utilisant le néon comme gaz plasmagène. Le but de ce chapitre est de discuter de l'influence du gaz précurseur sur les caractéristiques du jet plasma pour des conditions expérimentales identiques.

Le chapitre 5 est consacré à l'évaluation de l'influence de la nature de la cible et de la distance de traitement sur l'efficacité biocide du jet plasma.

Cette thèse se termine par une conclusion générale et des perspectives d'orientation de ce sujet.

Chapitre 1 - ÉTAT DE L'ART

Sommaire

I. Les plasmas	8
1. Généralités	8
2. Les claquages dans les gaz.....	9
2.1. Le claquage de type Townsend	9
2.2. Le claquage de type Streamers.....	13
II. Les jets plasmas à pression atmosphérique	14
1. Les configurations des jets plasmas.....	14
2. Les caractéristiques des jets plasmas.....	15
2.1. Les mécanismes de propagation	16
2.2. La forme annulaire de l'onde d'ionisation	17
2.3. La polarité du signal de tension	18
3. L'interaction des jets plasma avec des cibles.....	19
3.1. L'influence de la nature de la cible sur les propriétés des jets plasmas.....	21
3.2. La distance entre la sortie de la source plasma et la cible	23
III. Applications biologiques et médicales des plasmas froids	24
1. Les plasmas pour la décontamination microbienne	24
1.1. La température	25
1.2. Les radiations ultraviolettes.....	25
1.3. Les espèces réactives de l'oxygène et de l'azote (RONS)	26
1.4. Les charges électriques et le champ électrique	28
2. Les plasmas pour la thérapie médicale.....	29
2.1. Coagulation sanguine	29
2.2. Cicatrisation de plaies chroniques	30
2.3. Traitement de cellules cancéreuses.....	31
IV. Conclusion	32
Bibliographie	33

Ce chapitre propose un état de l'art sur la thématique des plasmas dans le domaine biologique et médicale. Il débute par une introduction sur les plasmas et plus généralement les phénomènes de décharges dans les gaz. La source utilisée dans ce travail étant un jet plasma à pression atmosphérique (JPPA), nous passons en revue quelques résultats importants de la littérature en rapport avec ce type de source. Enfin, nous présentons certaines applications qui découlent de l'utilisation des plasmas dans le domaine biologique et médicale.

I. Les plasmas

1. Généralités

En 1928, Irving Langmuir désigna par le terme de « plasma » un milieu macroscopiquement neutre partiellement ou totalement ionisé, obtenu lorsqu'un gaz est porté à très haute température (10^4 K). Le plasma est également connu comme étant le quatrième état de la matière en référence aux états solide, liquide et gazeux. Cependant, il s'agit de l'élément le plus abondant à l'échelle de l'univers (99,9 %) et à ce titre il peut être considéré plutôt comme étant le premier état de la matière à l'échelle de l'univers.

Les plasmas existent à l'état naturel, c'est le cas de la foudre, des aurores boréales ou des vents solaires. Néanmoins, ils peuvent être générés de manière artificielle en créant une décharge dans un gaz. Le degré d'ionisation (δ) défini comme le rapport de la densité des électrons (n_e) sur la densité totale des électrons et des neutres (n_n) permet de distinguer (Éq (1.1)) :

- Les plasmas fortement ionisés ($\delta > 10^{-4}$), il s'agit de plasmas proches de l'équilibre thermodynamique. Ils sont caractérisés par une température électronique proche de celle du gaz ($T_e \approx T_g$).

- Les plasmas faiblement ionisés ($\delta < 10^{-4}$), également désignés par les termes plasmas hors-équilibre thermodynamique ou plasmas froids ($T_e > T_g$). Le plasma étudié durant ce travail appartient à cette seconde catégorie.

$$\delta = \frac{n_e}{n_e + n_n} \quad \text{Éq (1.1)}$$

2. Les claquages dans les gaz

Le claquage d'un gaz peut être défini comme le passage du gaz d'un état isolant à un état conducteur. A pression atmosphérique, deux types de claquages sont généralement considérés : le claquage de type Townsend et le claquage streamer.

2.1. Le claquage de type Townsend

Considérons le dispositif schématisé sur la figure 1-1, composé de deux électrodes planes entre lesquelles se trouve un gaz. L'application d'une tension continue aux bornes du dispositif génère entre les électrodes, un champ électrique uniforme \vec{E} donné par l'équation (Éq (1.2)) :

$$\vec{E} = - \frac{V}{d} \vec{u} \quad \text{Éq (1.2)}$$

- V : différence de potentiel entre les électrodes
- d : distance séparant les électrodes

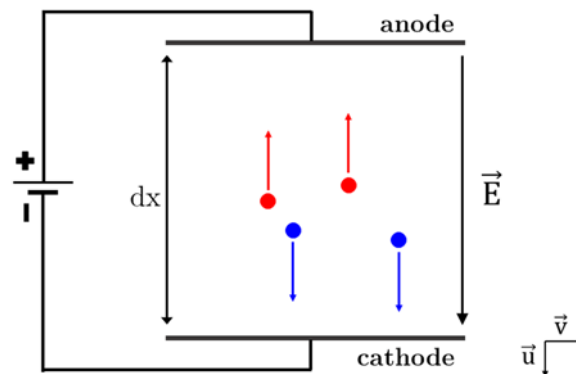


Figure 1-1. Collecte des charges sans processus de multiplication (avalanche électronique).

Sous l'effet du champ électrique, les électrons et les ions germes sont accélérés vers les électrodes. Il se produit une décharge électrique du fait des collisions induites par les mouvements des charges dans le gaz. En fonction de la tension aux bornes du dispositif et du courant à travers le gaz, trois régimes de décharges sont observables (figure 1-2) : les décharges sombres, les décharges luminescentes et les décharges de type arc.

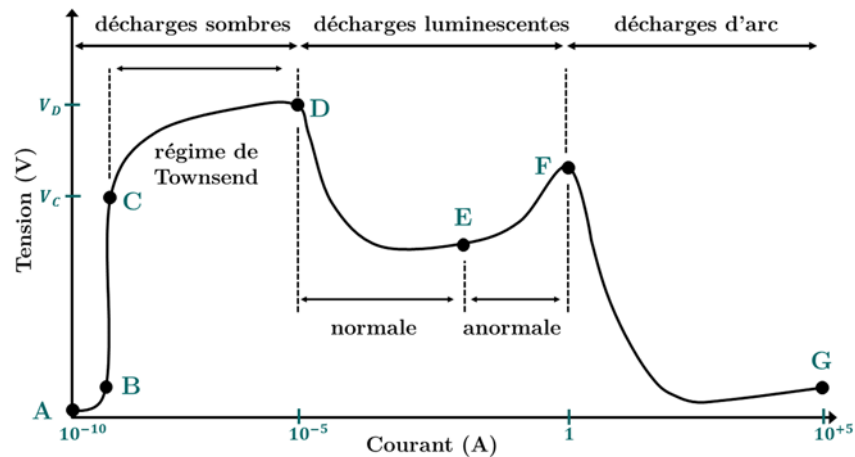


Figure 1-2. Régimes de décharges électriques (modifié à partir de Rax, (2005)).

Sur la caractéristique courant – tension présentée sur la figure 1-2, le régime des décharges sombres¹ correspond à la portion (A – D) et comprend :

- Le régime d’ionisation primaire du gaz (A – B) : création d’un courant de faible intensité due au déplacement des électrons et ions germes sous l’effet du champ électrique.

- Le régime de saturation (B – C) caractérisé par une valeur constante du courant en dépit d’une augmentation de la tension.

- Le régime de Townsend (C – D) qui se produit lorsque la tension aux bornes du dispositif dépasse une valeur seuil (V_c). Le champ électrique dans le gaz devient suffisant pour que les électrons germes au cours de leurs trajets ionisent les composantes (atomes et/ou molécules) du gaz à travers de multiples collisions. Il se produit une réaction en chaîne durant laquelle les électrons nouvellement créés et les électrons germes sont accélérés et génèrent d’avantages d’électrons (figure 1-3). Cette multiplication en cascade des électrons est connue sous le nom d’avalanche de Townsend.

¹ Ces décharges sont qualifiées de sombres car exceptés les décharges couronnes et le phénomène de claquage lui-même, ces décharges demeurent invisibles à l’œil nu.

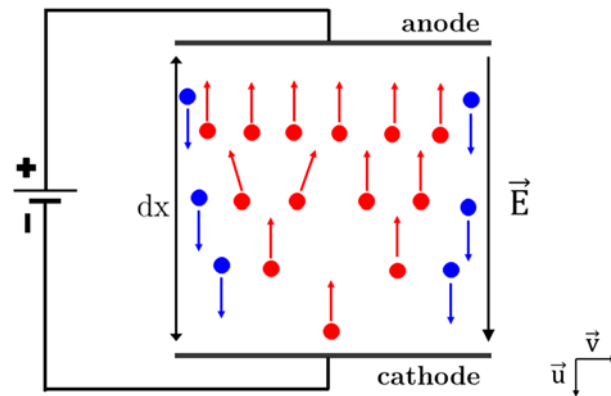


Figure 1-3. Collecte des charges avec processus de multiplication (avalanche électronique), les points rouges représentent les électrons et les points bleus les ions.

Le nombre d'électrons créés par unité de longueur, le long du champ électrique est généralement décrit par le premier coefficient de Townsend α (Éq (1.3)).

$$\frac{dn_e(x)}{dx} = \alpha \cdot n_e(x) \quad \text{Éq (1.3)}$$

Ainsi, chaque électron germe émis au voisinage de la cathode produit au total ($\exp(\alpha \cdot d) - 1$) ions positifs. Sous l'influence du champ électrique, les ions sont accélérés vers la cathode et sont responsables de l'émission de $\gamma \times [\exp(\alpha \cdot d) - 1]$ électrons secondaires par bombardement de la cathode, γ étant le second coefficient de Townsend. Le régime de Townsend prend fin lorsque la tension atteint une valeur seuil (V_D) qui correspond à la tension de claquage du gaz.

Lorsque le claquage du gaz se produit, la décharge devient autonome, c'est-à-dire que chaque électron capté par l'anode est remplacé par un électron émis par bombardement ionique de la cathode. Connaissant la pression du gaz (p) et la distance inter-électrode (d), il est possible en utilisant la loi de Paschen de déterminer la tension de claquage du gaz (Éq (1.4)). Les courbes de Paschen (figure 1-4) illustrent cette dépendance entre la tension de claquage des gaz et le produit pression \times distance ($p \cdot d$).

$$V_D = \frac{B \cdot p \cdot d}{\ln(A \cdot p \cdot d) - \ln\left[\ln\left(1 + \frac{1}{\gamma}\right)\right]} \quad \text{Éq (1.4)}$$

- A et B sont déterminés expérimentalement (tableau 1-1)

Gaz	A (1/cm.Torr)	B (1/ cm.Torr)
Ar	12	180
Air	15	365
H ₂	5	130
He	3	34
N ₂	10	310
Ne	4	100

Tableau 1-1. Valeurs des constantes A et B pour divers gaz (Fridman, (2008)).

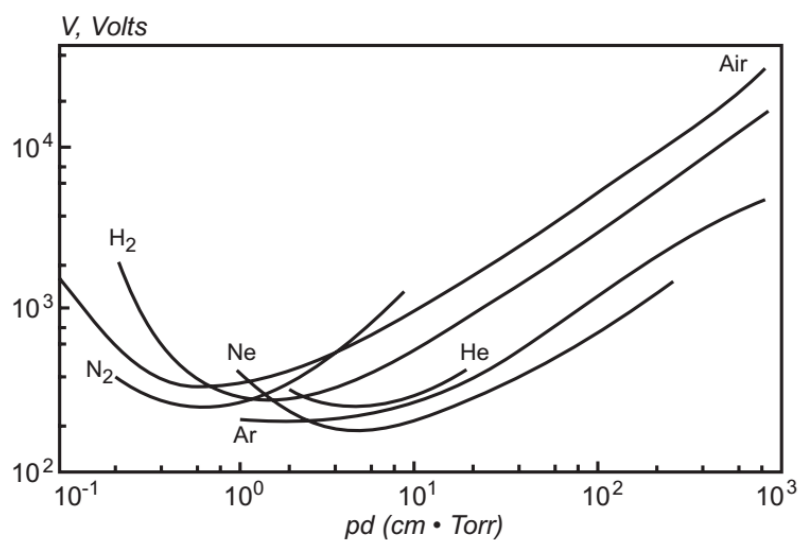


Figure 1-4. Courbes de Paschen pour différents gaz atomiques et moléculaires (Fridman, (2008)).

L'augmentation de la tension au-delà de la tension de claquage conduit à une augmentation du courant et de la densité du plasma. Il en résulte la formation d'un espace d'ions positifs au niveau de la cathode et une restructuration du champ électrique. Ces deux phénomènes sont caractéristiques des décharges luminescentes (D – F) (Fridman, (2008)). En fonction du courant émis par la cathode, la décharge peut être caractérisée de luminescente normale (D – E) ou luminescente anormale (E – F).

Les arcs électriques (G – H) sont des décharges autonomes caractérisées par un fort courant pour une faible différence de potentiel. La transition d'une décharge luminescente à une décharge de type arc est due aux phénomènes thermiques au niveau de la cathode où l'émission des électrons par effet thermoïonique remplace l'émission secondaire et une tendance à l'équilibre thermodynamique s'établit dans le plasma ($T_e \approx T_i \approx T_g$).

2.2. Le claquage de type Streamers

Les mécanismes de claquage de type Townsend sont valables uniquement pour des valeurs du produit pression \times distance (p.d) relativement faibles. Pour des valeurs du produit p.d élevées, le claquage dans le gaz se fait à travers un autre mécanisme nommé streamer.

Un streamer est un canal ionisé qui se propage entre les électrodes en suivant un chemin préférentiel laissé par une intense avalanche électronique primaire. D'après le critère de Meek, lorsque le nombre d'électrons au sein de l'avalanche primaire dépasse un seuil critique (10^8 électrons), le champ électrique de charge d'espace devient comparable au champ géométrique engendrant ainsi un claquage de type streamer.

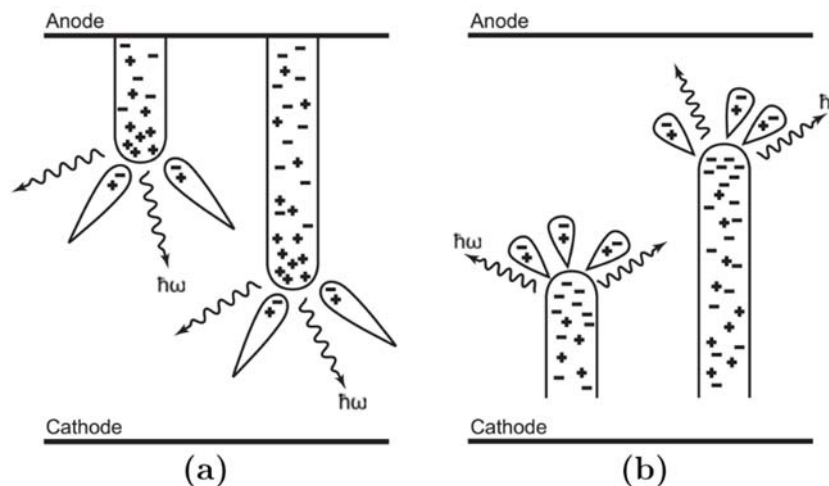


Figure 1-5. Illustrations de la propagation des streamers positifs -(a) et négatifs -(b) (Fridman, (2008)).

Suivant la direction de propagation, nous distinguons les streamers positifs, dirigés vers la cathode et les streamers négatifs, dirigés vers l'anode. Le mécanisme de propagation des streamers positifs illustré sur la figure 1-5(a) montre que des photons énergétiques émis depuis l'avalanche primaire initient des avalanches secondaires par un processus de photoionisation. Sous l'effet du champ électrique, les électrons issus des avalanches secondaires sont accélérés en direction de la tête du streamer qu'ils atteignent et neutralisent. Les ions positifs au niveau des avalanches secondaires deviennent la nouvelle tête de streamer et de nouveaux photons sont émis permettant la propagation rapide du streamer dans le sens opposé de celui des électrons. Le mécanisme de propagation des streamers négatifs (figure 1-5(b)) est similaire à celui des streamers positifs sauf qu'il se propage dans le même sens que les électrons. Dans ce cas le processus de photoionisation contribue à la formation d'avalanches secondaires, cependant il n'est pas nécessaire à la formation du streamer.

II. Les jets plasmas à pression atmosphérique

Les jets plasmas à pression atmosphérique (JPPAs) sont des dispositifs permettant de générer des plasmas froids à l'air ambiant. Ces dispositifs connaissent un intérêt grandissant car ils offrent la possibilité de mettre le plasma directement en contact avec des cibles ouvrant le champ à de nombreuses applications dans le domaine biomédical (Laroussi, (2015)), le traitement des matériaux (dépôt en couche mince (Moretti et al., (2016)), la modification de surface (Kostov et al., (2014)), la gravure (Wang et al., (2016a))).

Au fil des années, de nombreux paramètres (configurations du dispositif, gaz, profil de tension d'alimentation, polarité du jet, etc.) ont été identifiés comme influençant grandement les propriétés des jets plasmas. Dans la suite de cette section, nous aborderons plus en détails certains de ces paramètres.

1. Les configurations des jets plasmas

Dans le but de générer les jets plasmas, différents dispositifs ont été développés par les équipes de recherches. Dans la plupart des cas, les sources plasmas se composent essentiellement d'une enceinte diélectrique (pyrex, quartz, verre, polypropylène) couplée à des électrodes. Suivant la configuration des électrodes, nous distinguons trois types de sources plasma :

- Le premier type (figure 1-6(a)) consiste en un tube diélectrique entouré par deux électrodes. Cette configuration de type DBD a été utilisée par de nombreux groupes (Teschke et al., (2005), Chauvet et al., (2014), Yambe et al., (2014)) car elle présente l'avantage d'éviter le passage à l'arc de la source plasma. Une version unipolaire de ce dispositif est obtenue en supprimant l'électrode de masse (Li et al., (2009), Jiang et al., (2009b)). Il en résulte cependant une décharge moins intense et un jet plasma moins long.

- Pour le second type de configuration schématisé sur la figure 1-6(b), l'électrode de tension est une pointe introduite à l'intérieur du tube diélectrique. Dans ce cas, le plasma étant directement en contact avec l'électrode de tension, il existe un risque de passage à l'arc si un objet conducteur interagit avec le plasma. Pour cette raison, certains groupes recouvrent l'électrode de tension d'une couche de diélectrique (Lu et al., (2008a)). Pareillement au cas précédent, une version unipolaire de ce dispositif est obtenue en supprimant l'électrode de masse (Lu et al., (2008b)).

- La troisième configuration (figure 1-6(c)) est une déclinaison de la seconde, au sein de laquelle l'électrode en pointe est remplacée par une électrode annulaire offrant ainsi la possibilité de mélanger deux gaz au sein de la source plasma (Léveillé et Coulombe, (2005)).

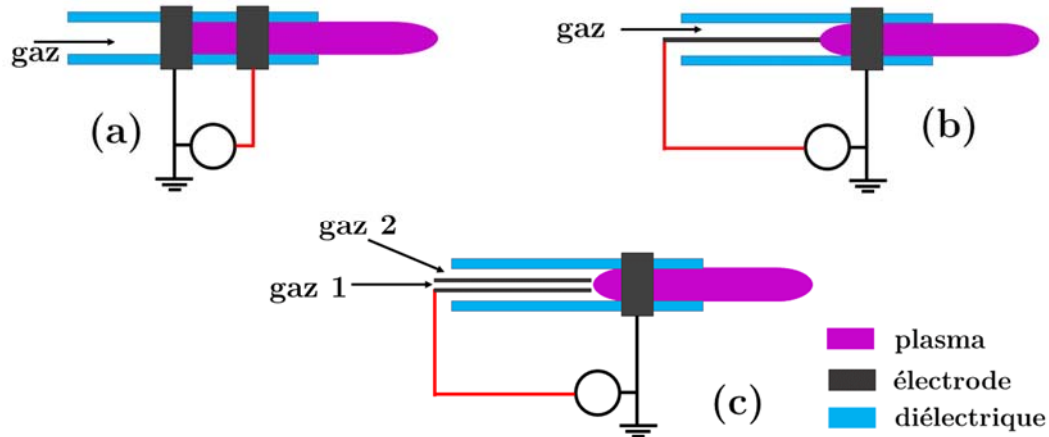


Figure 1-6. Schémas de sources plasmas (modifié à partir des travaux de Lu et al., (2012)).

2. Les caractéristiques des jets plasmas

Sur les photographies présentées sur la figure 1-7, les jets plasmas apparaissent continus et stables. Cependant, il a été observé à l'aide d'une caméra ICCD que ces types de plasma sont la conséquence de la propagation d'une onde d'ionisation à des vitesses très élevées (de l'ordre du $\text{km}\cdot\text{s}^{-1}$).

Cette observation faite pour la première fois par Teschke et al., (2005) a par la suite été confirmée par de nombreux groupes de recherches tant expérimentalement (Robert et al., (2009), Mericam-Bourdet et al., (2009), Xiong et al., (2009), Jarrige et al., (2010)) que numériquement (Boeuf et al., (2013), Liu et al., (2014)).

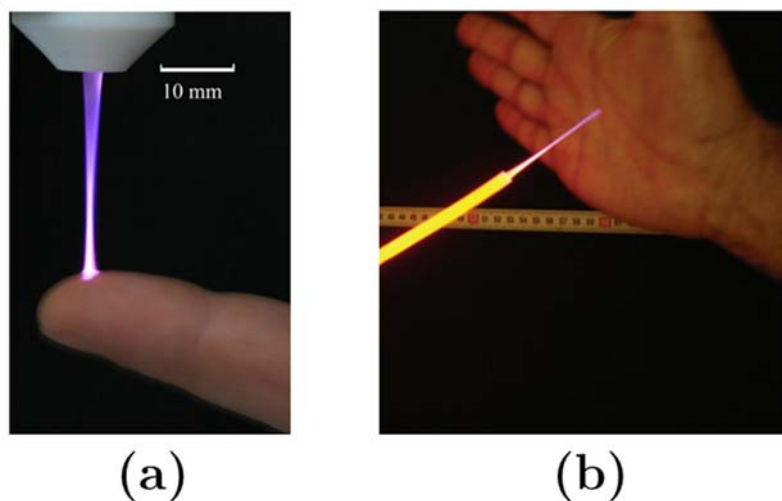


Figure 1-7. Photographies de jets plasmas en interaction avec des tissus vivants ((a) Nastuta et al., (2011), (b) Robert et al., (2009)).

2.1. Les mécanismes de propagation

Dans le but d'expliquer l'ordre de grandeur des vitesses de propagations des jets plasmas (km.s^{-1}), Lu et Laroussi, (2006) en se basant sur un modèle de Dawson et Winn, (1965) ont suggéré que la propagation de l'onde d'ionisation des jets plasmas se faisait essentiellement par un processus de photoionisation. Cependant de nombreux groupes (Naidis, (2011a), Yousfi et al., (2012), Liu et al., (2012)) ont réussi à simuler la propagation de l'onde d'ionisation de jets plasmas sans tenir compte du processus de photoionisation. Ces études ont montré que pour une densité d'électrons germes initiale suffisante (de 10^2 à 10^{10} électrons. cm^{-3} suivant les études), la photoionisation pouvait être négligée.

Dans le but de comprendre le rôle de la photoionisation sur les mécanismes de propagation des jets plasmas, Breden et al., (2011) ont réalisé une simulation avec et sans photoionisation pour une même densité initiale d'électrons germes. Leurs résultats ont montré que la photoionisation n'est pas indispensable à la propagation de l'onde d'ionisation d'un jet plasma (figure 1-8(a)).

Néanmoins, comme le montre la figure 1-8(b), l'onde d'ionisation se propage plus rapidement lorsque la photoionisation est incluse dans le modèle. Selon Breden et al., (2011), le processus de photoionisation crée une région de plasma faiblement ionisé (de 10^6 à 10^8 cm^{-3}) autour du processus d'ionisation primaire. Ce phénomène génère d'avantage d'électrons qui augmentent significativement la vitesse de propagation de l'onde d'ionisation.

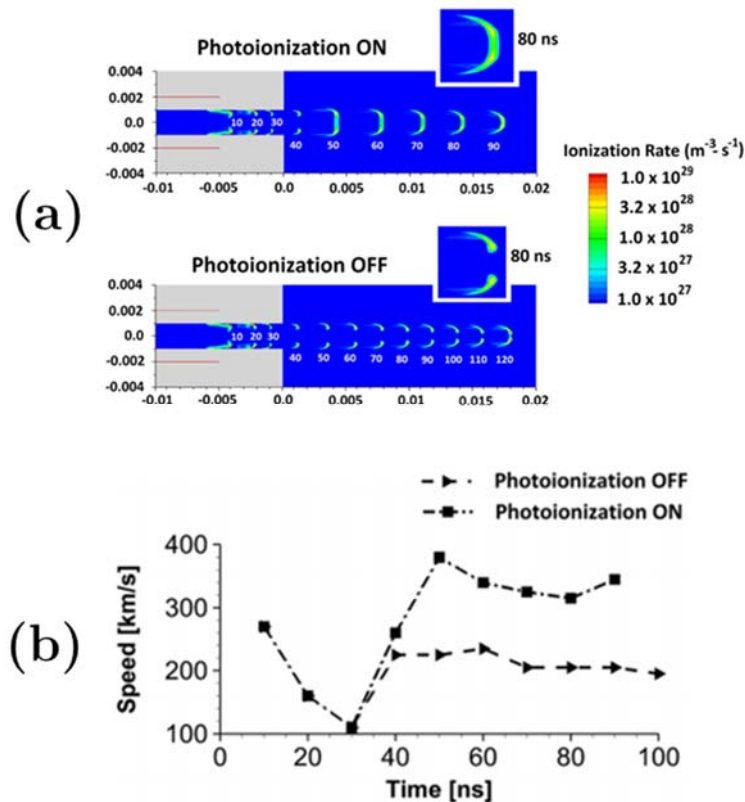


Figure 1-8. -(a) Evolutions temporelles du taux d'ionisation d'un jet plasma avec et sans photoionisation, -(b) évolutions temporelles de la vitesse de propagation de l'onde d'ionisation avec et sans photoionisation (Breden et al., (2011)).

2.2. La forme annulaire de l'onde d'ionisation

Une des caractéristiques des jets plasmas est la forme en anneau prise par l'onde d'ionisation au cours de sa propagation (figure 1-9). Ce phénomène observable généralement en début de propagation peut être attribué à la géométrie de la décharge dans le tube diélectrique. Les résultats des études de Urabe et al., (2010), Jarrige et al., (2010), Naidis, (2011a) et Douat et al., (2016) ont montré que la densité des électrons et celle des espèces générées par le plasma étaient maximales aux extrémités et minimales au centre du profil radial de l'onde d'ionisation.

Ces résultats suggèrent que la propagation de la décharge au niveau de la surface interne du diélectrique est responsable de la forme annulaire du front d'ionisation.

Par ailleurs, l'étude numérique de Sakiyama et al., (2010) a montré que la diffusion de l'air dans le canal du gaz rare pouvait affecter la forme annulaire du jet. Ce résultat est appuyé par l'étude de Wu et al., (2011) qui montre que lorsqu'une faible quantité d'azote est mélangée au gaz précurseur, l'onde d'ionisation n'apparaît plus sous la forme d'un anneau, mais plutôt comme un disque plein.

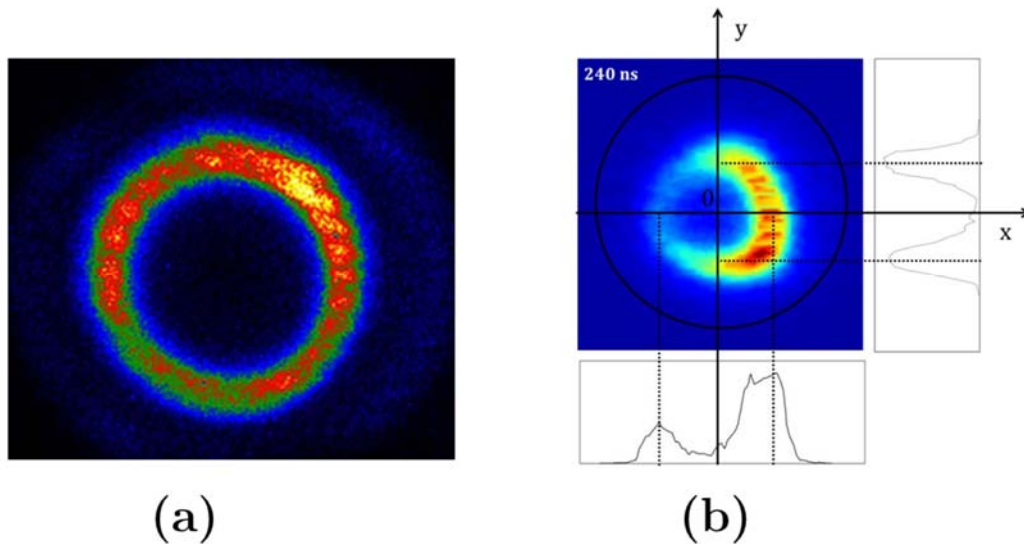


Figure 1-9. Images de l'onde d'ionisation vue de face montrant la forme annulaire de ce dernier (-(a) Walsh et Kong, (2011), -(b) Chauvet, (2016)).

2.3. La polarité du signal de tension

En s'intéressant à l'influence de la polarité de la tension d'alimentation sur les propriétés des jets plasmas, il a été observé que ce paramètre influençait fortement la structure de l'onde d'ionisation (Jiang et al., (2009a), Xiong et al., (2010), Naidis, (2011b), Shao et al., (2014)) :

- Lorsqu'un jet plasma est alimenté par une tension positive, l'onde d'ionisation apparaît sous une forme plus ou moins sphérique (désignée très souvent par le terme « plasma bullet ») suivie d'un canal faiblement intense (figure 1-10(a)).

- Pour une tension négative, l'onde d'ionisation prend plutôt la forme d'un canal continu (figure 1-10(b)). Par ailleurs, la figure 1-11 montre qu'un jet plasma généré par une tension positive est plus long qu'un jet alimenté avec une tension négative.

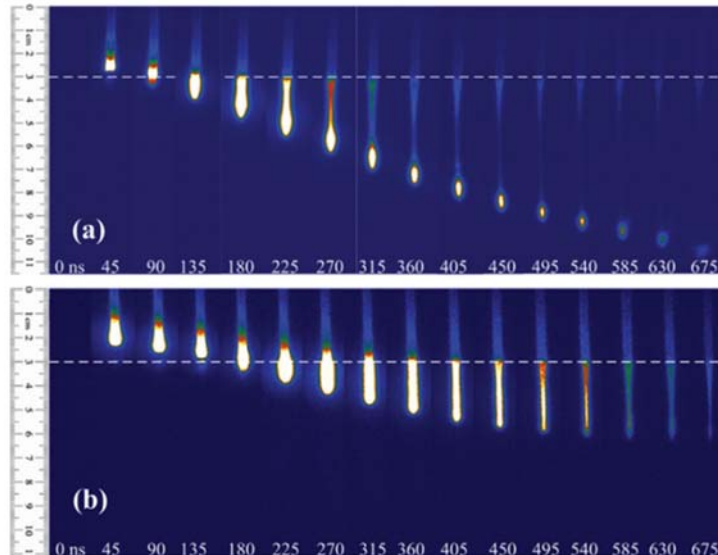


Figure 1-10. Dynamiques d'un jet plasma d'hélium en polarité positive -(a) et négative -(b) (Shao et al., (2014)).

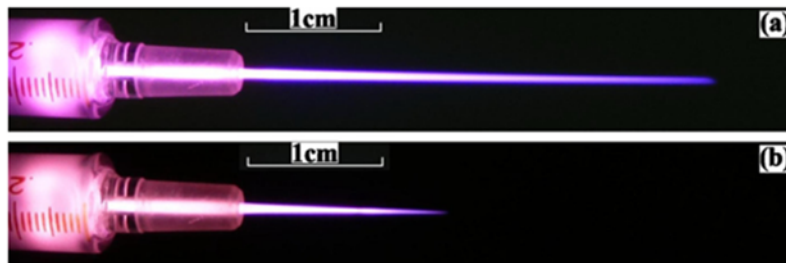


Figure 1-11. Photographies d'un jet plasma d'hélium sous tension positive -(a) et négative -(b) (Xiong et al., (2010)).

3. L'interaction des jets plasma avec des cibles

Suivant l'application souhaitée, les jets plasmas sont amenés à interagir de manière directe ou indirecte avec différentes cibles. Cependant, la littérature fait état de travaux au cours desquels les jets plasmas sont mis en contact avec des matériaux à des fins de diagnostics (Wild et al., (2014), Slikboer et al., (2016), Slikboer et al., (2017)). Dans ces études, l'effet Pockels² est utilisé pour mesurer les charges déposées par des jets plasmas sur la surface de matériaux possédant des propriétés électro-optiques particulières en utilisant généralement le dispositif de Sénarmont (figure 1-12). Une description détaillée de la méthode de mesure se trouvent dans les travaux de Aillerie et al., (2000) et Slikboer et al., (2016).

² L'effet Pockels est la modification de l'indice de réfraction d'un matériau principalement diélectrique lorsque ce dernier est soumis à un champ électrique.

II. Les jets plasmas à pression atmosphérique

Notons qu'à partir des charges déposées, il est possible de remonter au champ électrique induit par ces charges (figure 1-13(b)) sur la surface de la cible (Slikboer et al., (2016), Slikboer et al., (2017)).

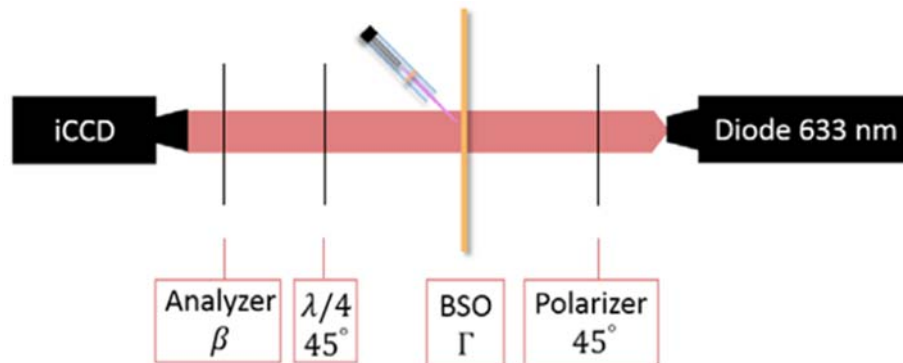


Figure 1-12. Dispositif de mesure des charges déposées par un jet plasma en utilisant l'effet Pockels (Slikboer et al., (2016)).

L'intérêt d'une telle technique est qu'elle apporte une information supplémentaire sur l'interaction des jets plasmas avec des cibles diélectriques (figure 1-13(a)). Néanmoins, cet outil de diagnostics présente l'inconvénient d'être invasif et sélectif, car il ne peut être mis en place que pour des matériaux aux propriétés électro-optiques particulières.

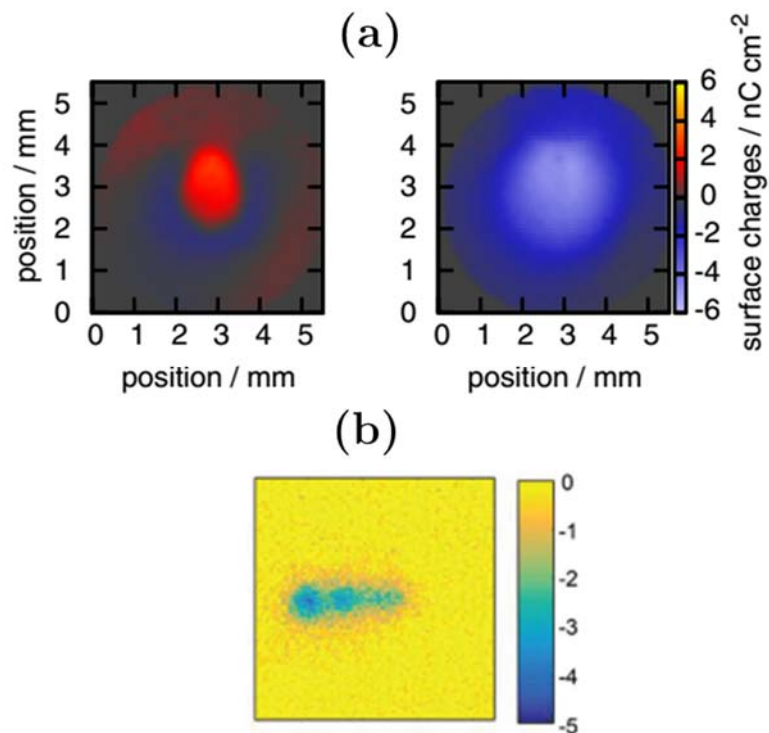


Figure 1-13. -(a) Distributions spatiales des charges déposées par un jet plasma en contact avec un cristal d'oxyde de bismuth silicium (BSO) au cours de la polarité positive (gauche) et négative (droite) du signal de tension (Wild et al., (2014)), -(b) distribution spatiale du champ électrique ($\text{kV}\cdot\text{cm}^{-1}$) d'un jet plasma interagissant avec un cristal de BSO (Slikboer et al., (2016)).

3.1. L'influence de la nature de la cible sur les propriétés des jets plasmas

Les photographies présentées sur la figure 1-14 sont une excellente illustration de l'influence de la conductivité électrique d'une cible sur les propriétés des jets plasmas. En effet, l'étude de Riès et al., (2014) montrent que les dimensions et l'intensité d'un jet plasma en contact avec des surfaces liquides varient en fonction de la conductivité de la solution liquide. Pour une solution de très faible conductivité ($1,5 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$), Riès et al., (2014) notent que le jet plasma s'étale sur la surface de la solution, tandis qu'en présence de la solution de conductivité élevée ($34,7 \text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$), le jet plasma est étroit et intense à proximité de la surface de la solution.

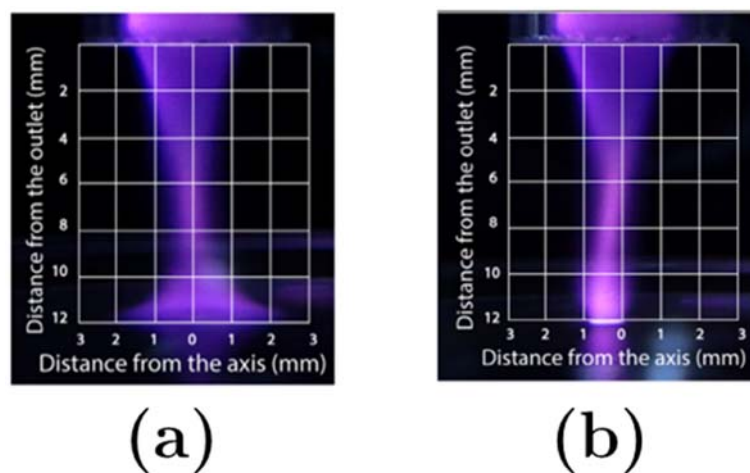


Figure 1-14. Photographies d'un jet plasma d'hélium interagissant avec : -(a) de l'eau distillée de conductivité $1,5 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$, -(b) une solution saline de conductivité $34,7 \text{mS}\cdot\text{cm}^{-1}$ (Riès et al., (2014)).

Partant d'observations similaires à celles décrites ci-dessus, de nombreux groupes se sont penchés sur l'influence de la nature de différentes cibles sur les propriétés des jets plasmas. Comme le montre la figure 1-15(a), il a été observé que lorsque l'onde d'ionisation d'un jet plasma rencontre une cible diélectrique, celle-ci se propage de manière radiale et symétrique sur la surface de la cible (Breden et Raja, (2014), Wang et al., (2016b)). A l'inverse lorsque la cible est d'une conductivité électrique élevée, la propagation radiale de l'onde d'ionisation sur la surface de la cible ne se produit pas (figure 1-15(b)). Dans ce cas de figure, en fonction de la conductivité de la cible, il se produit (Norberg et al., (2015), Darny et al., (2017)) :

- soit une contre-propagation de l'onde d'ionisation de la surface de la cible en direction de la sortie de la source plasma.
- soit un canal conducteur s'établit entre la surface de la cible et la sortie de la source plasma.

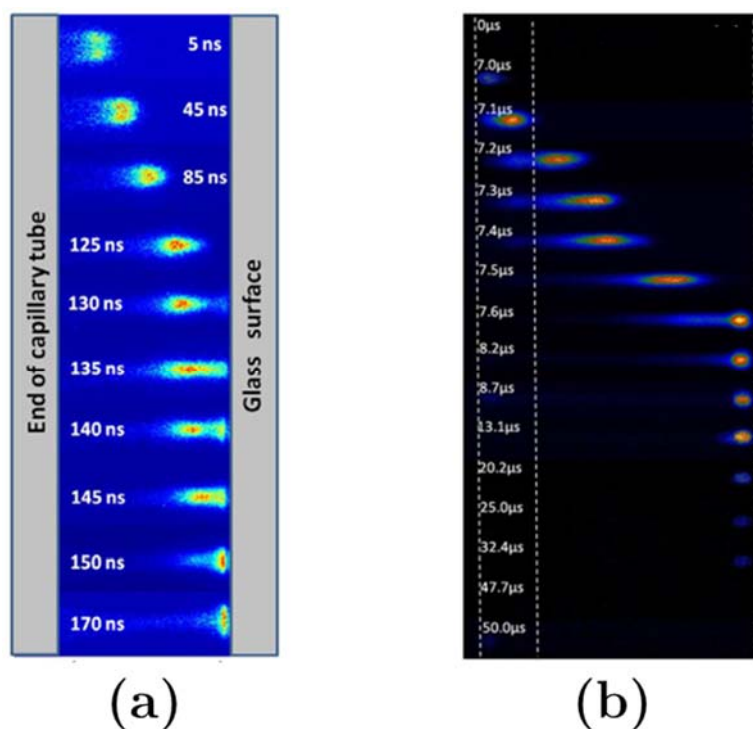


Figure 1-15. Dynamiques de jets plasmas en présence : -(a) d'une cible diélectrique (lame de verre) (Guaitella et Sobota, (2015)), -(b) d'une cible métallique (Liu et Kong, (2011)).

La littérature rapporte que le type de surface en interaction avec le jet modifie certaines des propriétés du jet telles que la vitesse de propagation de l'onde d'ionisation à proximité de la surface de la cible (Yoon et al., (2017)) ou la production des espèces générées par le jet plasma (Nastuta et al., (2013), Liu et al., (2016), Zaplotnik et al., (2016)). Dans l'exemple présenté à la figure 1-16, les auteurs notent que la densité des métastables d'hélium et l'intensité du courant dans le circuit électrique augmente avec la conductivité de la cible.

Les mécanismes impliqués dans ces différents phénomènes sont discutés de manière plus approfondie dans les chapitres 3 et 4 de ce manuscrit.

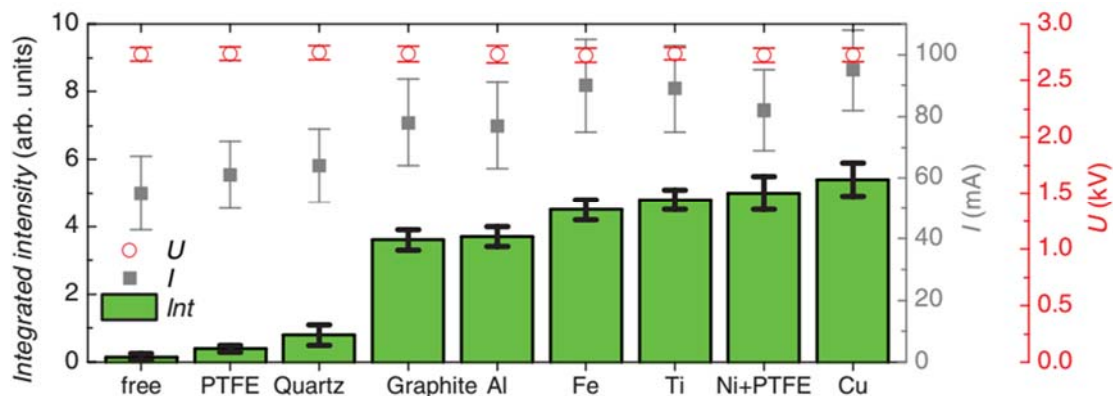


Figure 1-16. Densités de métastables d'hélium à proximité de la surface de diverses cibles en contact avec un jet plasma d'hélium (Zaplotnik et al., (2016)).

3.2. La distance entre la sortie de la source plasma et la cible

Un autre paramètre influençant significativement les propriétés des jets plasmas est la distance entre la source plasma et la surface de la cible en interaction avec le jet (distance de traitement). Ce phénomène peut être mis en évidence en comparant les distributions spatiales des espèces générées par un jet plasma en l'absence de cible (jet libre) et en présence d'une cible à différentes distances comme le montre la figure 1-17.

Dans cette étude où un jet plasma d'hélium est en contact avec une cible en cuivre, Yamada et al., (2016) observent que réduire la distance de traitement augmente significativement la production des espèces réactives sur l'ensemble du jet.

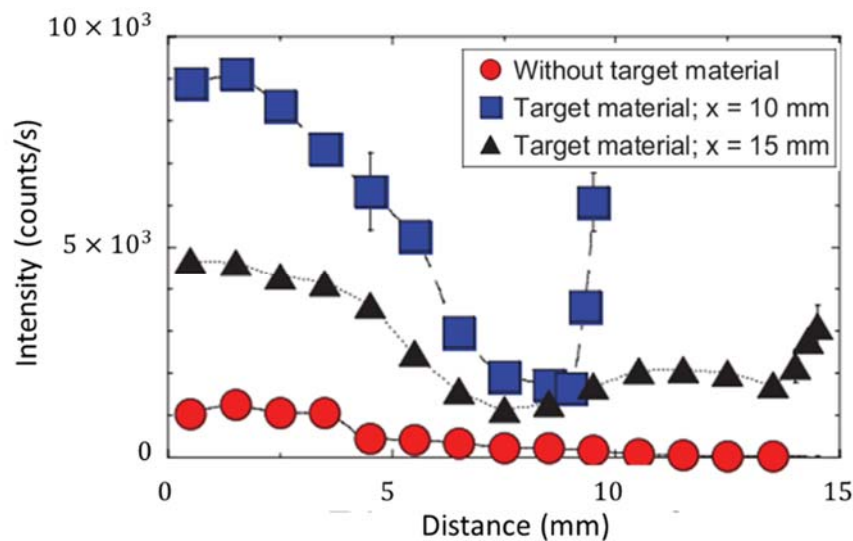


Figure 1-17. Distributions spatiales des intensités des émissions des métastables d'hélium d'un jet plasma en jet libre et en présence d'une cible en cuivre à 10 et 15 mm de la source plasma (Yamada et al., (2016)).

Les modifications induites par le type de cible et la distance de traitement sur les propriétés des jets plasmas incitent dorénavant à diagnostiquer les dispositifs plasmas dans les conditions réelles de leurs utilisations (Pouvesle, (2017)).

III. Applications biologiques et médicales des plasmas froids

Ces dernières années, les technologies des plasmas froids ont été introduites dans le milieu de la recherche biologique et médicale donnant naissance à une nouvelle discipline souvent désignée par le nom de « **plasma-médecine** ». L'aptitude des plasmas froids à générer divers agents actifs (figure 1-18) dont les effets biocides ou thérapeutiques ont été démontrés a ouvert le champ à de nombreuses applications parmi lesquelles la stérilisation de dispositifs médicaux, la décontamination de surface, la cicatrisation de plaies ou encore le traitement de cellules cancérigènes.

1. Les plasmas pour la décontamination microbienne

La désinfection et la stérilisation sont des opérations permettant de lutter contre la prolifération des bactéries. Désinfecter un objet ou un tissu vivant consiste à éliminer temporairement certains micro-organismes pathogènes. Tandis que la stérilisation est un processus destiné à détruire tous types de micro-organismes. Traditionnellement, les méthodes de décontamination sont basées sur l'utilisation de haute température (autoclave, four) ou de composés chimiques (oxyde d'éthylène). Cependant, ces méthodes présentent divers inconvénients :

- Les méthodes utilisant des températures élevées ne conviennent pas aux matériaux thermosensibles.
- Les méthodes chimiques nécessitent très souvent des opérations supplémentaires du fait de la toxicité des produits utilisés.

La première utilisation des plasmas froids comme outil de stérilisation a été réalisée par Laroussi, (1996). Ce dernier utilisa une décharge lumineuse pour traiter un milieu de culture préalablement contaminé par des bactéries (*Pseudomonas fluorescents*). Après un temps de traitement de 10 min, Laroussi, (1996) nota que le plasma avait détruit toutes les bactéries sans endommager le milieu de culture. Depuis ce résultat, de nombreuses équipes ont confirmé les effets germicides des plasmas sur différents micro-organismes pathogènes (biofilms de bactéries, parasites, spores) faisant des plasmas froids une alternative intéressante aux méthodes classiques de décontamination. Dans la suite de cette section, nous nous intéressons aux rôles joués par les différents agents actifs dans le mécanisme d'inactivation des bactéries.

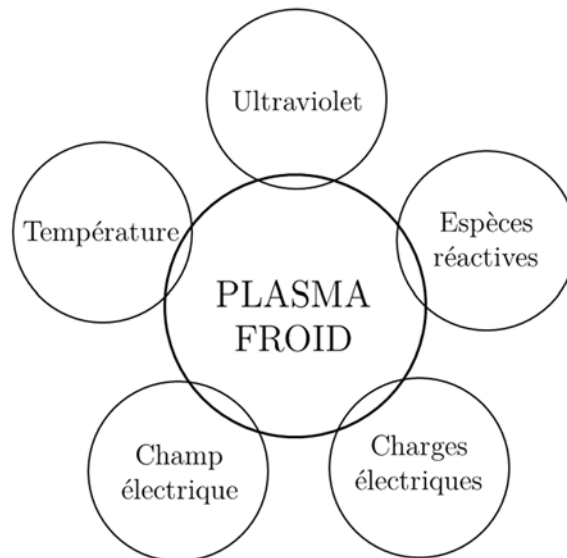


Figure 1-18. Agents actifs des plasmas froids (modifié à partir de [Heinlin et al., \(2010\)](#)).

1.1. La température

Dans les applications biologiques et médicales des plasmas froids, les températures élevées ne sont pas souhaitées pour éviter des dommages thermiques au niveau des tissus vivants. Ainsi, qu'il s'agisse de décontamination ou de stérilisation par plasmas froids, il est communément admis que la température du gaz plasmagène ne doit pas excéder 40°C ([Weltmann et al., \(2016\)](#)).

1.2. Les radiations ultraviolettes

Le pouvoir germicide des ultraviolets (UV) est attribué à l'absorption de ces rayonnements par l'ADN principalement autour de 260 nm. Les UV induisent des dommages au niveau des molécules de l'ADN notamment par dimérisation des bases de thymines. Cette déformation de l'ADN est létale pour les micro-organismes car elle inhibe leur aptitude à se répliquer correctement ([Jagger, \(1967\)](#)).

[Machala et al., \(2010\)](#) se sont intéressés à la contribution des UV dans les processus d'inactivation des micro-organismes par plasma en intercalant entre une décharge plasma et une cible³, une plaque laissant passer uniquement les UV provenant du plasma. Leurs résultats ont montré que les UV du plasma ont une faible incidence sur le processus de décontamination et pouvaient être négligés (figure 1-19).

³ Dans cette étude, la cible est une boîte de pétri contenant de l'agar contaminé avec des bactéries de *Salmonella typhimurium*.

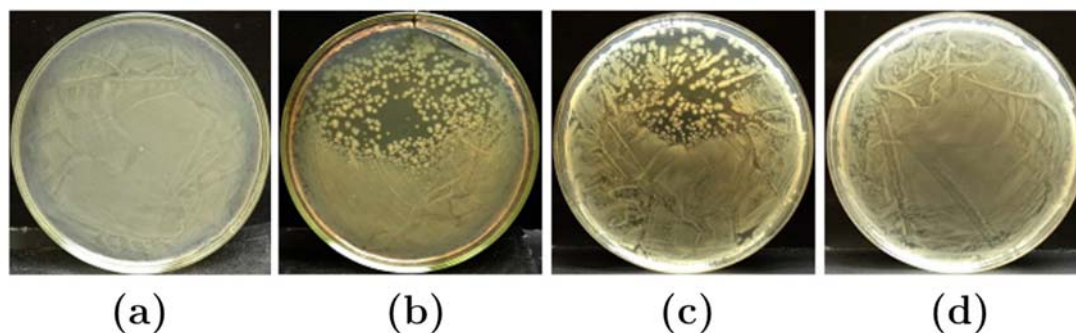


Figure 1-19. Photographies de boîtes de pétri contenant de l'agar contaminé par la *Salmonella typhimurium* : -(a) échantillon non traité (contrôle), -(b) échantillon traité par plasma directement en contact avec l'agar, -(c) échantillon traité par plasma sans contact direct avec l'agar (espèces réactives), -(d) échantillon traité par UV (Machala et al., (2010)).

1.3. Les espèces réactives de l'oxygène et de l'azote (RONS⁴)

Les espèces réactives générées par les plasmas froids sont principalement des espèces dérivées des molécules d'oxygène et d'azote (RONS). Elles comprennent :

- Des radicaux libres (l'anion superoxide ($O_2^{\bullet-}$), l'hydroxyle ($\bullet OH$), l'oxyde nitrique ($\bullet NO$), etc.).
- Des molécules non radicalaires (les hydroperoxydes (ROOH), le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2), l'ozone (O_3), etc.).
- Des molécules ionisées (l'ion peroxydite ($ONOO^-$), l'ion nitrate (NO_3^-), etc.).

Les RONS sont présents de manière naturelle au sein de tout organisme aérobique et participent au bon fonctionnement de la vie cellulaire. Par exemple :

- La phagocytose des bactéries et des parasites par les macrophages s'accompagne d'une production importante de peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) (Baldrige et Gerard, (1932), Iyer et al., (1961)).

- L'oxyde nitrique a été identifié comme molécule de signalisation dans le système cardiovasculaire⁵.

Cependant, les RONS peuvent provoquer des lésions au niveau des molécules biologiques (oxydation de l'ADN, des protéines, des lipides, des glucides) pouvant conduire à la mort des cellules.

⁴ RONS : Reactive Nitrogen and Oxygen Species.

⁵ Cette découverte a valu à Robert F. Furchgott, Louis J. Ignarro et Ferid Murad, l'attribution du prix Nobel de physiologie et de médecine en 1998.

Dans le cas de la décontamination microbienne par plasma, de nombreux auteurs suggèrent que les RONS sont les principaux agents d'inactivation des bactéries (Gaunt et al., (2006), Deng et al., (2006), Fridman et Friedman, (2013)). En effet, les plasmas évoluant dans une atmosphère d'air génèrent des RONS qui peuvent être transportées vers différentes cibles biologiques ou non-biologiques.

En fonction de la source plasma, des conditions expérimentales et de l'outil de diagnostics, il est possible d'observer une multitude d'espèces réactives. En utilisant la spectrométrie d'émission optique (Sretenovic et al., (2012), Xiong et al., (2013)), les espèces issues de l'air ambiant généralement observées sont l'oxygène atomique (O), l'hydroxyde (OH), l'azote moléculaire (N_2 , N_2^+) et l'oxyde nitrique (NO).

Ions positifs	Ions négatifs
<ul style="list-style-type: none"> H_2^+, H_3O^+, $(H_2O)_2H^+$ 	<ul style="list-style-type: none"> $OH(H_2O)_4$, H_3O^-, OH^-, $(OH)O^-$
<ul style="list-style-type: none"> CO_2^+, CO^+, C^+ 	<ul style="list-style-type: none"> CO_3^-
<ul style="list-style-type: none"> N_2^+, NO^+, N^+ 	<ul style="list-style-type: none"> NO_2^-, NO_3^-
<ul style="list-style-type: none"> O_2^+ 	<ul style="list-style-type: none"> O_2^-, O^-, O_3^-

Tableau 1-2. Liste non exhaustive d'espèces réactives générées par des dispositifs plasmas à pression atmosphérique (Zhang et al., (2015), Chauvet, (2016)).

Le couplage de spectromètre de masse avec des dispositifs plasmas à pression atmosphérique (Zhang et al., (2015), Chauvet, (2016)) montrent la présence de nombreuses autres espèces principalement ioniques (tableau 1-2). Par ailleurs, il a été observé lors de l'interaction des jets plasmas avec des surfaces liquides, la présence de RONS tant au niveau de la phase gazeuse que de la phase liquide de l'interaction plasma-liquide (figure 1-20). Identifier parmi cette population d'espèces, le rôle de chacune sur les composantes de l'organisme est l'un des challenges de la thématique de recherche plasma-médecine.

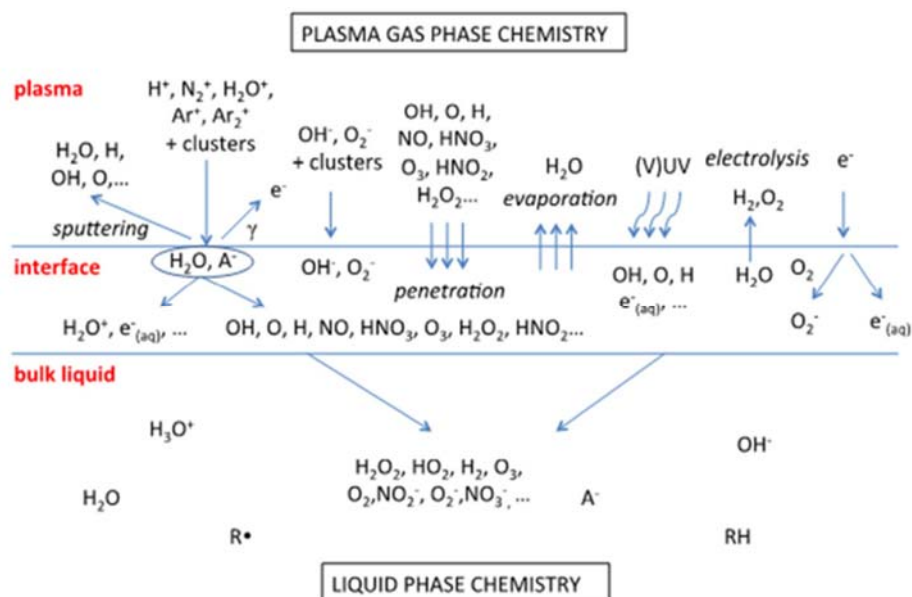


Figure 1-20. Diagramme schématisé des principales espèces réactives générées par un plasma d'argon/d'air en contact avec de l'eau (Bruggeman et al., (2016)).

1.4. Les charges électriques et le champ électrique

Contrairement aux ultraviolets et aux RONS, les particules chargées et le champ électrique vont inactiver les bactéries par des mécanismes physiques. Habituellement, la propriété d'une membrane cellulaire à devenir perméable sous l'effet d'un champ électrique est utilisée pour transférer des gènes ou des molécules à l'intérieur des cellules (figure 1-21). Lorsque l'électroporation d'une membrane est réalisée avec un champ électrique pulsé, les conditions expérimentales (intensité du champ électrique, durée d'application du champ électrique, nombre de pulses) sont choisies de sorte à rendre réversible la perméabilisation de la membrane.

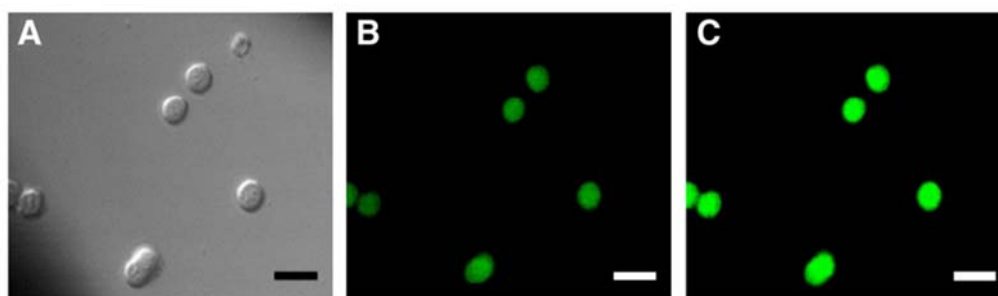


Figure 1-21. Mise en évidence via imagerie par fluorescence de la perméabilisation de cellules *GH3* (cellules hypophysaires du rat) : -(a) image des cellules obtenue avec un microscope à contraste interférentiel, -(b) image de la fluorescence des cellules avant l'application du champ électrique pulsé, -(c) image de la fluorescence des cellules après application de 25 pulses de 20 ns d'un champ électrique de 24 kV/cm (Ibey et al., (2010)).

Néanmoins, l'application de champs électriques de fortes intensités sur un grand nombre de pulses peut induire des dommages irréversibles au niveau de la membrane cellulaire tels que l'augmentation de l'espace entre la membrane externe et la membrane plasmique ou une rupture de la paroi et une fuite du matériel cellulaire conduisant à la mort cellulaire des bactéries (Rahman, (2007), Levy, (2010)).

Le mécanisme d'inactivation des bactéries par les particules chargées est semblable à celui du champ électrique. En effet, Mendis et al., (2000) et Laroussi et al., (2003) rapportent que l'accumulation de particules chargées sur la surface de la membrane externe des bactéries génère une force électrostatique qui peut venir à bout de la solidité de la membrane et causer sa rupture entraînant une fuite du cytoplasme et la mort de la bactérie.

2. Les plasmas pour la thérapie médicale

De nombreux groupes de recherches ont évalué l'effet thérapeutique des plasmas froids, en faisant interagir de manière directe les agents actifs des plasmas (figure 1-18) avec des tissus vivants. La plupart des travaux réalisés ont été menés dans le domaine de l'oncologie, la dermatologie ou de la dentisterie (Heinlin et al., (2010), Lee et al., (2010), Vandamme, (2012)). Dans la suite de cette section, nous présentons les domaines les plus avancés.

2.1. Coagulation sanguine

La cautérisation demeure la procédure médicale classique pour accélérer la coagulation sanguine en cas d'hémorragie. Cette technique consiste à utiliser la chaleur ou des produits chimiques tels que le nitrate d'argent pour arrêter toute hémorragie en obturant les vaisseaux sanguins. Cette pratique souvent douloureuse pour le patient présente l'inconvénient d'endommager les tissus voisins de la zone traitée. De récentes études (Fridman et al., (2006), Kuo et al., (2009), Vandamme, (2012)) ont montré que les plasmas froids pouvaient permettre une coagulation sanguine efficace sans aucun effet thermique (figure 1-22).



Figure 1-22. Coagulation sanguine par plasma froid réalisée sur une souris vivante (Fridman et al., (2006)).

Cependant les mécanismes de coagulation par plasma froids ne sont pas très bien compris. Selon Kalghatgi et al., (2007), les plasmas froids interviendraient dans le mécanisme naturel de coagulation sanguine en stimulant la conversion de fibrinogène en fibrine, tandis que pour Kuo et al., (2009), ce sont particulièrement les RONS générés par le plasma qui vont activer l'interaction entre les globules rouges et les plaquettes sanguines et induire la coagulation du sang. Ces hypothèses sont à confirmer par des études supplémentaires.

2.2. Cicatrisation de plaies chroniques

La cicatrisation d'une plaie se déroule normalement en trois étapes : l'inflammation, la prolifération et la maturation. Lorsque l'un de ces processus est interrompu ou s'étend sur une durée de plus de huit semaines, on parle de plaies chroniques. En France, environ huit cent mille personnes souffrent de plaies chroniques causées par des maladies principalement veineuses ou artérielles (Yousfi et al., (2014)). Les plaies chroniques sont le nid de biofilms de bactéries très résistantes et peuvent conduire à l'amputation du membre infecté.



Figure 1-23. Evolution d'ulcères veineux traités par un plasma d'argon (Heinlin et al., (2010)).

De récentes études ont montré que les plasmas pouvaient faciliter la cicatrisation des plaies chroniques principalement en interagissant avec le processus de colonisation bactérienne.

En 2010, la première étude clinique sur le traitement de plaies chroniques par plasma a montré une réduction de 34% la charge bactérienne (Isbary et al., (2010)). De même, les résultats de l'étude de Heinlin et al., (2010) sur le traitement d'un ulcère veineux ont montré une nette réduction de la superficie de la plaie après un traitement régulier par plasma (figure 1-23).

Par ailleurs, deux sources plasmas (kINPen MED et PlasmaDerm) ont reçues en 2013 le marquage CE les déclarant conforme en Europe comme dispositifs médicaux pour le traitement local de plaies chroniques ou infectées.

2.3. Traitement de cellules cancéreuses

Le cancer est une maladie caractérisée par une prolifération cellulaire anormale au sein d'un tissu normal de l'organisme. En 2012, on estimait globalement à 14,1 millions le nombre de nouveaux de cas de cancers dans le monde et à 8,2 millions le nombre de décès liés au cancer (Globocan⁶ 2012). En fonction du type de tumeur et de son stade de développement, plusieurs thérapies (radiothérapie, chimiothérapie, curiethérapie, etc.) permettent de lutter contre les cellules tumorales. Cependant, la plupart d'entre elles ne sont pas sélectives et détruisent durant le traitement tant les cellules tumorales que les cellules saines.

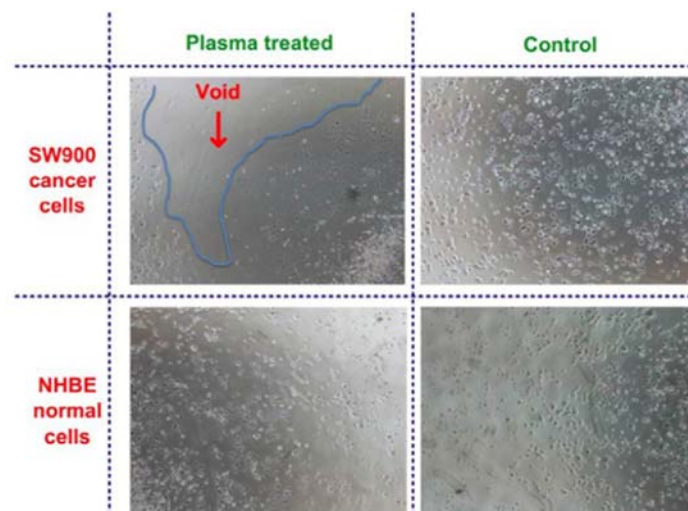


Figure 1-24. Sélectivité des plasmas sur des cellules tumorales (Keidar et al., (2011)).

Des études in vitro sur des cellules tumorales ont mis en évidence un effet sélectif des traitements par plasmas. En effet, les travaux de Keidar et al., (2011) montrent que les

⁶ Le projet Globocan piloté par l'agence internationale pour la recherche sur le cancer (IARC) présente des estimations de l'incidence et de la mortalité des principaux types de cancer au niveau national, pour 184 pays du monde.

IV. Conclusion

plasmas induisent un détachement de 60 à 70% de cellules tumorales (*SW900*) préalablement disposées sur une plaque tandis qu'aucun détachement de cellules n'est observé lorsque des cellules normales (*NHBE*) sont soumises à un traitement identique (figure 1-24). Selon Keidar et al., (2013), les cellules tumorales seraient plus sensibles aux effets des plasmas car un grand nombre d'entre elles serait au niveau de la phase S du cycle cellulaire. Par ailleurs, les études in vivo réalisées par Vandamme, (2012) sur une tumeur *U87-luc glioma* ont montré que les plasmas froids engendraient une réduction significative de la masse tumorale (figure 1-25). Ces résultats encourageants font des plasmas froids un outil prometteur dans la lutte contre cancer.

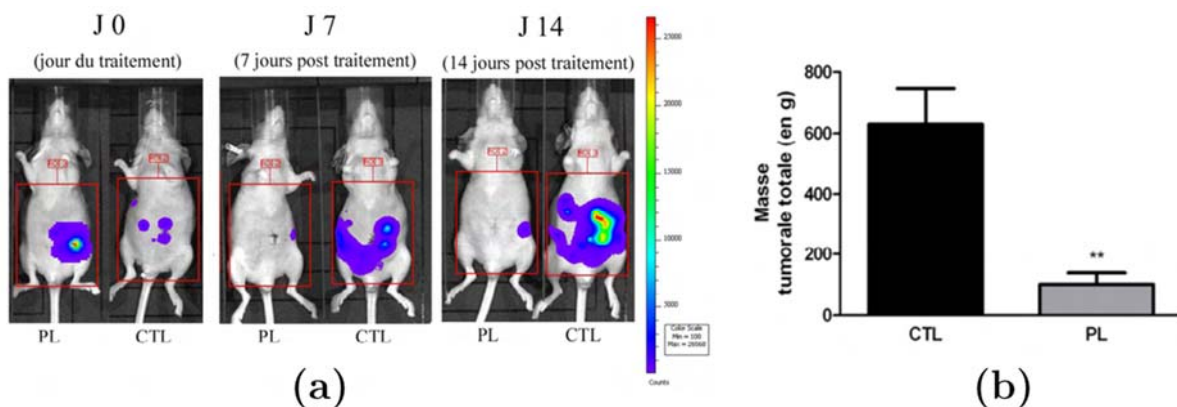


Figure 1-25. Réduction de la masse tumorale d'une souris traitée par un jet plasma (Vandamme, (2012)).

IV. Conclusion

Ce premier chapitre nous a permis dans un premier temps d'introduire les concepts généraux à l'étude des plasmas, notamment la classification des plasmas en fonction du degré d'ionisation et le type de claquage dans les gaz.

Dans un second temps, un état de l'art sur les jets plasmas à pression atmosphérique a permis d'aborder l'influence de certains paramètres (la polarité du signal de tension, la nature de la cible en interaction avec le jet et la distance entre la source plasma et la cible) sur les propriétés des jets plasmas. Par ailleurs, cet état de l'art a mis en lumière que l'étude de la nature d'une cible sur les propriétés des jets plasmas est sujet récent.

En effet, les premières études publiées dans ce domaine remontent à moins de quatre ans (Vasile Nastuta et al., (2013), Riès et al., (2014), Norberg et al., (2015), Breden et Raja, (2014)). L'objectif de cette thèse étant d'évaluer l'influence de la nature de la cible sur l'efficacité biocide des jets plasmas dans une optique de décontamination de surface, nous avons passé en revue quelques applications biologiques et médicales des plasmas froids.

Bibliographie

Aillerie, M., Théofanous, N., and Fontana, M.D. (2000). Measurement of the electro-optic coefficients: description and comparison of the experimental techniques. *Appl. Phys. B* *70*, 317–334.

Baldrige, C.W., and Gerard, R.W. (1932). The Extra Respiration of Phagocytosis. *Am. J. Physiol. -- Leg. Content* *103*, 235–236.

Boeuf, J.-P., Yang, L.L., and Pitchford, L.C. (2013). Dynamics of a guided streamer ('plasma bullet') in a helium jet in air at atmospheric pressure. *J. Phys. Appl. Phys.* *46*, 015201.

Breden, D., and Raja, L.L. (2014). Computational study of the interaction of cold atmospheric helium plasma jets with surfaces. *Plasma Sources Sci. Technol.* *23*, 065020.

Breden, D., Miki, K., and Raja, L.L. (2011). Computational study of cold atmospheric nanosecond pulsed helium plasma jet in air. *Appl. Phys. Lett.* *99*, 111501.

Bruggeman, P.J., Kushner, M.J., Locke, B.R., Gardeniers, J.G.E., Graham, W.G., Graves, D.B., Hofman-Caris, R.C.H.M., D Maric, Reid, J.P., Ceriani, E., et al. (2016). Plasma–liquid interactions: a review and roadmap. *Plasma Sources Sci. Technol.* *25*, 053002.

Chauvet, L. (2016). Caractérisation expérimentale et optimisation d'une source plasma à pression atmosphérique couplée à un spectromètre de masse à temps de vol. phd. Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier.

Chauvet, L., Thérèse, L., Caillier, B., and Guillot, P. (2014). Characterization of an asymmetric DBD plasma jet source at atmospheric pressure. *J. Anal. At. Spectrom.* *29*, 2050–2057.

Darny, T., Pouvesle, J.M., Puech, V., Douat, C., Dozias, S., and Robert, E. (2017). Analysis of conductive target influence in plasma jet experiments through helium metastable and electric field measurement. *Plasma Sources Sci. Technol.*

Dawson, G.A., and Winn, W.P. (1965). A model for streamer propagation. *Z. Für Phys.* *183*, 159–171.

Deng, X., Shi, J., and Kong, M.G. (2006). Physical Mechanisms of Inactivation of *Bacillus subtilis* Spores Using Cold Atmospheric Plasmas. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *34*, 1310–1316.

- Douat, C., Kacem, I., Sadeghi, N., Bauville, G., Fleury, M., and Puech, V. (2016). Space-time resolved density of helium metastable atoms in a nanosecond pulsed plasma jet: influence of high voltage and pulse frequency. *J. Phys. Appl. Phys.* *49*, 285204.
- Fridman, A. (2008). *Plasma Chemistry* (Cambridge University Press).
- Fridman, A., and Friedman, G. (2013). *Plasma Medicine* (Chichester: Wiley-Blackwell).
- Fridman, G., Peddinghaus, M., Balasubramanian, M., Ayan, H., Fridman, A., Gutsol, A., and Brooks, A. (2006). Blood Coagulation and Living Tissue Sterilization by Floating-Electrode Dielectric Barrier Discharge in Air. *Plasma Chem. Plasma Process.* *26*, 425–442.
- Gaunt, L.F., Beggs, C.B., and Georghiou, G.E. (2006). Bactericidal Action of the Reactive Species Produced by Gas-Discharge Nonthermal Plasma at Atmospheric Pressure: A Review. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *34*, 1257–1269.
- Heinlin, J., Morfill, G., Landthaler, M., Stolz, W., Isbary, G., Zimmermann, J.L., Shimizu, T., and Karrer, S. (2010). Plasma medicine: possible applications in dermatology. *J. Dtsch. Dermatol. Ges. J. Ger. Soc. Dermatol. JDDG* *8*, 968–976.
- Ibey, B.L., Mixon, D.G., Payne, J.A., Bowman, A., Sickendick, K., Wilmink, G.J., Roach, W.P., and Pakhomov, A.G. (2010). Plasma membrane permeabilization by trains of ultrashort electric pulses. *Bioelectrochemistry Amst. Neth.* *79*, 114–121.
- Isbary, G., Morfill, G., Schmidt, H.U., Georgi, M., Ramrath, K., Heinlin, J., Karrer, S., Landthaler, M., Shimizu, T., Steffes, B., et al. (2010). A first prospective randomized controlled trial to decrease bacterial load using cold atmospheric argon plasma on chronic wounds in patients. *Br. J. Dermatol.* *163*, 78–82.
- Iyer, G.Y.N., Islam, M.F., and Quastel, J.H. (1961). Biochemical Aspects of Phagocytosis. *Nature* *192*, 192535a0.
- Jagger, J. (1967). *Introduction to Research in Ultraviolet Photobiology* (Prentice Hall).
- Jarrige, J., Laroussi, M., and Karakas, E. (2010). Formation and dynamics of plasma bullets in a non-thermal plasma jet: influence of the high-voltage parameters on the plume characteristics. *Plasma Sources Sci. Technol.* *19*, 065005.
- Jiang, C., Chen, M.T., and Gundersen, M.A. (2009a). Polarity-induced asymmetric effects of nanosecond pulsed plasma jets. *J. Phys. Appl. Phys.* *42*, 232002.

- Jiang, N., Ji, A., and Cao, Z. (2009b). Atmospheric pressure plasma jet: Effect of electrode configuration, discharge behavior, and its formation mechanism. *J. Appl. Phys.* *106*, 013308.
- Kalghatgi, S.U., Fridman, G., Cooper, M., Nagaraj, G., Peddinghaus, M., Balasubramanian, M., Vasilets, V.N., Gutsol, A.F., Fridman, A., and Friedman, G. (2007). Mechanism of Blood Coagulation by Nonthermal Atmospheric Pressure Dielectric Barrier Discharge Plasma. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *35*, 1559–1566.
- Keidar, M., Sandler, A., Keidar, M., Trink, B., Srinivasan, P., Guerrero-Preston, R., Ravi, R., Walk, R., and Dasgupta, S. (2011). Cold plasma selectivity and the possibility of a paradigm shift in cancer therapy. *Br. J. Cancer* *105*, 1295.
- Keidar, M., Shashurin, A., Volotskova, O., Ann Stepp, M., Srinivasan, P., Sandler, A., and Trink, B. (2013). Cold atmospheric plasma in cancer therapy. *Phys. Plasmas* *20*, 057101.
- Kostov, K.G., Nishime, T.M.C., Castro, A.H.R., Toth, A., and Hein, L.R.O. (2014). Surface modification of polymeric materials by cold atmospheric plasma jet. *Appl. Surf. Sci.* *314*, 367–375.
- Kuo, S.P., Tarasenko, O., Chang, J., Popovic, S., Chen, C.Y., Fan, H.W., Scott, A., Lahiani, M., Alusta, P., Drake, J.D., et al. (2009). Contribution of a portable air plasma torch to rapid blood coagulation as a method of preventing bleeding. *New J. Phys.* *11*, 115016.
- Laroussi, M. (1996). Sterilization of contaminated matter with an atmospheric pressure plasma. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *24*, 1188–1191.
- Laroussi, M. (2015). Low-Temperature Plasma Jet for Biomedical Applications: A Review. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *43*, 703–712.
- Laroussi, M., Mendis, D.A., and Rosenberg, M. (2003). Plasma interaction with microbes. *New J. Phys.* *5*, 41.
- Lee, H.W., Nam, S.H., Mohamed, A.-A.H., Kim, G.C., and Lee, J.K. (2010). Atmospheric Pressure Plasma Jet Composed of Three Electrodes: Application to Tooth Bleaching. *Plasma Process. Polym.* *7*, 274–280.
- Léveillé, V., and Coulombe, S. (2005). Design and preliminary characterization of a miniature pulsed RF APGD torch with downstream injection of the source of reactive species. *Plasma Sources Sci. Technol.* *14*, 467.

- Levy, C. (2010). Principaux facteurs influençant l'efficacité de la lumière pulsée pour la décontamination des microorganismes pathogènes et d'altération des denrées alimentaires. phd thesis. Université d'Avignon.
- Li, Q., Li, J.-T., Zhu, W.-C., Zhu, X.-M., and Pu, Y.-K. (2009). Effects of gas flow rate on the length of atmospheric pressure nonequilibrium plasma jets. *Appl. Phys. Lett.* *95*, 141502.
- Liu, C.-T., Wu, C.-J., Lin, Z.-H., Wu, J.-Y., and Wu, J.-S. (2016). Production Enhancement of Reactive Oxygen and Nitrogen Species at Interface of Helium Plasma Jet and Agar. *IEEE Trans. Plasma Sci.* 1–5.
- Liu, F., Zhang, D., and Wang, D. (2012). The influence of air on streamer propagation in atmospheric pressure cold plasma jets. *Thin Solid Films* *521*, 261–264.
- Liu, X.Y., Pei, X.K., Lu, X.P., and Liu, D.W. (2014). Numerical and experimental study on a pulsed-dc plasma jet. *Plasma Sources Sci. Technol.* *23*, 035007.
- Lu, X., and Laroussi, M. (2006). Dynamics of an atmospheric pressure plasma plume generated by submicrosecond voltage pulses. *J. Appl. Phys.* *100*, 063302.
- Lu, X., Jiang, Z., Xiong, Q., Tang, Z., Hu, X., and Pan, Y. (2008a). An 11cm long atmospheric pressure cold plasma plume for applications of plasma medicine. *Appl. Phys. Lett.* *92*, 081502.
- Lu, X., Jiang, Z., Xiong, Q., Tang, Z., and Pan, Y. (2008b). A single electrode room-temperature plasma jet device for biomedical applications. *Appl. Phys. Lett.* *92*, 151504.
- Lu, X., Laroussi, M., and Puech, V. (2012). On atmospheric-pressure non-equilibrium plasma jets and plasma bullets. *Plasma Sources Sci. Technol.* *21*, 034005.
- Machala, Z., Chládková, L., and Pelach, M. (2010). Plasma agents in bio-decontamination by dc discharges in atmospheric air. *J. Phys. Appl. Phys.* *43*, 222001.
- Mendis, D.A., Rosenberg, M., and Azam, F. (2000). A note on the possible electrostatic disruption of bacteria. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *28*, 1304–1306.
- Merica-Bourdet, N., Laroussi, M., Begum, A., and Karakas, E. (2009). Experimental investigations of plasma bullets. *J. Phys. Appl. Phys.* *42*, 055207.
- Moretti, E., Pizzol, G., Fantin, M., Enrichi, F., Scopece, P., Nuñez, N.O., Ocaña, M., Benedetti, A., and Polizzi, S. (2016). Deposition of silica protected luminescent layers of Eu:GdVO₄ nanoparticles assisted by atmospheric pressure plasma jet. *Thin Solid Films* *598*, 88–94.

Naidis, G.V. (2011a). Modelling of plasma bullet propagation along a helium jet in ambient air. *J. Phys. Appl. Phys.* *44*, 215203.

Naidis, G.V. (2011b). Simulation of streamers propagating along helium jets in ambient air: Polarity-induced effects. *Appl. Phys. Lett.* *98*, 141501.

Nastuta, A.V., Topala, I., Grigoras, C., Pohoata, V., and Popa, G. (2011). Stimulation of wound healing by helium atmospheric pressure plasma treatment. *J. Phys. Appl. Phys.* *44*, 105204.

Norberg, S.A., Johnsen, E., and Kushner, M.J. (2015). Helium atmospheric pressure plasma jets touching dielectric and metal surfaces. *J. Appl. Phys.* *118*, 013301.

Pouvesle, J.-M. (2017). Action multimodale des plasmas atmosphériques dans les applications biomédicales : problèmes et challenges. GDR Abioplas.

Rahman, M.S. (2007). *Handbook of Food Preservation*, Second Edition (CRC Press).

Riès, D., Dilecce, G., Robert, E., Ambrico, P.F., Dozias, S., and Pouvesle, J.-M. (2014). LIF and fast imaging plasma jet characterization relevant for NTP biomedical applications. *J. Phys. Appl. Phys.* *47*, 275401.

Robert, E., Barbosa, E., Dozias, S., Vandamme, M., Cachoncinlle, C., Viladrosa, R., and Pouvesle, J.M. (2009). Experimental Study of a Compact Nanosecond Plasma Gun. *Plasma Process. Polym.* NA-NA.

Sakiyama, Y., Graves, D.B., Jarrige, J., and Laroussi, M. (2010). Finite element analysis of ring-shaped emission profile in plasma bullet. *Appl. Phys. Lett.* *96*, 041501.

Shao, T., Yang, W., Zhang, C., Fang, Z., Zhou, Y., and Schamiloglu, E. (2014). Temporal evolution of atmosphere pressure plasma jets driven by microsecond pulses with positive and negative polarities. *EPL Europhys. Lett.* *107*, 65004.

Slikboer, E., Guaitella, O., and Sobota, A. (2016). Time-resolved electric field measurements during and after the initialization of a kHz plasma jet—from streamers to guided streamers. *Plasma Sources Sci. Technol.* *25*, 03LT04.

Slikboer, E., Garcia-Caurel, E., Guaitella, O., and Sobota, A. (2017). Charge transfer to a dielectric target by guided ionization waves using electric field measurements. *Plasma Sources Sci. Technol.* *26*, 035002.

Sretenovic, G.B., Krstic, I.B., Kovacevic, V.V., Obradovic, B.M., and Kuraica, M.M. (2012). Spectroscopic Study of Low-Frequency Helium DBD Plasma Jet. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *40*, 2870–2878.

- Teschke, M., Kedzierski, J., Finantu-Dinu, E.G., Korzec, D., and Engemann, J. (2005). High-speed photographs of a dielectric barrier atmospheric pressure plasma jet. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *33*, 310–311.
- Urabe, K., Morita, T., Tachibana, K., and Ganguly, B.N. (2010). Investigation of discharge mechanisms in helium plasma jet at atmospheric pressure by laser spectroscopic measurements. *J. Phys. Appl. Phys.* *43*, 095201.
- Vandamme, M. (2012). Les plasmas froids, nouvelle stratégie thérapeutique en cancérologie (Université d'Orléans).
- Vasile Nastuta, A., Pohoata, V., and Topala, I. (2013). Atmospheric pressure plasma jet—Living tissue interface: Electrical, optical, and spectral characterization. *J. Appl. Phys.* *113*, 183302.
- Walsh, J.L., and Kong, M.G. (2011). Ignition and Propagation of an Atmospheric-Pressure Helium Plasma Jet. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *39*, 2306–2307.
- Wang, L., Zheng, Y., Wu, C., and Jia, S. (2016a). Experimental investigation of photoresist etching by kHz AC atmospheric pressure plasma jet. *Appl. Surf. Sci.* *385*, 191–198.
- Wang, L., Zheng, Y., and Jia, S. (2016b). Numerical study of the interaction of a helium atmospheric pressure plasma jet with a dielectric material. *Phys. Plasmas* *23*, 103504.
- Weltmann, K.-D., Metelmann, H.-R., and Woedtke, T. von (2016). Low temperature plasma applications in medicine. *Europhys. News* *47*, 39–42.
- Wild, R., Gerling, T., Bussiahn, R., Weltmann, K.-D., and Stollenwerk, L. (2014). Phase-resolved measurement of electric charge deposited by an atmospheric pressure plasma jet on a dielectric surface. *J. Phys. Appl. Phys.* *47*, 042001.
- Wu, S., Huang, Q., Wang, Z., and Lu, X. (2011). The Effect of Nitrogen Diffusion From Surrounding Air on Plasma Bullet Behavior. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *39*, 2286–2287.
- Xiong, Q., Lu, X., Liu, J., Xian, Y., Xiong, Z., Zou, F., Zou, C., Gong, W., Hu, J., Chen, K., et al. (2009). Temporal and spatial resolved optical emission behaviors of a cold atmospheric pressure plasma jet. *J. Appl. Phys.* *106*, 083302.
- Xiong, Q., Nikiforov, A.Y., González, M.Á., Leys, C., and Lu, X.P. (2013). Characterization of an atmospheric helium plasma jet by relative and absolute optical emission spectroscopy. *Plasma Sources Sci. Technol.* *22*, 015011.

Xiong, Z., Lu, X., Xian, Y., Jiang, Z., and Pan, Y. (2010). On the velocity variation in atmospheric pressure plasma plumes driven by positive and negative pulses. *J. Appl. Phys.* *108*, 103303.

Yamada, H., Sakakita, H., Kato, S., Kim, J., Kiyama, S., Fujiwara, M., Hiroto Itagaki, Okazaki, T., Ikehara, S., Nakanishi, H., et al. (2016). Spectroscopy of reactive species produced by low-energy atmospheric-pressure plasma on conductive target material surface. *J. Phys. Appl. Phys.* *49*, 394001.

Yambe, K., Taka, S., and Ogura, K. (2014). Relation between plasma plume density and gas flow velocity in atmospheric pressure plasma. *Phys. Plasmas* *21*, 043511.

Yoon, S.-Y., Kim, G.-H., Kim, S.-J., Bae, B., Kim, N.-K., Lee, H., Bae, N., Ryu, S., Yoo, S.J., and Kim, S.B. (2017). Bullet-to-streamer transition on the liquid surface of a plasma jet in atmospheric pressure. *Phys. Plasmas* *24*, 013513.

Yousfi, M., Eichwald, O., Merbahi, N., and Jomaa, N. (2012). Analysis of ionization wave dynamics in low-temperature plasma jets from fluid modeling supported by experimental investigations. *Plasma Sources Sci. Technol.* *21*, 045003.

Yousfi, M., Merbahi, N., Pathak, A., and Eichwald, O. (2014). Low-temperature plasmas at atmospheric pressure: toward new pharmaceutical treatments in medicine. *Fundam. Clin. Pharmacol.* *28*, 123–135.

Zaplotnik, R., Bišćan, M., Popović, D., Mozetič, M., and Milošević, S. (2016). Metastable helium atom density in a single electrode atmospheric plasma jet during sample treatment. *Plasma Sources Sci. Technol.* *25*, 035023.

Zhang, H., Xu, Z., Shen, J., Li, X., Ding, L., Ma, J., Lan, Y., Xia, W., Cheng, C., Sun, Q., et al. (2015). Effects and Mechanism of Atmospheric-Pressure Dielectric Barrier Discharge Cold Plasma on Lactate Dehydrogenase (LDH) Enzyme. *Sci. Rep.* *5*, srep10031.

Chapitre 2 - MATERIELS ET METHODES

Sommaire

I. Dispositif expérimental	42
1. Source plasma	42
2. Alimentation électrique.....	44
3. Echantillons en interaction avec le jet	46
II. Diagnostics électriques	47
1. Tension	47
2. Courant.....	47
3. Mesure du courant de décharge	48
3.1. Tension impulsionnelle.....	48
3.2. Tension sinusoïdale	49
4. Energie dissipée dans le plasma	51
III. Diagnostics optiques	52
1. Spectroscopie d'émission optique	52
2. Imagerie par caméra ICCD (Intensified coupled charge device).....	54
2.1. Caméra ICCD	54
2.2. Evolution temporelle de la vitesse.....	55
2.3. Couplage caméra ICCD et filtres optiques.....	58
Bibliographie	59

I. Dispositif expérimental

Ce chapitre présente le dispositif expérimental et les outils de diagnostics mis en place pour caractériser le jet plasma au cours de ce travail. Le dispositif expérimental (figure 2-1) comprend d'une part, le matériel utilisé pour générer le plasma (source plasma, gaz, débitmètre, alimentations électriques) et d'autre part, les outils de diagnostics mis en place pour étudier le jet. Ces derniers sont repartis en deux catégories :

- Outils de diagnostics électriques (sonde de tension, sonde de courant, oscilloscope).
- Outils de diagnostics optiques (caméra ICCD + filtres interférentiels, spectromètre optique + fibre optique).

La suite de ce chapitre revient plus en détail sur l'utilisation de ces différents éléments.

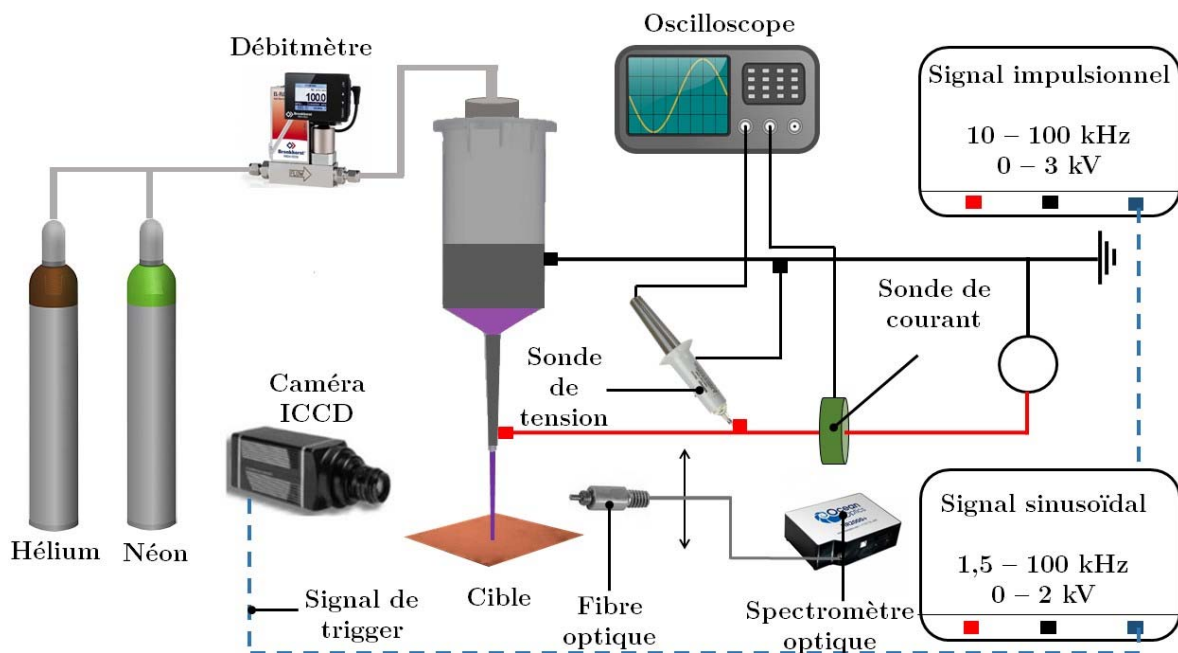


Figure 2-1. Dispositif expérimental.

I. Dispositif expérimental

1. Source plasma

La source plasma utilisée durant ce travail est une enceinte en polypropylène présentant une géométrie asymétrique. Elle comprend principalement :

- Une chambre cylindrique de 38 mm de diamètre et 65 mm de longueur.
- Une chambre conique dont le diamètre décroît de 7 mm à 3 mm, sur une longueur de 42 mm.
- Une chambre intermédiaire faisant la jonction entre ces deux chambres.

Deux rubans d'aluminium adhésif (3M™, tape 425) sont enroulés autour de l'enceinte et servent d'électrodes pour l'alimentation électrique de la source plasma. Un ruban de 21 mm autour de la partie cylindrique sert d'électrode de masse et un ruban de 38 mm autour de la partie conique sert d'électrode pour la haute-tension. Dans cette configuration, l'ensemble (enceinte polypropylène + électrodes) forme un dispositif de type DBD (décharge à barrière diélectrique) qui permet d'éviter le passage à l'arc. Ces informations sont résumées sur la figure 2-2.

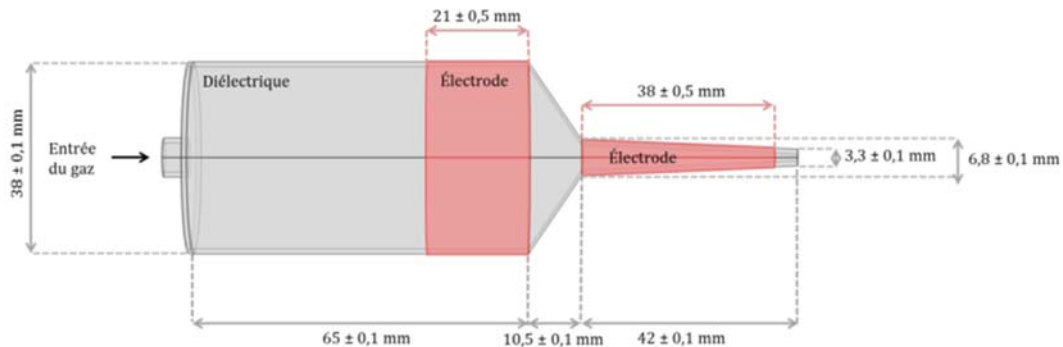


Figure 2-2. Schéma de la source plasma.

Le dispositif est alimenté avec de l'hélium (Linde, 6.0⁷) ou du néon (Air Liquide, 4.0⁸). Le flux de gaz est contrôlé par un débitmètre massif (Bronkhorst, F-201CV). Ce dernier est étalonné pour l'azote et dispose pour ce gaz d'une gamme de fonctionnement de débit allant de 0,01 à 15 L.min⁻¹. L'utilisation de gaz autres que l'azote nécessite l'application d'un facteur de correction au niveau de la consigne fixée sur le débitmètre. Le tableau 2-1 résume les facteurs à appliquer en fonction du gaz utilisé.

Gaz	Facteurs de correction
azote	1,0
hélium	1,41
néon	1,41

Tableau 2-1. Facteurs de correction à appliquer lors de l'utilisation du débitmètre.

Au cours de ce travail, le débit de gaz est fixé à 2 L.min⁻¹ pour l'hélium et le néon. Par ailleurs, précisons qu'un raccord métallique permet d'adapter l'arrivée du gaz depuis

⁷ Pureté $\geq 99,9999\%$

⁸ Pureté $\geq 99,99\%$

I. Dispositif expérimental

le débitmètre à l'entrée de l'enceinte, assurant l'étanchéité du dispositif. La figure 2-3 montre le jet plasma en interaction avec une cible conductrice (lame de cuivre).

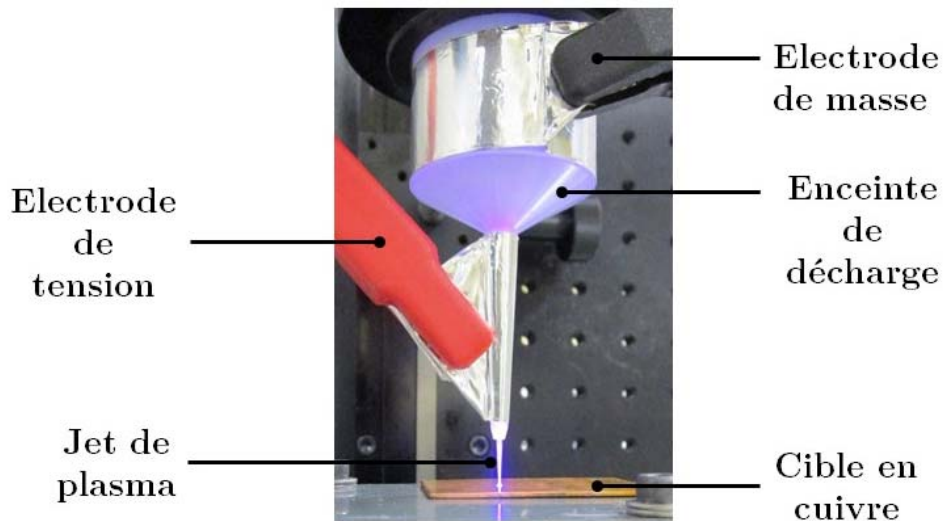


Figure 2-3. Photographie de la source plasma en fonctionnement en présence d'une cible conductrice (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

2. Alimentation électrique

Le plasma est généré en appliquant aux électrodes de la source plasma deux types d'excitations électriques : une tension sinusoïdale (Spitzenberger Spies) ou une tension carrée et symétrique (A2e Technologies) que nous désignerons dans la suite de ce travail par « tension impulsionnelle ». Les tableaux 2-2 et 2-3 résument respectivement les caractéristiques générales et les conditions expérimentales d'utilisation de ces alimentations électriques.

Alimentation	Spitzenberger Spies	A2e Technologies
Profil	sinusoïdal	carré et symétrique
Fréquence	1,5 – 100 kHz	10 – 100 kHz
Tension efficace	0 - 2 kV	0 - 3 KV

Tableau 2-2. Caractéristiques générales des alimentations électriques.

Alimentation	Spitzenberger Spies	A2e Technologies
Profil	sinusoïdal	carré et symétrique
Fréquence	20 kHz	20 kHz
Tension efficace	2 kV	2 kV

Tableau 2-3. Conditions expérimentales d'utilisations des alimentations électriques.

La figure 2-4 représente le profil du signal de tension impulsionnelle lorsque la consigne de tension est fixée à ± 2 kV. Comme nous pouvons le voir, le profil du signal présente des dépassements de tension au niveau des transitions positive et négative.

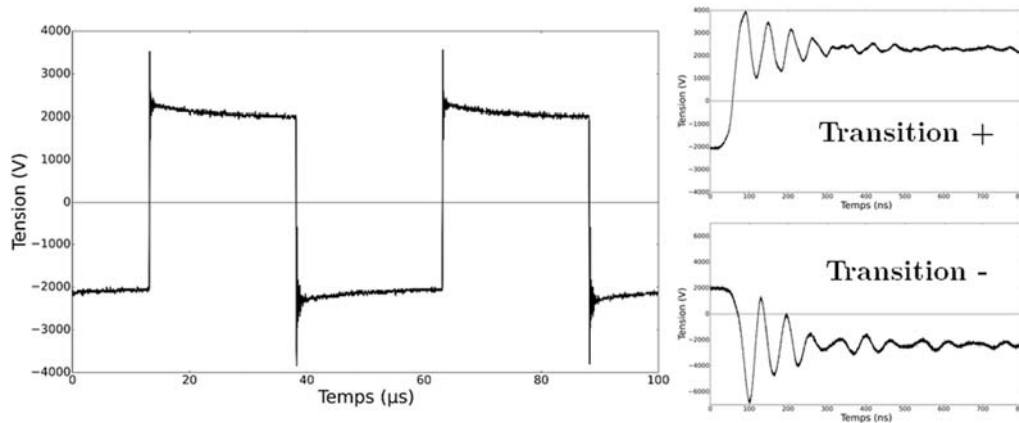


Figure 2-4. Profil du signal de tension impulsionnelle (± 2 kV, 20 kHz).

L'analyse des régions de transitions montre que les variations du signal de tension ont la forme d'un oscillateur amorti de pseudo-période de 15 MHz. Le premier dépassement de tension est mesuré sur la transition positive à 3,9 kV, soit 195% de la consigne. Cette valeur vaut $-6,9$ kV, soit 345% de la consigne pour la transition négative du signal de tension. Les temps de montée⁹ du signal de tension au cours de la transition positive et négative sont mesurés respectivement à 30 ns et 35 ns. De même, les temps de réponse¹⁰ à 10% sont estimés à 500 ns et 800 ns respectivement pour la transition positive et négative du signal de tension. Une description détaillée du profil du signal impulsionnel est faite dans la thèse de Chauvet, (2016).

⁹ Temps mis par le signal pour passer de 10% à 90% de la valeur finale.

¹⁰ Temps mis par le signal pour être compris entre 90% et 110% de la valeur finale.

Le profil du signal de tension sinusoïdale est représenté sur la figure 2-5. Il s'agit d'un profil classique présentant de légères déformations locales dues à la présence d'harmoniques secondaires. Comme nous le verrons à la section II.3.2, ces harmoniques ont des conséquences sur la forme du signal de courant.

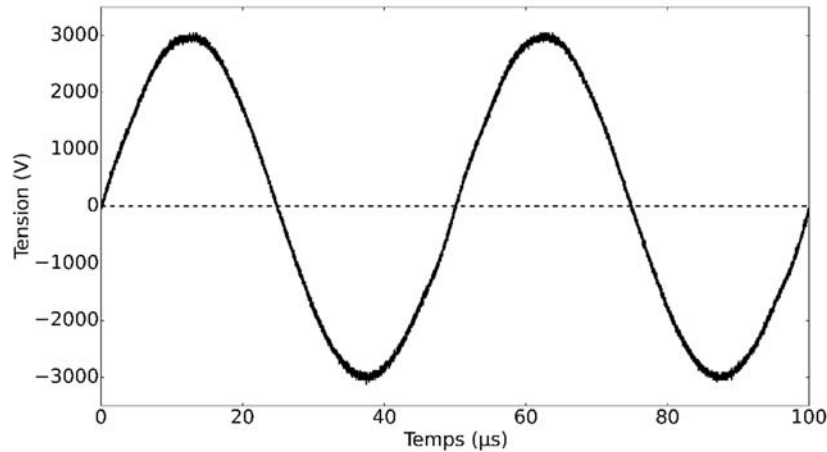


Figure 2-5. Profil du signal de tension sinusoïdale (tension efficace de 2 kV, 20 kHz).

3. Echantillons en interaction avec le jet

Une fois que le jet plasma est généré, il est mis en contact avec deux matériaux de conductivités différentes :

- Une cible conductrice représentée par une lame en cuivre de conductivité électrique $6.0 \cdot 10^7 \text{ S.m}^{-1}$ (45 mm de longueur, 30 mm de largeur, 1 mm d'épaisseur).
- Une cible diélectrique représentée par une lame en verre de conductivité électrique $10^{-10} \text{ S.m}^{-1}$ (75 mm, 25 mm, 1 mm).

Durant ce travail, les cibles ne sont pas reliées à la masse. Elles ne sont pas non plus posées sur une surface reliée à la masse. Nous considérons qu'elles sont à un potentiel « flottant ». La nature réfléchissante de la lame en verre entraîne une surestimation des intensités des phénomènes optiques se produisant à la surface de la cible diélectrique. Pour supprimer ce phénomène, la lame en verre est noircie au stylo feutre comme le montre la figure 2-6. Cette méthode bien que simple est très efficace car elle préserve le caractère diélectrique de la lame en verre, tout en supprimant son caractère réfléchissant.



Figure 2-6. Photographie des cibles conductrice et diélectrique.

II. Diagnostics électriques

1. Tension

Une sonde haute-tension (Tektronix, P6015A) permet de visualiser sur un oscilloscope (Tektronix, TDS7104), le signal de tension appliqué aux bornes de la source plasma. Elle dispose d'une bande passante de 75 MHz et d'un coefficient d'atténuation de 1000. La sonde se compose d'un corps principal et d'un boîtier de compensation. Le corps principal se résume à une résistance de $100\text{ M}\Omega$ en parallèle avec une capacité de 3 pF. Le boîtier de compensation est constitué d'un réseau de capacités et de résistances variables qui permet d'accorder la capacité de la sonde à celle de l'oscilloscope. La sonde est branchée en parallèle de la source plasma et permet des mesures de tension allant de 1,5 à 40 kV. L'oscilloscope utilisé possède une bande passante de 1 GHz, une fréquence d'échantillonnage maximale de 10 GS/s (Giga samples per seconde) et offre une résolution maximale de 4 ps.

2. Courant

Une sonde de courant (Pearson Electronics, 6585) permet de visualiser sur le même oscilloscope, le signal de courant qui traverse le dispositif. Elle dispose d'une bande passante de 200 MHz et d'une impédance de $50\ \Omega$. Contrairement à la tension, la mesure du signal de courant se fait de manière non-invasive. En effet, un des deux câbles d'alimentation est introduit à l'intérieur de la sonde. Ainsi, le passage d'un flux d'électrons à travers le câble crée autour de ce dernier un champ électromagnétique.

La sonde de courant mesure l'intensité de ce champ et la convertit en une tension proportionnelle au courant traversant le câble d'alimentation. La sensibilité de la sonde est de 0,5 V/A.

3. Mesure du courant de décharge

Lorsque la décharge est amorcée, le courant mesuré (courant total, i_t) est la somme du courant produit en présence de la décharge (courant de décharge, i_D) et du courant en l'absence de la décharge (courant de déplacement, i_d). Le courant de décharge s'obtient en soustrayant le courant de déplacement du courant total :

$$i_D = i_t - i_d \quad \text{Éq (1.1)}$$

Malgré la simplicité de la méthode décrite ci-dessus, la mesure du courant de décharge reste une opération délicate en raison de la faible valeur de son intensité (de l'ordre du mA). Dans la suite de cette section, nous verrons qu'il est possible d'extraire le courant de décharge du courant total, lorsque la tension sinusoïdale est utilisée pour générer le jet plasma. Ce travail est beaucoup plus difficile dans le cas d'une tension impulsionnelle.

3.1. Tension impulsionnelle

Concernant l'alimentation impulsionnelle, il est impossible d'extraire le courant de décharge du courant totale en appliquant l'équation [Éq \(1.1\)](#). Cela s'explique par les valeurs importantes du courant de déplacement et du courant total (de l'ordre de l'ampère) comparées au courant de décharge (de l'ordre du mA). La figure [2-7](#) montre le résultat obtenu en appliquant l'équation [Éq \(1.1\)](#) aux signaux i_t et i_d au cours de la transition positive du signal de tension.

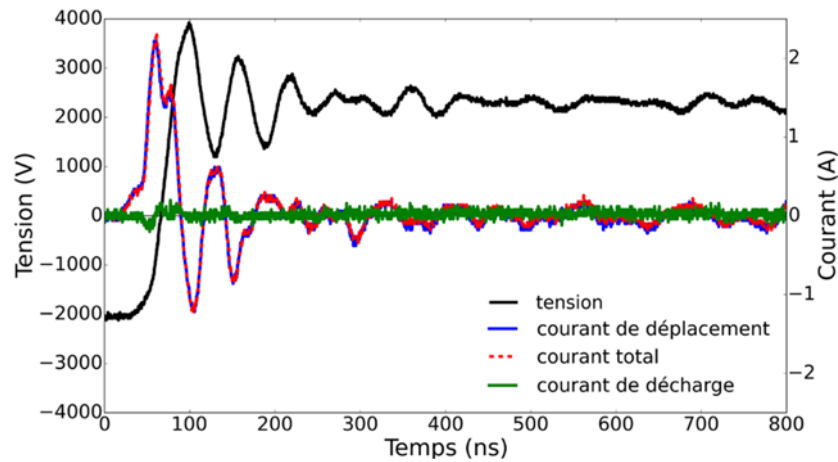


Figure 2-7. Signaux électriques : tension (noir), courant de déplacement (bleu), courant total (rouge), courant de décharge (vert) (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

3.2. Tension sinusoïdale

La figure 2-8 représente les signaux électriques obtenus en appliquant la tension sinusoïdale aux bornes de la source plasma, en l'absence de gaz. Nous observons que le courant de déplacement est en avance de 84° sur le signal de tension. Cela met en évidence le comportement globalement capacitif de la source. Le signal de tension et la dérivée par rapport au temps du signal de tension sont tracés sur la figure 2-9. En appliquant l'équation \hat{E}_q (1.2), nous déduisons que la capacité de la source plasma en l'absence de gaz est de 26 pF.

$$i = C \times \frac{dV}{dt} \quad \hat{E}_q (1.2)$$

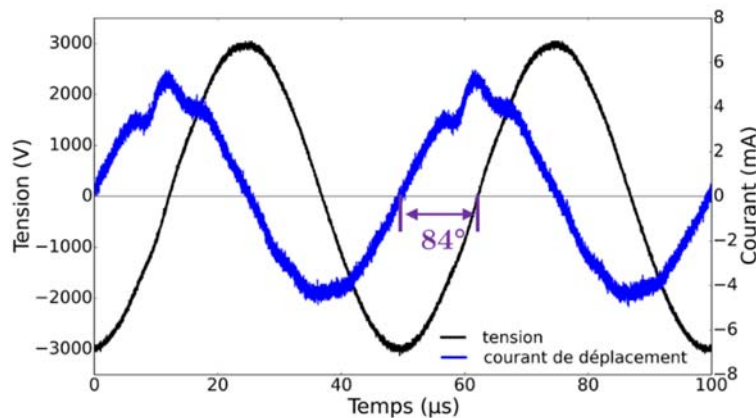


Figure 2-8. Signaux électriques : tension (noir), courant de déplacement (bleu) (tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

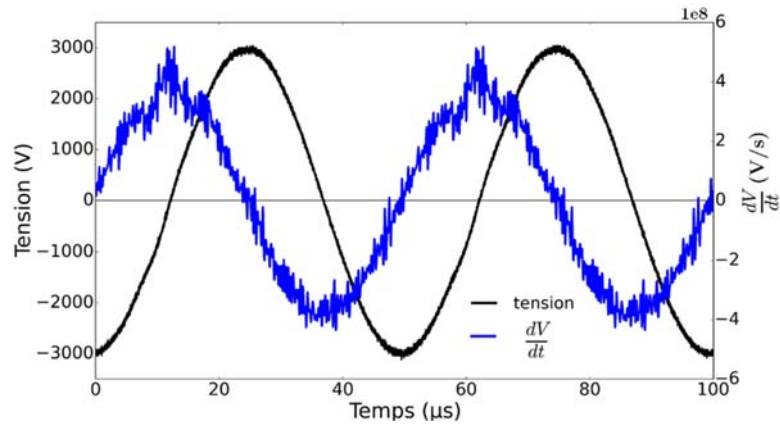


Figure 2-9. Signaux électriques : tension (noir), dérivée par rapport au temps du signal de tension (bleu) (tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

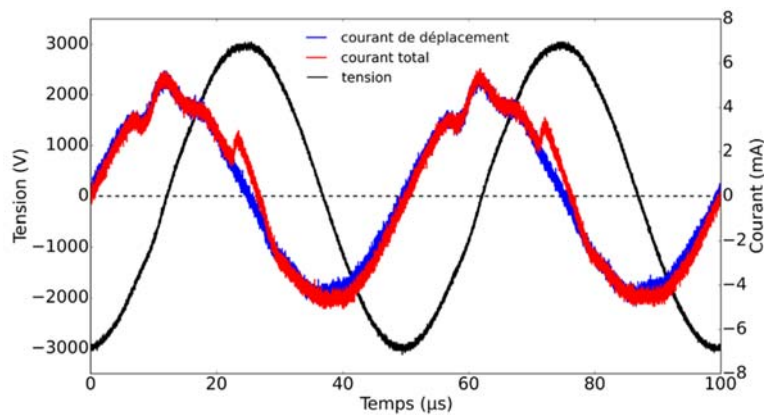


Figure 2-10. Signaux électriques : tension (noir), courant de déplacement (bleu), courant total (rouge) (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

En présence de gaz, l'amorçage de la décharge modifie le signal de courant (figure 2-10). Nous observons la présence d'un pic de courant par période de signal de tension. Comme le montre la figure 2-11, il devient possible d'extraire le courant de décharge du courant total en utilisant l'équation \hat{E}_q (1.1).

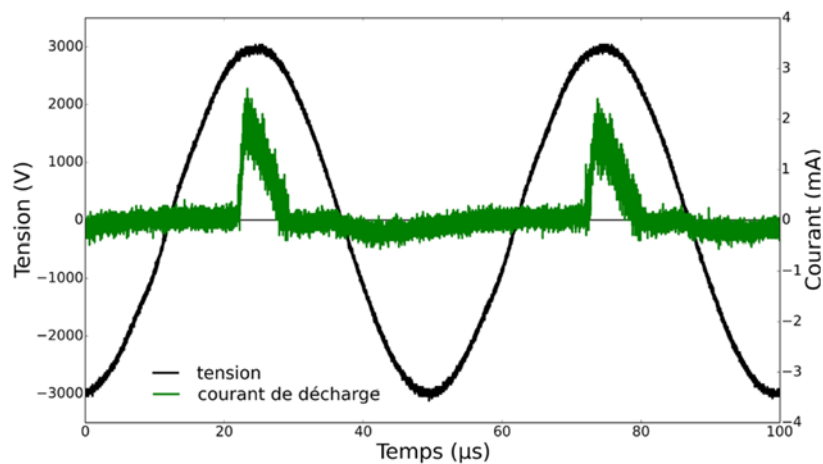


Figure 2-11. Signaux électriques : tension (noir), courant de décharge (vert) (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

4. Energie dissipée dans le plasma

L'énergie dissipée dans le plasma est obtenue à partir du calcul de la puissance instantanée $P(t)$. Celle-ci s'obtient en faisant le produit des signaux de courant et de tension (figure 2-12).

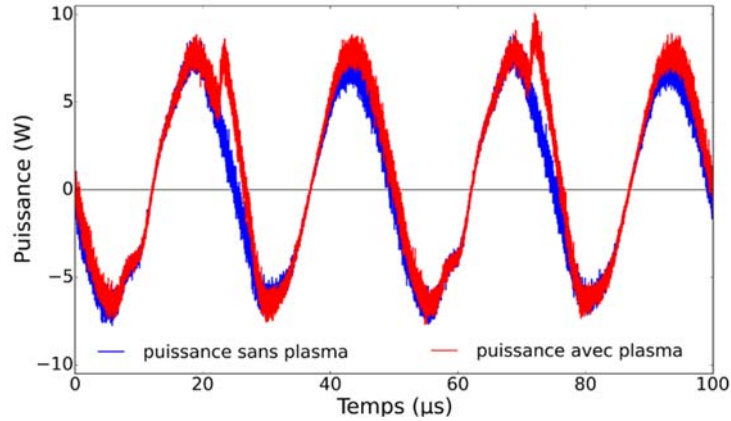


Figure 2-12. Signaux électriques : puissance sans plasma (bleu), puissance avec plasma (rouge), à partir des signaux présentés sur la figure 2-10 (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

Ainsi, l'énergie dissipée dans le plasma durant un intervalle de temps $[t_1, t_2]$ est déduite de $P(t)$ selon la relation :

$$E = \int_{t_1}^{t_2} P(t) dt \quad \text{Éq (1.3)}$$

Graphiquement, l'énergie est représentée par l'aire sous la courbe du profil de la puissance instantanée. En utilisant l'équation Éq (1.3) durant une période entière du signal de tension sinusoïdale, nous obtenons une énergie de 214 μJ sans la décharge et de 232 μJ en présence de la décharge. Ainsi, l'énergie dissipée dans le plasma est de 18 μJ .

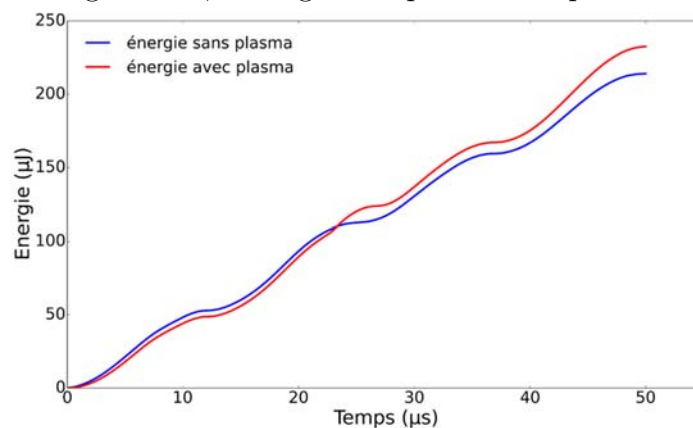


Figure 2-13. Signaux électriques : énergie sans plasma (bleu), énergie avec plasma (rouge), à partir des signaux présentés sur la figure 2-10 (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

Notons que l'équation \dot{E}_q (1.3) appliquée aux mesures des signaux de courants (i_t , i_d) et de la tension de l'alimentation impulsionnelle donne une même valeur de l'énergie avec ou sans plasma (3,40 mJ). Comme nous l'avons dit précédemment, cela s'explique par les valeurs élevées du courant de déplacement et du courant total comparées à celle du courant de décharge. Ainsi, tout comme pour le calcul du courant de décharge, cette méthode n'est pas suffisamment sensible pour déterminer l'énergie dissipée dans le plasma.

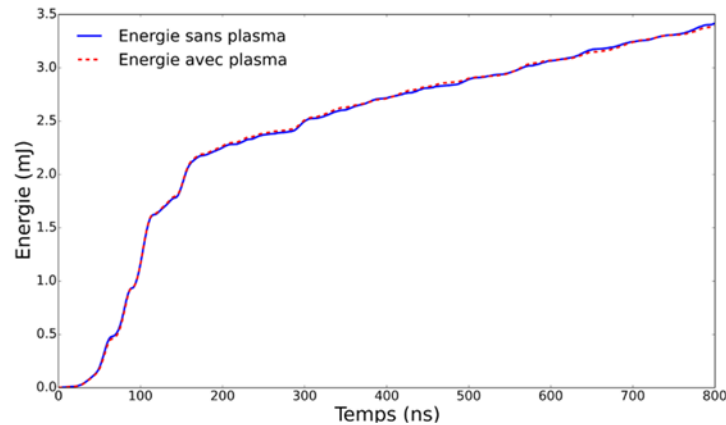


Figure 2-14. Signaux électriques : énergie sans plasma (bleu), énergie avec plasma (rouge), à partir des signaux présentés sur la figure 2-7 (hélium à 2 L/min, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

III. Diagnostics optiques

1. Spectroscopie d'émission optique

La spectroscopie d'émission optique est un outil de diagnostic efficace lorsqu'il s'agit d'étudier les composantes d'un phénomène lumineux. En effet, un spectromètre permet de décomposer la lumière qu'il reçoit en ses différentes longueurs d'ondes, tout en mesurant pour chaque longueur d'onde, l'intensité lumineuse qui lui correspond. Le spectre obtenu, est une représentation graphique de l'intensité lumineuse en fonction des longueurs d'ondes composant la lumière analysée. L'identification de ces émissions permet de caractériser le phénomène étudié.

Pour ces travaux, les spectres optiques ont été obtenus en utilisant un spectromètre (Ocean Optics, HR2000+) fonctionnant dans la gamme des longueurs d'ondes de 200 à 1100 nm et offrant une résolution de 0,35 nm. Le spectromètre est couplé à une fibre optique (Ocean Optics, SR600) de diamètre 600 μm . La fibre est placée horizontalement à 30 mm du jet plasma. Par la suite, une fente de 2 mm d'ouverture est rajoutée entre le jet plasma et la fibre optique (figure 2-15).

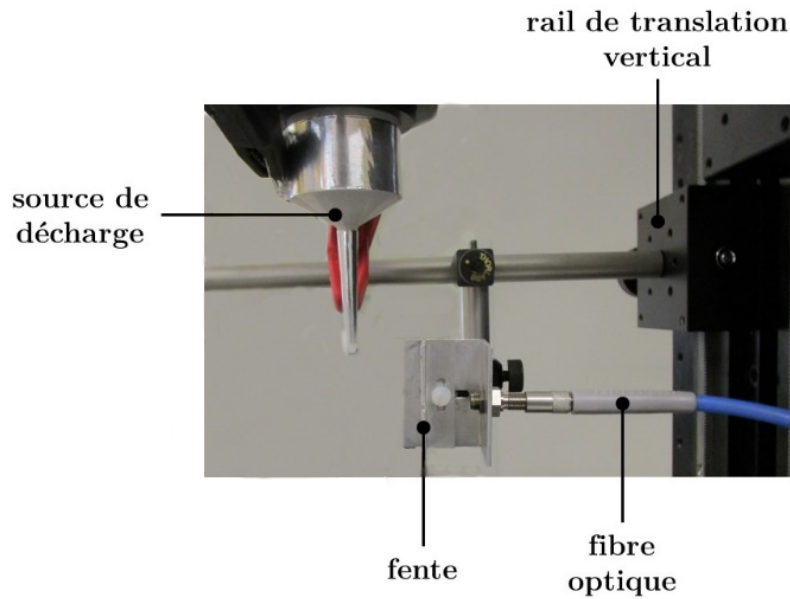


Figure 2-15. Photographie du dispositif expérimental pour l'acquisition des spectres optiques.

Cette configuration permet d'analyser des tranches horizontales du jet plasma. La largeur de la tranche du jet observée (3 mm) est obtenue en éclairant avec un laser l'extrémité de la fibre optique sans la fente et en mesurant sur une règle graduée la largeur de la « tâche » lumineuse faite par le laser à travers la fente. La figure 2-16 représente des spectres du jet plasma obtenus avec de l'hélium et du néon pour la tension impulsionnelle.

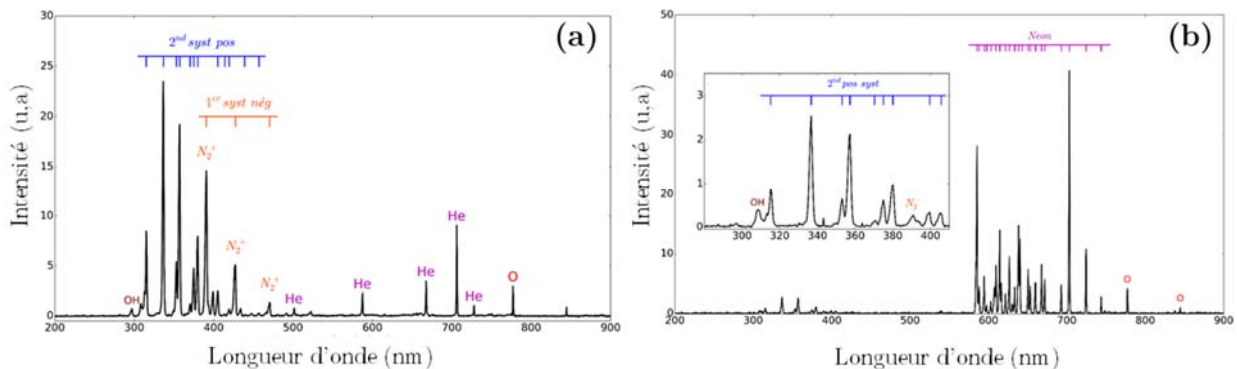


Figure 2-16. Spectres du jet plasma : -(a) hélium, -(b) néon (hélium et néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Le dispositif (fente + fibre optique) est par la suite monté sur un rail vertical de translation, dont le pas de déplacement est de 1 mm (figure 2-15). A partir des spectres enregistrés à chaque déplacement du rail, nous pouvons tracer la distribution spatiale des émissions des espèces générées par le plasma. Sur la figure 2-17, nous représentons la distribution des émissions de l'hélium (706 nm) et du néon (703 nm).

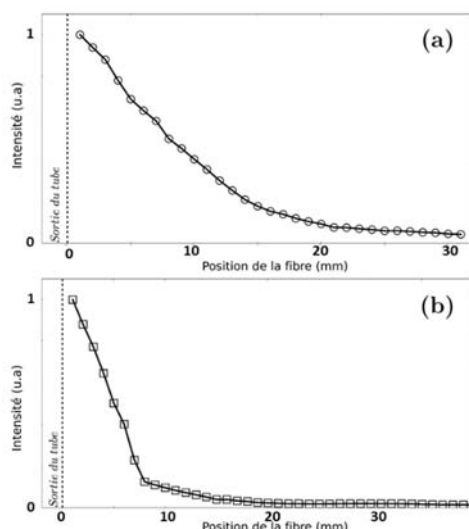


Figure 2-17. Distributions spatiales des émissions du jet plasma : -(a) hélium (706 nm), -(b) néon (703 nm) (hélium et néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

2. Imagerie par caméra ICCD (Intensified coupled charge device)

2.1. Caméra ICCD

La caméra ICCD est l’outil de diagnostic idéal pour l’étude de phénomène faiblement lumineux mais répétitif. En effet, la caméra ICCD offre la possibilité d’accumuler sur différentes périodes les émissions du plasma. Le fonctionnement d’une caméra ICCD est résumé à la figure 2-18.

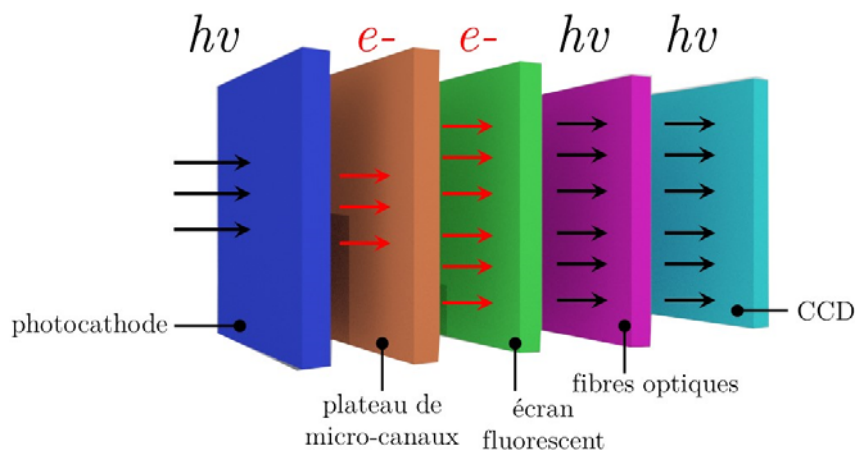


Figure 2-18. Schéma d’une caméra ICCD.

Les photons émis par le phénomène à étudier vont exciter la photocathode, produisant ainsi des électrons. Ces derniers sont accélérés et multipliés dans un plateau de micro-canaux avant d’atteindre un écran fluorescent produisant une image intensifiée. L’image intensifiée est par la suite transférée par le biais de fibres optiques sur une matrice de CCD.

La dernière étape consiste à numériser le signal provenant de la matrice de CCD via des convertisseurs analogique-numérique pour un traitement par ordinateur. Il est important de préciser qu'à la fréquence utilisée pour ce travail (20 kHz), le déclenchement de la caméra est synchronisé à la fréquence de la décharge via un signal électrique (trigger) fourni par l'alimentation électrique. La caméra ICCD (Princeton, Pimax-2K) utilisée durant ce travail dispose de deux modes de fonctionnement :

- **Mode répétitif** : durant la mesure, le délai entre le signal du trigger et le début de l'acquisition est constant (figure 2.19(a)). Les acquisitions sont effectuées sur un même intervalle de temps. Le résultat de la mesure est une image qui apporte une information spatiale du phénomène étudié.

- **Mode séquentiel** : dans ce mode, le délai entre le signal du trigger et le début de l'acquisition varie au cours du temps (figure 2-19(b)). Le résultat est une série d'images qui apporte une information spatiale et temporelle du phénomène étudié.

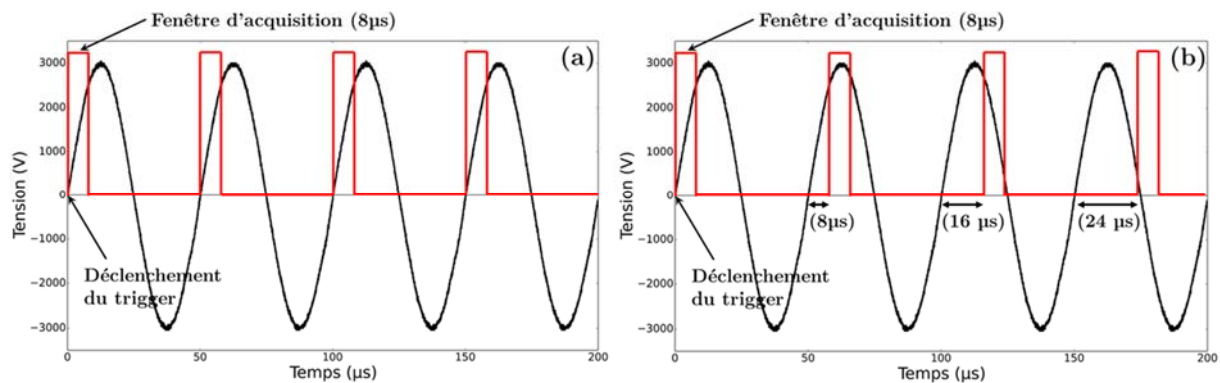


Figure 2-19. Fonctionnement d'une caméra ICCD en mode répétitif -(a) ou en mode séquentiel -(b).

2.2. Evolution temporelle de la vitesse

Parmi les caractéristiques du jet plasma, nous nous sommes intéressés à la vitesse de propagation du streamer au cours de la décharge. La figure 2-20 présente une séquence d'images illustrant la propagation du streamer durant la transition positive du signal de tension. Dans un premier temps, les images obtenues à l'issue de l'acquisition avec la caméra ICCD sont en pixels. Pour obtenir les dimensions de l'image en « mm », nous appliquons à l'image un facteur de conversion (pixel → mm). Ce facteur est obtenu en réalisant une image avec la caméra d'un objet dont les dimensions sont connues (règle graduée). Connaissant les dimensions de l'objet (en mm) et les dimensions équivalentes sur l'image acquise (en pixels), ce facteur est obtenu par un simple rapport.

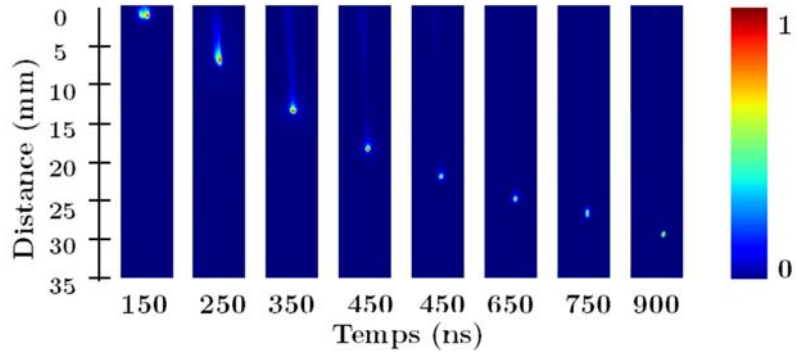


Figure 2-20. Dynamique du jet plasma d'hélium au cours de la transition positive du signal de tension (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Dans un second temps, nous déterminons pour chaque image, la position du streamer. Pour se faire, nous traçons le profil d'intensité suivant les lignes de l'image (figure 2-21). La position du streamer est alors définie comme l'abscisse du maximum du profil d'intensité.

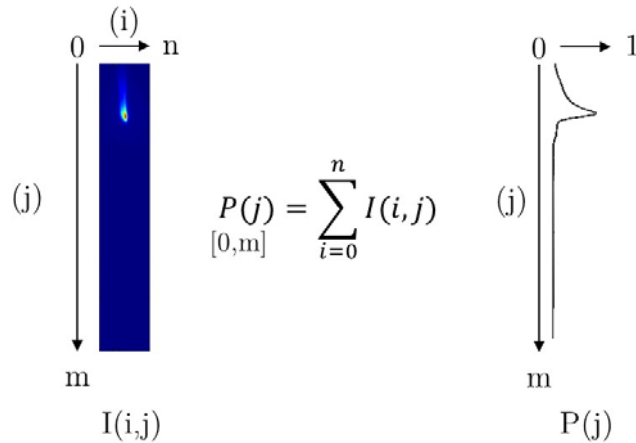


Figure 2-21. Profil d'intensité obtenu à partir d'une image de la caméra ICCD.

Connaissant la position du maximum du profil pour chaque image (figure 2-22) et le temps séparant les images, nous déterminons la vitesse de propagation du streamer.

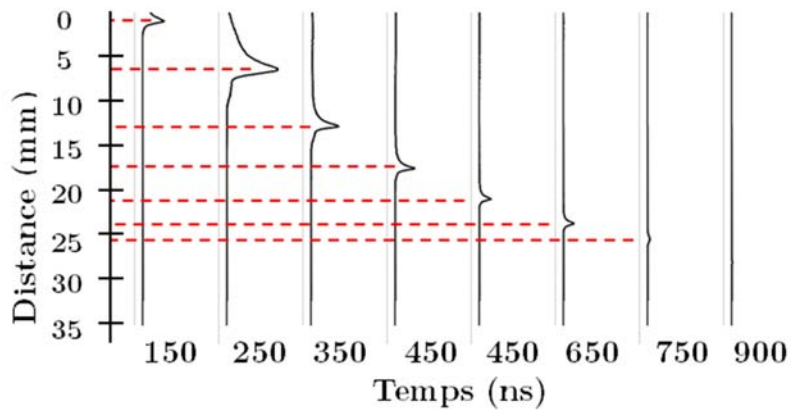


Figure 2-22. Profils d'intensité des images présentées sur la figure 2-21.

La figure 2-23 montre un exemple de l'évolution temporelle de la vitesse de propagation du streamer.

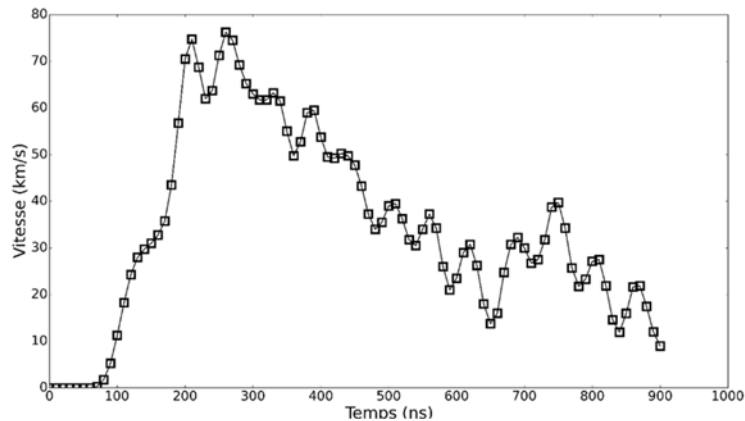


Figure 2-23. Evolution temporelle de la vitesse au cours de la transition positive du signal de tension (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Pour chaque image, il est possible de déterminer l'intensité intégrée sur la totalité de l'image (figure 2-24). Le résultat d'une telle opération est un scalaire exprimé en unité arbitraire (u.a) et représentatif de l'intensité de la luminosité du phénomène étudié.

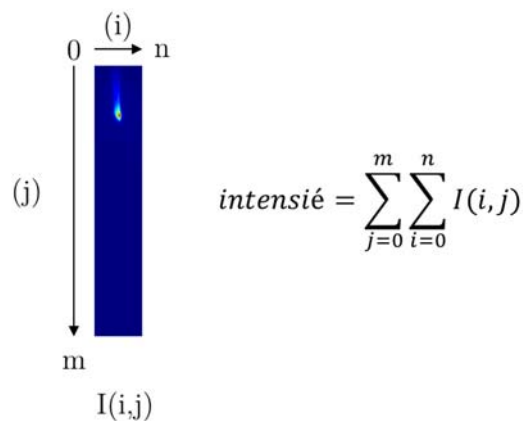


Figure 2-24. Intensité intégrée obtenu à partir d'une image de la caméra ICCD.

La figure 2-25 représente un exemple de l'évolution temporelle de l'intensité intégrée au cours de la propagation du streamer.

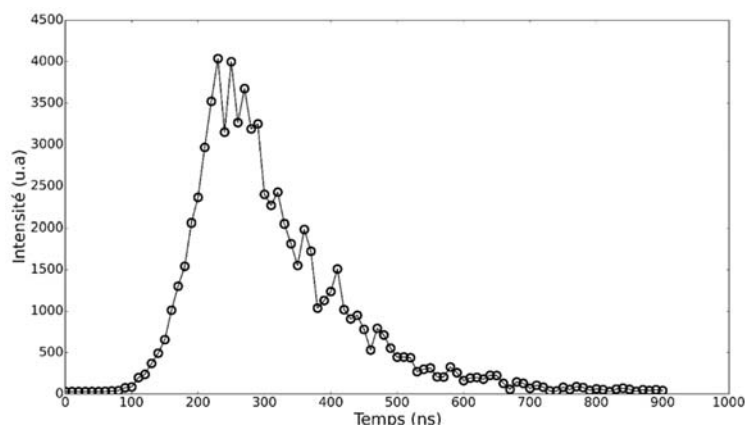


Figure 2-25. Evolution temporelle de l'intensité intégrée au cours de la transition positive du signal de tension (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

2.3. Couplage caméra ICCD et filtres optiques

La caméra ICCD peut être utilisée pour obtenir des informations sur les espèces générées par le jet plasma. Pour cela, elle est couplée avec des filtres interférentiels (Thorslab). Ces filtres sont centrés sur une longueur d'onde précise et possède une bande passante de 10 nm. La figure 2-26 représente la courbe de transmission d'un des filtres utilisés durant ce travail.

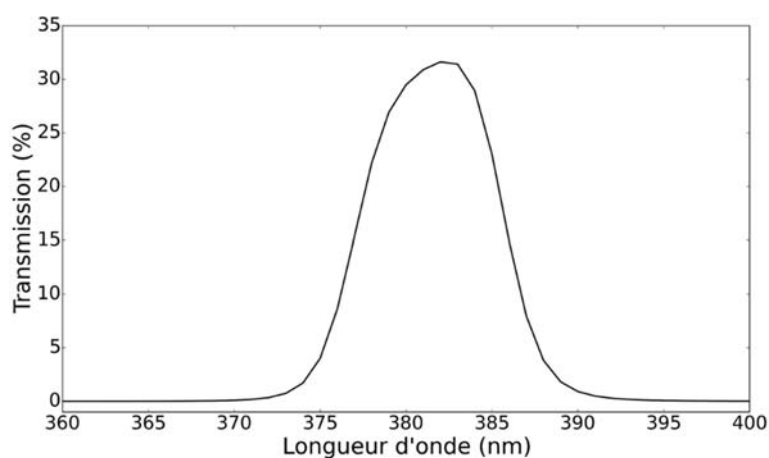


Figure 2-26. Courbe de transmission du filtre FB380 - 10, centré à 380 nm avec une bande passante de 10 nm.

Le couplage de la camera avec les filtres permet une description spatio-temporelle sélective des espèces générées par le jet plasma. Le choix des filtres a été fait à partir des émissions observées sur les spectres présentés précédemment. Le tableau 2-4 résume la liste des filtres utilisés en fonction des longueurs d'onde et transitions observées.

Longueur d'onde du filtre (nm)	Longueur d'onde observée (nm)	Transitions observées	Références
380	379	N_2^* (C – B) (0 – 2)	FB380-10
390	391	N_2^+ (B – X) (0 – 0)	FB390-10
700	703	Ne ($^3P - ^3S$)	FB700-10
	706	He ($^3P_0 - ^3S$)	
780	777	O ($^5S_0 - ^5P$)	FB780-10

Tableau 2-4. Liste des filtres utilisés et transitions observées.

Durant ce travail, le couplage de la caméra avec les filtres a pour objectif de déterminer la contribution des demi-périodes des signaux de tension sur les espèces générées par le jet plasma. Dans l'exemple présenté sur la figure 2-27, nous observons que la majeure partie des émissions d'hélium provient de la demi-période positive du signal de tension.

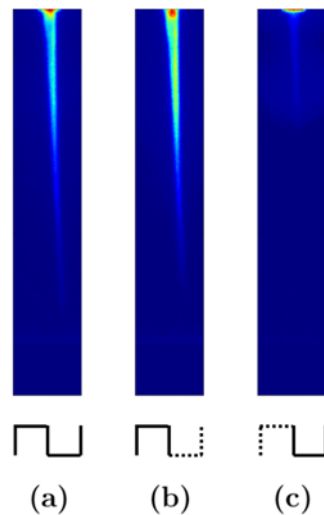


Figure 2-27. Couplage caméra avec le filtre à 700 nm (hélium (706 nm)) en mode répétitif : -(a) période entière, -(b) demi-période positive, -(c) demi-période négative du signal de tension (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

La mise en place de ces outils de diagnostic a permis dans un premier temps de caractériser le jet plasma sans échantillon (jet libre). Dans un second temps, la caractérisation du jet plasma a été faite en présence des cibles conductrice et diélectrique.

Bibliographie

Chauvet, L. (2016). Caractérisation expérimentale et optimisation d'une source plasma à pression atmosphérique couplée à un spectromètre de masse à temps de vol. Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier.

Chapitre 3 - RESULTATS – HELIUM

Sommaire

I. Alimentation impulsionnelle	62
1. Observations préliminaires.....	62
2. Etude de la dynamique du jet plasma.....	64
2.1. Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre)	64
2.2. Etude du jet plasma en présence d'une cible.....	72
2.2.1. Cible diélectrique	72
2.2.1.1. Interaction JPEP – cible diélectrique.....	72
2.2.1.2. Interaction JPEN – cible diélectrique.....	79
2.2.2. Cible conductrice.....	80
2.2.2.1. Interaction JPEP – cible conductrice.....	80
2.2.2.2. Interaction du JPEN – cible conductrice.....	86
3. Etude des espèces réactives du jet plasma	88
3.1. Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles.....	89
3.2. Distributions spatiales des espèces générées par le jet	96
II. Alimentation sinusoïdale	101
1. Etude de la dynamique du jet plasma.....	103
1.1. Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre)	104
1.2. Etude du jet plasma en présence d'une cible.....	107
1.2.1. Interaction JPEP - cible diélectrique	107
1.2.2. Interaction JPEP - cible conductrice	109
2. Etude des espèces réactives du jet plasma.	110
2.1. Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles.....	110
2.2. Distributions spatiales des espèces générées par le jet	112
3. Energie dissipée dans le plasma	113
III. Conclusion	114
Bibliographie	115

L'objectif de ce chapitre est de caractériser l'interaction entre un jet plasma et des cibles de différentes conductivités : une cible diélectrique ($10^{-10} \text{ S.m}^{-1}$) et une cible conductrice ($6.0 \cdot 10^7 \text{ S.m}^{-1}$). Ce chapitre est divisé en deux parties, chaque partie étant relative au profil du signal de tension utilisé pour alimenter la source plasma :

- Tension impulsionnelle, $\pm 2 \text{ kV}$, 20 kHz , rapport cyclique de 50%.
- Tension sinusoïdale, 2 kV , 20 kHz .

Le choix de ces signaux répond à la volonté d'évaluer l'influence de la forme du signal de tension sur les caractéristiques du jet plasma. Enfin, précisons que les résultats expérimentaux présentés tout au long de ce chapitre ont été obtenus en utilisant l'hélium comme gaz précurseur pour générer le jet plasma.

I. Alimentation impulsionnelle

1. Observations préliminaires

La figure 3-1(a) est une photographie du jet plasma lorsque celui-ci n'interagit pas avec une cible (jet libre). La couleur violette du jet est caractéristique d'un plasma d'hélium évoluant dans une atmosphère d'air. L'intensité lumineuse du jet est plus élevée au niveau de la sortie de la source plasma, puis celle-ci décroît progressivement le long du jet sur une longueur de 36 mm. Les figures 3-1(b) et 3-1(c) illustrent le comportement du jet plasma lorsque ce dernier interagit respectivement avec une cible diélectrique et une cible conductrice.

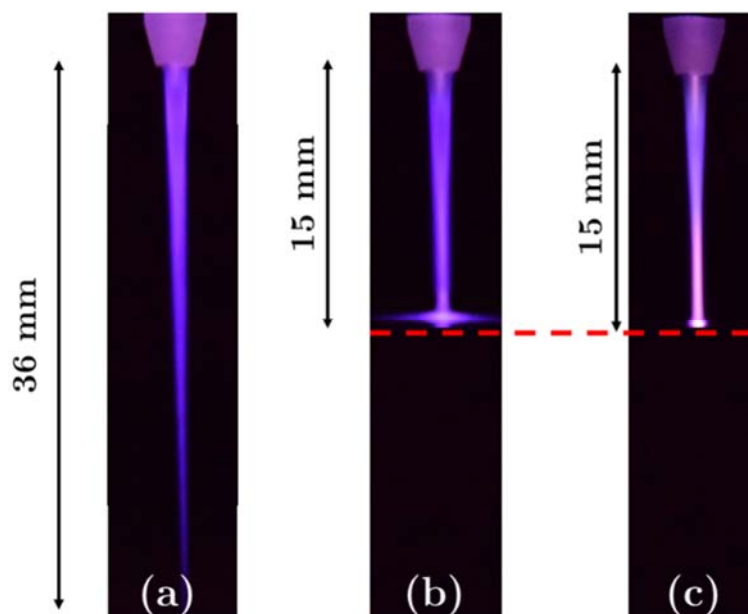


Figure 3-1. Photographies du jet plasma : -(a) sans cible, -(b) en présence de la cible diélectrique, -(c) en présence de la cible conductrice. La distance entre la sortie de la source plasma et la surface des cibles est fixée à 15 mm (hélium à 2 L.min^{-1} , tension impulsionnelle, 2 kV , 20 kHz).

Comme le montre la figure 3-1(b), le contact entre le jet plasma et la cible diélectrique n'engendre pas de changements significatifs sur la couleur et l'intensité globale du jet plasma. Cependant, nous observons que le jet plasma s'étale légèrement sur la surface de la cible diélectrique. Le résultat est différent lorsque la cible diélectrique est remplacée par la cible conductrice (figure 3-1(c)). Dans ce cas de figure, l'interaction entre le jet plasma et la cible augmente de manière importante l'intensité du jet dans la région voisine à la surface de la cible conductrice. Par ailleurs, le jet plasma ne s'étale pas sur la surface de la cible.

Ces observations sont cohérentes avec celles publiées dans les travaux de Zaplotnik et al., (2015) sur l'interaction entre un jet plasma d'hélium et différents matériaux parmi lesquels, une cible en polystyrène et une cible en nickel. L'influence de la conductivité d'une cible sur les propriétés d'un jet plasma d'hélium a été étudiée plus en détail par Riès et al., (2014). En effet, ces derniers font interagir un jet plasma d'hélium avec d'une part de l'eau distillée dont la conductivité est de $1,5 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$ et d'autre part avec une solution saline de conductivité $34,7 \mu\text{S}\cdot\text{cm}^{-1}$. Riès et al., (2014) observent l'étalement du jet plasma sur la surface de la solution de faible conductivité et un jet étroit et intense sur la surface de la solution de conductivité plus élevée. Ces observations montrent que l'interaction entre un jet plasma et une cible modifie le comportement du plasma et que la conductivité de la cible en contact avec le jet joue un rôle important dans cette modification.

Une étude qualitative des phénomènes observés a été réalisée en utilisant les outils de diagnostics décrits au chapitre 2. Dans la section suivante, nous nous intéressons à l'étude de la dynamique du jet plasma. Dans un premier temps, cette étude porte sur la dynamique du jet en l'absence de cible. Dans un second temps, les résultats concernent l'interaction du jet avec les cibles diélectrique et conductrice. Les conditions expérimentales pour la totalité des résultats présentées sont :

- Hélium, $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$.
- Signal impulsionnel, 2 kV, 20 kHz, rapport cyclique de 50%.

2. Etude de la dynamique du jet plasma

La dynamique du jet plasma a été étudiée à l'aide d'une caméra ICCD. Cette étude porte exclusivement sur le jet évoluant dans l'atmosphère d'air (aussi appelé plume plasma) et non sur les phénomènes qui se produisent à l'intérieur de la source plasma.

Les résultats présentés ont été obtenus via le mode d'acquisition séquentielle de la caméra. Le jet plasma a été analysé avec une fenêtre d'acquisition de 10 ns et un pas d'incrément de 10 ns. Le nombre d'accumulations varie en fonction de l'intensité lumineuse du plasma. Deux décharges ont été observées, la première se produit durant la transition positive (transition de -2 à +2 kV) du signal de tension et la seconde au cours de la transition négative (transition de +2 à -2 kV). Dans ce manuscrit, nous définissons le jet plasma généré au cours de la transition positive du signal de tension comme jet plasma excité positivement (JPEP) et le jet plasma généré durant la transition négative comme jet plasma excité négativement (JPEN).

Les figures 3-2(a) et 3-2(b) présentent la position de la première porte des acquisitions de la caméra ICCD par rapport au signal de tension. Les acquisitions débutent avant les transitions du signal de tension. Le temps affiché pour chaque image est indiqué par rapport au début des acquisitions.

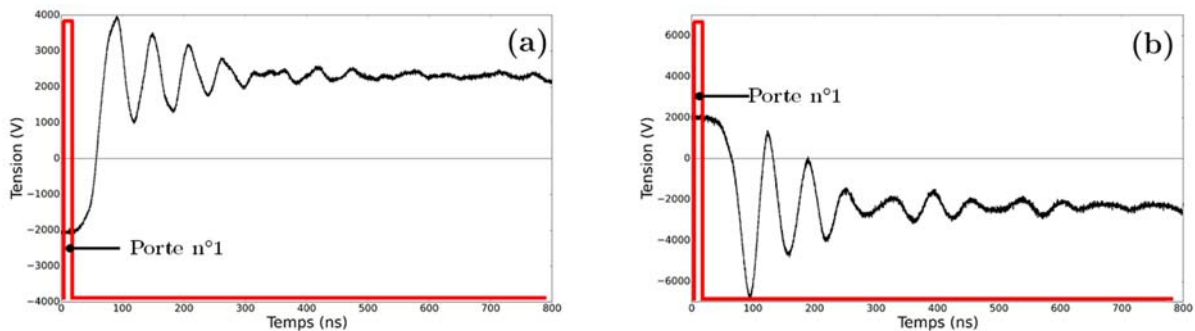


Figure 3-2. Début des acquisitions de la caméra ICCD : -(a) au cours de la transition positive, -(b) au cours de la transition négative du signal de tension.

2.1. Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre)

Avant d'étudier l'interaction entre le jet plasma et les différents matériaux, les caractéristiques du jet ont été analysées sans cible (jet libre). La figure 3-3 montre l'évolution temporelle et spatiale du JPEP. Chaque image a été obtenue en accumulant le signal lumineux provenant du jet plasma sur 10^3 périodes du signal de tension.

En dessous de chaque image, nous avons représenté le profil d'intensité correspondant. Chaque profil a été obtenu en sommant l'intensité de l'image suivant les lignes qui la composent. Précisons que ces profils d'intensité ont été par la suite normalisés par rapport au maximum d'intensité de la série d'images.

Le jet plasma qui apparaît continu sur les photographies présentées à la figure 3-1 est en réalité la conséquence de la propagation d'une onde d'ionisation (aussi appelé streamer). Ce phénomène est matérialisé par le déplacement d'un front lumineux « plasma bullet », suivi d'un canal faiblement conducteur (Lu et al., (2014)). Dans la suite de ce manuscrit, nous définissons le front de l'onde d'ionisation comme front d'ionisation et le canal faiblement conducteur qui suit ce dernier comme canal ionisé. En jet libre, la propagation du front d'ionisation se fait sur 32 mm pour une durée de 800 ns, soit une vitesse moyenne de 40 km.s^{-1} . Cette valeur est cohérente avec les vitesses des phénomènes impliquant l'application d'un champ électrique intense dans un gaz (Lagar'kov et Rutkevich, (1994)).

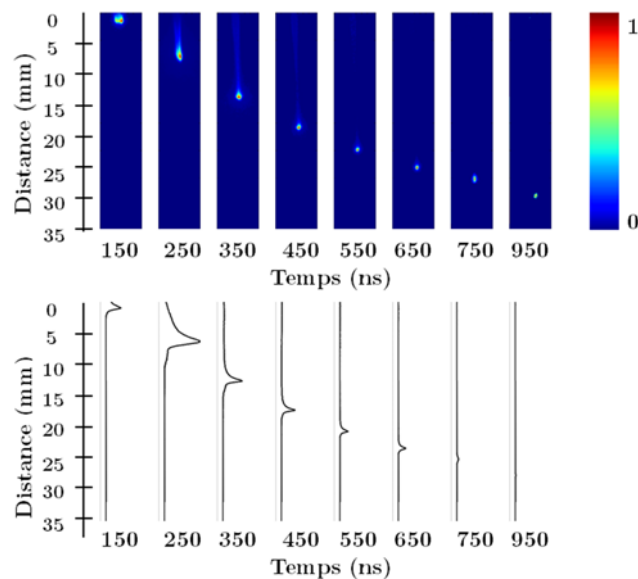


Figure 3-3. Images de la propagation du JPEP en jet libre (10^3 accumulations, hélium à 2 L.min^{-1} , tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Le profil de vitesse du front d'ionisation (figure 3-4(a)) présente deux phases d'évolution :

- Une première phase (phase I) au cours de laquelle, la vitesse augmente rapidement et atteint une valeur maximale de 75 km.s^{-1} pendant un laps de temps très court (100 ns).
- Une seconde phase (phase II) caractérisée par la diminution progressive de la vitesse jusqu'à « l'extinction » du front d'ionisation.

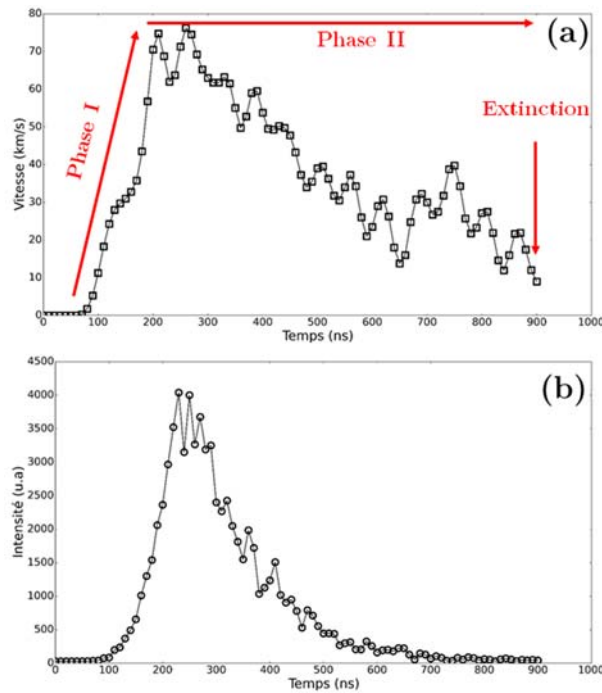


Figure 3-4. Evolutions temporelles : -(a) de la vitesse, -(b) de l'intensité intégrée du JPEP en jet libre (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

La courbe de vitesse est similaire à celles présentées dans les travaux de [Meriam-Bourdet et al., \(2009\)](#), [Jarrige et al., \(2010\)](#), [Begum et al., \(2013\)](#) et [Sahu et al., \(2017\)](#). Cependant, dans certaines études ([Jarrige et al., \(2010\)](#), [Sahu et al., \(2017\)](#)), la **phase II** est caractérisée par une vitesse quasi-constante et se termine par une chute brutale de la vitesse due à l'extinction du front d'ionisation. Il est intéressant de noter que l'évolution temporelle de l'intensité intégrée (figure 3-4(b)) présente une tendance similaire à celle de la vitesse.

Sur la figure 3-5, nous représentons l'évolution de la vitesse normalisée par rapport à l'intensité normalisée. La valeur du coefficient de corrélation ($R^2 = 0.89$) confirme que ces deux grandeurs sont fortement corrélées. Notons que les travaux de [Ji et al., \(2015\)](#) sur la vitesse et la densité des fronts d'ionisations « plasmas bullets » présentent des résultats similaires.

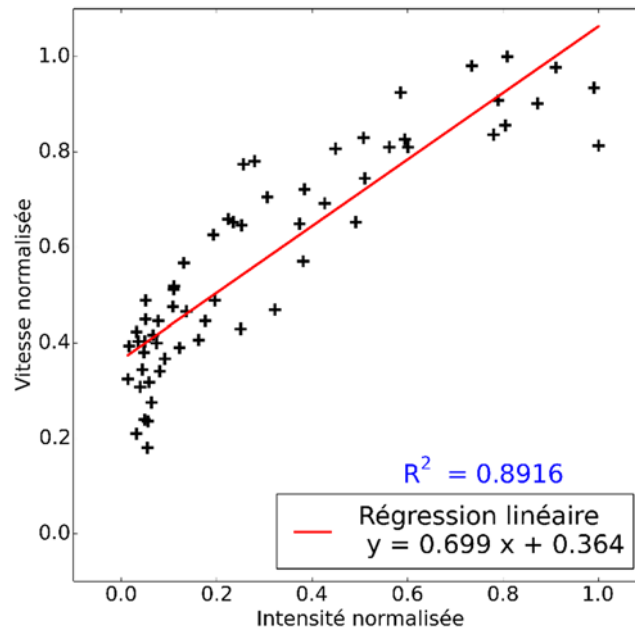


Figure 3-5. Vitesse normalisée en fonction de l'intensité intégrée normalisée du JPEP en jet libre entre 110 ns et 710 ns après le début de l'acquisition (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

La même expérience a été reprise durant la transition négative du signal de tension (JPEN). La figure 3-6 illustre la propagation du jet plasma durant cette transition. Dans ce cas, chaque image est obtenue en accumulant l'intensité du signal lumineux issu du jet plasma sur 10⁴ périodes du signal de tension. Le nombre d'accumulations plus élevé de la caméra, traduit un phénomène de plus faible intensité en comparaison du JPEP.

L'onde d'ionisation du JPEN se présente essentiellement sous la forme d'un canal d'ionisation continu dont la propagation se fait sur une distance de 13 mm, pour une durée de 800 ns. Ainsi, la vitesse moyenne de l'onde d'ionisation pour le JPEN est de 16 km.s⁻¹, soit 2,5 fois inférieure à celle du JPEP.

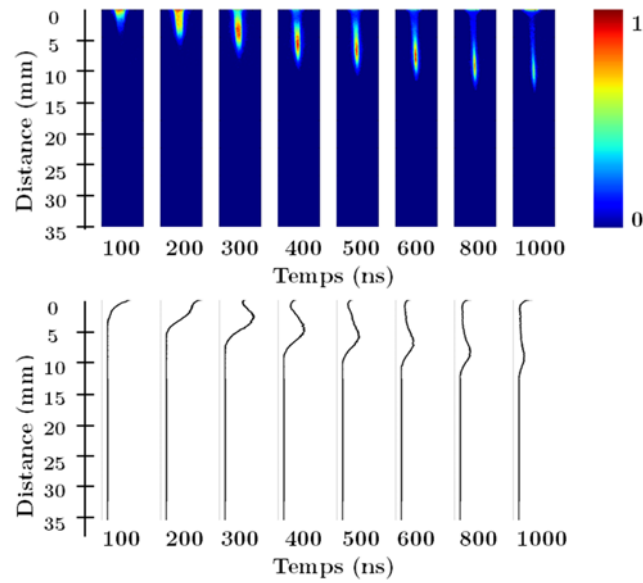


Figure 3-6. Images de la propagation du JPEN en jet libre (10^4 accumulations, hélium à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

L'évolution temporelle de la vitesse et celle de l'intensité intégrée de l'onde d'ionisation pour le JPEN sont représentées respectivement sur les figures 3-7(a) et 3-7(b). Pour le JPEN, la vitesse est mesurable entre 200 et 800 ns. En effet, durant les 200 premières nanosecondes de l'acquisition, nous observons une propagation de l'onde d'ionisation, cependant la position du maximum d'intensité reste localisée à la sortie de la source plasma¹¹. De même, entre 800 et 1000 ns, l'onde d'ionisation est dans sa phase d'extinction. Celle-ci se traduit par la présence d'émissions lumineuses émises depuis le canal d'ionisation, sans qu'il ne se produise une propagation de l'onde d'ionisation.

¹¹ Notre méthode de calcul de la vitesse est basée sur l'évolution spatio-temporelle de la position du maximum d'intensité de l'onde d'ionisation (chapitre 2, section III.2.2). Pour le JPEN, le fait que la position du maximum d'intensité reste inchangée en début de propagation ne permet pas de calculer la vitesse de l'onde d'ionisation.

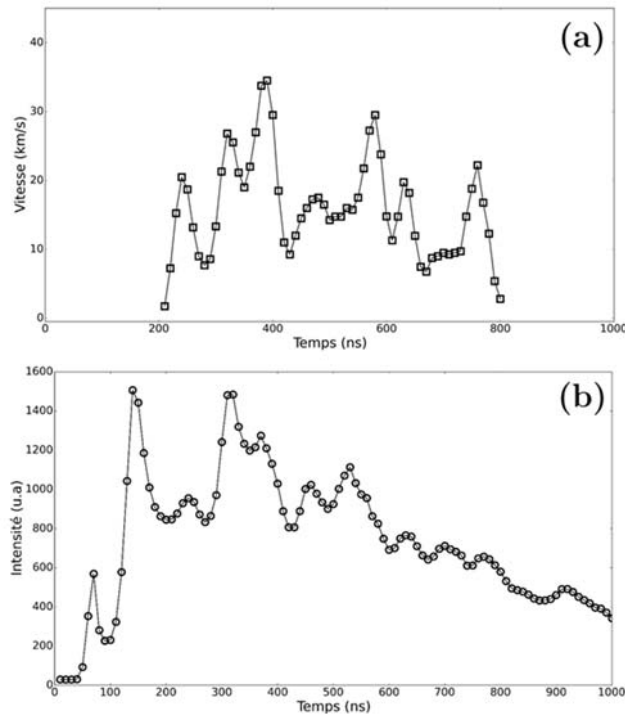


Figure 3-7. Evolutions temporelles : -(a) de la vitesse, -(b) de l'intensité intégrée du JPEN en jet libre (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

L'onde d'ionisation du JPEN est moins intense, se propage plus lentement et sur une plus courte distance que celle du JPEP. Ce résultat est en accord avec les travaux de [Jiang et al., \(2009\)](#), [Naidis, \(2011\)](#), [Karakas et al., \(2012\)](#) et [Tao Shao et al, \(2014\)](#).

Pour [Jiang et al., \(2009\)](#), la différence entre les dynamiques du JPEP et du JPEN viendrait de l'interaction entre le champ électrique « appliqué » (imposé par la source de tension) et le champ électrique « induit » (formé entre le front d'ionisation et les charges accumulées sur la surface interne de la source plasma).

[Wang et al., \(2016b\)](#) qui partagent la même hypothèse que [Jiang et al., \(2009\)](#) expliquent que lorsque les jets plasmas sont alimentés par une tension positive (JPEP), les électrons générés par le champ électrique appliqué se déplacent rapidement en direction de l'anode et s'accumulent sur la surface interne du diélectrique de la source plasma. Les ions positifs, étant donné leurs masses, se déplacent plus lentement et sont essentiellement localisés au niveau du front d'ionisation. Cette organisation des charges entraîne la création d'un champ électrique induit, opposé au champ électrique appliqué entre le front d'ionisation et la sortie de la source plasma.

Le champ électrique appliqué se trouve affaibli entre le front d'ionisation et la sortie de la source plasma, d'où la faible luminosité du canal qui suit le front d'ionisation. En parallèle, la présence des ions positifs renforce le champ électrique appliqué au niveau du front d'ionisation, conduisant à une augmentation de l'intensité lumineuse à proximité de ce dernier.

La polarisation du champ électrique de part et d'autre du front d'ionisation serait selon Wang et al., (2016b), la raison pour laquelle l'onde d'ionisation pour le JPEP ressemble à une balle de plasma « plasma bullet », suivie d'un canal de faible intensité lumineuse. Les orientations des champs électriques évoqués ci-dessus sont représentées sur la figure 3-8(a).

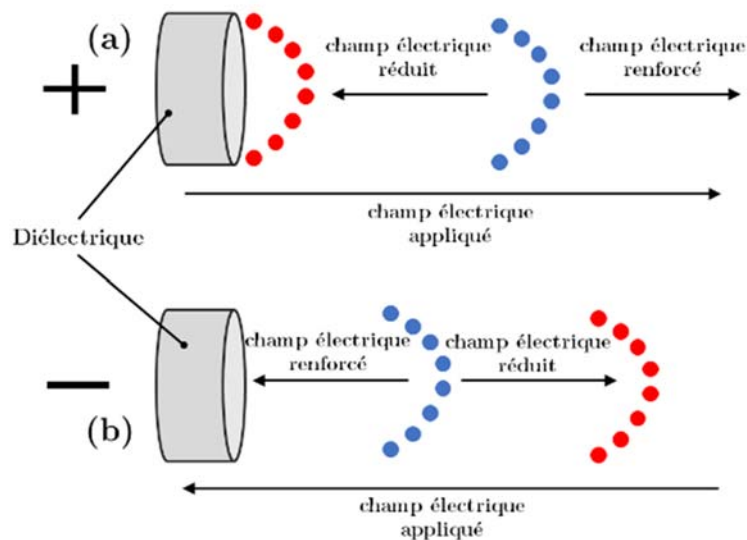


Figure 3-8. Distribution du champ électrique en fonction de la polarité signal de tension : -(a) polarité positive, -(b) polarité négative (modifié à partir des travaux de Wang et al., (2016b)). Les cercles bleus représentent les ions positifs et les cercles rouges, les électrons.

Ces phénomènes sont inverses lorsque les jets plasmas sont alimentés par une tension négative. Dans ce cas, sous l'effet répulsif du champ électrique appliqué, les électrons sont dirigés vers les ions positifs. Une partie de ces électrons se recombinaient avec des ions positifs. Cependant, les ions positifs restants vont générer un champ électrique orienté cette fois dans le même sens que celui appliqué par la tension. Il en résulte un champ électrique renforcé entre le front d'ionisation et le tube diélectrique. Les émissions lumineuses dans cette région sont alors intenses et le canal entier apparaît continu.

D'autre part, la présence des ions positifs affaiblit le champ électrique appliqué au niveau du front d'ionisation, diminuant ainsi les émissions dans cette région. Les JPEN sont donc caractérisés par un canal d'ionisation intense et un front d'ionisation moins intense. Les orientations des champs électriques pour les JPEN sont représentées sur la figure 3-8(b). Ces hypothèses sont en accord avec celles formulées par [Shao et al., \(2014\)](#) et cohérentes avec nos observations (figure 3-3 et figure 3-6).

Notons que dans ses travaux de simulation, [Naidis, \(2011\)](#) montre effectivement que le champ électrique pour un JPEP est intense au niveau du front d'ionisation et très faible dans le canal d'ionisation. En revanche pour un JPEN, le champ électrique est important dans l'ensemble du canal d'ionisation et légèrement plus élevé au niveau du front d'ionisation. Ce qui corrobore les hypothèses émises par [Wang et al., \(2016b\)](#).

Les hypothèses formulées par [Wang et al., \(2016b\)](#) expliquent la différence morphologique entre les JPEP et JPEN. Cependant elles ne justifient pas l'ordre de grandeur des vitesses mesurées (km.s^{-1}).

Les premières explications sur la dynamique des jets plasmas furent proposées par [Lu et Laroussi, \(2006\)](#). Dans leur étude, ces derniers ont observé des similitudes entre les JPEP et un modèle décrivant la propagation des streamers positifs au cours d'une décharge corona, proposé par [Dawson et Winn, \(1965\)](#). [Lu et Laroussi, \(2006\)](#) ont alors suggéré une théorie basée sur la photoionisation pour expliquer les magnitudes de la vitesse de propagation du front d'ionisation pour les JPEP.

[Naidis, \(2011\)](#) à l'aide d'un modèle standard de streamer, a confirmé les similitudes entre les JPEP et les streamers positifs d'une part et les JPEN et les streamers négatifs d'autre part. Ainsi, il est majoritairement admis que le front d'ionisation d'un jet plasma peut être assimilé à un streamer guidé et que sa propagation se fait essentiellement par un processus de photoionisation.

2.2. Etude du jet plasma en présence d'une cible

Dans cette section, nous présentons les résultats de l'interaction du jet plasma avec les cibles diélectrique et conductrice. Afin d'évaluer l'influence de la distance entre la sortie de la source plasma et la surface de la cible sur les caractéristiques du jet plasma, les cibles ont été positionnées à 10, 15 et 20 mm de la sortie de la source plasma. Dans un premier temps, nous présentons les résultats obtenus avec la cible diélectrique, puis dans un second temps, ceux obtenus avec la cible conductrice.

2.2.1. Cible diélectrique

2.2.1.1. Interaction JPEP – cible diélectrique

La figure 3-9 montre l'interaction entre le jet plasma et la cible diélectrique placée à 20 mm de la sortie de la source plasma. Le front d'ionisation à la sortie de la source plasma, se propage en direction de la cible (propagation axiale) qu'il atteint à 460 ns. Immédiatement après ce contact, la propagation du front d'ionisation se fait de manière radiale et symétrique sur la surface de la cible diélectrique et s'étend sur un diamètre maximal de 1,5 mm. Il est intéressant de noter la présence d'émissions lumineuses provenant d'une part de la surface de la cible et d'autre part du canal faiblement ionisé, 100 ns après le contact du front d'ionisation et de la cible.

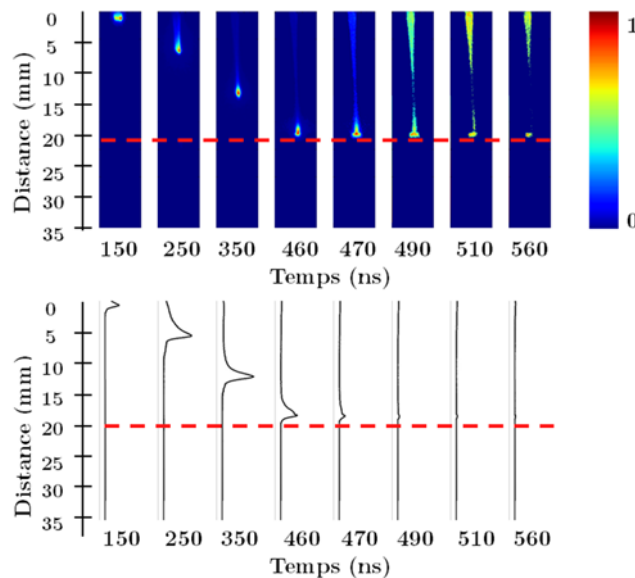


Figure 3-9. Images de la propagation du JPEP en présence de la cible diélectrique positionnée à 20 mm de la sortie de la source plasma (10^3 accumulations, hélium à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La ligne en pointillée indique la position de la cible.

Lorsque la cible diélectrique est placée à 15 mm (figure 3-10) et à 10 mm (figure 3-11), nous observons les caractéristiques suivantes :

- A l'instant de contact du front d'ionisation avec la cible (t_c (15 mm)¹² = 370 ns et t_c (10 mm) = 280 ns), la forme de ce dernier se rapproche de celle d'une « cloche ». En effet, le front d'ionisation est plus étendu radialement au niveau de sa base (à proximité de la cible diélectrique) qu'au niveau de son sommet.

- L'intensité qui est maximale au moment du contact du front d'ionisation avec la surface de la cible, chute brutalement dans les instants suivants ce contact¹³.

- La distance entre la sortie de la source plasma et la surface de la cible diélectrique conditionne la distance parcourue par le front d'ionisation au cours de sa propagation radiale (figure 3-12).

- Les émissions issues à la fois du canal faiblement ionisé et de la surface de la cible restent visibles des centaines de nanosecondes après le contact de l'onde d'ionisation avec la cible.

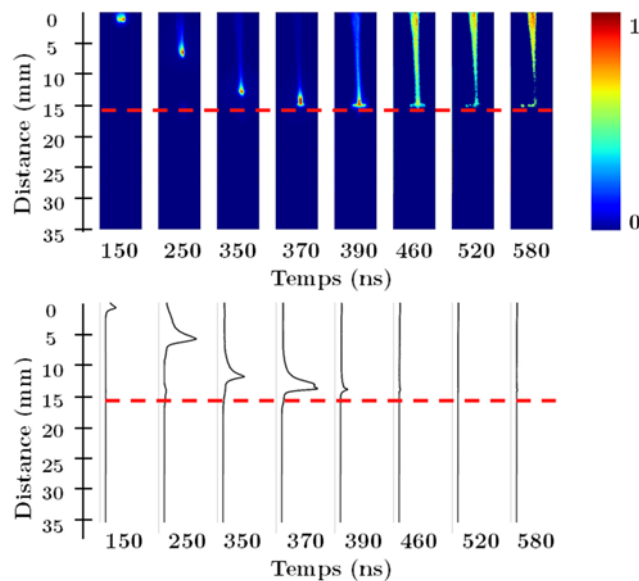


Figure 3-10. Images de la propagation du JPEP en présence de la cible diélectrique positionnée à 15 mm de la sortie de la source plasma (10^3 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La ligne en pointillée indique la position de la cible.

¹² T_C (x mm) correspond à la durée entre le début des acquisitions et l'instant de contact de l'onde d'ionisation, lorsque la cible est placée à « x » mm de la sortie de la source plasma.

¹³ Cette information est visible sur la série de profils d'intensité accompagnant chaque image.

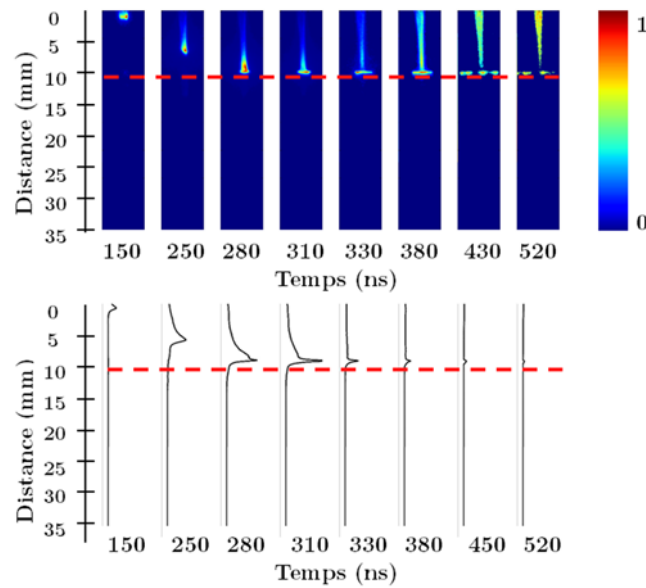


Figure 3-11. Images de la propagation du JPEP en présence de la cible diélectrique placée à 10 mm de la sortie de la source plasma (10^3 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La ligne en pointillée indique la position de la cible.

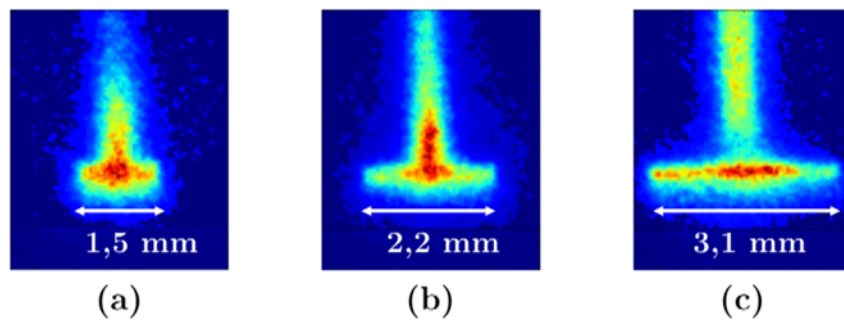


Figure 3-12. Propagation radiale de l'onde d'ionisation du JPEP sur la surface de la cible diélectrique : - (a) cible à 20 mm, - (b) cible à 15 mm, - (c) cible à 10 mm (10^3 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Le tableau 3-1 résume les résultats de l'interaction du JPEP avec la cible diélectrique.

Distances* (mm)	Diamètres** (mm)	Durées d'émission*** (ns)
10	3,1 / 6,8 ¹⁴	240
15	2,2	210
20	1,5	100

Tableau 3-1. Récapitulatif de l'interaction du jet plasma avec la cible diélectrique, (*) distance séparant la sortie de la source plasma de la cible en verre, (**) diamètre de la propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible, (***) durée entre l'impact de l'onde d'ionisation sur la surface de la cible et les dernières émissions lumineuses provenant de la surface de la cible et du canal faiblement ionisé.

¹⁴ La propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible est de 3,1 mm à 380 ns, et plus du double (6,8 mm) à 430 ns.

L'interaction entre un JPEP et une cible diélectrique peut être résumée en 3 étapes :

- Le front d'ionisation atteint la surface de la cible diélectrique.

Il s'agit d'une étape transitoire entre la fin de la propagation axiale et le début de la propagation radiale du front d'ionisation. A ce stade, le front d'ionisation prend une forme en « cloche » et voit son intensité augmenter.

Sur la figure 3-13, nous observons que la distance entre la source plasma et la cible diélectrique influence les dimensions du front d'ionisation à cet instant.

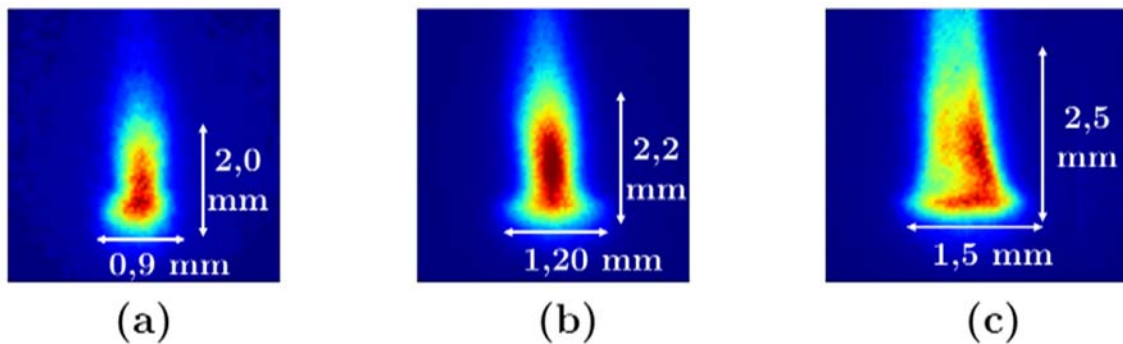


Figure 3-13. Contact entre l'onde d'ionisation du JPEP et la cible diélectrique : -(a) cible à 20 mm, -(b) cible à 15 mm, -(c) cible à 10 mm (10^3 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Dans leurs travaux expérimentaux, [Guaitella et Sobota, \(2015\)](#) identifient le front d'ionisation au moment du contact avec une cible diélectrique à une gaine plasma. En se basant sur les travaux de [Pechereau et al., \(2012\)](#), [Guaitella et Sobota, \(2015\)](#) suggèrent qu'à cet instant, les premières charges positives au niveau du front d'ionisation sont déposées sur la surface de la cible diélectrique. Ce phénomène aurait pour conséquence de renforcer le champ électrique quelques micromètres au-dessus de la cible diélectrique.

L'hypothèse de l'existence d'un champ électrique renforcé au-dessus de la surface d'une cible diélectrique est partagée par [Hasan et Bradley, \(2015\)](#). Ces derniers précisent cependant que ce phénomène se produit plutôt lorsque le front d'ionisation se rapproche de la surface de la cible et non à son contact comme le suggère [Guaitella et Sobota, \(2015\)](#).

- La propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible.

L'accumulation des premières charges positives sur la surface du diélectrique engendre la création d'un champ électrique induit qui affaiblit le champ électrique dans le gap entre la source plasma et la surface de la cible diélectrique. La propagation axiale du front d'ionisation se trouve alors ralentie et ce dernier se propage progressivement de manière radiale et symétrique en direction des zones où les charges positives déposées sont faibles (Hasan et Bradley, (2015), Yan et Economou, (2016), Wang et al., (2016a)).

En même temps, l'accumulation des charges positives sur la surface de la cible génère un champ électrique latéral qui entretient la propagation du front d'ionisation sur la surface de la cible, formant ainsi un front d'ionisation surfacique (Norberg et al., (2015)). Notons que le front d'ionisation se propage radialement sur la surface de la cible diélectrique jusqu'au moment où la fraction molaire de l'air dans le mélange hélium-air est suffisante pour neutraliser les électrons et prévenir d'avantage d'ionisation au niveau du front d'ionisation surfacique (Breden et Raja, (2014), Hasan et Bradley, (2015)).

- La présence de filaments de plasma sur la surface de la cible.

Les photographies présentées dans les travaux de Zheng et al., (2016) et de Liu et al., (2017) montrent la présence de filaments de plasma aux extrémités de la zone d'étalement du jet. Dans notre dispositif expérimental, ces filaments apparaissent lorsque la distance entre la source plasma et la cible est inférieure à 15 mm (figure 3-14), tandis que dans les travaux de Zheng et al., (2016) et de Liu et al., (2017), la présence de ces filaments dépend essentiellement de la nature de la cible et de la tension appliquée aux bornes de la source plasma.



Figure 3-14. Photographies du jet plasma en présence de la cible diélectrique à 5 mm de la sortie de la source plasma (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Comme évoqué à la section II.2.2 du chapitre 1, le front d'ionisation en jet libre lorsqu'il est observé avec une caméra ICCD placée en face du jet plasma se présente sous la forme

d'un anneau «donut shape » (Merica-Bourdet et al., (2009), Chauvet, (2016)). Dans leur travail expérimental, Liu et al., (2017) montrent qu'au cours de l'interaction d'un jet plasma avec une cible diélectrique, la forme annulaire du front d'ionisation évolue en une structure en double anneau.

Au fur et à mesure de la propagation radiale du front d'ionisation, l'anneau interne de cette nouvelle structure tend à se resserrer et à se déplacer vers l'intérieur du point d'impact. A l'opposé, l'anneau externe continue de croître vers l'extérieur et commence à se fracturer en de petits segments. La présence des filaments de plasma aux extrémités de la zone d'étalement est la conséquence de la propagation des segments de l'anneau externe.

Ces observations sont en accord avec les résultats des études numériques de Breden et Raja, (2014) et de Wang et al., (2016a). En effet, Breden et Raja, (2014) rapportent qu'après le contact entre le front d'ionisation et la surface de la cible diélectrique, le front d'ionisation initial se sépare en deux fronts d'ionisations surfaciques. Un de ces deux fronts résultants se propage vers l'intérieur en direction du point de contact du front d'ionisation primaire avec la cible, tandis que l'autre front d'ionisation se propage radialement vers l'extérieur.

Wang et al., (2016a) montrent plutôt que le champ électrique radial durant la propagation du front d'ionisation sur la surface du diélectrique est constitué de deux composantes. L'évolution temporelle de la distribution spatiale de ces deux champs montre qu'une composante évolue radialement vers l'intérieur du point d'impact, tandis que l'autre évolue vers l'extérieur.

Les profils de vitesses du front d'ionisation en jet libre et en présence de la cible diélectrique sont représentés sur la figure 3-15. Globalement, nous observons que la présence de la cible diélectrique à 15 et 20 mm de la sortie de la source plasma, influe faiblement sur la vitesse de propagation du front d'ionisation. La courbe du profil de vitesse du front d'ionisation en présence de la cible diélectrique à 10 mm augmente dans un premier temps, avant de diminuer au voisinage de la surface de la cible. Des profils similaires ont été observés dans les travaux expérimentaux de Yoon et al., (2017) portant sur l'interaction entre un jet plasma d'hélium et des solutions de différentes conductivités.

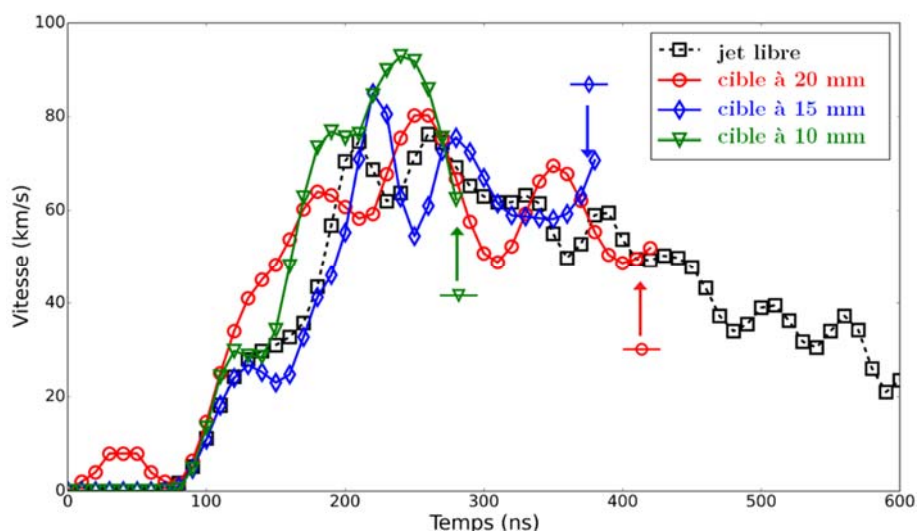


Figure 3-15. Evolutions temporelles des vitesses de propagation du front d'ionisation en jet libre et en présence de la cible diélectrique aux 3 distances (10, 15 et 20 mm). Les flèches indiquent pour chaque courbe, l'instant de contact du front d'ionisation avec la surface de la cible diélectrique (hélium à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Les profils d'intensités intégrées du front d'ionisation (figure 3-16) montrent une nette augmentation de l'intensité, les instants précédents le contact du front d'ionisation avec la cible diélectrique (lorsque la cible diélectrique se trouve à 10 et 15 mm de la sortie de la source plasma) et une chute de l'intensité juste après l'instant de contact. Ces observations sont cohérentes avec les hypothèses de [Guaitella et Sobota, \(2015\)](#), [Wang et al., \(2016a\)](#) et [Hasan et Bradley, \(2015\)](#), évoquant la présence d'un champ électrique renforcé lors du contact du front d'ionisation avec la cible, suivie de l'apparition d'un champ électrique induit affaiblissant le champ électrique principale.

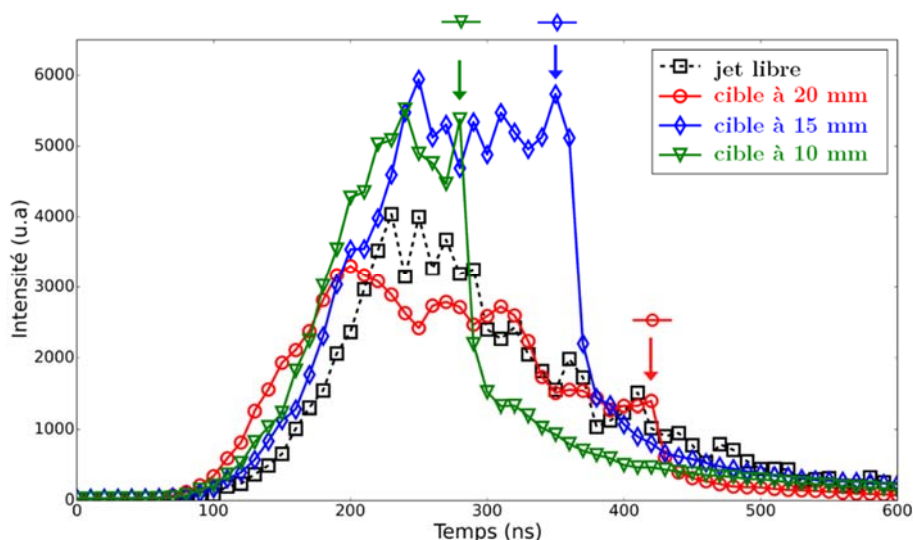


Figure 3-16. Evolutions temporelles de l'intensité intégrée du JPEP au cours de la propagation de l'onde d'ionisation en jet libre et en présence de la cible diélectrique aux 3 distances (10, 15 et 20 mm). Les flèches indiquent pour chaque courbe, l'instant de contact du front d'ionisation avec la cible diélectrique (hélium à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

2.2.1.2. Interaction JPEN – cible diélectrique

La dynamique du JPEN a été étudiée en présence d'une cible diélectrique à 10, 15 et 20 mm de la sortie de la source plasma. Comme indiqué dans la section I.2.1, l'onde d'ionisation pour le JPEN s'étend sur une longueur maximale de 13,5 mm. Ainsi, la présence de la cible diélectrique à 15 et 20 mm de la sortie de la source plasma a un impact insignifiant sur la propagation du jet plasma. En effet, pour ces distances, l'onde d'ionisation n'atteint pas la surface de la cible diélectrique.

La figure 3-17 montre la propagation du JPEN en présence d'une cible diélectrique positionnée à 10 mm de la sortie de la source plasma. Nous observons que tout au long de la propagation et de l'interaction de l'onde d'ionisation avec la cible diélectrique, le maximum d'intensité lumineuse reste localisé dans le canal d'ionisation. Cette particularité de l'onde d'ionisation pour le JPEN ne permet pas d'identifier l'instant de contact entre l'onde d'ionisation et la cible diélectrique.

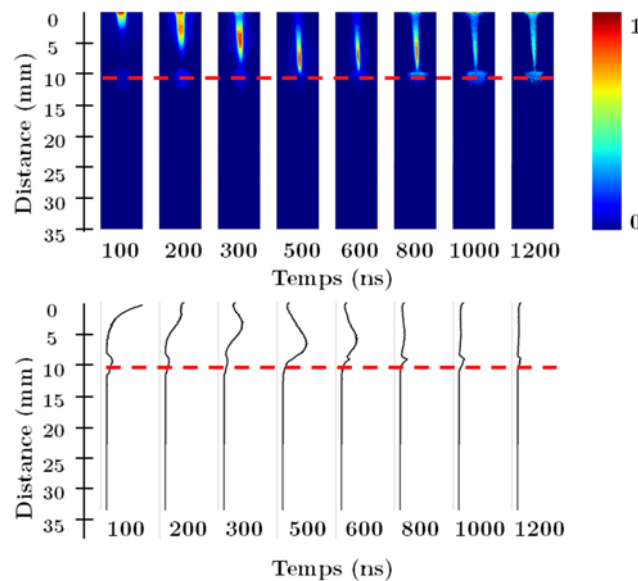


Figure 3-17. Images de la propagation du JPEN en présence de la cible diélectrique positionnée à 10 mm de la sortie de la source plasma (10^4 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La ligne en pointillée indique la position de la cible.

Cependant, la figure 3-18 montre qu'il se produit effectivement une propagation radiale de l'onde d'ionisation sur la surface de la cible diélectrique. Cette propagation se fait sur un diamètre maximal de 2,4 mm, environ 0,8 fois inférieur au diamètre de la propagation radiale pour le JPEP (3,10 mm) pour la même distance.

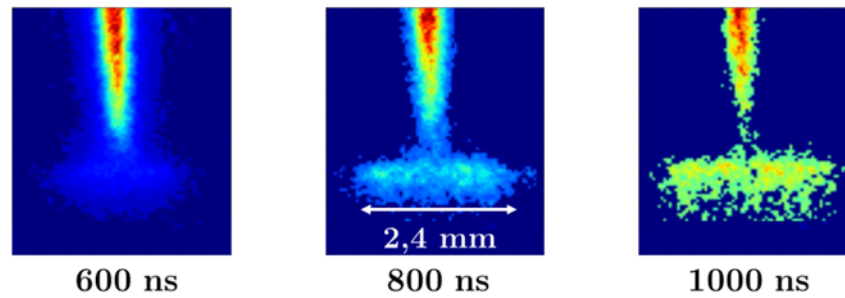


Figure 3-18. Vue élargie de la propagation du JPEN en présence de la cible diélectrique à 10 mm (10^4 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Lorsque l'onde d'ionisation d'un JPEP ou d'un JPEN rencontre une cible diélectrique, il se produit une propagation radiale de l'onde d'ionisation sur la surface de la cible. Les mécanismes à l'origine de propagation radiale¹⁵ restent les mêmes quel que soit la polarité du jet, cependant, les charges impliquées dans ces mécanismes seraient différents. Pour les JPEP, l'accumulation des charges sur la surface du diélectrique est essentiellement réalisée par les charges positives au niveau du front d'ionisation. En revanche, pour les JPEN, les charges positives, les charges négatives et les électrons pourraient être impliqués dans le processus d'accumulation des charges (Norberg et al., (2015)).

2.2.2. Cible conductrice

Dans cette section, nous présentons les résultats obtenus lorsque la cible conductrice interagit avec le jet plasma. Nous rappelons que la cible conductrice n'est pas reliée à la masse. Elle se trouve donc à un potentiel flottant.

2.2.2.1. Interaction JPEP – cible conductrice

La figure 3-19 montre l'interaction entre le JPEP et une cible conductrice placée à 20 mm de la sortie de la source plasma. Nous observons que la propagation axiale du front d'ionisation est arrêtée par la cible à 510 ns. Contrairement à l'interaction du JPEP avec la cible diélectrique, il ne se produit pas de propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible conductrice. En effet, le front lumineux reste localisé ponctuellement sur la surface de la cible.

¹⁵ Accumulations des charges sur la surface de la cible et création d'un champ latéral qui entretient la propagation du front d'ionisation sur la surface de la cible (section 2.2.11).

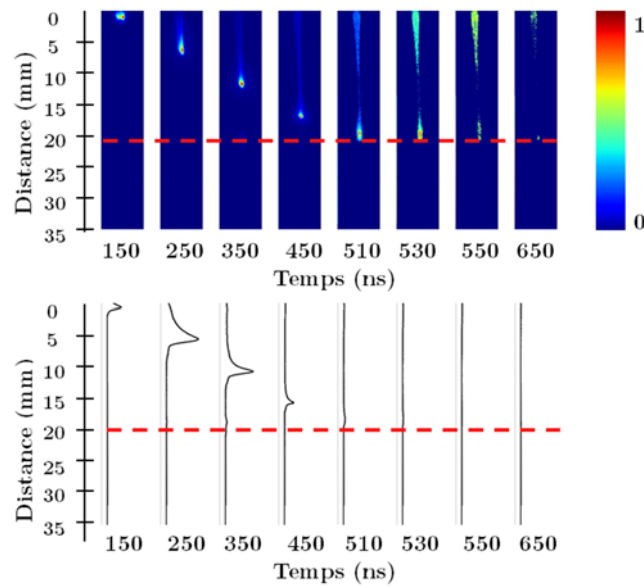


Figure 3-19. Images de la propagation du JPEP en présence de la cible conductrice positionnée à 20 mm de la sortie de la source plasma (10^3 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La ligne en pointillée indique la position de la cible.

Pour une distance entre la source plasma et la surface de la cible de 15 mm (figure 3-20), l'intensité lumineuse du front d'ionisation est maximale à l'instant de contact (350 ns). Tout comme à 20 mm, il ne se produit pas de propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible conductrice. Cependant, entre 390 ns et 450 ns, nous observons que la chute d'intensité du front d'ionisation coïncide avec une légère augmentation de l'intensité dans le canal d'ionisation. Précisons que durant cet intervalle de temps, le canal d'ionisation relie la surface de la cible à la sortie de la source plasma.

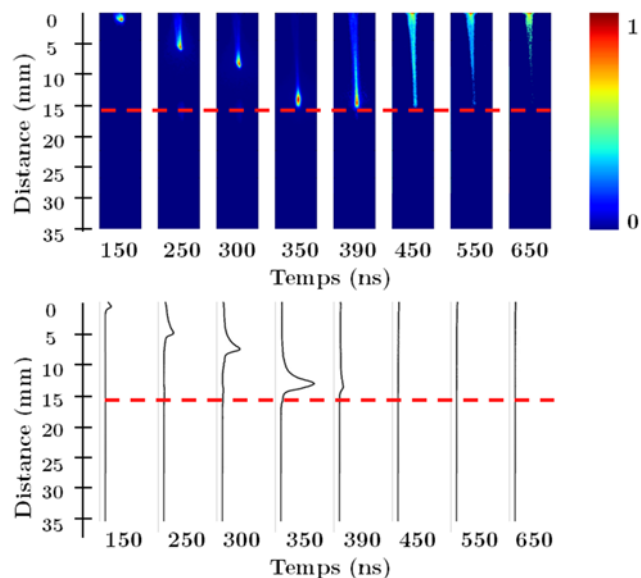


Figure 3-20. Images de la propagation du JPEP en présence de la cible conductrice positionnée à 15 mm de la sortie de la source plasma (10^3 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La ligne en pointillée indique la position de la cible.

Pour la troisième distance évaluée (10 mm), les résultats sont similaires au cas à 15 mm. Néanmoins, nous observons que la propagation du front d'ionisation débute 50 ns plutôt (figure 3-21). Par ailleurs, les profils d'intensités montrent que lorsque le front d'ionisation atteint la cible conductrice, le maximum d'intensité de ce dernier reste localisé quelques millimètres au-dessus de la surface de la cible. Entre 270 et 300 ns, l'intensité du front d'ionisation va progressivement diminuer, cependant le maximum d'intensité reste localisé au-dessus de la surface de la cible conductrice.

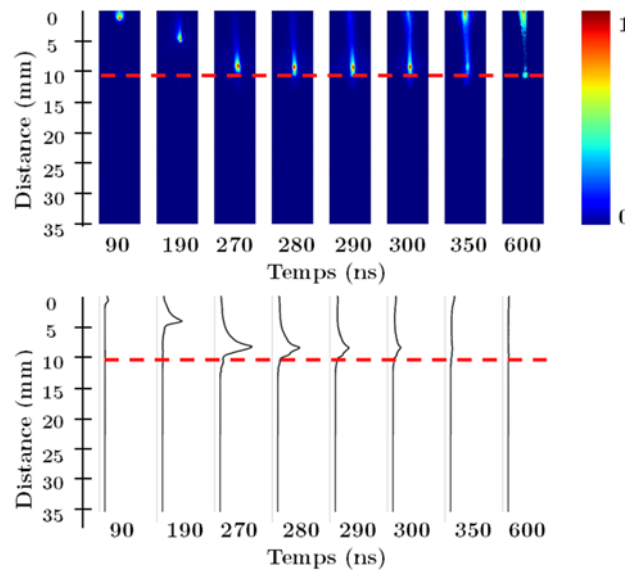


Figure 3-21. Images de la propagation du JPEP en présence de la cible conductrice positionnée à 10 mm de la sortie de la source plasma (10^3 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La ligne en pointillée indique la position de la cible.

Dans leur étude numérique sur l'interaction entre un jet plasma et des matériaux de différentes permittivités¹⁶, Norberg et al., (2015) identifient trois types de développement du front d'ionisation après le contact avec la cible :

- La propagation radiale du front d'ionisation sur la surface des matériaux de faibles permittivités.
- Une contre-propagation axiale du front d'ionisation de la surface cible en direction de l'électrode de tension.
- L'établissement d'un canal conducteur entre la surface de la cible et l'électrode de tension pour $\epsilon_r = 80$ et les métaux.

¹⁶ Dans cette étude, Norberg et al., (2015) attribue une faible valeur de permittivité ($\epsilon_r = 2,5$) aux matériaux organiques, une valeur intermédiaire aux matériaux diélectriques ($\epsilon_r = 10$). Pour les surfaces liquides, $\epsilon_r = 80$ et ϵ_r a une valeur infinie pour les métaux.

Les résultats de notre étude sur l'interaction d'un JPEP et une cible conductrice confirme l'absence de propagation radiale du front d'ionisation et l'établissement d'un canal entre la sortie de la source plasma et la surface de la cible.

Pour [Norberg et al., \(2015\)](#), la propagation radiale du front d'ionisation sur la surface d'une cible (principalement diélectrique, $\epsilon_r = 10$) est due à l'accumulation des charges sur la surface de la cible. Ce phénomène génère un champ électrique latéral qui entretient la propagation du front d'ionisation sur la surface de la cible. Contrairement aux diélectriques, il ne se produit pas d'accumulation de charges sur les surfaces des métaux. Ainsi, le champ électrique latéral nécessaire à la propagation radiale du front d'ionisation ne peut être généré, d'où l'absence d'étalement du jet plasma sur la surface de la cible conductrice.

Sur la figure 3-22, nous traçons les profils des vitesses du front d'ionisation en jet libre et en présence de la cible conductrice pour les différentes distances évaluées. L'influence de la cible conductrice sur la vitesse du front d'ionisation se traduit soit :

- Par une augmentation nette de la vitesse dans un premier temps avant que celle-ci chute au voisinage de la cible conductrice. C'est notamment le cas lorsque la cible conductrice est placée à 15 mm. Cette caractéristique a déjà été observée lors de l'interaction du jet plasma avec la cible diélectrique, mais aussi à la surface de cibles liquides ([Yoon et al., \(2017\)](#)).

- Par un amorçage de la décharge et une propagation du front d'ionisation 50 ns en avance comparé au cas du jet libre. Ce phénomène est observé uniquement lorsque la cible conductrice est à 10 mm de la source plasma.

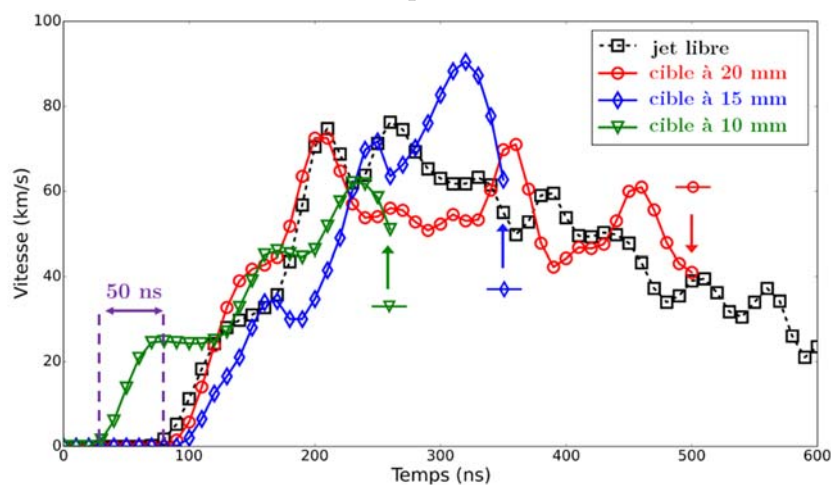


Figure 3-22. Evolutions temporelles des vitesses de propagation de l'onde d'ionisation en jet libre et en présence de la cible conductrice aux 3 distances (10, 15 et 20 mm). Les flèches indiquent pour chaque distance, le moment de contact de l'onde d'ionisation avec la cible (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Une explication à cette dernière observation pourrait se trouver dans l'étude de [Zaplotnik et al., \(2016\)](#) concernant l'interaction entre un jet plasma et différentes cibles¹⁷. Ces derniers observent d'une part, une nette augmentation de la densité des métastables d'hélium au voisinage des cibles conductrices. D'autre part, ils notent un changement au niveau de la distribution spatiale des métastables d'hélium lorsque la distance entre la sortie de la source plasma et la surface d'une cible conductrice diminue.

[Zaplotnik et al., \(2016\)](#) émettent l'hypothèse que les cibles conductrices agiraient au niveau du jet plasma comme une électrode secondaire. Ce phénomène entraînerait une augmentation de l'intensité du champ électrique entre l'électrode de haute-tension et la surface de la cible conductrice, lorsque cette dernière est rapprochée de la sortie de la source plasma.

En faisant l'analogie avec notre dispositif, nous pouvons supposer que la cible conductrice agirait comme une troisième électrode et qu'il existerait une distance critique en dessous de laquelle, la présence de la cible conductrice amorcerait la décharge et la propagation du front d'ionisation plutôt qu'en l'absence de cible. En somme, la présence de la cible conductrice ne modifierait pas uniquement les propriétés du jet plasma, mais elle affecterait aussi les propriétés de la décharge au niveau de la source plasma.

Les profils de l'intensité intégrée du JPEP sont présentés en jet libre et en présence de la cible en conductrice pour les différentes distances sur la figure 3-23. La présence de la cible conductrice à 10 et 15 mm de la sortie de la source plasma entraîne une nette augmentation de l'intensité du front d'ionisation au moment du contact avec la cible, suivie d'une chute de l'intensité intégrée dans les instants qui suivent le contact.

¹⁷ Dans leur étude expérimentale, [Zaplotnik et al., \(2016\)](#) font interagir un jet plasma unipolaire avec huit cibles différentes (polytétrafluoroéthylène, quartz, graphite, aluminium, fer, titane, nickel, cuivre). Tout comme pour notre étude, les cibles ne sont pas reliées à la masse.

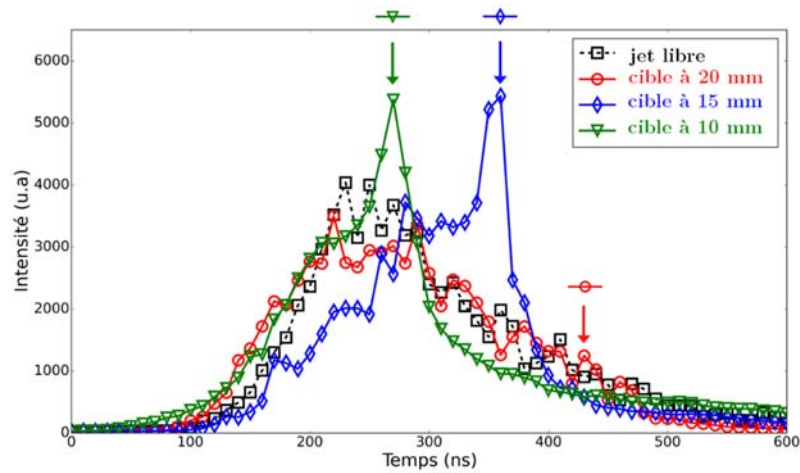


Figure 3-23. Evolutions temporelles des intensités du JPEP au cours de la propagation de l'onde d'ionisation en jet libre et en présence de la cible conductrice aux 3 distances (10, 15 et 20 mm). Les flèches indiquent pour chaque distance, le moment de contact de l'onde d'ionisation avec la cible (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

L'étude de Yan et Economou, (2016) présente des résultats analogues à cette observation. En effet, ces derniers constatent une augmentation de la température électronique et du champ électrique lorsque le front d'ionisation approche une cible conductrice, puis une fois que le front d'ionisation atteint la cible, ces deux grandeurs chutent brutalement.

Il est intéressant de noter que Yan et Economou, (2016) obtiennent une tendance similaire de l'évolution la température électronique et du champ électrique tout au long de la propagation axiale du front d'ionisation, excepté au voisinage de la surface de la cible conductrice. Leurs résultats montrent que le champ électrique est maximal sur la surface de la cible conductrice, tandis que la température électronique est maximale quelques millimètres au-dessus de la surface. Ce résultat peut être mis en parallèle avec la localisation du maximum d'intensité du front d'ionisation continuellement au-dessus de la surface conductrice après l'instant de contact (figure 3-24).

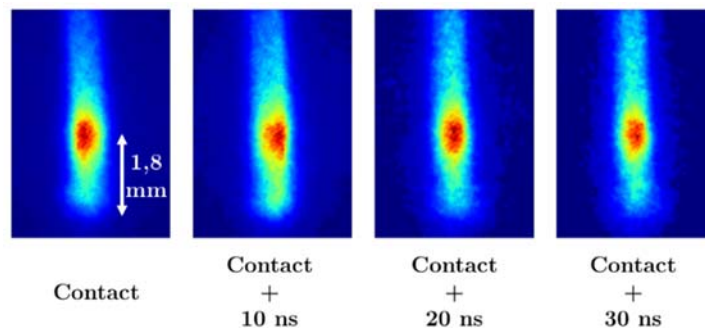


Figure 3-24. Vue élargie du contact entre le front d'ionisation et la cible conductrice placée à 10 mm de la sortie de la source plasma. Le maximum d'intensité du front d'ionisation reste localisé à 1,8 mm au-dessus de la surface de la cible (10³ accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

2.2.2.2. Interaction du JPEN – cible conductrice

Dans cette section, nous nous intéressons à l'influence de la cible conductrice sur le JPEN. La présence de la cible conductrice à 20 mm de la sortie de la source augmente à la fois la durée et la longueur de propagation de l'onde d'ionisation. Cependant, l'onde d'ionisation n'atteint pas la surface de la cible. La figure 3-25 montre l'interaction entre le JPEN et une cible conductrice placée à 15 mm de la sortie de la source plasma. Le contact entre l'onde d'ionisation et la cible conductrice intervient à 700 ns. Nous observons sur les profils d'intensités, qu'entre 750 et 950 ns, l'intensité dans le canal d'ionisation augmente de la surface de la cible conductrice en direction de la sortie de la source plasma.

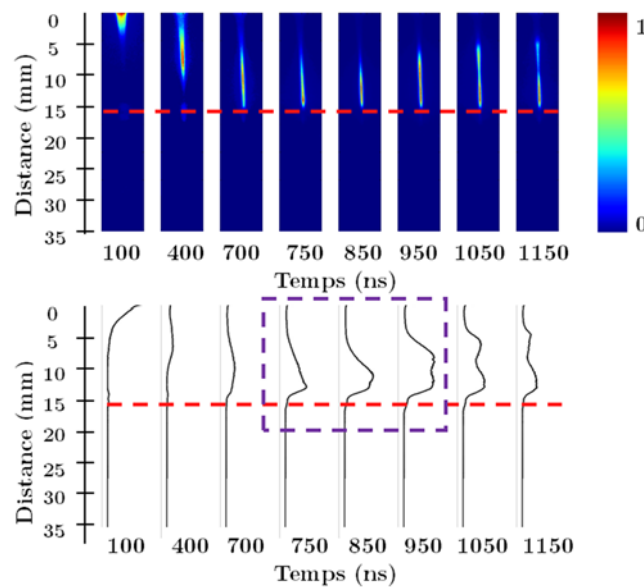


Figure 3-25. Images de la propagation du JPEN en présence de la cible conductrice positionnée à 15 mm de la sortie de la source plasma (10^4 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La ligne en pointillée indique la position de la cible. Entre 750 et 950 ns, l'intensité dans le canal d'ionisation augmente de la surface de la cible conductrice en direction de la sortie de la source plasma.

Dans le dernier cas, la cible est positionnée à 10 mm de la sortie de la source. La dynamique du JPEN est représentée sur la figure 3-26. Comme pour la précédente distance (15 mm), après le contact de l'onde d'ionisation avec la cible (350 ns), le maximum d'intensité de l'onde d'ionisation qui au départ est localisé au voisinage de la surface de la cible, se déplace progressivement en direction de la sortie de la source plasma. Ce phénomène se déroule de 350 à 450 ns. Puis, l'intensité du canal d'ionisation va progressivement diminuer jusqu'à l'extinction de l'onde d'ionisation.

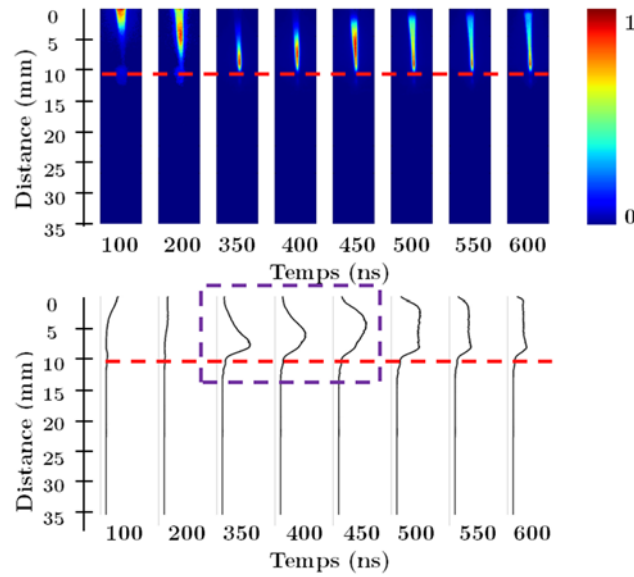


Figure 3-26. Images de la propagation du JPEN en présence de la cible conductrice placée à 10 mm de la sortie de la source plasma (10^4 accumulations, hélium à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La ligne en pointillée indique la position de la cible. Entre 350 et 450 ns, l'intensité dans le canal d'ionisation va augmenter de la surface de la cible conductrice en direction de la sortie de la source plasma.

Au cours de l'interaction d'un JPEN et d'une cible conductrice, après le contact de l'onde d'ionisation avec la cible, il se produit une contre-propagation d'une onde d'ionisation secondaire de la surface de la cible conductrice en direction de la source plasma. Ce résultat est en accord avec l'étude expérimentale de [Darny et al., \(2017\)](#) et les études numériques de [Norberg et al., \(2015\)](#) et de [Yan et Economou, \(2016\)](#).

Les profils de l'intensité intégrée du JPEN sont présentés en jet libre et en présence de la cible conductrice sur la figure 3-27. Ces profils montrent une augmentation significative de l'intensité de l'onde d'ionisation après le contact avec la cible conductrice lorsque celle-ci est positionnée à 10 et 15 mm de la sortie de la source.

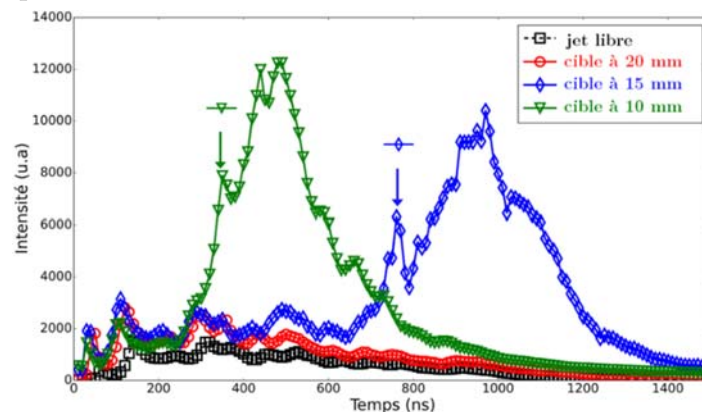


Figure 3-27. Evolutions temporelles des intensités du JPEN au cours de la propagation de l'onde d'ionisation en jet libre et en présence de la cible conductrice aux 3 distances (10, 15 et 20 mm). Les flèches indiquent pour chaque distance le moment de contact de l'onde d'ionisation avec la cible (hélium à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Lorsque l'onde d'ionisation d'un JPEP ou d'un JPEN atteint la surface d'une cible conductrice, il ne se produit pas de propagation radiale de l'onde d'ionisation sur la surface de la cible. L'analyse de l'interaction JPEN – cible conductrice a montré la contre-propagation d'une onde d'ionisation secondaire, tandis que ce phénomène n'a pas été observé durant l'interaction JPEP – cible conductrice.

Pour [Yan et Economou, \(2016\)](#), le contact entre l'onde d'ionisation d'un JPEP et une cible conductrice est suivi d'un changement de signe du positif au négatif du champ électrique¹⁸. Ces derniers attribuent le changement de signe du champ électrique à la présence de charges résiduelles sur la surface interne du tube diélectrique, qui maintenant joue le rôle de cathode, tandis que la cible joue le rôle de l'anode. Ce renversement du champ électrique accélère les électrons du tube diélectrique en direction la cible, déclenchant une rétro-décharge.

Un raisonnement analogue appliqué à l'interaction JPEN – cible conductrice pourrait expliquer la contre-propagation de l'onde d'ionisation secondaire observée. Cependant, dans ce cas, les phénomènes seraient inverses. Le contact de l'onde d'ionisation du JPEN avec la cible conductrice serait suivi d'un renversement du champ électrique qui accélérerait les électrons, cette fois de la surface de la cible conductrice en direction de la source plasma, provoquant ainsi une contre-propagation d'une onde d'ionisation secondaire.

3. Etude des espèces réactives du jet plasma

Cette section est consacrée à l'étude des espèces réactives générées par le jet plasma. Les émissions optiques du jet ont été analysées d'une part à l'aide d'un spectromètre optique couplé à une fibre optique et d'autre part via une camera ICCD couplée avec des filtres interférentiels. Dans la suite de ce chapitre, nous présentons les résultats relatifs aux spectres optiques, puis ceux obtenus avec la camera ICCD.

¹⁸ Dans le travail de [Yan et Economou, \(2016\)](#), le changement de signe du champ électrique ne produit pas immédiatement après le contact de l'onde d'ionisation avec la cible conductrice. En effet, celui-ci intervient 100 ns après le contact de l'onde d'ionisation avec la surface de la cible.

3.1. Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles

Dans un premier temps, notre étude concerne les espèces réactives générées par le jet plasma en l'absence de cible. Comme le montre la figure 3-28(a), une tranche du jet est analysée en positionnant la fibre optique horizontalement à 14 mm de la sortie de la source de décharge. Pour rappel, le jet plasma s'étend sur une longueur d'environ 36 mm. L'enregistrement du spectre optique est réalisé pour un temps d'intégration de 2 s et moyenné sur 3 acquisitions¹⁹.

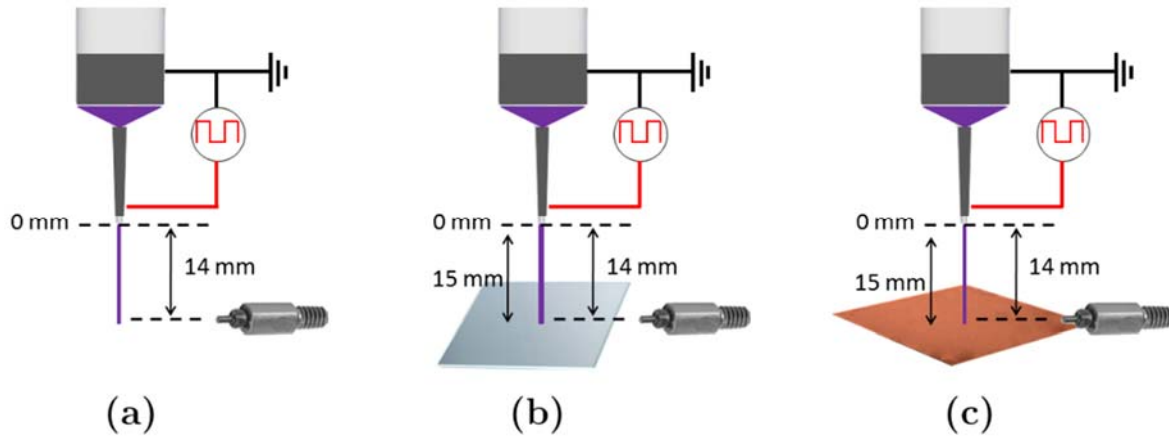


Figure 3-28. Schéma du dispositif expérimental de mesure spectroscopique : -(a) en jet libre, -(b) en présence de la cible diélectrique, -(c) en présence de la cible conductrice.

Le spectre optique du jet plasma en jet libre (figure 3-29) est similaire aux spectres présents dans la littérature pour des jets d'hélium à pression atmosphérique (Walsh et Kong, (2008), Xiong et al., (2013), Jōgi et al., (2014)).

Les émissions optiques les plus intenses du jet plasma sont localisées dans la région du spectre allant de 300 à 500 nm. Ces émissions ont été identifiées comme provenant des transitions du second système positif (N_2^* (C-B)) et du premier système négatif (N_2^+ (B-X)) de la molécule d'azote.

¹⁹ Ces paramètres (temps d'intégration et nombre d'acquisitions) sont gardés constants durant toute l'étude spectroscopique.

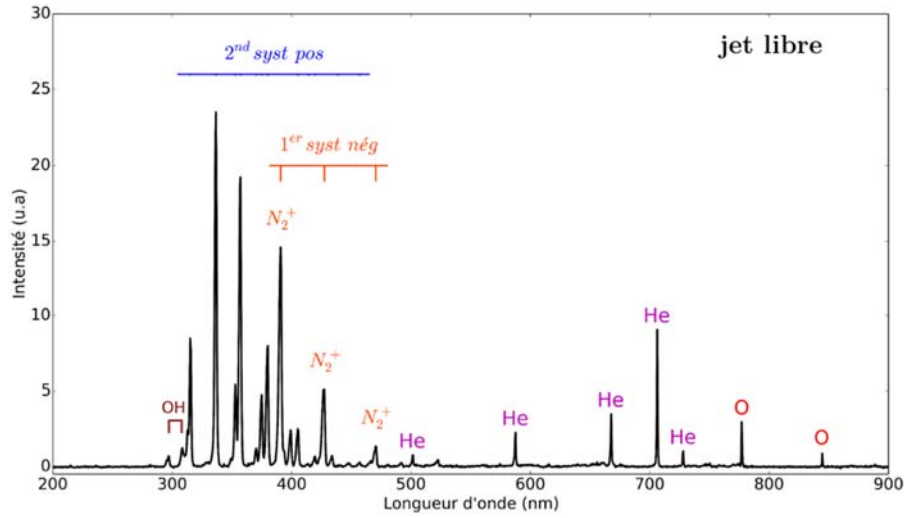
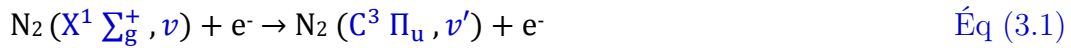


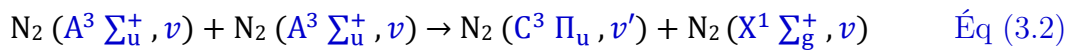
Figure 3-29. Spectre d'émission du jet plasma en jet libre (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Les molécules de N₂^{*} (C) résultent des processus suivant (Cicala et al., (2009)) :

- Excitation par impact électronique de l'état fondamental (X¹ Σ_g⁺) vers l'état (C³ Π_u) avec un minimum d'énergie de 11,1 eV :



- Collision mutuelle des métastables des états (A³ Σ_u⁺) :



Les émissions radiatives de N₂^{*}(C–B) se font suivant le processus :



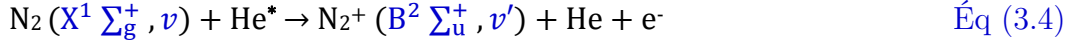
L'identification des émissions de N₂^{*} (C–B) est résumée sur le tableau 3-2.

λ (nm)	v' – v''	Niveaux énergétiques (eV)	λ (nm)	v' – v''	Niveaux énergétiques (eV)
313	2 – 1	11,52 – 7,56	399	1 – 4	11,27 – 8,17
315	1 – 0	11,27 – 7,35	405	0 – 3	11,03 – 7,97
337	0 – 0	11,03 – 7,35	414	3 – 7	11,75 – 8,75
353	1 – 2	11,27 – 7,77	420	2 – 6	11,52 – 8,56
357	0 – 1	11,03 – 7,56	434	0 – 4	11,03 – 8,17
371	2 – 4	11,52 – 8,17	449	2 – 7	11,52 – 8,75
375	1 – 3	11,27 – 7,97	457	1 – 6	11,27 – 8,56
380	0 – 2	11,03 – 7,77	491	4 – 11	11,97 – 9,46

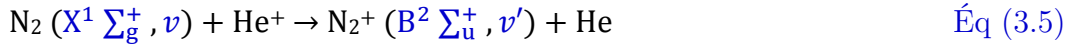
Tableau 3-2. Identification des émissions de N₂^{*} (C–B) (Dieke et Heath, (1959), Pearse et Gaydon, (1963), Lofthus et Krupenie, (1977)).

Les molécules de N_2^+ (B) sont issues des processus suivant (Schmeltekopf et al., (1968), Heimerl et al., (1969)) :

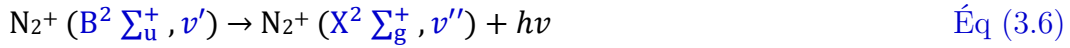
- Ionisation Penning de l'état fondamental ($X^1 \Sigma_g^+$) par des métastables d'hélium avec un minimum d'énergie de 18,7 eV :



- Transfert de charge :



Les émissions radiatives de N_2^+ (B–X) se font suivant l'équation :



L'identification des émissions de N_2^+ (B–X) est résumée sur le tableau 3-3.

λ (nm)	$v' - v''$	Niveaux énergétiques (eV)
391	0 – 0	18,70 – 15,60
427	0 – 1	18,70 – 15,85
470	0 – 2	18,70 – 16,10

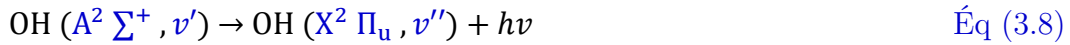
Tableau 3-3. Identification des émissions de N_2^+ (B–X) (Diekeet Heath, (1959), Pearse et Gaydon, (1963), Lofthus et Krupenie, (1977)).

Outre les émissions de N_2^* (C–B) et N_2^+ (B–X), le spectre du jet plasma en jet libre présente des émissions identifiées comme provenant de la molécule hydroxyde (OH), des atomes d'hélium (He) et d'oxygène (O).

La molécule de OH est issue de la dissociation par impact électronique de la vapeur d'eau présente dans l'air ambiant avec un minimum d'énergie de 10 eV (Li et al., (2012)).



Les émissions de OH (A–X) observées se font suivant l'équation :



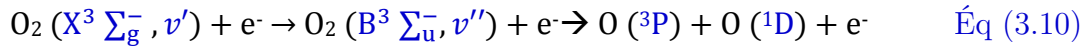
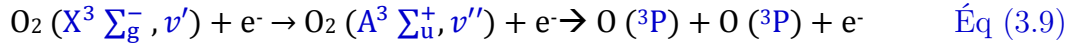
L'identification des émissions de OH (A–X) est résumée sur le tableau 3-4.

λ (nm)	$v' - v''$	Niveaux énergétiques (eV)
295	3 – 2	5,50 – 1,36
308	0 – 0	4,47 – 0,46

Tableau 3-4. Identification des émissions de OH (A–X) (Pearse et Gaydon, (1963), Luque et Crosley, (1998)).

Les atomes de O sont issus de la dissociation de la molécule de dioxygène présente dans l'air ambiant suivant les processus (Eliasson et Kogelschatz, (1986), Cosby, (1993), Popov, (2011)) :

- Impact électronique de l'état fondamental ($X^1 \Sigma_g^-$) avec un minimum d'énergie de 5,1 eV et 7,1 eV respectivement pour les équations $\acute{E}q$ (3.9) et $\acute{E}q$ (3.10) :



- Dissociation Penning :



L'identification des émissions des atomes de O est résumée sur le tableau 3-5.

λ (nm)	Transitions	Niveaux énergétiques (eV)
777	3p $^5P_{1,2,3}$ - 3s 5S_2	10,74 - 9,15
844	3p $^3P_{0,1,2}$ - 3s 5S_1	10,99 - 9,52

Tableau 3-5. Identification des émissions de O (Kramida et al., (2015)).

Les émissions de He résultent de l'excitation par impact électronique des atomes de He avec un minimum d'énergie de 19,8 eV. L'identification des émissions des atomes de He est résumée sur le tableau 3-6.

λ (nm)	Transitions	Niveaux énergétiques (eV)
501	3p $^1P^o_1$ - 2s 1S_0	23,09 - 20,62
587	3d $^3S_{1,2,3}$ - 2p $^3P^o_{1,2}$	23,07 - 20,96
667	3d 1D_2 - 2p $^1P^o_1$	23,07 - 21,22
706	3s 3S_1 - 2p $^3P^o_{0,1,2}$	22,72 - 20,96
728	3s 1S_0 - 2p $^1P^o_1$	22,92 - 21,22

Tableau 3-6. Identification des émissions de He (Kramida et al., (2015)).

Dans un second temps, le jet a été mis en contact avec les cibles. Ces dernières ont été positionnées à 15 mm de la sortie de la source plasma, tout en conservant la position de la fibre optique à 14 mm de la sortie de la source (figures 3-28(b) et 3-28(c)). Dans cette configuration, les spectres optiques enregistrés correspondent aux émissions du plasma à environ 1 mm de la surface de la cible. Le but de cette étude est d'évaluer l'influence des cibles sur les émissions optiques des espèces générées par le jet plasma, principalement dans la région voisine à la cible.

Le spectre optique résultant de l'interaction du jet avec la cible diélectrique est très similaire au spectre obtenu en jet libre (figure 3-30). En effet, les intensités des émissions sont sensiblement les mêmes et le spectre ne présente pas d'émissions supplémentaires dues à la présence de la cible.

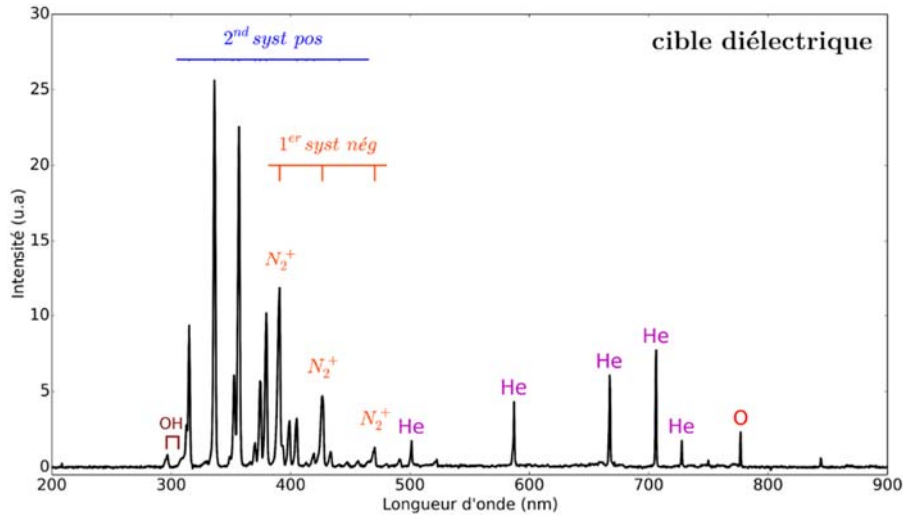


Figure 3-30. Spectre d'émission du jet plasma en présence d'une cible diélectrique à 15 mm (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Lorsque la cible diélectrique est remplacée par la cible conductrice, le spectre optique (figure 3-31) présente des changements significatifs comparé aux spectres précédents. Ces changements se traduisent d'une part, par une augmentation de l'intensité de l'ensemble du spectre et d'autre part, par l'émission d'espèces supplémentaires. Afin de souligner ces modifications, le tableau 3-7 présente les facteurs de multiplication des intensités de certaines émissions par rapport au jet libre.

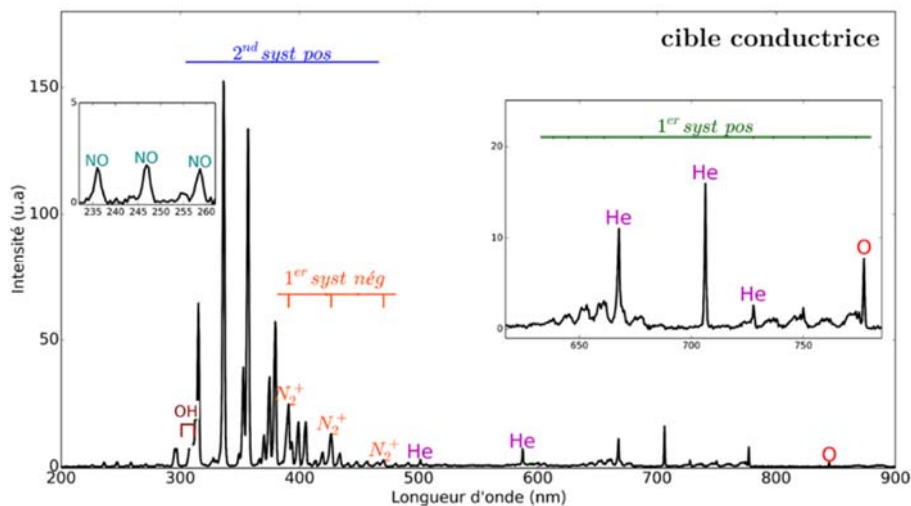


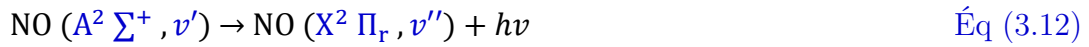
Figure 3-31. Spectre d'émission du jet plasma en présence d'une cible conductrice à 15 mm (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

λ (nm)	Transitions	Variations d'intensités	
		Diélectrique	Conducteur
308 (OH)	$A^2 \Sigma^+ - X^2 \Pi_u$ (0-0)	$\nearrow \times 1,5$	$\nearrow \times 27$
337 (N_2^*)	$C^3 \Pi_u - B^3 \Pi_g$ (0-0)	$\nearrow \times 1,1$	$\nearrow \times 6,5$
391 (N_2^+)	$B^2 \Sigma_u^+ - X^2 \Sigma_g^+$ (0-0)	$\searrow \times 0,83$	$\nearrow \times 1,7$
706 (He)	$3s \ ^3S_1 - 2p \ ^3P_{0,1,2}$	$\nearrow \times 1$	$\nearrow \times 1,7$
777 (O)	$3p \ ^5P_{1,2,3} - 3s \ ^5S_2$	$\nearrow \times 1,4$	$\nearrow \times 3,2$

Tableau 3-7. Variations d'intensités des émissions du spectre du jet plasma en présence des cibles.

Concernant les émissions optiques supplémentaires générées par la présence de la cible conductrice, nous observons dans la région du spectre allant de 230 à 280 nm, des émissions identifiées comme appartenant au système gamma de la molécule d'oxyde nitrique (NO (A-X)). La molécule de NO provient de la dissociation par impact électronique des molécules de N_2 et de O_2 , suivie de la recombinaison des atomes d'oxygène et d'azote.

Les émissions de NO (A-X) se font suivant l'équation :

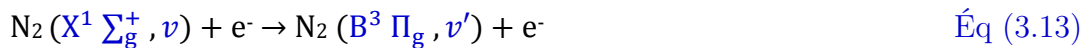


L'identification des émissions de NO (A-X) est résumée sur le tableau 3-8.

λ (nm)	$v' - v''$	Niveaux énergétiques (eV)
237	0 - 1	5,5 - 0,2
247	0 - 2	5,5 - 0,4
259	0 - 3	5,5 - 0,7

Tableau 3-8. Identification des émissions de NO (A-X) (Pearse et Gaydon, (1963), Gilmore, (1965)).

Dans la région du spectre allant de 600 à 800 nm, nous observons l'apparition d'émissions du premier système positif (N_2^* (B-A)) de la molécule d'azote. La molécule de N_2^* (B) est issue de l'excitation par impact électronique de l'état fondamental ($X^1 \Sigma_g^+$) vers l'état ($B^3 \Pi_g$) avec un minimum d'énergie de 7,4 eV (Cicala et al., (2009)) :



Les émissions de N_2^* (B-A) observées se font suivant la réaction :



L'identification des émissions de N_2^* (B-A) est résumée sur le tableau 3-9.

λ (nm)	$v' - v''$	Niveaux énergétiques (eV)	λ (nm)	$v' - v''$	Niveaux énergétiques (eV)
639	9 – 6	9,12 – 7,18	727	6 – 4	8,56 – 6,85
646	8 – 5	8,93 – 7,02	738	5 – 3	8,37 – 6,69
654	7 – 4	8,75 – 6,85	750	4 – 2	8,17 – 6,52
662	6 – 3	8,56 – 6,69	762	3 – 1	7,97 – 6,35
670	5 – 2	8,37 – 6,52	775	2 – 0	7,77 – 6,16
678	4 – 1	8,17 – 6,35			

Tableau 3-9. Identification des émissions de N_2^* (B–A) (Diekeet Heath, (1959), Pearse et Gaydon, (1963), Lofthus et Krupenie, (1977)).

L'interaction entre un jet plasma et une cible se traduit par une modification de la production des espèces à proximité de la surface de la cible. Le caractère conducteur ou diélectrique de la cible est un paramètre important de cette modification. Ainsi pour une cible diélectrique, les espèces générées par le jet plasma sont peu affectées par la présence de la cible. A l'opposé, pour une cible conductrice, il se produit une augmentation nette des émissions des espèces et l'apparition d'émissions optiques supplémentaires (NO (A–X) et N_2^* (B–A)).

Ces observations sont en accord avec les résultats des travaux expérimentaux de Vasile Nastuta et al., (2013) et de Liu et al., (2016). En effet, Vasile Nastuta et al., (2013) notent que l'interaction entre un jet plasma et des tissus vivants (doigt humain) engendre principalement une augmentation de l'intensité des émissions de l'ensemble du spectre du jet. Ainsi, les intensités de OH et N_2^* (C–B) sont multipliées respectivement par 20 et 16 au niveau de la surface des tissus vivants. De même que pour la cible conductrice, le contact entre le jet plasma et les tissus vivants provoque l'apparition d'émissions de NO (A–X).

Des résultats similaires ont été décrits dans les travaux de Liu et al., (2016) portant sur l'interaction entre jet plasma d'hélium et une cible d'agar (surface humide et conductrice). Cependant pour ces deux travaux il n'est pas fait état de production de N_2^* (B–A) au cours de l'interaction du jet plasma avec les cibles. Les différences entre les sources plasmas, les conditions expérimentales (flux de gaz, distances, tension) et les cibles utilisées pourraient expliquer cet écart entre les résultats.

3.2. Distributions spatiales des espèces générées par le jet

La distribution spatiale des émissions des espèces générées le long du jet plasma a été réalisée en l'absence de cible, puis les cibles (diélectrique et conductrice) ont été introduites dans le jet plasma aux 3 distances évaluées (10, 15 et 20 mm).

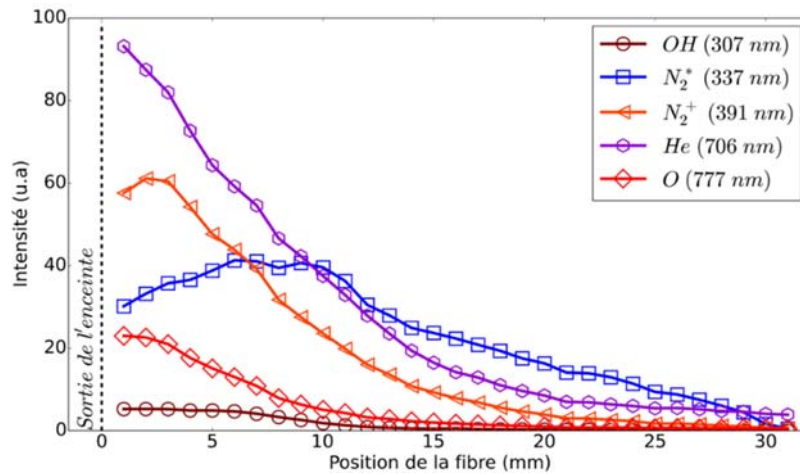


Figure 3-32. Distributions spatiales des émissions des espèces générées par le jet plasma en jet libre (Hélium à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Comme le montre la figure 3-32, la distribution spatiale des émissions des espèces n'est pas uniforme le long du jet plasma. Deux tendances principales se dégagent de ces courbes. La première concerne He (706 nm), O (777 nm) et OH (308 nm) dont les intensités des émissions sont maximales à la sortie de l'enceinte de décharge et diminuent progressivement le long du jet.

La seconde tendance est observée pour les profils de N_2^+ (391 nm) et de N_2^* (337 nm). Les intensités de N_2^+ (391 nm) et de N_2^* (337 nm) augmentent depuis la sortie de la source plasma et sont maximales respectivement à 3 et 10 mm de la sortie de l'enceinte. Puis ces émissions vont décroître progressivement. Ces résultats sont en accord avec ceux présents dans la littérature (Olenici-Craciunescu et al., (2011), Gazeli et al., (2013), Müller et al., (2013)).

Dans leur étude, Chan et al., (2011) montrent qu'en réalité la distribution des émissions de He (706 nm), O (777 nm) et OH (308 nm) est similaire à celle de N_2^+ (391 nm) et de N_2^* (337 nm). En effet, Chan et al., (2011) observent que les émissions de He (706 nm), O (777 nm) et OH (308 nm) présentent effectivement une phase au cours de laquelle les intensités des émissions de ces espèces augmentent, atteignent un maximum avant de décroître.

Cependant, contrairement aux émissions de N_2^+ (391 nm) et de N_2^* (337 nm), la phase d'augmentation des intensités se situe à l'intérieur de la source plasma.

La présence de la cible diélectrique à 10, 15 et 20 mm de la sortie de la source plasma influence faiblement la distribution spatiale des émissions des espèces (figure 3-33). Il se produit néanmoins une augmentation des émissions de O (777 nm) lorsque la cible se trouve à 10 mm.

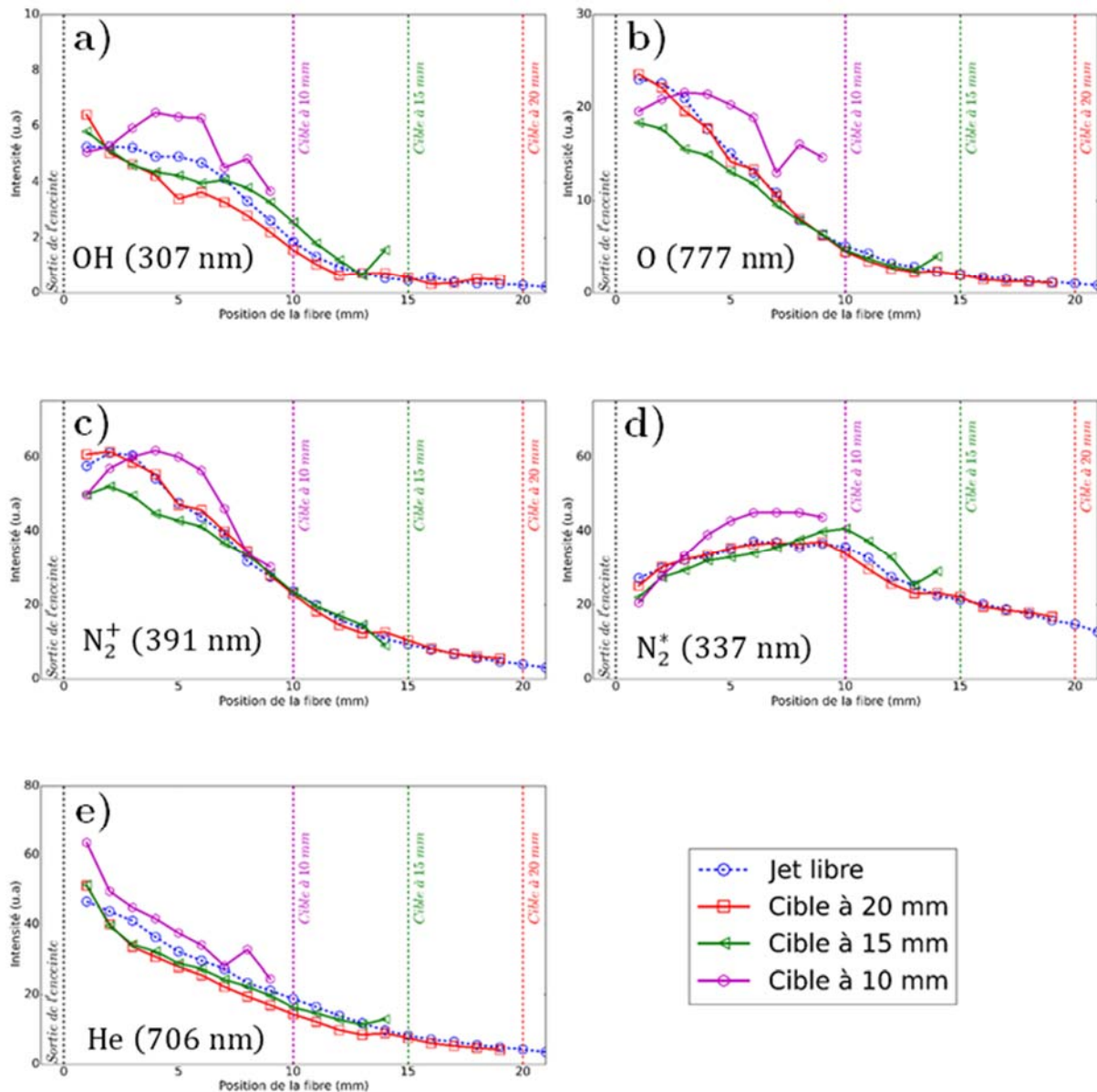


Figure 3-33. Distributions spatiales des émissions des espèces générées par le jet plasma, en jet libre, en présence de la cible diélectrique à 10, 15 et 20 mm (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

L'interaction entre le jet plasma et la cible conductrice induit des modifications beaucoup plus significatives sur la distribution spatiale des émissions des espèces (figure 3-34). Nous observons que :

- Les émissions de He (706 nm), O (777 nm) et OH (308 nm) présentent une nette augmentation de la distribution de leurs émissions. Celle-ci est beaucoup plus accentuée au niveau de la sortie de la source plasma qu'au voisinage de la cible. Pour ces espèces, réduire la distance entre la source plasma et la surface de la cible conduit à une augmentation de l'intensité des émissions à proximité de la source plasma.

- Les émissions de N_2^+ (391 nm) et de N_2^* (337 nm) présentent une tendance inverse. En effet, la présence de la cible conductrice augmente les émissions des espèces concernées essentiellement à proximité de la surface de la cible.

L'étude de Yamada et al., (2016) sur l'interaction entre un jet plasma et une cible conductrice (lame en cuivre) montre une augmentation de la distribution spatiale des intensités de l'ensemble des émissions (He (706 nm), O (777 nm), OH (308 nm), N_2^+ (391 nm) et de N_2^* (337 nm)) au voisinage de la cible conductrice. Ce qui contredit en partie nos résultats. Dans l'étude de Yamada et al., (2016), la cible en cuivre est reliée à la masse. Nous faisons l'hypothèse que l'écart entre nos résultats et ceux décrits par Yamada et al., (2016) viendrait du fait que la cible conductrice dans notre étude est au potentiel flottant.

Par ailleurs, notons que pour Yamada et al., (2016), l'augmentation des émissions des espèces générées par le jet plasma à proximité de la cible conductrice serait due à la présence d'un champ électrique local au voisinage de la cible. L'étude de Liu et al., (2016) montre que la distribution spatiale des émissions de N_2^* (337 nm) est celle qui est la plus modifiée par la présence de la cible (agar). Cependant, Liu et al., (2016) notent que les émissions de NO, OH et O sont augmentées au voisinage de la cible.

Ils attribuent ce phénomène plus à la nature humide de l'agar que son caractère conducteur.

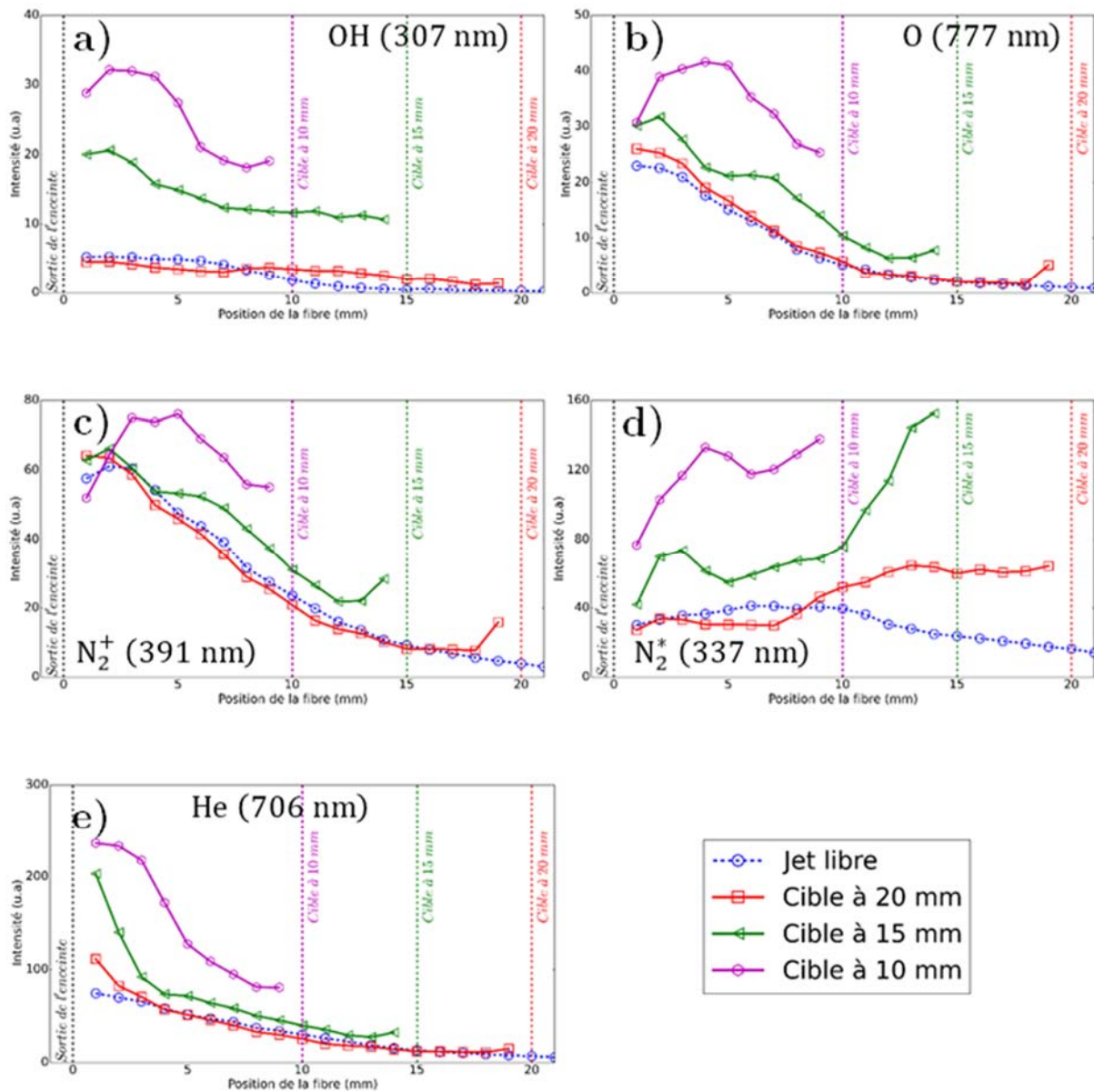


Figure 3-34. Distributions spatiales des émissions des espèces générées par le jet plasma en jet libre, en présence de la cible conductrice à 10, 15 et 20 mm (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Afin d'observer les contributions des alternances positive et négative du signal de tension sur la production des espèces réactives, la caméra ICCD a été couplée avec des filtres interférentiels. L'étude a été réalisée en présence des cibles conductrice et diélectrique placées à 15 mm de la sortie de l'enceinte plasma. Les résultats de cette étude sont présentés sur la figure 3-35 et résumés sur le tableau 3-10.

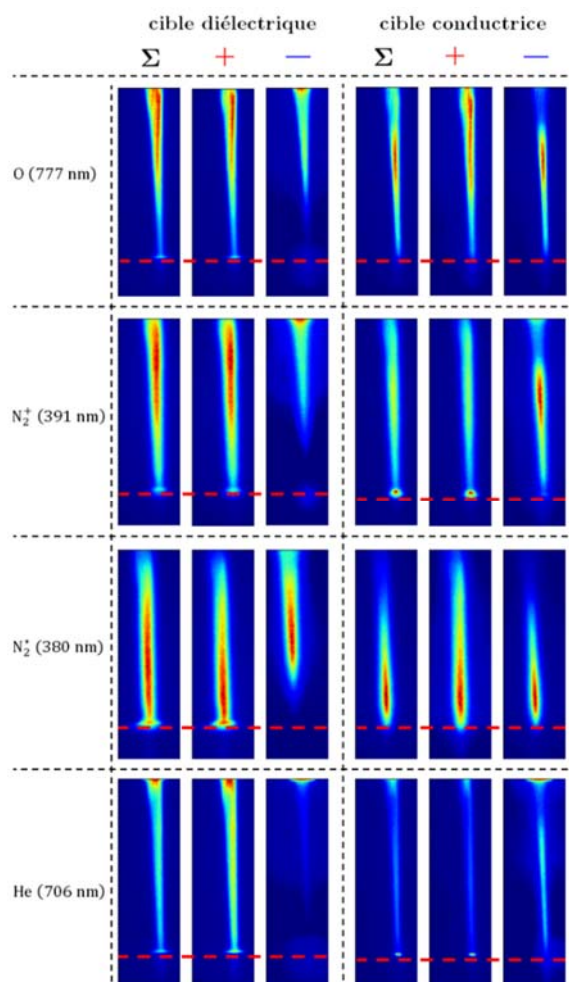


Figure 3-35. Contributions des alternances positive (+) et négative (−) par rapport à l’alternance totale (Σ) sur les émissions des espèces générées par le jet plasma en jet libre, en présence des cibles diélectrique et conductrice à 15 mm. La ligne en pointillée indique la position de la cible (hélium à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Longueur d’onde observée (nm)	Cible diélectrique		Cible conductrice	
	Ratio intensité émission (positive/totale)	Ratio intensité émission (négative/totale)	Ratio intensité émission (positive/totale)	Ratio intensité émission (négative/totale)
O (777 nm)	0,80	0,20	0,59	0,41

N_2^+ (391 nm)	0,93	0,07	0,78	0,22
N_2^* (380 nm)	0,84	0,16	0,40	0,60
He (706 nm)	0,88	0,12	0,77	0,23

Tableau 3-10. Contributions des alternances positive et négative du signal de tension sur les espèces générées par le jet plasma. Le ratio d'intensité est calculé à partir de l'intensité intégrée des images présentées.

Pour la cible diélectrique, l'essentiel des émissions des espèces générées par le jet plasma est observé durant l'alternance positive du signal de tension. En effet, pour les espèces étudiées (O (777 nm), N_2^+ (391 nm), N_2^* (380 nm), He (706 nm)), la contribution de l'alternance positive varie entre 80% et 93% de l'émission totale. Pour la cible conductrice, le résultat de l'étude est plus nuancé, pour N_2^+ (391 nm) et He (706 nm) la contribution positive est majoritaire et avoisine les 80%. Cette contribution baisse à 60% pour O (777 nm) et devient minoritaire (40%) pour N_2^* (380 nm).

II. Alimentation sinusoïdale

Dans cette partie, le jet plasma est généré en utilisant une tension sinusoïdale dont les caractéristiques sont voisines à celles du signal de tension impulsionnelle (tension efficace = 2 kV, fréquence = 20 kHz). Le but de cette étude est d'évaluer l'influence du profil de tension sur les propriétés du plasma. Une première indication de l'influence du signal de tension sur les propriétés du jet se traduit par la longueur de ce dernier. En effet, sur la figure 3-36, nous observons que le jet plasma en jet libre sous tension sinusoïdale s'étend sur une longueur de 18 mm contre 36 mm lorsque la tension est de type impulsionnel.

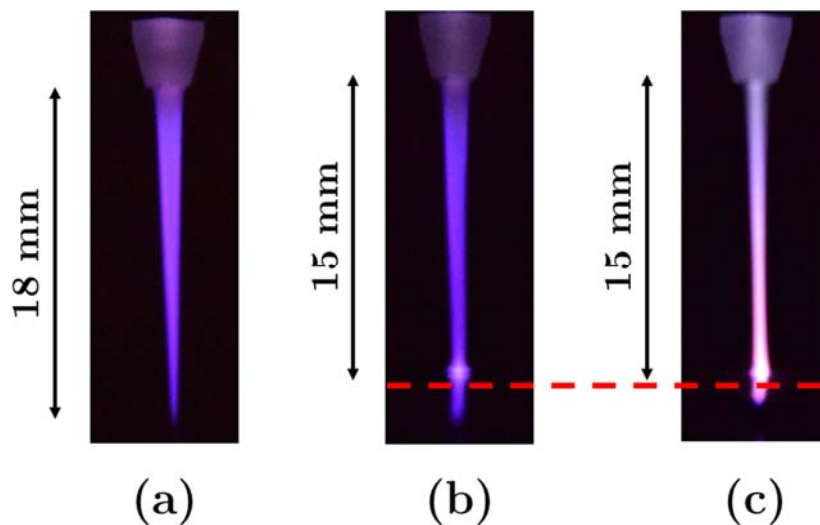


Figure 3-36. Photographies du jet plasma : -(a) sans cible, -(b) en présence d'une cible diélectrique, -(c) en présence d'une cible conductrice. La ligne en pointillée indique la position de la cible (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

L'influence des cibles sur les propriétés du jet plasma a été étudiée pour une distance entre la sortie de la source plasma et la surface de la cible fixée à 15 mm. Les photographies de l'interaction du jet plasma et les cibles montrent des faits similaires à ceux observés pour la tension impulsionnelle. En effet, le jet plasma en présence de la cible diélectrique va faiblement s'étaler au niveau de la surface de la cible diélectrique (figure 3-36(b)). A l'opposé, l'interaction entre le jet plasma et la cible conductrice (figure 3-36(c)) augmente l'intensité du plasma particulièrement au voisinage de la surface de cible conductrice.

1. Etude de la dynamique du jet plasma

Les expériences ont montrées la propagation de deux ondes d'ionisation. La première, intervient sur le front de montée de la demi-période positive du signal de tension, la seconde se produit sur le front de descente de la demi-période négative du signal de tension. Nous conservons la convention adoptée préalablement, en définissant l'onde d'ionisation observée durant la demi-période positive comme jet plasma excité positivement (JPEP) et celle sur la période négative comme jet plasma excité négativement (JPEN).

Les acquisitions (caméra) ont été synchronisées de sorte à commencer 2 μs avant le début de chaque décharge. Cette précaution va s'avérer utile lors de l'étude de l'interaction du jet plasma avec les cibles (diélectrique et conductrice). Le jet plasma a été observé avec une fenêtre d'acquisition de 50 ns et un pas d'incrémentations de 50 ns. Les figures 3-37(a) et 3-37(b) représentent la première porte des acquisitions de la caméra ICCD par rapport au signal de tension.

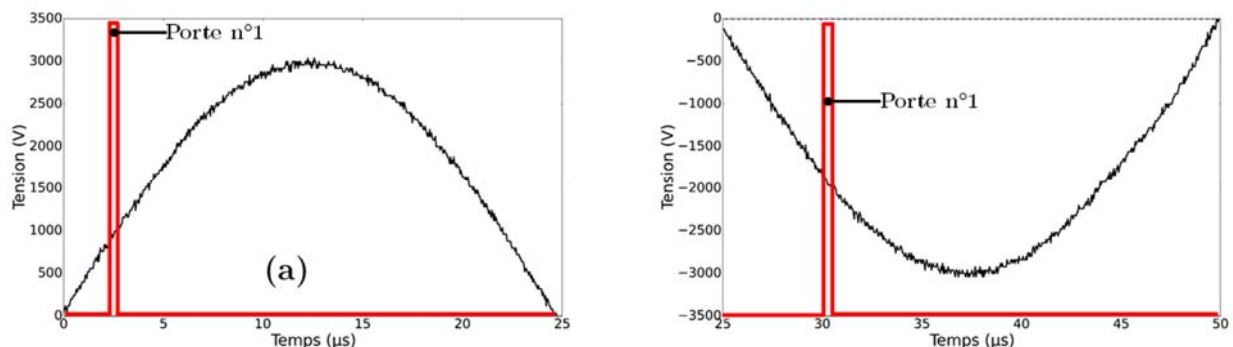


Figure 3-37. Début des acquisitions avec la caméra ICCD : –(a) au cours de l'alternance positive, –(b) au cours de l'alternance négative du signal de tension.

1.1. Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre)

La figure 3-38 montre l'évolution temporelle et spatiale du JPEP en jet libre. La propagation du front d'ionisation se fait sur 16 mm pour une durée de 2,5 μs , ce qui équivaut à une vitesse moyenne de 6,4 $\text{km}\cdot\text{s}^{-1}$. Nous retrouvons des caractéristiques communes à la propagation du JPEP sous l'alimentation impulsionnelle.

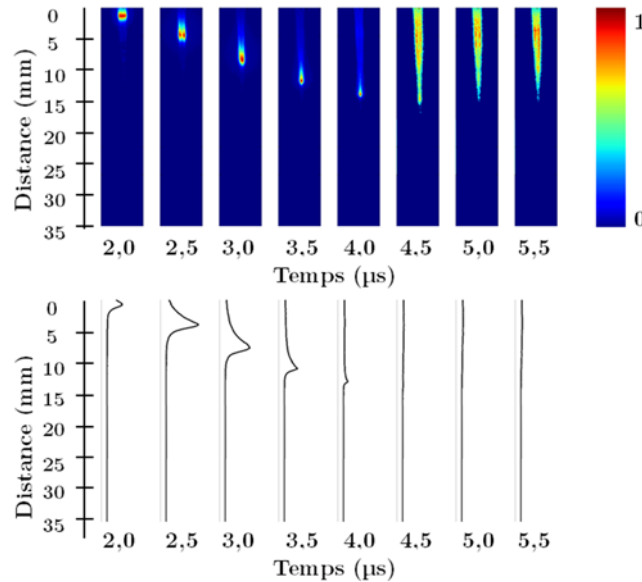


Figure 3-38. Images de la propagation du JPEP en jet libre (10^4 accumulations, hélium à 2 $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

Il est à noter que l'amorçage de la décharge est matérialisé sur les signaux électriques, par la présence d'un pic au niveau du signal de courant durant l'alternance positive du signal de tension (figure 3-39).

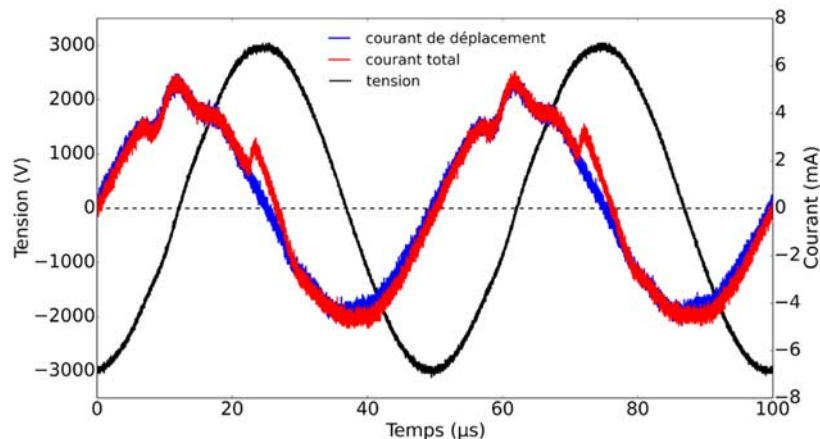


Figure 3-39. Profils du signal de tension (noir), du courant de déplacement (absence de plasma, bleu), et du courant total (jet libre, rouge) (hélium à 2 $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

Les profils de la vitesse et de l'intensité intégrée sont représentés sur la figure 3-40. De même que pour le JPEP généré par le signal impulsionnel, le profil de l'évolution de la vitesse présente deux phases :

- Une première phase (**phase I**) au cours de laquelle, la vitesse augmente et atteint une valeur maximale de 8,1 km.s⁻¹.
- Une seconde phase (**phase II**) caractérisée par la diminution progressive de la vitesse jusqu'à « l'extinction » de l'onde d'ionisation.

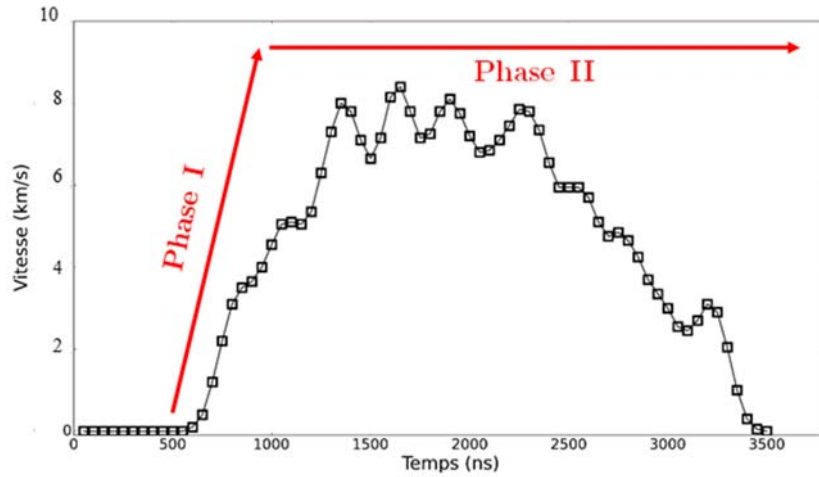


Figure 3-40. Evolution temporelle de la vitesse du JPEP en jet libre (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

Le tableau 11 résume les principales caractéristiques du jet plasma en jet libre pour les tensions sinusoïdale et impulsionnelle.

Paramètres	Sinusoïdale	Impulsionnelle
Distance de propagation (mm)	16	32
Durée de propagation (ns)	2500	800
Vitesse moyenne (km.s ⁻¹)	6,4	40
Vitesse maximale (km.s ⁻¹)	8,1	75

Tableau 3-11. Caractéristiques du JPEP en fonction du signal de tension.

Le JPEP sous tension impulsionnelle présente une vitesse moyenne environ 6 fois supérieure à celle du JPEP sous tension sinusoïdale. Ces observations sont cohérentes avec les travaux de Xiong et al., (2010). L'étude comparative menée par Xiong et al., (2010) concernant l'influence du profil du signal de tension sur les propriétés des jets plasma confirme que l'onde d'ionisation générée par un signal impulsionnel se propage plus rapidement et sur une plus grande distance comparée à une onde d'ionisation générée sous une alimentation sinusoïdale. Une explication sur l'influence du profil du signal de tension sur les caractéristiques des jets plasmas pourrait se trouver dans les travaux de Wu et al., (2013) et de Zhang et al., (2014).

En effet, ces derniers étudient l'influence du temps de montée d'une tension impulsionnelle sur certaines caractéristiques d'un jet plasma (longueur du jet, vitesse de propagation du front d'ionisation). Les résultats de leurs travaux montrent que la longueur du jet, la vitesse du front d'ionisation, le courant de décharge et les intensités des émissions des espèces générées par le jet plasma augmentent avec une diminution du temps de montée du signal impulsionnel.

A titre de comparaison, le temps mis par le signal impulsionnel pour passer de 0 à 2 kV est de 185 ns ($T_{V/S}^{20} = 10,8$ V/ns), tandis que pour le signal sinusoïdal, cette transition se fait en 6 μ s ($T_{V/S} = 0,33$ V/ns). Cette étude confirme que le temps de montée des signaux de tension influence grandement les caractéristiques des jets plasmas.

La propagation de l'onde d'ionisation au cours de l'alternance négative (JPEN) du signal de tension a été observée avec la caméra ICCD (figure 3-41). Nous retrouvons les mêmes caractéristiques que la propagation du JPEN sous la tension impulsionnelle :

- La propagation de l'onde d'ionisation se présente sous la forme d'un canal d'ionisation continu.
- La distance parcourue par le JPEN (7 mm) est plus courte que celle du JPEP (16 mm).
- Le JPEN est moins intense que le JPEP.

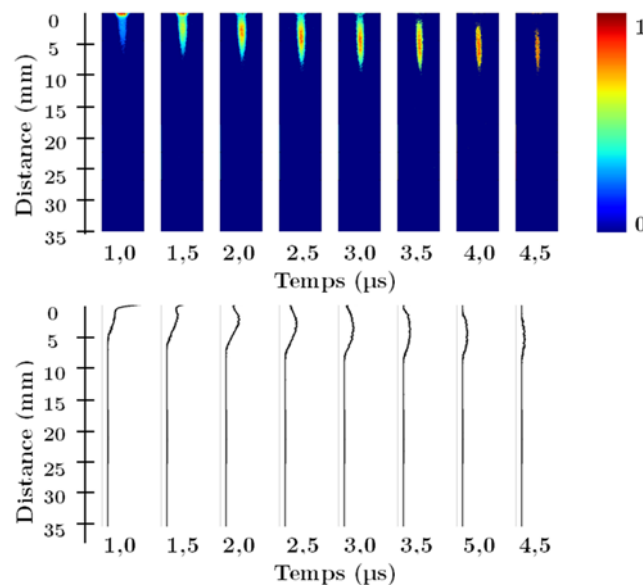


Figure 3-41. Images de la propagation du JPEN en jet libre (10^6 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

²⁰ $T_{V/S}$ correspond à la variation des valeurs du signal de tension par unité de temps.

1.2. Etude du jet plasma en présence d'une cible

L'interaction du jet plasma avec les cibles diélectrique et conductrice a été étudiée lors de l'alternance positive du signal de tension (JPEP). Les cibles ont été positionnées à 15 mm de la sortie de la source plasma. Nous présentons dans un premier temps l'interaction jet plasma - cible diélectrique, puis l'interaction jet plasma - cible conductrice.

1.2.1. Interaction JPEP - cible diélectrique

L'interaction entre le jet plasma et la cible diélectrique placée à 15 mm de la sortie de la source plasma est représentée sur la figure 3-42. L'onde d'ionisation à la sortie de la source plasma se propage en direction de la cible (propagation axiale). Le contact avec la cible diélectrique se fait à 3,3 μs après le début de la propagation de l'onde d'ionisation. Comme pour l'interaction entre le JPEP et la cible diélectrique sous signal impulsionnel, nous observons la forme en cloche de l'onde d'ionisation, traduisant l'étape intermédiaire entre la propagation axiale et la propagation radiale. Cependant cette forme en cloche n'est pas suivie d'une propagation radiale de l'onde d'ionisation sur la surface de la cible diélectrique.

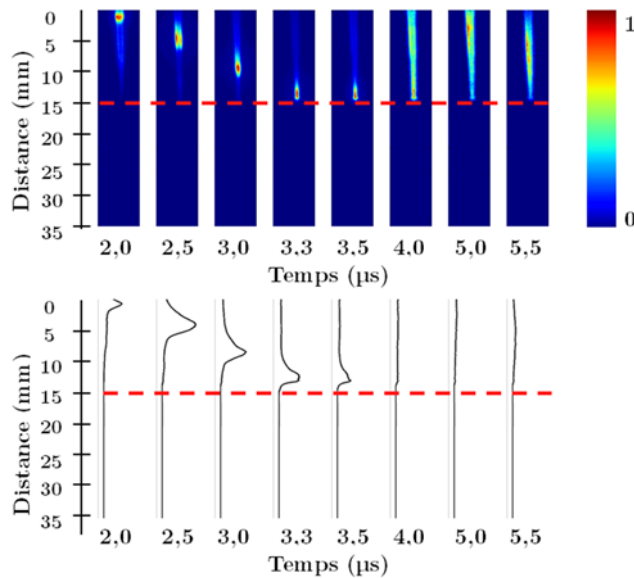


Figure 3-42. Images de la propagation du JPEP en présence d'une cible diélectrique placée à 15 mm de la sortie de la source plasma (10^6 accumulations, hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

L'absence de propagation radiale sur la surface de la cible peut être expliquée par la densité des charges et l'intensité du champ électrique du front d'ionisation au moment du contact avec la cible diélectrique. En effet, le jet plasma mesure 18 mm et la cible diélectrique est localisée à 15 mm de la sortie de la source plasma. Ainsi, l'onde d'ionisation rencontre la cible diélectrique en fin de propagation. A cet instant, les valeurs du champ électrique et de la densité des charges positives du front d'ionisation sont faibles et ne permettent pas une propagation radiale de l'onde d'ionisation sur la surface de la cible diélectrique.

Cette hypothèse peut être soutenue par le travail de [Zheng et al., \(2016\)](#) sur l'interaction entre un jet plasma d'hélium et une cible diélectrique (lame en verre). En effet, [Zheng et al., \(2016\)](#) montrent que pour une distance source – cible fixe, l'augmentation de la tension d'alimentation du jet plasma entraîne une augmentation de la surface d'étalement du jet.

Les études de [Xiong et al., \(2013\)](#) et [Boeuf et al., \(2013\)](#) ont démontré la corrélation entre la densité des charges et l'intensité du champ électrique de l'onde d'ionisation d'une part et la tension d'alimentation du jet plasma d'autre part. Il peut être envisagé que la densité des charges et l'intensité du champ électrique de l'onde d'ionisation au moment du contact de cette dernière avec la surface de la cible conditionne la propagation radiale de l'onde d'ionisation.

Les signaux électriques du dispositif expérimental sont représentés sur la figure 3-43. Tout comme en jet libre, le signal de courant présente un pic par période de tension.

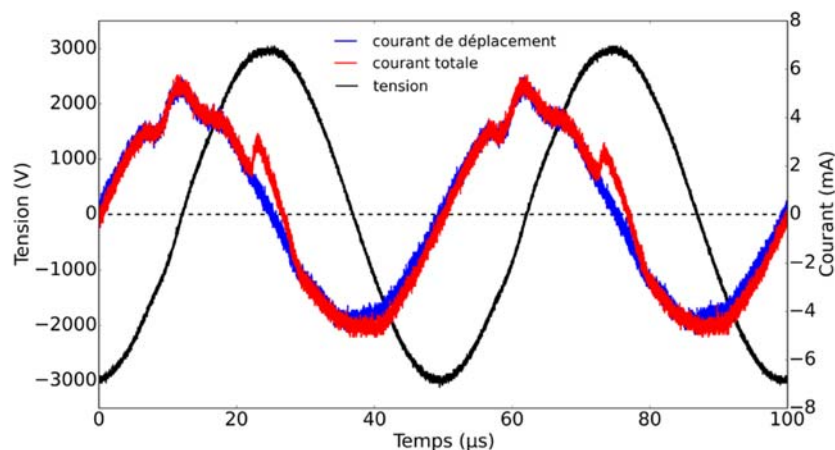


Figure 3-43. Profils du signal de tension (noir), du courant de déplacement (absence de plasma, bleu) et du courant total (jet en présence de la cible diélectrique, rouge), (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

1.2.2. Interaction JPEP - cible conductrice

La figure 3-44 montre l'interaction entre le jet plasma et une cible conductrice placée à 15 mm de la sortie de la source plasma. L'interaction entre le jet et la cible engendre la propagation d'une seconde onde d'ionisation intervenant avant celle observée en jet libre. Cette observation est confirmée par l'apparition d'un second pic sur le signal de courant (figure 3-45).

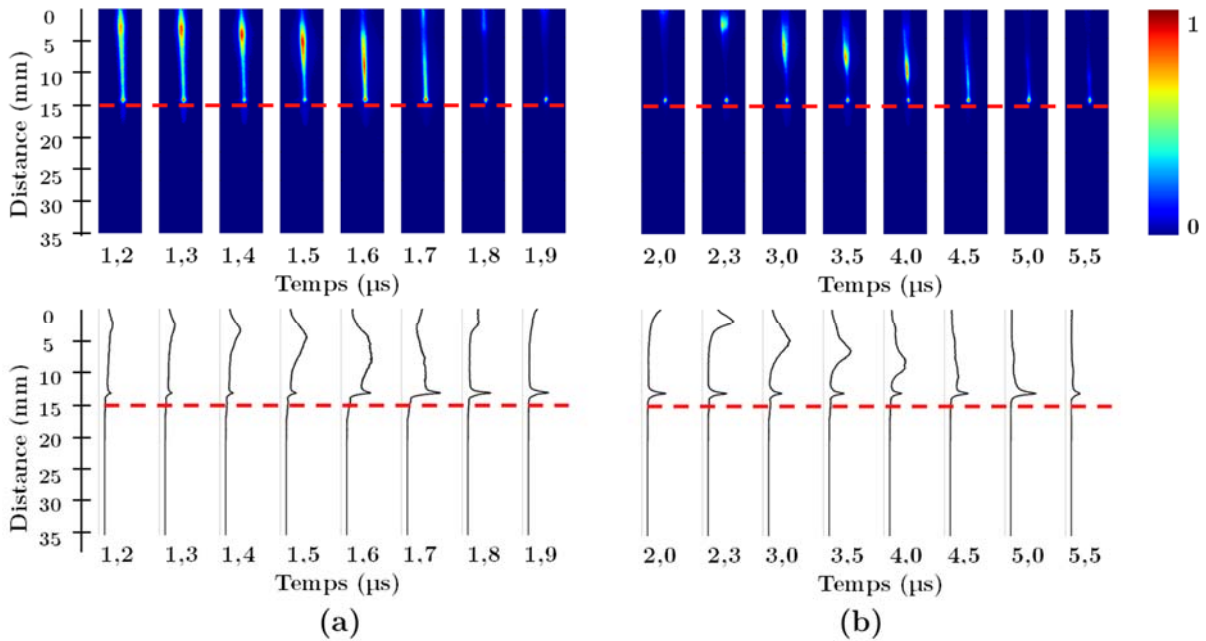


Figure 3-44. Images de la propagation du JPEP en présence d'une cible conductrice (10^4 accumulations), (hélium à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz). La propagation de la seconde onde d'ionisation - (a) intervient avant celle observée en jet libre - (b).

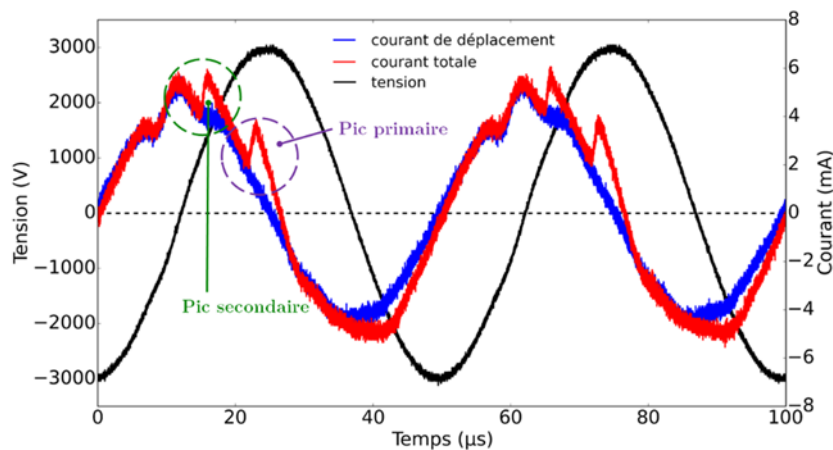


Figure 3-45. Profils du signal de tension (noir), du courant de déplacement (absence de plasma, bleu) et du courant total (jet en présence de la cible conductrice, rouge) (Hélium à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

Ces résultats sont similaires à ceux décrits par Sigmond, (1984) et Park et al., (2013). En effet, les travaux de Sigmond, (1984) sur les décharges corona montrent la propagation d'un second streamer, lorsque le gap séparant les électrodes est inférieur à une distance critique. Cependant Sigmond, (1984) note que la propagation du second streamer se produit après celle du streamer classique. Les travaux de Park et al., (2013) font état de la propagation de multiples « bullets » de plasma entre les électrodes d'une source plasma. Notons toutefois que Park et al., (2013) observent que le nombre de « bullets » dépend très fortement de la quantité d'azote ajoutée au gaz d'alimentation de la source plasma.

2. Etude des espèces réactives du jet plasma.

2.1. Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles

L'analyse des émissions du jet plasma en jet libre et en présence des cibles a été réalisée avec le dispositif décrit dans la section I.3.1. Les résultats de cette étude sont présentés sur les figures 3-46 et 3-47. En jet libre (figure 3-46) le spectre du jet plasma reste dominé par les émissions de N_2^* (C–B) et N_2^+ (B–X). Nous observons aussi les émissions de OH (A–X), O et He. Les mécanismes réactionnels des espèces générées sont décrits dans la section I.3.1.

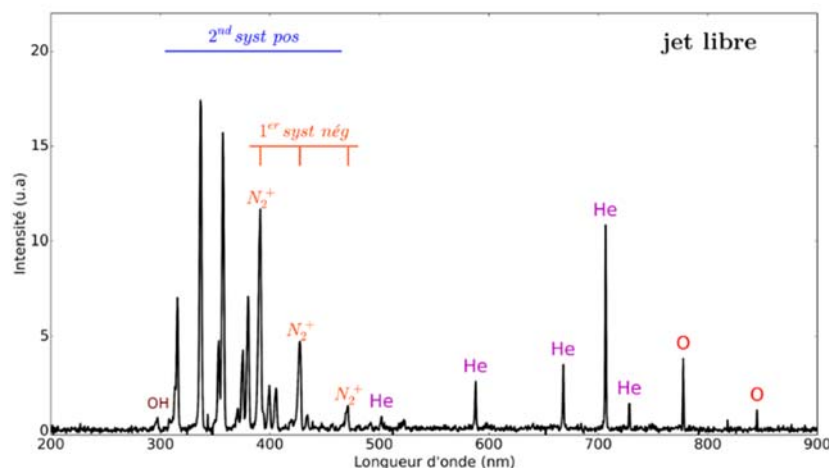


Figure 3-46. Spectre d'émission du jet plasma en jet libre (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

Les résultats de l'interaction du jet plasma avec les cibles diélectrique et conductrice sont similaires à ceux observés pour le jet plasma alimenté par la tension impulsionnelle (figure 3-47) :

- Le spectre du jet plasma en présence de la cible diélectrique présente de faibles variations d'intensité comparé au spectre du jet libre.

- Le spectre du jet plasma en présence de la cible conductrice présente une augmentation des émissions de N_2^* (C–B) et OH (A–X). Cependant, les émissions de N_2^+ (B–X), He et O voient leurs intensités diminuées par la présence de la cible. Notons aussi la présence d'émissions de NO (A–X) et N_2^* (B–A). Ces données sont résumées sur le tableau 3-11.

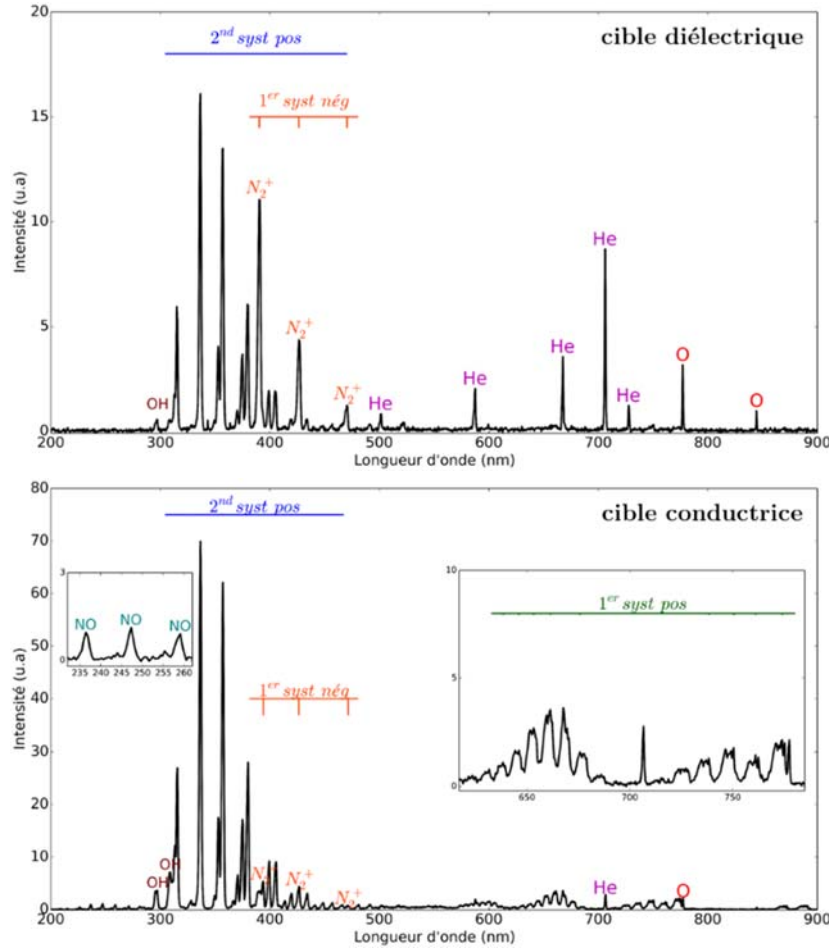


Figure 3-47. Spectres d'émissions optiques du jet plasma en jet présence des cibles diélectrique et conductrice (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

λ (nm)	Transitions	Variations d'intensités	
		Diélectrique	Conducteur
308 (OH)	$A^2 \Sigma^+ - X^2 \Pi_u (0 - 0)$	$\nearrow \times 1$	$\nearrow \times 11,8$
337 (N_2^*)	$C^3 \Pi_u - B^3 \Pi_g (0 - 0)$	$\searrow \times 0,92$	$\nearrow \times 4,0$
391 (N_2^+)	$B^2 \Sigma_u^+ - X^2 \Sigma_g^+ (0 - 0)$	$\searrow \times 0,95$	$\searrow \times 1,7$
706 (He)	$3s \ ^3S_1 - 2p \ ^3P_{0,1,2}$	$\searrow \times 0,8$	$\searrow \times 0,26$
777 (O)	$3p \ ^5P_{1,2,3} - 3s \ ^5S^{\circ}_2$	$\searrow \times 0,8$	$\searrow \times 0,66$

Tableau 3-12. Variations d'intensités des émissions du spectre en présence des cibles.

2.2. Distributions spatiales des espèces générées par le jet

Sur la figure 3-48, nous représentons la distribution spatiale des émissions du jet plasma en jet libre, en présence des cibles diélectrique et conductrice localisée à 15 mm de la sortie de l'enceinte de décharge. De manière générale, les distributions spatiales des émissions de He (706 nm), O (777 nm) et N_2^+ (390 nm) sont peu affectées par la présence des deux cibles. Tandis que les émissions de N_2^* (337 nm) et OH (307 nm), voient leurs intensités augmentées au voisinage de la cible conductrice.

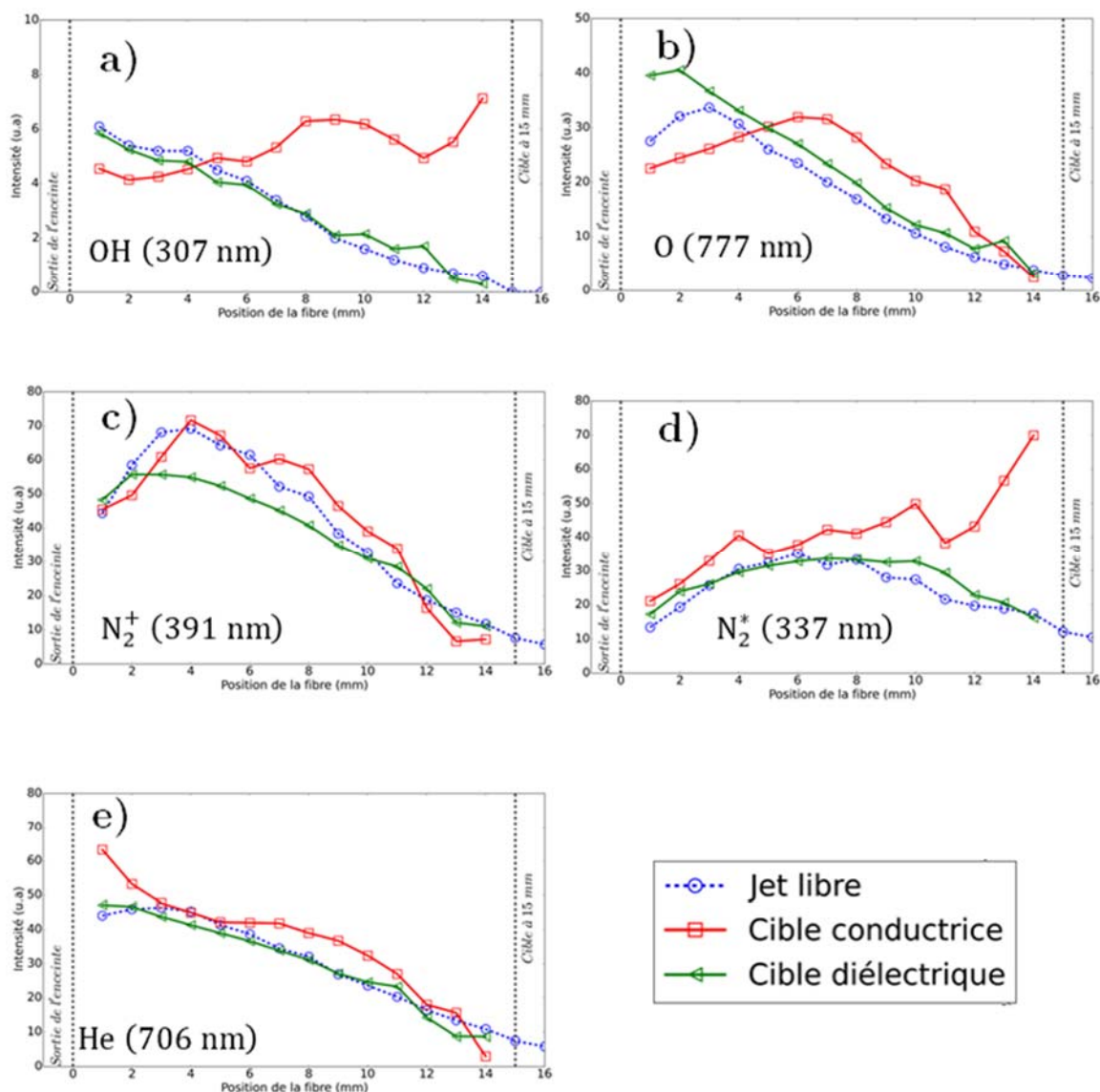


Figure 3-48. Distributions spatiales des émissions des espèces générées par le jet plasma, en jet libre, en présence des cibles diélectrique et conductrice à 15 mm (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

3. Energie dissipée dans le plasma

Sur la figure 3-49, nous traçons l'évolution temporelle de l'énergie, en absence de plasma (la décharge est alors éteinte), en jet libre, en présence des cibles diélectrique et conductrice durant une période entière du signal de tension. Le tableau 3-14 résume les valeurs des énergies mesurées au niveau de la source plasma et celles dissipées dans le plasma.

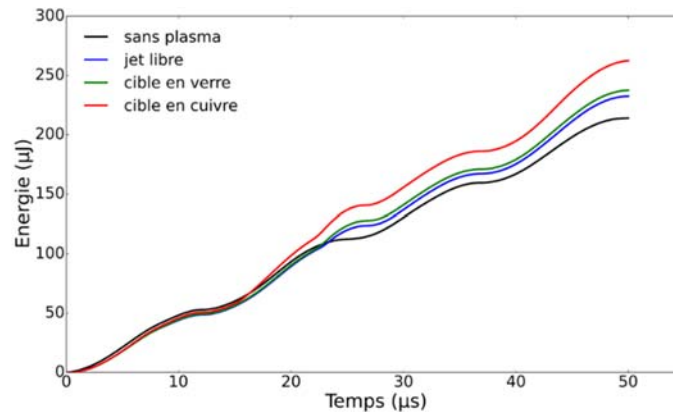


Figure 3-49. Evolutions temporelles de l'énergie en l'absence de plasma (noir), jet libre (bleu), en présence d'une cible diélectrique (vert), en présence d'une cible conductrice (rouge) (hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

En l'absence de plasma, l'énergie mesurée au niveau de la source plasma est de 214 µJ. Cette valeur augmente et atteint 232 µJ, lorsque la décharge est amorcée en l'absence de cible (jet libre). Nous déduisons que l'énergie dissipée dans le plasma en jet libre est de 18 µJ.

Conditions	Énergie source plasma (µJ)	Énergie plasma (µJ)
Sans plasma	214	-
Jet libre	232	18
Cible diélectrique	237	23
Cible conductrice	262	48

Tableau 3-13. Energie déposée dans la source plasma et énergie déposée dans le plasma durant une période entière du signal sinusoïdale sans plasma, en jet libre, en présence des cible conductrice et diélectrique.

La présence des deux types de cibles augmente la valeur de l'énergie dissipée dans le plasma. Ce phénomène est plus important en présence de la cible conductrice (48 µJ) que de la cible diélectrique (23 µJ). Dans le cas de la cible conductrice, cette augmentation est essentiellement le fait de la seconde décharge de courant provoquée par la présence de la cible (figure 3-45).

III. Conclusion

L'influence de la polarité du signal de tension (positive, négative), du profil de l'alimentation électrique (sinusoïdale, impulsionnelle), du type de cible en interaction avec le jet (diélectrique, conductrice) et de la distance source plasma – surface cible (10, 15 et 20 mm) sur les propriétés d'un jet plasma d'hélium a été évalué au cours de ce chapitre. Les résultats de cette étude peuvent être résumés comme suit :

- La polarité du signal de tension conditionne la forme et la vitesse de propagation de l'onde d'ionisation. En polarité positive (JPEP), la propagation de l'onde d'ionisation est matérialisée par le déplacement d'un front lumineux suivi d'un canal. Pour la polarité négative (JPEN), les images de la caméra ICCD ont montré un canal lumineux continu se déplaçant à une vitesse plus faible que celle du front lumineux du JPEP. D'après la littérature, la différence entre la dynamique des JPEP et celles des JPEN viendrait de l'interaction entre le champ électrique « appliqué » (imposé par la source de tension) et le champ électrique « induit » (formé entre les charges présentes au niveau de l'onde d'ionisation et les charges accumulées sur la surface interne de la source plasma).

- Pareillement à la polarité du signal de tension, il a été observé que le profil de l'alimentation électrique influence la distance et la vitesse de propagation de l'onde d'ionisation. Pour le JPEP, l'onde d'ionisation générée par un signal impulsionnel se propage environ 6 fois plus rapidement que celle générée par une alimentation sinusoïdale. L'écart entre les vitesses de propagation mesurées pourrait être dû à la différence des temps de montée des signaux. En effet, le temps mis par le signal impulsionnel pour passer de 0 à 2 kV est de 185 ns. En revanche, pour le signal sinusoïdal, cette transition se fait en 6 μ s.

- Le comportement du jet plasma varie en fonction de la nature de la cible avec laquelle il interagit. En présence d'une cible diélectrique, le jet plasma s'étale sur la surface de la cible. Cet étalement est dû à la propagation radiale de l'onde d'ionisation sur la surface de la cible. En présence d'une cible conductrice, le phénomène d'étalement ne se produit pas et l'intensité du jet augmente de manière significative au voisinage de la cible conductrice. Par ailleurs, l'interaction entre le jet plasma et la cible conductrice est aussi marquée par la contre-propagation d'une onde d'ionisation secondaire. Ce phénomène a été observé au cours de l'alternance négative du signal de tension.

- L'influence des cibles sur les espèces générées par le jet plasma a aussi été étudiée. Les changements ont surtout été observés au cours de l'interaction entre le jet et la cible

conductrice. Ces changements se sont traduits par une augmentation générale des émissions de l'ensemble des espèces et par l'apparition d'espèces supplémentaires.

- Enfin, le dernier paramètre étudié fut la distance entre la sortie de la source plasma et la surface de la cible en interaction. Les expériences ont montré que les modifications induites au niveau du jet par la présence d'une cible étaient amplifiées lorsque la distance diminuait.

Bibliographie

- Begum, A., Laroussi, M., and Pervez, M.R. (2013). Atmospheric pressure He-air plasma jet: Breakdown process and propagation phenomenon. *AIP Adv.* *3*, 062117.
- Boeuf, J.-P., Yang, L.L., and Pitchford, L.C. (2013). Dynamics of a guided streamer ('plasma bullet') in a helium jet in air at atmospheric pressure. *J. Phys. Appl. Phys.* *46*, 015201.
- Breden, D., and Raja, L.L. (2014). Computational study of the interaction of cold atmospheric helium plasma jets with surfaces. *Plasma Sources Sci. Technol.* *23*, 065020.
- Chan, G.C.-Y., Shelley, J.T., Jackson, A.U., Wiley, J.S., Engelhard, C., Cooks, R.G., and Hieftje, G.M. (2011). Spectroscopic plasma diagnostics on a low-temperature plasma probe for ambient mass spectrometry. *J. Anal. At. Spectrom.* *26*, 1434.
- Chauvet, L. (2016). Caractérisation expérimentale et optimisation d'une source plasma à pression atmosphérique couplée à un spectromètre de masse à temps de vol. phd. Université de Toulouse, Université Toulouse III - Paul Sabatier.
- Cicala, G., Tommaso, E.D., Rainò, A.C., Lebedev, Y.A., and Shakhmatov, V.A. (2009). Study of positive column of glow discharge in nitrogen by optical emission spectroscopy and numerical simulation. *Plasma Sources Sci. Technol.* *18*, 025032.
- Cosby, P.C. (1993). Electron-impact dissociation of oxygen. *J. Chem. Phys.* *98*, 9560–9569.
- Darny, T., Pouvesle, J.M., Puech, V., Douat, C., Dozias, S., and Robert, E. (2017). Analysis of conductive target influence in plasma jet experiments through helium metastable and electric field measurement. *Plasma Sources Sci. Technol.*
- Dawson, G.A., and Winn, W.P. (1965). A model for streamer propagation. *Z. Für Phys.* *183*, 159–171.
- Dieke, G.H., and Heath, D.F. (1959). The first and second positive bands of N₂ (Baltimore, Md.: Johns Hopkins University, Dept. of Physics).
- Eliasson, B., and Kogelschatz, U. (1986). Electron impact dissociation in oxygen. *J. Phys. B At. Mol. Phys.* *19*, 1241.

- Gazeli, K., Svarnas, P., Vafeas, P., Papadopoulos, P.K., Gkelios, A., and Clément, F. (2013). Investigation on streamers propagating into a helium jet in air at atmospheric pressure: Electrical and optical emission analysis. *J. Appl. Phys.* *114*, 103304.
- Gilmore, F.R. (1965). Potential energy curves for N₂, NO, O₂ and corresponding ions. *J. Quant. Spectrosc. Radiat. Transf.* *5*, 369-IN3.
- Guaitella, O., and Sobota, A. (2015). The impingement of a kHz helium atmospheric pressure plasma jet on a dielectric surface. *J. Phys. Appl. Phys.* *48*, 255202.
- Hasan, M.I., and Bradley, J.W. (2015). Computational model of the interaction of a helium atmospheric-pressure jet with a dielectric surface. *J. Phys. Appl. Phys.* *48*, 435201.
- Heimerl, J., Johnsen, R., and Biondi, M.A. (1969). Ion-Molecule Reactions, He⁺⁺O₂ and He⁺⁺N₂, at Thermal Energies and Above. *J. Chem. Phys.* *51*, 5041–5048.
- Jarrige, J., Laroussi, M., and Karakas, E. (2010). Formation and dynamics of plasma bullets in a non-thermal plasma jet: influence of the high-voltage parameters on the plume characteristics. *Plasma Sources Sci. Technol.* *19*, 065005.
- Ji, L., Xia, Y., Bi, Z., Niu, J., and Liu, D. (2015). The density and velocity of plasma bullets propagating along one dielectric tube. *AIP Adv.* *5*, 087181.
- Jiang, C., Chen, M.T., and Gundersen, M.A. (2009). Polarity-induced asymmetric effects of nanosecond pulsed plasma jets. *J. Phys. Appl. Phys.* *42*, 232002.
- Jõgi, I., Talviste, R., Raud, J., Piip, K., and Paris, P. (2014). The influence of the tube diameter on the properties of an atmospheric pressure He micro-plasma jet. *J. Phys. Appl. Phys.* *47*, 415202.
- Karakas, E., Akman, M.A., and Laroussi, M. (2012). The evolution of atmospheric-pressure low-temperature plasma jets: jet current measurements. *Plasma Sources Sci. Technol.* *21*, 034016.
- Kramida, A., Ralchenko, Y., Reader, J., and NIST ASD Team (2015). NIST Atomic Spectra Database.
- Lagar'kov, A.N., and Rutkevich, I.M. (1994). *Ionization Waves in Electrical Breakdown of Gases* (Springer).
- Li, L., Nikiforov, A., Xiong, Q., Lu, X., Taghizadeh, L., and Leys, C. (2012). Measurement of OH radicals at state X 2 Π in an atmospheric-pressure micro-flow dc

plasma with liquid electrodes in He, Ar and N₂ by means of laser-induced fluorescence spectroscopy. *J. Phys. Appl. Phys.* *45*, 125201.

Liu, C.-T., Cheng, K.-Y., Lin, Z.-H., Wu, C.-J., Wu, J.-Y., and Wu, J.-S. (2016a). Effect of Ground and Floating Electrode on a Helium-Based Plasma Jet and Its Applications in Sterilization and Ceramic Surface Treatment. *IEEE Trans. Plasma Sci.* 1–5.

Liu, C.-T., Wu, C.-J., Lin, Z.-H., Wu, J.-Y., and Wu, J.-S. (2016b). Production Enhancement of Reactive Oxygen and Nitrogen Species at Interface of Helium Plasma Jet and Agar. *IEEE Trans. Plasma Sci.* 1–5.

Liu, Z., Liu, D., Xu, D., Cai, H., Xia, W., Wang, B., Li, Q., and Kong, M.G. (2017). Two modes of interfacial pattern formation by atmospheric pressure helium plasma jet-I/O interactions under positive and negative polarity. *J. Phys. Appl. Phys.* *50*, 195203.

Lofthus, A., and Krupenie, P.H. (1977). The spectrum of molecular nitrogen. *J. Phys. Chem. Ref. Data* *6*, 113–307.

Lu, X., and Laroussi, M. (2006). Dynamics of an atmospheric pressure plasma plume generated by submicrosecond voltage pulses. *J. Appl. Phys.* *100*, 063302.

Lu, X., Naidis, G.V., Laroussi, M., and Ostrikov, K. (2014). Guided ionization waves: Theory and experiments. *Phys. Rep.* *540*, 123–166.

Luque, J., and Crosley, D.R. (1998). Transition probabilities in the A²Σ⁺–X²Π_i electronic system of OH. *J. Chem. Phys.* *109*, 439–448.

Merica-Bourdet, N., Laroussi, M., Begum, A., and Karakas, E. (2009). Experimental investigations of plasma bullets. *J. Phys. Appl. Phys.* *42*, 055207.

Müller, S., Krähling, T., Veza, D., Horvatic, V., Vadla, C., and Franzke, J. (2013). Operation modes of the helium dielectric barrier discharge for soft ionization. *Spectrochim. Acta Part B At. Spectrosc.* *85*, 104–111.

Naidis, G.V. (2011). Simulation of streamers propagating along helium jets in ambient air: Polarity-induced effects. *Appl. Phys. Lett.* *98*, 141501.

Norberg, S.A., Johnsen, E., and Kushner, M.J. (2015). Helium atmospheric pressure plasma jets touching dielectric and metal surfaces. *J. Appl. Phys.* *118*, 013301.

Olenici-Craciunescu, S.B., Müller, S., Michels, A., Horvatic, V., Vadla, C., and Franzke, J. (2011). Spatially resolved spectroscopic measurements of a dielectric barrier discharge plasma jet applicable for soft ionization. *Spectrochim. Acta Part B At. Spectrosc.* *66*, 268–273.

- Park, S., Youn Moon, S., and Choe, W. (2013). Multiple (eight) plasma bullets in helium atmospheric pressure plasma jet and the role of nitrogen. *Appl. Phys. Lett.* *103*, 224105.
- Pearse, R.W.B., and Gaydon, A.G. (1963). The identification of molecular spectra. Third Edition (John Wiley & Sons).
- Pechereau, F., Jánský, J., and Bourdon, A. (2012). Simulation of the reignition of a discharge behind a dielectric layer in air at atmospheric pressure. *Plasma Sources Sci. Technol.* *21*, 055011.
- Popov, N.A. (2011). Fast gas heating in a nitrogen–oxygen discharge plasma: I. Kinetic mechanism. *J. Phys. Appl. Phys.* *44*, 285201.
- Riès, D., Dilecce, G., Robert, E., Ambrico, P.F., Dozias, S., and Pouvesle, J.-M. (2014). LIF and fast imaging plasma jet characterization relevant for NTP biomedical applications. *J. Phys. Appl. Phys.* *47*, 275401.
- Sahu, B.B., Jin, S.B., and Han, J.G. (2017). Development and characterization of a multi-electrode cold atmospheric pressure DBD plasma jet aiming plasma application. *J. Anal. At. Spectrom.* *32*, 782–795.
- Schmeltekopf, A.L., Ferguson, E.E., and Fehsenfeld, F.C. (1968). Afterglow Studies of the Reactions He⁺, He(23S), and O⁺ with Vibrationally Excited N₂. *J. Chem. Phys.* *48*, 2966–2973.
- Shao, T., Yang, W., Zhang, C., Fang, Z., Zhou, Y., and Schamiloglu, E. (2014). Temporal evolution of atmosphere pressure plasma jets driven by microsecond pulses with positive and negative polarities. *EPL Europhys. Lett.* *107*, 65004.
- Sigmond, R.S. (1984). The residual streamer channel: Return strokes and secondary streamers. *J. Appl. Phys.* *56*, 1355–1370.
- Vasile Nastuta, A., Pohoata, V., and Topala, I. (2013). Atmospheric pressure plasma jet—Living tissue interface: Electrical, optical, and spectral characterization. *J. Appl. Phys.* *113*, 183302.
- Walsh, J.L., and Kong, M.G. (2008). Contrasting characteristics of linear-field and cross-field atmospheric plasma jets. *Appl. Phys. Lett.* *93*, 111501.
- Wang, L., Zheng, Y., and Jia, S. (2016a). Numerical study of the interaction of a helium atmospheric pressure plasma jet with a dielectric material. *Phys. Plasmas* *23*, 103504.

- Wang, R., Zhang, K., Shen, Y., Zhang, C., Zhu, W., and Shao, T. (2016b). Effect of pulse polarity on the temporal and spatial emission of an atmospheric pressure helium plasma jet. *Plasma Sources Sci. Technol.* *25*, 015020.
- Wu, S., Xu, H., Lu, X., and Pan, Y. (2013). Effect of Pulse Rising Time of Pulse dc Voltage on Atmospheric Pressure Non-Equilibrium Plasma. *Plasma Process. Polym.* *10*, 136–140.
- Xiong, Q., Lu, X.P., Ostrikov, K., Xian, Y., Zou, C., Xiong, Z., and Pan, Y. (2010). Pulsed dc- and sine-wave-excited cold atmospheric plasma plumes: A comparative analysis. *Phys. Plasmas* *17*, 043506.
- Xiong, Q., Nikiforov, A.Y., González, M.Á., Leys, C., and Lu, X.P. (2013). Characterization of an atmospheric helium plasma jet by relative and absolute optical emission spectroscopy. *Plasma Sources Sci. Technol.* *22*, 015011.
- Yamada, H., Sakakita, H., Kato, S., Kim, J., Kiyama, S., Fujiwara, M., Hiroto Itagaki, Okazaki, T., Ikehara, S., Nakanishi, H., et al. (2016). Spectroscopy of reactive species produced by low-energy atmospheric-pressure plasma on conductive target material surface. *J. Phys. Appl. Phys.* *49*, 394001.
- Yan, W., and Economou, D.J. (2016). Simulation of a non-equilibrium helium plasma bullet emerging into oxygen at high pressure (250–760 Torr) and interacting with a substrate. *J. Appl. Phys.* *120*, 123304.
- Yoon, S.-Y., Kim, G.-H., Kim, S.-J., Bae, B., Kim, N.-K., Lee, H., Bae, N., Ryu, S., Yoo, S.J., and Kim, S.B. (2017). Bullet-to-streamer transition on the liquid surface of a plasma jet in atmospheric pressure. *Phys. Plasmas* *24*, 013513.
- Zaplotnik, R., Bišćan, M., Kregar, Z., Cvelbar, U., Mozetič, M., and Milošević, S. (2015). Influence of a sample surface on single electrode atmospheric plasma jet parameters. *Spectrochim. Acta Part B At. Spectrosc.* *103–104*, 124–130.
- Zaplotnik, R., Bišćan, M., Popović, D., Mozetič, M., and Milošević, S. (2016). Metastable helium atom density in a single electrode atmospheric plasma jet during sample treatment. *Plasma Sources Sci. Technol.* *25*, 035023.
- Zhang, C.), Shao, T.), Wang, R.), Zhou, Z.), Zhou, Y.), and Yan, P.) (2014). A comparison between characteristics of atmospheric-pressure plasma jets sustained by nanosecond- and microsecond-pulse generators in helium. *Phys. Plasmas* *21*, 103505.
- Zheng, Y., Wang, L., Ning, W., and Jia, S. (2016). Schlieren imaging investigation of the hydrodynamics of atmospheric helium plasma jets. *J. Appl. Phys.* *119*, 123301.

Sommaire

I. Alimentation impulsionnelle	122
1. Etude de la dynamique du jet plasma.....	123
1.1. Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre)	123
1.2. Etude du jet plasma en présence d'une cible.....	128
1.2.1. Cible diélectrique	128
1.2.1.1. Interaction JPEP – cible diélectrique.....	128
1.2.1.2. Interaction JPEN – cible diélectrique.....	132
1.2.2. Cible conductrice.....	133
1.2.2.1. Interaction JPEP – cible conductrice.....	133
1.2.2.2. Interaction JPEN – cible conductrice.....	136
2. Etude des espèces réactives du jet plasma	137
2.1. Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles.....	138
2.2. Distributions spatiales des espèces générées par le jet	144
II. Alimentation sinusoïdale	149
1. Etude de la dynamique du jet plasma.....	150
1.1. Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre)	150
1.2. Etude du jet plasma en présence d'une cible.....	153
1.2.1. Interaction JPEP - cible diélectrique	153
1.2.2. Interaction JPEP - cible conductrice	154
2. Etude des espèces réactives du jet plasma	155
2.1. Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles.....	155
2.2. Distributions spatiales des espèces générées par le jet	157
3. Energie dissipée dans le plasma	159
III. Conclusion	161
Bibliographie	160

I. Alimentation impulsionnelle

Dans ce chapitre, nous présentons les résultats expérimentaux obtenus lorsque le néon est utilisé comme gaz précurseur pour générer le jet plasma. Tout comme pour le chapitre 3, cette section est divisée en deux sous-chapitres. Chaque sous-chapitre est relatif au signal de tension utilisé pour générer la décharge :

- Tension impulsionnelle, ± 2 kV, 20 kHz, rapport cyclique de 50%.
- Tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz.

Contrairement à l'hélium et à l'argon, le néon est peu utilisé comme gaz précurseur pour générer les jets plasmas et la littérature sur les jets plasmas de néon est moins abondante.

I. Alimentation impulsionnelle

La figure 4-1(a) est une photographie du jet plasma de néon en jet libre. La couleur orange du jet, également observée par Fujiwara et al., (2016) est caractéristique des émissions des atomes de néon dans les longueurs d'ondes allant de 500 à 700 nm²¹. Les interactions entre le jet plasma et les cibles utilisées durant ce travail sont présentées sur les figures 4-1(b) et 4-1(c). Le résultat est similaire aux photographies décrites dans la section I.1 du chapitre 3.

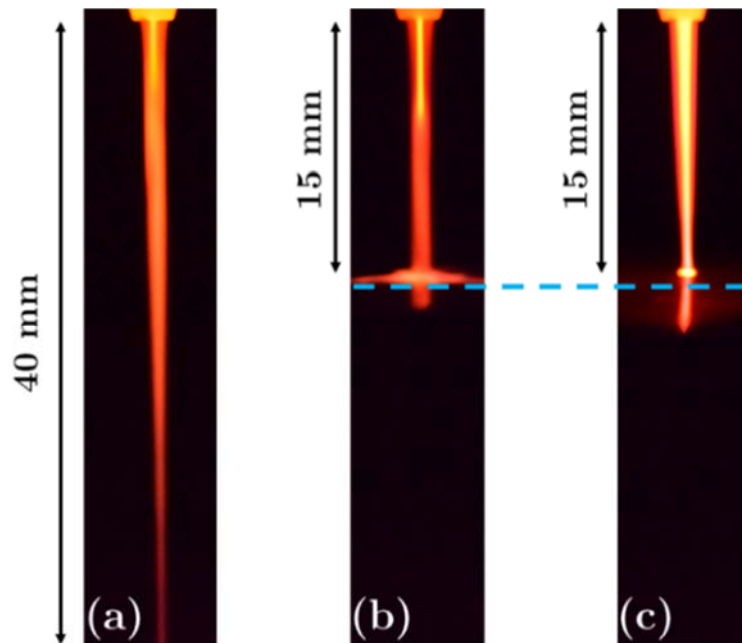


Figure 4-1. Photographies du jet plasma : -(a) sans cible, -(b) en présence d'une cible diélectrique, -(c) en présence d'une cible conductrice. La ligne en pointillée indique la position de la cible (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

²¹ Cette observation est faite à partir du spectre du jet plasma présenté à la section I.2.1.

En effet, le jet plasma s'étale sur la surface de la cible diélectrique, tandis que l'interaction entre le jet et la cible conductrice produit un jet étroit et intense. Dans la suite de chapitre, nous nous intéresserons à l'étude de la dynamique du jet plasma.

1. Etude de la dynamique du jet plasma

Nous conservons la convention adoptée au chapitre 3 : le jet plasma généré au cours de la transition positive du signal de tension est défini comme jet plasma excité positivement (JPEP) et celui au cours de la transition négative du signal de tension comme jet plasma excité négativement (JPEN). De même, les paramètres d'acquisitions de la caméra ICCD sont les mêmes que pour l'étude du jet plasma d'hélium (fenêtre d'acquisition de 10 ns, pas d'incrément de 10 ns).

1.1. Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre)

L'évolution spatiale et temporelle du JPEP en jet libre (figure 4-2) montre la propagation d'un front d'ionisation suivi d'un canal faiblement ionisé. Cependant, nous observons au cours de la propagation du front d'ionisation, la présence d'un second canal ionisé de 7,5 mm au voisinage de la sortie de la source plasma. En fin de propagation, les émissions issues du second canal ionisé finissent par masquer celles du front d'ionisation, rendant le front d'ionisation inobservable à partir de 640 ns. Durant l'intervalle de temps où le front d'ionisation est visible, nous constatons que ce dernier se propage sur 32 mm durant 440 ns, ce qui équivaut à une vitesse moyenne de 73 km.s⁻¹.

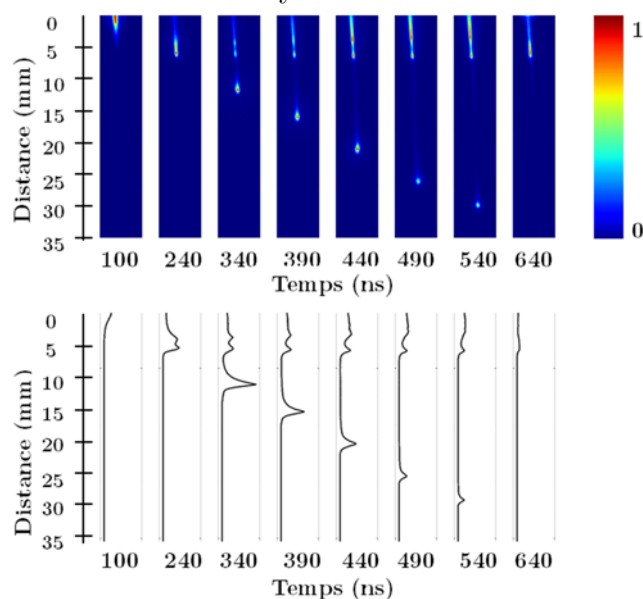


Figure 4-2. Images de la propagation du JPEP en jet libre (10^3 accumulations, néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Le profil de vitesse du front d'ionisation (figure 4-3(a)) présente deux phases distinctes :

- Une première phase (phase I) durant laquelle la vitesse augmente et atteint une valeur maximale de 110 km.s^{-1} .
- Une seconde phase (phase II) au cours de laquelle la vitesse diminue progressivement.

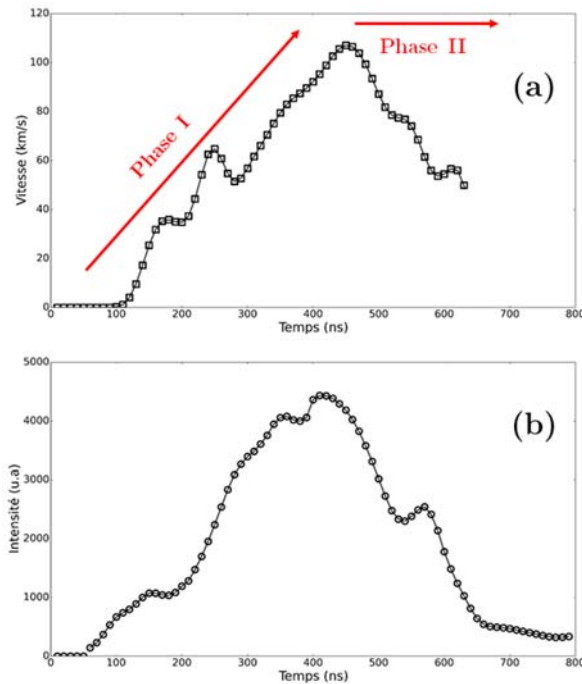


Figure 4-3. Evolutions temporelles : -(a) vitesse, -(b) intensité intégrée du JPEP en jet libre (néon à 2 L.min^{-1} , tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Le profil de vitesse du JPEP de néon est similaire à celui obtenu pour l'hélium. Toutefois, la vitesse maximale et la vitesse moyenne du front d'ionisation, de même que la longueur du jet pour le néon sont supérieures à celles de l'hélium. Ces données sont résumées dans le tableau 4-1.

Paramètres	Hélium	Néon
Longueur du jet (mm)	36	40
Distance propagation JPEP (mm)	32	$>32^{22}$
Vitesse moyenne JPEP (km.s^{-1})	40	73
Vitesse maximale JPEP (km.s^{-1})	72	110

Tableau 4-1. Caractéristiques des jets plasmas d'hélium et de néon en jet libre.

²² La fin de la propagation du front d'ionisation du JPEP de néon est masquée par les émissions issues d'un second canal ionisé. Nous faisons l'hypothèse que la distance de propagation du front d'ionisation est en réalité supérieure à 32 mm.

Ce résultat montre que pour des conditions expérimentales identiques, le gaz précurseur influe à la fois sur la longueur du jet et la vitesse de propagation du front d'ionisation. Comparé à l'hélium, l'utilisation du néon génère un jet plus long et une onde d'ionisation plus rapide. Cette étude est en accord avec les travaux de [Li et al., \(2009\)](#). En effet, ces derniers étudient la longueur d'un jet plasma pour différents gaz précurseurs. Ils notent que pour les mêmes conditions de flux et de tension, la longueur d'un jet plasma de néon est supérieure à celle d'un jet d'hélium.

Dans leur travail numérique sur la dynamique du front d'ionisation d'un jet plasma d'hélium, [Boeuf et al., \(2013\)](#) étudient l'influence de paramètres comme la tension appliquée aux bornes de la source plasma, la géométrie des électrodes ou la densité de « pré-ionisation » du gaz précurseur sur les propriétés du jet plasma²³. Leurs résultats montrent que pour une même tension appliquée, l'augmentation de la densité de pré-ionisation du gaz conduit à une augmentation de la vitesse maximale²⁴ et de la vitesse moyenne du front d'ionisation.

En nous basant sur ce résultat, nous faisons l'hypothèse que la densité de pré-ionisation du néon pourrait être supérieure à celle de l'hélium. Cela pourrait expliquer que pour des conditions expérimentales identiques, la vitesse de propagation du front d'ionisation du jet plasma de néon soit supérieure à celle du jet d'hélium. Des études complémentaires sur l'influence de la densité de pré-ionisation pour différents gaz sur les propriétés des jets plasmas seraient nécessaires pour valider ou invalider cette hypothèse. Notons que des résultats similaires à ceux de [Boeuf et al., \(2013\)](#) ont également été obtenus par [Yousfi et al., \(2012\)](#).

Le profil de l'intensité intégrée du front d'ionisation (figure 4-3(b)) présente une tendance similaire à celle de la vitesse. Néanmoins, il existe un décalage de 20 ns entre les maxima des deux courbes. La représentation de la vitesse normalisée en fonction de l'intensité intégrée normalisée (figure 4-4) confirme la corrélation positive ($R^2 = 0,86$) entre les évolutions temporelles de ces deux grandeurs.

²³ La densité de « pré-ionisation » d'un gaz est définie par [Boeuf et al., \(2013\)](#) comme la densité initiale d'électrons et d'ions supposés être présents dans le volume de gaz avant l'application de la tension aux bornes de la source plasma.

²⁴ Les résultats de [Boeuf et al., \(2013\)](#) montrent que pour une densité de pré-ionisation du gaz (n_0) de 10^4 cm^{-3} , la vitesse maximale du front d'ionisation (v_m) est voisine de 80 km.s^{-1} , pour $n_0 = 10^6 \text{ cm}^{-3}$, $v_m \sim 120 \text{ km.s}^{-1}$, pour $n_0 = 10^8 \text{ cm}^{-3}$, $v_m \sim 135 \text{ km.s}^{-1}$.

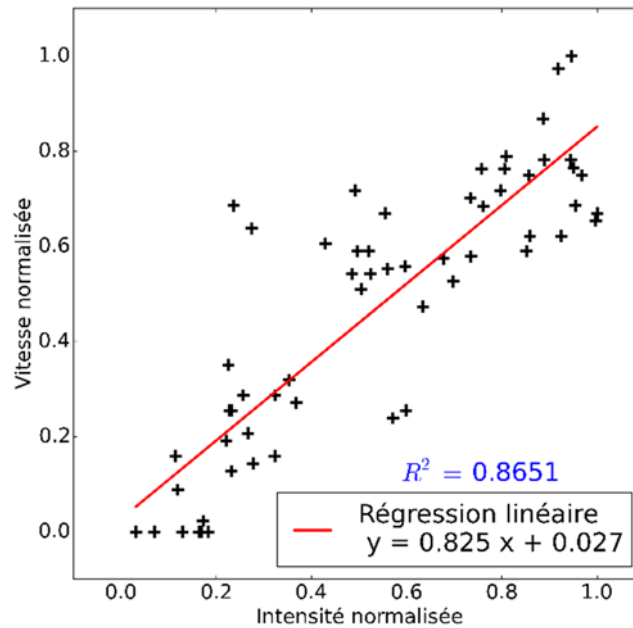


Figure 4-4. Vitesse normalisée en fonction de l'intensité intégrée normalisée du JPEP en jet libre entre 120 et 620 ns après le début de l'acquisition (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

La dynamique du JPEN (figure 4-5) montre la propagation d'un canal d'ionisation continu sur une distance de 18 mm, pour une durée de 500 ns, soit une vitesse moyenne de 36 km.s⁻¹. A partir de 500 ns, la longueur du canal reste constante et l'intensité des émissions du canal diminue progressivement. Durant la propagation du canal d'ionisation, l'intensité de ce dernier est très homogène spatialement. Cette particularité du JPEN de néon ne permet pas de localiser la position du maximum d'intensité du canal d'ionisation, position nécessaire au suivi de l'évolution temporelle de la vitesse du JPEN.

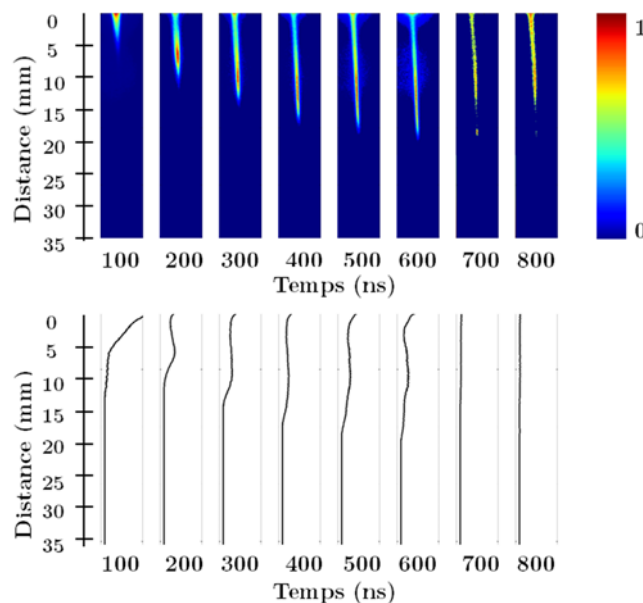


Figure 4-5. Images de la propagation du JPEN en jet libre (10⁴ accumulations, néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

La figure 4-6 présente le profil de l'intensité lumineuse intégrée du canal d'ionisation du JPEN. Le profil d'intensité diffère de celui du JPEN d'hélium, par la présence d'un pic en début de propagation (figure 4-6(a)). Ce phénomène coïncide avec la première oscillation du signal de tension, dont la valeur maximale est de $-6,9$ kV, soit 345 % de la consigne fixée (-2 kV) pour la transition négative du signal de tension (figure 4-6(b)).

Le pic en début de propagation de l'onde d'ionisation est la conséquence de la variation brutale et brève²⁵ du signal de tension durant la première oscillation du profil de tension. La tension de claquage du néon à pression atmosphérique étant plus faible que celle de l'hélium (Navrátil et al., (2006)), les conséquences de la variation du signal de tension sur les propriétés du JPEN sont donc plus importantes pour le JPEN de néon comparé au JPEN d'hélium.

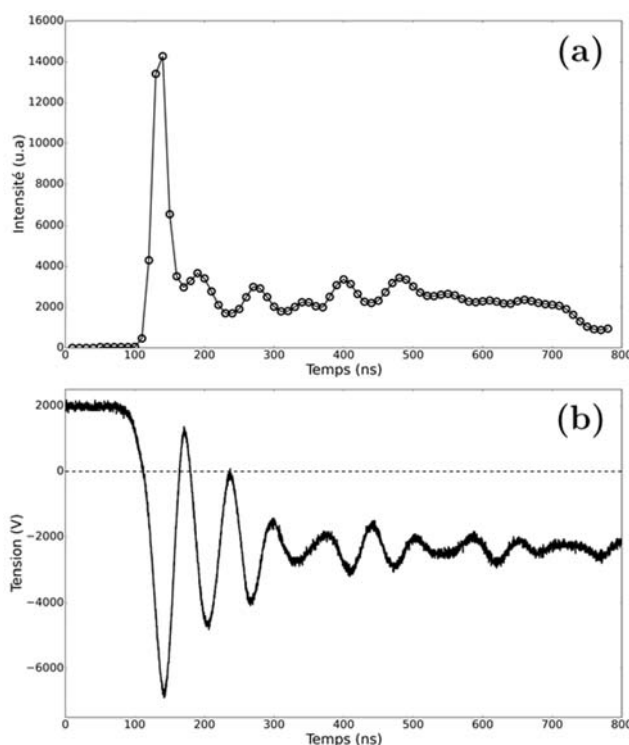


Figure 4-6. -(a) Evolution temporelle de l'intensité intégrée du JPEN en jet libre (néon à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV , 20 kHz), -(b) profil du signal de tension durant l'alternance négative.

Dans la suite de cette étude, le jet plasma est mis en interaction avec une cible diélectrique ($10^{-10} \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$) et une cible conductrice ($6.0 \cdot 10^7 \text{ S}\cdot\text{m}^{-1}$). Nous présentons dans

²⁵ Durant la première oscillation du signal de tension, la tension varie de $+2$ à $-6,9$ kV en 40 ns , puis de $-6,9$ à $+1,8$ kV en 30 ns .

un premier temps les résultats relatifs à la cible diélectrique, puis dans un second temps ceux obtenus avec la cible conductrice.

1.2. Etude du jet plasma en présence d'une cible

1.2.1. Cible diélectrique

1.2.1.1. Interaction JPEP – cible diélectrique

L'interaction entre le JPEP de néon et la cible diélectrique montre qu'il se produit dans un premier temps, une propagation axiale du front d'ionisation au cours de laquelle, ce dernier parcourt le gap séparant la sortie de la source plasma et la surface de la cible diélectrique. Cette phase se termine lorsque le front d'ionisation atteint la surface de la cible. La figure 4-7 montre que lorsque la cible diélectrique est positionnée à 15 mm de la sortie de la source plasma, le front d'ionisation atteint la surface de la cible 330 ns après le début des acquisitions. Sur le profil d'intensité, nous observons une augmentation de l'intensité au moment de contact du front d'ionisation avec la cible diélectrique. Immédiatement après ce contact, intervient la phase de propagation radiale du front d'ionisation durant laquelle, ce dernier se propage de manière symétrique sur la surface de la cible diélectrique.

Sur la figure 4-7, la propagation radiale du front d'ionisation sur la surface du diélectrique est masquée par les émissions issues du second canal ionisé présent au voisinage de la sortie de la source plasma. La vue élargie présentée sur la figure 4-8(b) permet d'observer la propagation radiale du front d'ionisation. Enfin, nous observons toujours la présence du second canal ionisé à proximité de la sortie de la source plasma.

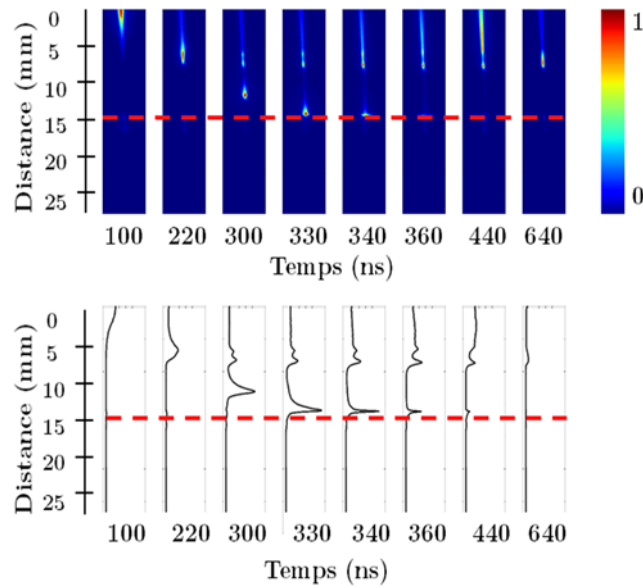


Figure 4-7. Images de la propagation du JPEP en présence de la cible diélectrique positionnée à 15 mm de la sortie de la source plasma (10^3 accumulations, néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La ligne en pointillée indique la position de la cible.

Les expériences ont également permis d’observer que le diamètre de la propagation radiale de l’onde d’ionisation augmente avec la diminution de la distance entre la sortie de la source plasma et la surface de la cible. Ces résultats présentés sur la figure 4-8 et résumés sur le tableau 4-3 ont également été observés pour le jet plasma d’hélium.

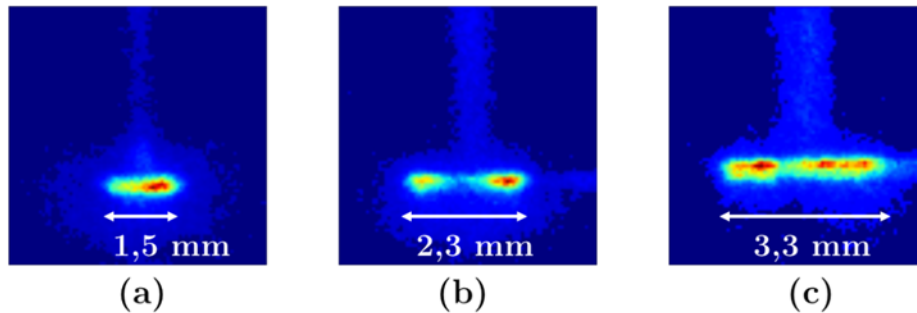


Figure 4-8. Propagation radiale du front d’ionisation du JPEP sur une cible diélectrique : -(a) cible à 20 mm, -(b) cible à 15 mm, -(c) cible à 10 mm (10^3 accumulations, néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Distances* (mm)	Diamètres** (mm)	
	hélium ²⁶	néon
10	3,1	3,3
15	2,2	2,3

²⁶ Diamètre moyen de la propagation radiale du front d’ionisation sur la surface de la cible. Les résultats concernant l’hélium sont repris dans la section I.2.2.1.1 du chapitre 3, afin de comparer l’influence du gaz sur le diamètre radiale de la propagation du front d’ionisation.

20

1,5

1,5

Tableau 4-2. Récapitulatif de l'interaction du jet plasma avec une cible diélectrique en fonction du gaz, (*) distance séparant la sortie de la source plasma de la cible en verre, (**) diamètre de la propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible.

A partir de la littérature (Norberg et al., (2015), Hasan et Bradley, (2015), Yan et Economou, (2016), Wang et al., (2016)), nous avons pu identifier les mécanismes à l'origine de la propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible diélectrique. Lorsque les premières charges au niveau du front d'ionisation atteignent la surface de la cible diélectrique, il se produit un ralentissement de la propagation axiale du front d'ionisation au voisinage de la surface de la cible. Le front d'ionisation commence dès lors, à se propager de manière radiale et symétrique en direction des zones où les charges positives déposées sont faibles.

En parallèle, l'accumulation des charges positives sur la surface de la cible génère un champ électrique latéral qui entretient la propagation du front d'ionisation sur la surface de la cible. Il en résulte la formation d'un front d'ionisation surfacique.

Les profils de vitesse au cours de la propagation axiale du front d'ionisation en jet libre et en présence de la cible diélectrique sont présentés sur la figure 4-9. Globalement, les profils de vitesse évoluent de façon similaire, excepté en début de propagation (entre 120 et 200 ns). En effet, nous observons durant cet intervalle de temps, une augmentation de la vitesse du front d'ionisation pour les trois distances évaluées.

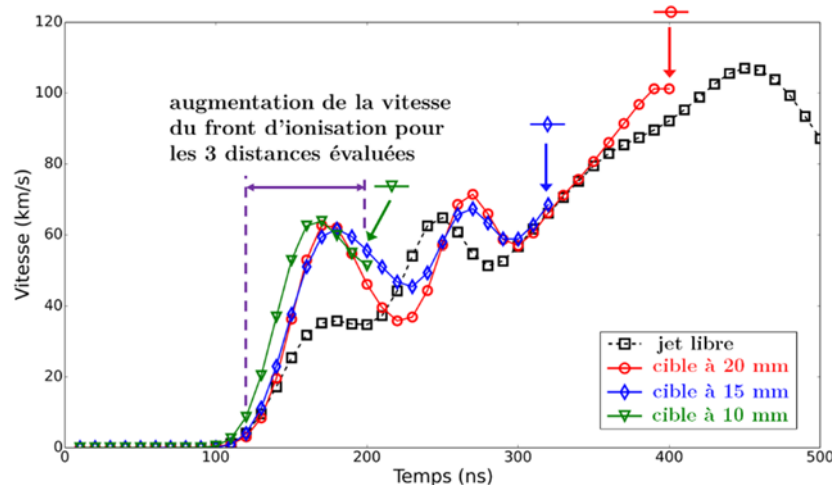


Figure 4-9. Evolutions temporelles de la vitesse du JPEP au cours de la propagation de l'onde d'ionisation en jet libre et en présence de la cible diélectrique aux 3 distances (10, 15 et 20 mm). Les flèches indiquent pour chaque courbe, l'instant de contact de l'onde d'ionisation avec la surface de la cible diélectrique (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

L'augmentation de la vitesse en début de propagation sous-entend que la présence de la cible diélectrique génère un champ électrique renforcé au voisinage de la source plasma ou que cette zone devient beaucoup plus conductrice que le reste du canal ionisé. Nous optons pour la seconde hypothèse. En effet, les figures 4-2 et 4-7 ont montré que la propagation du front d'ionisation s'accompagne de la présence d'un second canal au voisinage de la source plasma. La présence de la cible diélectrique pourrait augmenter l'intensité de ce canal, il en résulterait une zone beaucoup plus conductrice en début de propagation, suivie d'une zone normale.

L'étude de l'interaction du JPEP d'hélium avec la cible diélectrique a montré une augmentation de l'intensité intégrée du front d'ionisation dans les instants précédents le contact, suivi d'une chute brutale de l'intensité après le contact. Pour le jet plasma de néon, ces phases ne sont pas clairement identifiées (figure 4-10). Nous notons une augmentation de l'intensité au moment du contact lorsque la cible est à 10 et 15 mm de la sortie de la source plasma. Cependant, contrairement au JPEP d'hélium, la chute d'intensité après l'instant de contact est progressive.

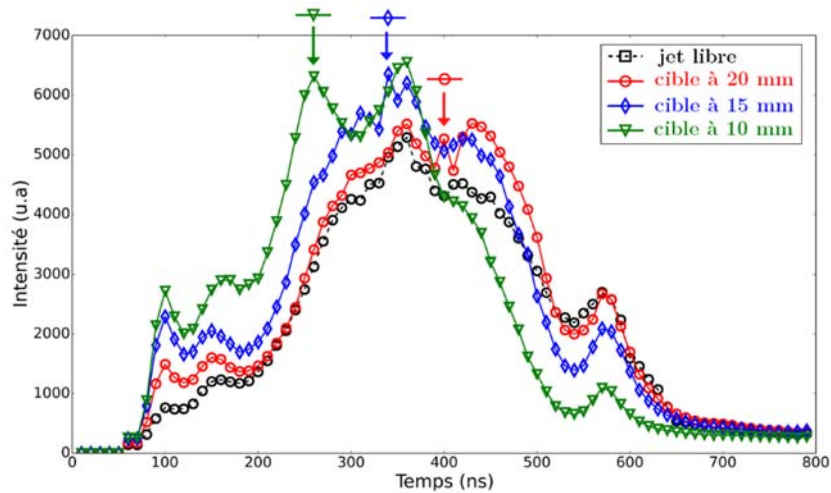


Figure 4-10. Evolutions temporelles de l'intensité intégrée du JPEP au cours de la propagation de l'onde d'ionisation en jet libre et en présence de la cible diélectrique aux 3 distances (10, 15 et 20 mm). Les flèches indiquent pour chaque courbe, l'instant de contact de l'onde d'ionisation avec la surface de la cible diélectrique (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

1.2.1.2. Interaction JPEN – cible diélectrique

L'interaction du JPEN de néon avec la cible diélectrique (figure 4-11) est similaire à celle du JPEN d'hélium. A l'issue de la propagation axiale de l'onde d'ionisation qui prend fin à 290 ns, nous observons une propagation radiale de l'onde d'ionisation sur la surface de la cible diélectrique. Durant la phase de propagation radiale, le maximum d'intensité reste localisé au sein du canal d'ionisation et non sur la surface de la cible diélectrique. Ce phénomène masque la propagation radiale du canal d'ionisation sur la surface diélectrique. Néanmoins, la vue élargie au niveau de l'interface jet plasma - cible diélectrique (figure 4-12) permet d'observer la propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible diélectrique.

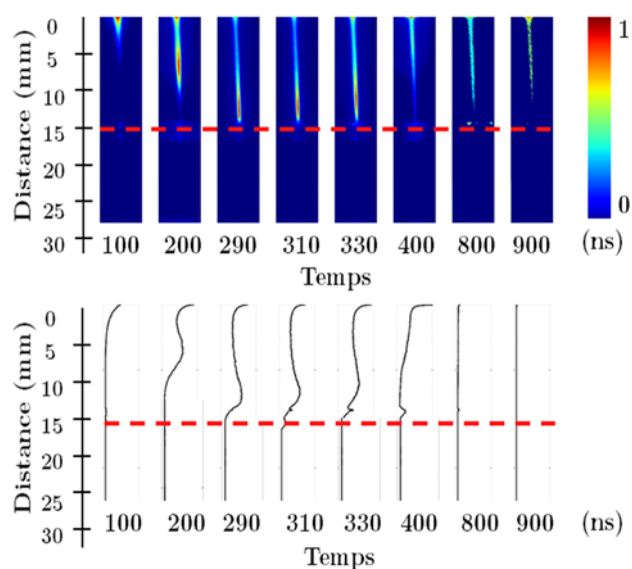


Figure 4-11. Images de la propagation du JPEN en présence de la cible diélectrique (10^4 accumulations, néon à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La cible est positionnée à 15 mm de la sortie de la source plasma. La ligne en pointillée indique la position de la cible.

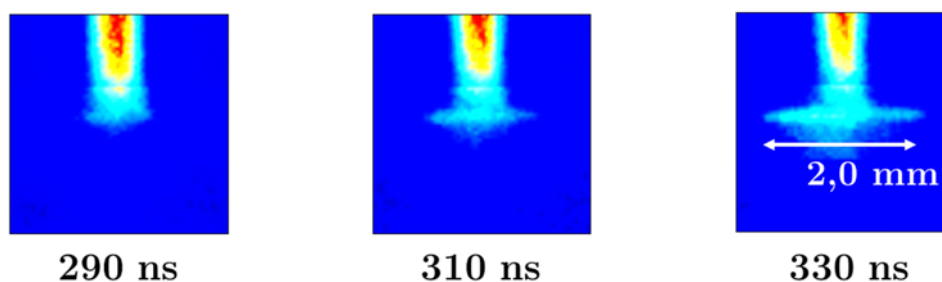


Figure 4-12. Vue élargie de la propagation du JPEN en présence de la cible diélectrique à 15 mm (néon à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

1.2.2. Cible conductrice

1.2.2.1. Interaction JPEP – cible conductrice

La figure 4-13 montre la dynamique du JPEP avec une cible conductrice à 15 mm de la sortie de la source plasma. Durant la propagation du front d'ionisation, ce dernier apparaît plus étendu et ressemble davantage à un canal ionisé. Ce phénomène indique une modification de la distribution du champ électrique au niveau du front d'ionisation sous l'effet de la présence de la cible conductrice. Le contact entre le front d'ionisation et la cible conductrice intervient à 240 ns. De même que pour le jet plasma d'hélium, il ne se produit pas de propagation radiale du front d'ionisation. Les profils d'intensité montrent que l'intensité du front d'ionisation qui est maximale à l'instant du contact de ce dernier avec la cible conductrice chute brutalement les instants suivants. Après le contact du front d'ionisation avec la cible, nous observons la présence d'un canal de 13 mm issu de la sortie de la source plasma.

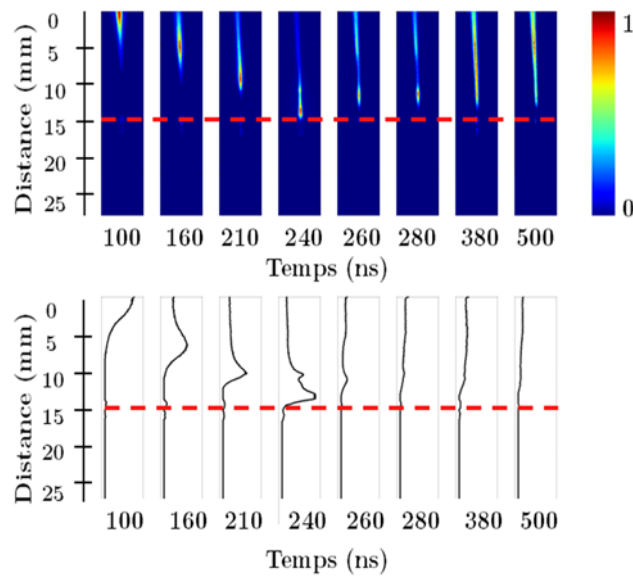


Figure 4-13. Images de la propagation du JPEP en présence de la cible conductrice (10^3 accumulations, néon à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La cible est positionnée à 15 mm de la sortie de la source plasma. La ligne en pointillée indique la position de la cible.

La propagation radiale du front d'ionisation sur la surface d'une cible (principalement diélectrique, $\epsilon_r = 10$) est attribuée d'une part à l'accumulation des charges sur la surface de la cible et d'autre part à la présence d'un champ électrique latéral qui entretient la propagation du front d'ionisation sur la surface de la cible. Ces deux phénomènes ne se produisent quasiment pas lorsque le jet plasma interagit avec une cible conductrice (Norberg et al., (2015)). Cela explique l'absence d'étalement du plasma sur la surface de la cible conductrice observée sur les figures 4-1(b) et 4-13.

Les profils des vitesses du front d'ionisation en jet libre et avec la cible conductrice sont présentés sur la figure 4-14. La propagation du front d'ionisation se fait 30, 40 et 50 ns avant celle du jet libre, lorsque la cible se trouve respectivement à 20, 15 et 10 mm de la sortie de la source plasma. A partir des travaux de Zaplotnik et al., (2016), nous supposons que la cible conductrice agit comme une troisième électrode et qu'il existe une distance critique en-dessous de laquelle la présence de cette dernière amorce la décharge et la propagation du front d'ionisation plus tôt qu'en l'absence de cible. Pour le jet plasma d'hélium²⁷, cette distance critique se situerait entre 10 et 15 mm, tandis que pour le jet plasma de néon, cette distance serait supérieure à 20 mm.

²⁷ En présence de la cible conductrice à 10 mm de la sortie de la source plasma, il a été observé pour le jet plasma d'hélium, un amorçage de la décharge et une propagation du front d'ionisation 50 ns en avance comparé au cas du jet libre.

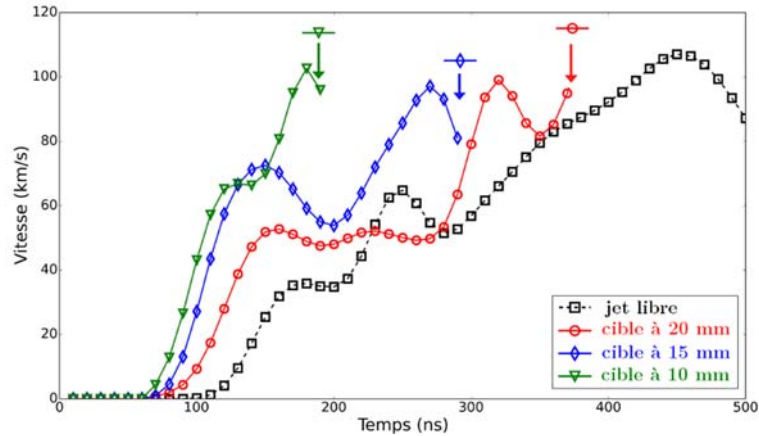


Figure 4-14. Evolution temporelle de la vitesse du JPEP au cours de la propagation de l'onde d'ionisation en jet libre et en présence de la cible conductrice aux 3 distances (10, 15 et 20 mm). Les flèches indiquent pour chaque courbe, l'instant de contact de l'onde d'ionisation avec la surface de la cible conductrice (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Pour toutes les distances évaluées, nous observons que la vitesse du front d'ionisation augmente dans un premier temps, puis diminue au voisinage de la surface de la cible conductrice. Un résultat similaire a été décrit dans les travaux de [Yoon et al., \(2017\)](#) portant sur l'interaction d'un jet plasma d'hélium avec des surfaces liquides.

Les profils d'intensité intégrée (figure 4-15) montrent une nette augmentation de l'intensité du front d'ionisation au moment du contact avec la cible conductrice, suivie d'une chute de l'intensité après l'instant de contact. Ce phénomène a également été observé au cours de l'interaction du jet plasma d'hélium autant avec les deux cibles.

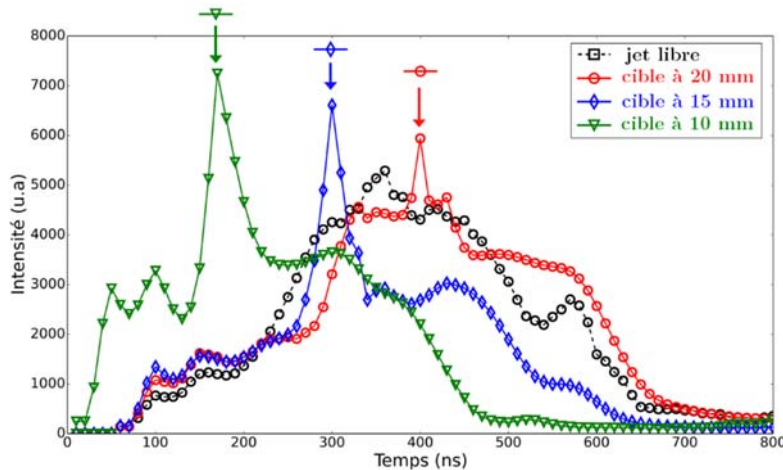


Figure 4-15. Evolution temporelle de l'intensité intégrée du JPEP au cours de la propagation de l'onde d'ionisation en jet libre et en présence de la cible conductrice aux 3 distances (10, 15 et 20 mm). Les flèches indiquent pour chaque courbe, l'instant de contact de l'onde d'ionisation avec la surface de la cible conductrice (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Dans leurs travaux numériques sur l'interaction d'un jet plasma d'hélium et d'une cible diélectrique [Hasan et Bradley, \(2015\)](#) et [Wang et al., \(2016\)](#) mentionnent la présence d'un champ électrique renforcé lors du contact du front d'ionisation avec la cible, suivie de l'apparition d'un champ électrique induit affaiblissant le champ électrique principale. Il peut être envisagé que ce phénomène se produise autant pour des cibles diélectriques que pour des cibles conductrices. Dans ce cas, les intensités du champ électrique renforcé et du champ électrique induit dépendraient à la fois des conditions expérimentales classiques (gaz, tension, polarité, source plasma) mais aussi de la nature de la cible en interaction avec le jet.

1.2.2.2. Interaction JPEN – cible conductrice

L'interaction du JPEN avec la cible conductrice à 15 mm de la sortie de la source plasma est présentée sur la figure 4-16. Le contact entre l'onde d'ionisation et la cible conductrice intervient 230 ns après le début des acquisitions. Il s'en suit une augmentation de l'intensité du canal d'ionisation de la surface de la cible conductrice en direction de la sortie de la source plasma.

De même que l'interaction JPEN d'hélium – cible conductrice, ce phénomène indique qu'il se produit une contre-propagation d'une onde d'ionisation secondaire de la surface de la cible en direction de la sortie de la source plasma. Ce résultat est en accord avec les travaux numériques de [Norberg et al., \(2015\)](#) et expérimentaux de [Riès, \(2014\)](#) et [Darny et al., \(2017\)](#).

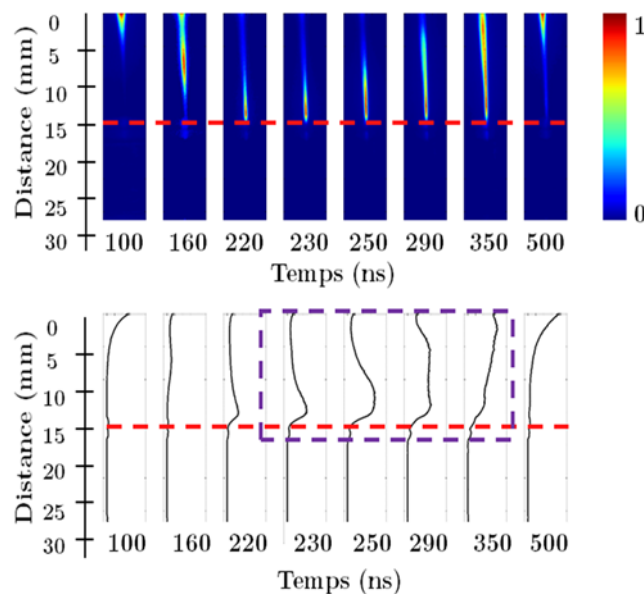


Figure 4-16. Images de la propagation du JPEN en présence de la cible conductrice (10^4 accumulations, néon à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz). La cible est positionnée à 15 mm de la sortie de la source plasma. La ligne en pointillée indique la position de la cible.

La contre-propagation de l'onde d'ionisation peut être attribuée à une inversion de la polarité du champ électrique dans le gap séparant la sortie de la source plasma et la surface de la cible conductrice. Ce phénomène entraînerait pour l'interaction JPEN-cible conductrice, le rappel des électrons de la surface de la cible conductrice en direction de la sortie de la source plasma, initiant ainsi une contre-propagation de l'onde d'ionisation.

Les profils d'intensité intégrée de l'onde d'ionisation du JPEN (figure 4-17) montrent une très nette augmentation de l'intensité intégrée après l'instant de contact du front d'ionisation avec la cible conductrice. Un résultat similaire a été obtenu pour l'interaction du JPEN d'hélium avec la cible conductrice.

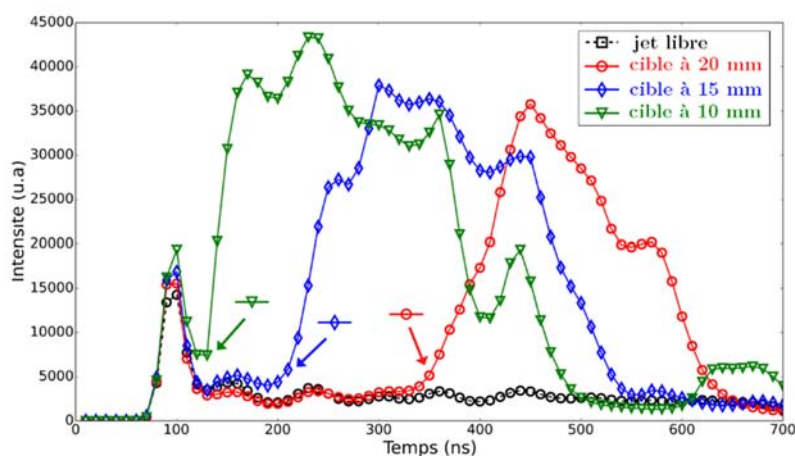


Figure 4-17. Evolutions temporelles de l'intensité intégrée du JPEN au cours de la propagation de l'onde d'ionisation en jet libre et en présence de la cible conductrice aux 3 distances (10, 15 et 20 mm). Les flèches indiquent pour chaque courbe, l'instant de contact de l'onde d'ionisation avec la surface de la cible conductrice (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Cette étude a montré que l'interaction entre le jet plasma et une cible dépend essentiellement de la nature de la cible. Cependant, il a été observé que le gaz précurseur influence certaines caractéristiques telles que la longueur du jet plasma et la vitesse de propagation du front d'ionisation.

2. Etude des espèces réactives du jet plasma

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés aux espèces générées par le jet plasma. Comme dans le chapitre 3, cette étude a permis dans un premier temps d'identifier les émissions des espèces générées par le jet plasma et de tracer la distribution spatiale de certaines espèces. Dans un second temps, le couplage de la caméra ICCD à des filtres interférentiels a permis d'évaluer la contribution des demi-périodes positive et négative du signal de tension sur les émissions des espèces.

2.1. Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles

Le dispositif expérimental (figure 4-18) utilisé pour l'acquisition des spectres optiques du jet de néon est identique à celui décrit à la section I.3.1 du chapitre 3. Dans un premier temps, l'acquisition du spectre optique est réalisée pour le jet libre en positionnant la fibre optique à 14 mm de la sortie de la source plasma (figure 4-18(a)). Dans un second temps, les cibles diélectrique (figure 4-18(b)) et conductrice (figure 4-18(c)) sont placées à 15 mm de la sortie de la source plasma en gardant la position de la fibre optique inchangée. Les acquisitions ainsi réalisées permettent d'évaluer au plus près de sa surface, l'influence de la cible sur les espèces générées par le jet plasma.

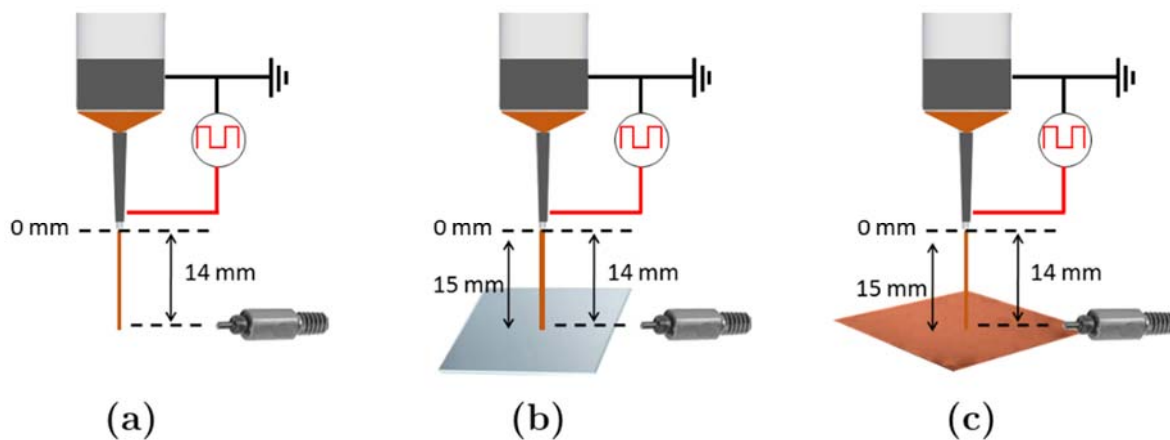


Figure 4-18. Schéma du dispositif expérimental de mesure spectroscopique : -(a) en jet libre, -(b) en présence de la cible diélectrique, -(c) en présence de la cible conductrice.

L'enregistrement du spectre optique de la tranche du jet analysée est réalisé avec un temps d'intégration de 2 s et moyenné sur 3 acquisitions²⁸. Le spectre optique du jet plasma de néon en jet libre (figure 4-19) est dominé par des émissions localisées dans la région allant de 580 à 750 nm. Cette zone spectrale correspond aux émissions du jaune [570 à 590 nm], de l'orange [590 à 620 nm] et du rouge [620 à 750 nm] (Bruno et Svoronos, (2005)). D'où la couleur rouge-orangée du jet plasma observée sur les photographies à la figure 4-1.

²⁸ Ces paramètres (temps d'intégration et nombre d'acquisitions) sont gardés constants durant toute l'étude spectroscopique.

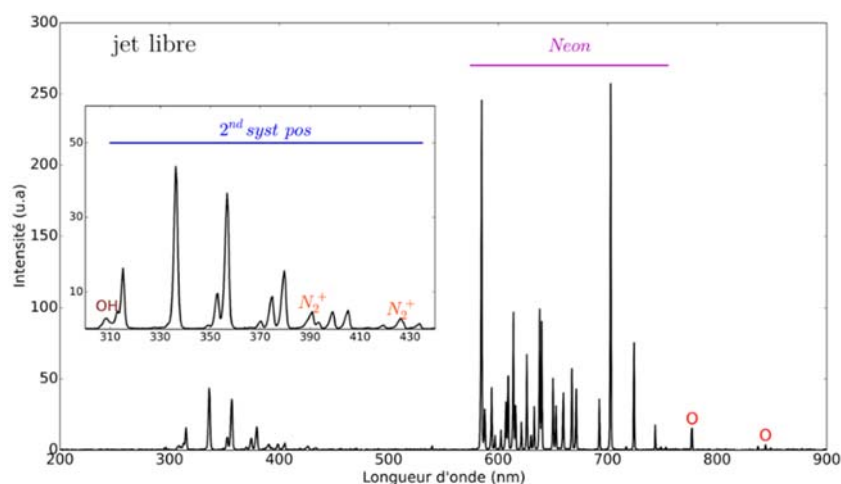


Figure 4-19. Spectre d'émission du jet plasma en jet libre (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Ce spectre est en accord avec ceux présents dans la littérature (Tanişlı et Taşal, (2017), Navrátil et al., (2006)).

Les émissions de Ne résultent de l'excitation par impact électronique des atomes de Ne avec un minimum d'énergie de 16,62 eV. L'identification des émissions des atomes de néon est résumée sur le tableau 4-3.

λ (nm)	Transitions	Niveaux énergétiques (eV)
585	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3p \ ^2[1/2] 0 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3s \ ^2[1/2]^{\circ} 1$	18,97 – 16,85
588	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3p \ ^2[1/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 2$	18,73 – 16,62
594	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3p \ ^2[3/2] 2 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 2$	18,70 – 16,62
597	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3p \ ^2[3/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 2$	18.69 – 16.62
602	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3p \ ^2[1/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 1$	18.73 – 16.67
607	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \ ^2[1/2] 0 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 1$	18.71 – 16.67
609	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \ ^2[3/2] 2 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 1$	18.70 – 16.67
614	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \ ^2[3/2] 2 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 2$	18.63 – 16.62
616	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3p \ ^2[1/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3s \ ^2[1/2]^{\circ} 0$	18.73 – 16.72
621	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \ ^2[3/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 2$	18.61 – 16.62
626	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3p \ ^2[3/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3s \ ^2[1/2]^{\circ} 0$	18.69 – 16.72
630	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \ ^2[3/2] 2 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 1$	18.63 – 16.67
633	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \ ^2[5/2] 2 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 2$	18.58 – 16.62
638	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \ ^2[3/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 1$	18.61 – 16.67
638	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \ ^2[3/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 1$	18.61 – 16.67
640	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \ ^2[5/2] 3 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \ ^2[3/2]^{\circ} 1$	18.56 – 16.62

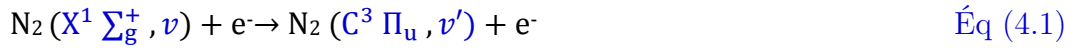
650	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \quad {}^2[5/2] 2 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \quad {}^2[3/2]^{\circ} 1$	18.58 – 16.67
653	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \quad {}^2[3/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3s \quad {}^2[1/2]^{\circ} 0$	18.61 – 16.72
659	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3p \quad {}^2[1/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3s \quad {}^2[1/2]^{\circ} 1$	18.73 – 16.85
667	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3p \quad {}^2[3/2] 2 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3s \quad {}^2[1/2]^{\circ} 1$	18.70 – 16.85
671	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3p \quad {}^2[3/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3s \quad {}^2[1/2]^{\circ} 1$	18.69 – 16.85
692	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \quad {}^2[3/2] 2 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3s \quad {}^2[1/2]^{\circ} 1$	18.64 – 16.85
703	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \quad {}^2[1/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \quad {}^2[3/2]^{\circ} 2$	18.38– 16.61
724	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \quad {}^2[1/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3s \quad {}^2[3/2]^{\circ} 1$	18.38 – 16.67
743	$2p^5 ({}^2P^{\circ}_{3/2}) 3p \quad {}^2[1/2] 1 - 2p^5 ({}^2P^{\circ}_{1/2}) 3s \quad {}^2[1/2]^{\circ} 0$	18.38 – 16.72

Tableau 4-3. Identification des émissions de Ne (Kramida et al., (2015), Saloman, (2004)).

A l’instar du spectre du jet plasma d’hélium, celui du jet de néon présente des émissions identifiées comme provenant des transitions du second système positif (N_2^* (C–B)) et du premier système négatif (N_2^+ (B–X)) de la molécule d’azote. Cependant, contrairement au spectre du jet plasma d’hélium, les émissions de N_2^+ (B–X) apparaissent en très faibles intensités.

Les molécules de N_2^* (C) résultent des processus suivants (Cicala et al., (2009)) :

- Excitation par impact électronique de l’état fondamental ($X^1 \Sigma_g^+$) vers l’état ($C^3 \Pi_u$) avec un minimum d’énergie de 11,1 eV :



- Collision mutuelle des métastables des états ($A^3 \Sigma_u^+$) :



Les émissions radiatives de N_2^* (C–B) se font suivant le processus :



L’identification des émissions de N_2^* (C–B) est résumée dans le tableau 4-4.

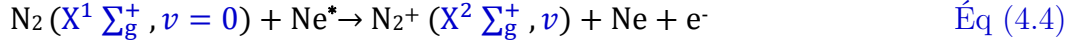
λ (nm)	$v' - v''$	Niveaux énergétiques (eV)	λ (nm)	$v' - v''$	Niveaux énergétiques (eV)
313	2 – 1	11,52 – 7,56	380	0 – 2	11,03 – 7,77
315	1 – 0	11,27 – 7,35	399	1 – 4	11,27 – 8,17
337	0 – 0	11,03 – 7,35	405	0 – 3	11,03 – 7,97
353	1 – 2	11,27 – 7,77	414	3 – 7	11,75 – 8,75
357	0 – 1	11,03 – 7,56	420	2 – 6	11,52 – 8,56
371	2 – 4	11,52 – 8,17	434	0 – 4	11,03 – 8,17
375	1 – 3	11,27 – 7,97			

Tableau 4-4. Identification des émissions de N_2^* (C–B) (Dieke et Heath, (1959), Pearse et Gaydon, (1963), Lofthus and Krupenie, (1977)).

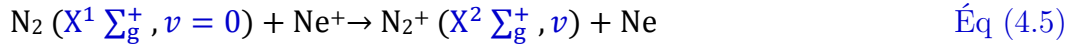
La création des molécules de N_2^+ (B) se déroule en deux étapes (Martus et al., (2006)) :

1^{ère} étape :

- Ionisation Penning de l'état fondamental ($X^1 \Sigma_g^+$) par des métastables de néon avec un minimum d'énergie de 15,6 eV :

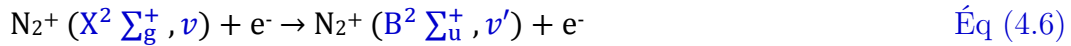


- Transfert de charge :

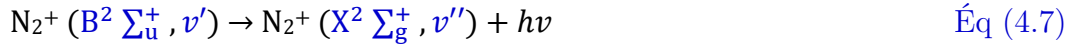


2^{ème} étape :

- Excitation par impact électronique de l'état ($X^2 \Sigma_g^+$) vers l'état ($B^2 \Sigma_u^+$) avec un minimum d'énergie de 3,17 eV :



Les émissions radiatives de N_2^+ (B–X) se font suivant la réaction :



L'identification des émissions de N_2^+ (B–X) est résumée dans le tableau 4-5.

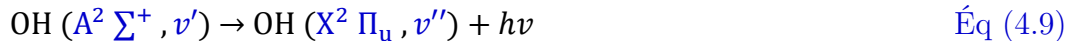
λ (nm)	$v' - v''$	Niveaux énergétiques (eV)
391	0 – 0	18,70 – 15,60
427	0 – 1	18,70 – 15,85

Tableau 4-5. Identification des émissions de N_2^+ (B–X) (Dieke et Heath, (1959), Pearse et Gaydon, (1963), Lofthus and Krupenie, (1977)).

Le spectre du jet plasma de néon présente aussi des émissions identifiées comme provenant de la molécule hydroxyde (OH) et d'oxygène (O). La molécule de OH est issue de la dissociation par impact électronique de la vapeur d'eau présente dans l'air ambiant avec un minimum d'énergie de 10 eV (Li et al., (2012)).



Les émissions de OH (A–X) observées se font suivant l'équation :



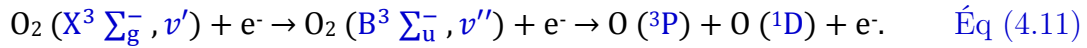
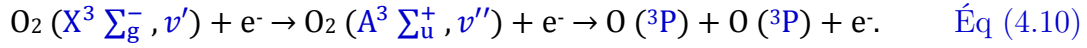
L'identification des émissions de OH (A–X) est résumée dans le tableau 4.6.

λ (nm)	$v' - v''$	niveaux énergétiques (eV)
295	3 – 2	5,50 – 1,36
307	0 – 0	4,47 – 0,46

Tableau 4-6. Identification des émissions de OH (A–X) (Pearse et Gaydon, (1963), Luque et Crosley, (1998)).

Les atomes de O sont issus de la dissociation de la molécule de dioxygène présente dans l'air ambiant suivant les processus (Eliasson et Kogelschatz, (1986), Cosby, (1993), Popov, (2011)) :

- Impact électronique de l'état fondamental ($X^1 \Sigma_g^-$) avec un minimum d'énergie de 5,1 et 7,1 eV respectivement pour les équations (Éq (4.10)) et (Éq (4.11)) :



- Dissociation Penning :



L'identification des émissions des atomes de O est résumée dans le tableau 4-7.

λ (nm)	transitions	niveaux énergétiques (eV)
777	3p ${}^5P_{1,2,3}$ – 3s ${}^5S^{\circ}_2$	10,74 – 9,15
844	3p ${}^3P_{0,1,2}$ – 3s ${}^5S^{\circ}_1$	10,99 – 9,52

Tableau 4-7. Identification des émissions de O (Kramida et al., (2015)).

Les spectres du jet plasma en présence des cibles diélectrique et conductrice sont présentés respectivement sur les figures 4-18 et 4-19. La présence des cibles engendre une augmentation de l'intensité des émissions de l'ensemble des espèces générées par le jet. Comme le montre le tableau 4-8, ce phénomène est plus important pour la cible conductrice comparé à la cible diélectrique et concerne principalement les émissions de Ne (703 nm), OH (307 nm), O (777 nm), N_2^* (337 nm) dont les intensités par rapport au jet libre sont multipliées respectivement par 12.1, 9, 8.7, 5.5.

L'étude spectroscopique de Yamada et al., (2016) sur l'interaction entre des jets plasmas d'hélium et d'argon avec une cible conductrice montre une augmentation des émissions des espèces générées par les jets plasmas à proximité de la surface de la cible. Pour Yamada et al., (2016), ce phénomène pourrait être dû à la présence d'un champ électrique local présent au voisinage de la surface de la cible conductrice. La présence de ce champ local augmenterait la densité des électrons à proximité de la surface de la cible. Il en résulterait une augmentation de la production des espèces générées par impact électronique soit de manière directe (Ne, OH, O, N_2^*) ou soit de manière indirecte (N_2^+).

Par ailleurs, contrairement à l'interaction du jet plasma d'hélium avec la cible conductrice, l'interaction du jet de néon avec cette dernière ne génère pas d'émissions de NO (A–X) et N_2^* (B–A).

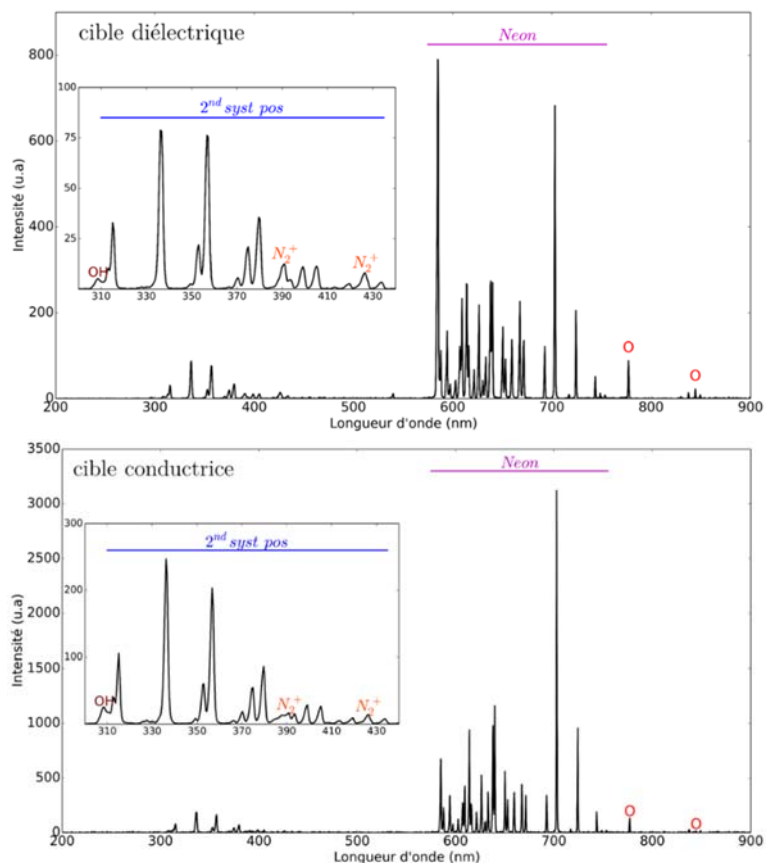


Figure 4-20. Spectre d'émission du jet plasma en présence de la cible diélectrique -(a) et de la cible conductrice -(b) à 15 mm (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

λ (nm)	Transitions	Variations d'intensités	
		Diélectrique	Conducteur
307 (OH)	$A^2 \Sigma^+ - X^2 \Pi_u (0 - 0)$	$\nearrow \times 1,90$	$\nearrow \times 9,00$
337 (N ₂ [*])	$C^3 \Pi_u - B^3 \Pi_g (0 - 0)$	$\nearrow \times 1,80$	$\nearrow \times 5,50$
391 (N ₂ ⁺)	$B^2 \Sigma_u^+ - X^2 \Sigma_g^+ (0 - 0)$	$\nearrow \times 3,03$	$\nearrow \times 3,60$
703 (Ne)	$3p^2[1/2] 1 - 3s^2[3/2]^o 2$	$\nearrow \times 2,70$	$\nearrow \times 12,1$
777 (O)	$3p^5 P_{1,2,3} - 3s^5 S^o_2$	$\nearrow \times 5,80$	$\nearrow \times 8,70$

Tableau 4-8. Variations des intensités des émissions du spectre en présence des cibles.

2.2. Distributions spatiales des espèces générées par le jet

La distribution spatiale des espèces générées par le jet plasma en jet libre est présentée sur la figure 4-21. En raison des faibles valeurs de leurs intensités, les courbes représentant les distributions spatiales des émissions de OH (307 nm) et N_2^+ (391 nm) sont tracées sur un graphique différent de celui de N_2^* (337 nm), Ne (702 nm) et O (777 nm). Deux types de distributions spatiales ont été observés :

- Nous observons que les émissions de OH (307 nm), O (777 nm) et Ne (702 nm) sont maximales à la sortie de la source plasma et diminuent le long du jet plasma. Pour OH (307 nm), O (777 nm), la diminution des intensités des émissions est progressive, tandis que pour les émissions de Ne (702 nm) (gaz précurseur) l'intensité chute brutalement sur les 8 premiers millimètres du jet, puis au-delà de 8 mm, elle diminue progressivement. Une tendance similaire a été observée par [Zaplotnik et al., \(2015\)](#) pour un jet d'hélium. Ces derniers ont constaté que la distribution spatiale des métastables d'hélium le long du jet plasma est caractérisée par une décroissance exponentielle²⁹ de la densité de ces métastables sur les premiers millimètres du jet plasma.

- La seconde tendance est observable pour les intensités de N_2^+ (391 nm) et de N_2^* (337 nm). En effet, les intensités de ces émissions augmentent à la sortie de la source plasma et atteignent leurs maxima d'intensités respectivement à 11 et 5 mm de la sortie de la source plasma.

Ces deux distributions ont aussi été observées au cours de l'étude du jet plasma d'hélium en jet libre³⁰. L'étude spectroscopique d'un jet plasma d'hélium en jet libre de [Chan et al., \(2011\)](#) a montré que la distribution spatiale des émissions de OH (307 nm), O (777 nm) et He (706 nm) présente des similarités avec celle de N_2^+ (391 nm) et N_2^* (337 nm). A la différence que les phases d'augmentations des intensités (de même que la position du maximum d'intensité) des émissions de OH (307 nm), O (777 nm) et He (706 nm) sont localisées à l'intérieur de la source plasma.

²⁹ [Zaplotnik et al., \(2015\)](#) mesure une chute de la densité de métastable de $6,5 \cdot 10^{11}/\text{cm}^3$ à 0,5 mm de la sortie de la source plasma à $1,5 \cdot 10^{11}/\text{cm}^3$ à 2,5 mm de la sortie de la source plasma.

³⁰ Pour le jet plasma d'hélium, la première distribution (diminution de l'intensité des émissions depuis la sortie de la source plasma) a été observée pour OH (307 nm), O (777 nm) et He (706 nm) et la seconde a été observée pour N_2^+ (391 nm) et N_2^* (337 nm).

En faisant un parallèle avec la distribution des émissions du jet plasma de néon, nous pouvons supposer que les distributions spatiales des émissions de OH (307 nm), O (777 nm) et Ne (702 nm) présentent une phase de croissance au cours de laquelle les intensités de ces émissions atteignent leurs maxima, avant de décroître. Ainsi, comme pour le jet plasma d'hélium, la phase d'augmentation des intensités pour ces émissions serait située à l'intérieur de la source plasma.

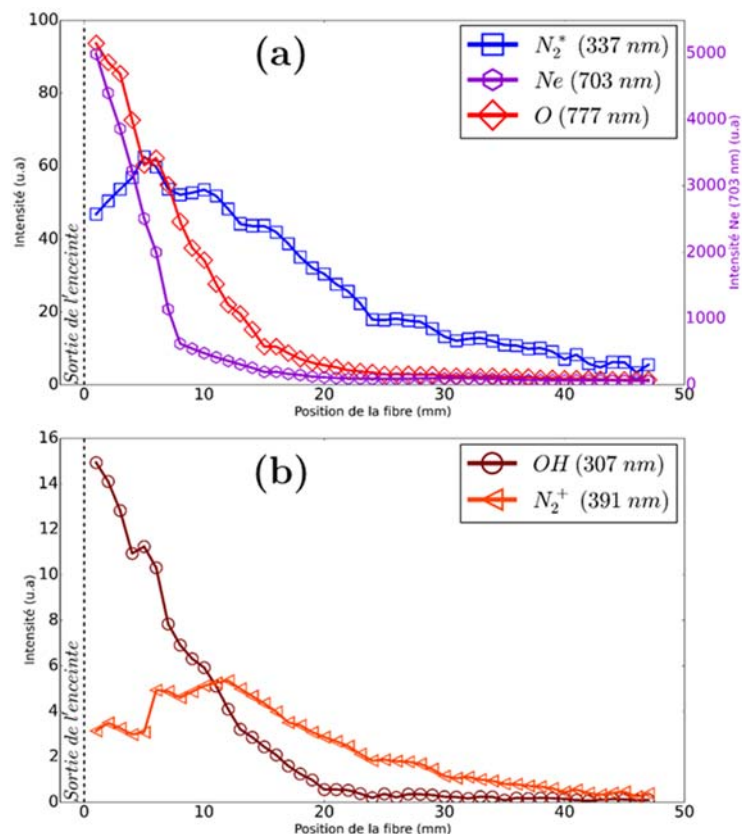


Figure 4-21. Distributions spatiales des émissions des espèces générées par le jet plasma en jet libre (néon à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

La distribution spatiale des espèces en présence de la cible diélectrique à 10, 15 et 20 mm de la sortie de la source plasma est présentée sur la figure 4-22. Globalement, la présence de la cible diélectrique pour les 3 distances évaluées a une faible incidence sur la distribution spatiale des émissions des espèces évaluées, excepté pour la distribution des émissions de N_2^+ (391 nm) et Ne (702 nm). En effet, nous observons que l'intensité des émissions de N_2^+ (391 nm) augmente à proximité de la surface de la cible, tandis que pour Ne (702 nm), ce phénomène se produit à proximité de la source plasma.

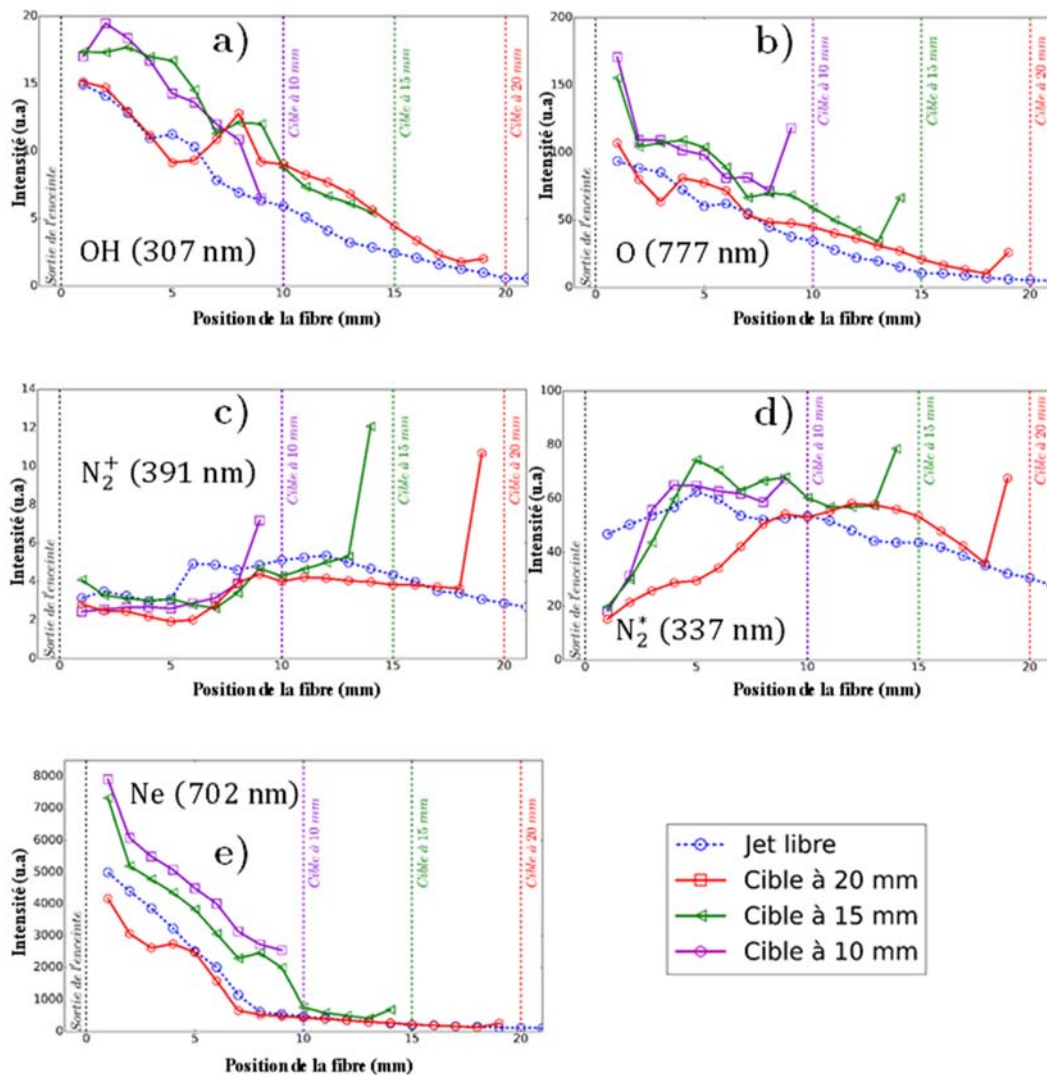


Figure 4-22. Distributions spatiales des émissions des espèces générées par le jet plasma en jet libre et en présence de la cible diélectrique à 10, 15 et 20 mm (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

De par sa présence, la cible conductrice affecte la distribution des espèces du jet plasma étudiées de deux manières (figure 4-23) :

- Pour OH (307 nm), O (777 nm) et Ne (702 nm), la présence de la cible conductrice entraîne une augmentation des émissions de ces espèces à proximité de la sortie de la source plasma. Par ailleurs, réduire la distance entre la sortie de la source plasma et la surface de la cible conduit à accentuer cette augmentation, particulièrement pour les émissions de OH (307 nm) et Ne (702 nm).

- Ce phénomène est inversé pour les émissions de N₂⁺ (391 nm) et N₂^{*} (337 nm) où l'augmentation des émissions se produit plutôt à proximité de la surface de la cible conductrice.

L'augmentation des intensités des émissions des espèces en présence de la cible conductrice peut être attribuée à la combinaison de deux phénomènes :

- La contre-propagation de l'onde d'ionisation secondaire observée lors de l'interaction JPEN – cible conductrice (section I.1.2.2.2).

- La présence d'un champ électrique renforcé dans l'ensemble du gap séparant la sortie de la source plasma avec la surface de la cible et non uniquement à proximité de la surface de la cible comme le suggère Yamada et al., (2016).

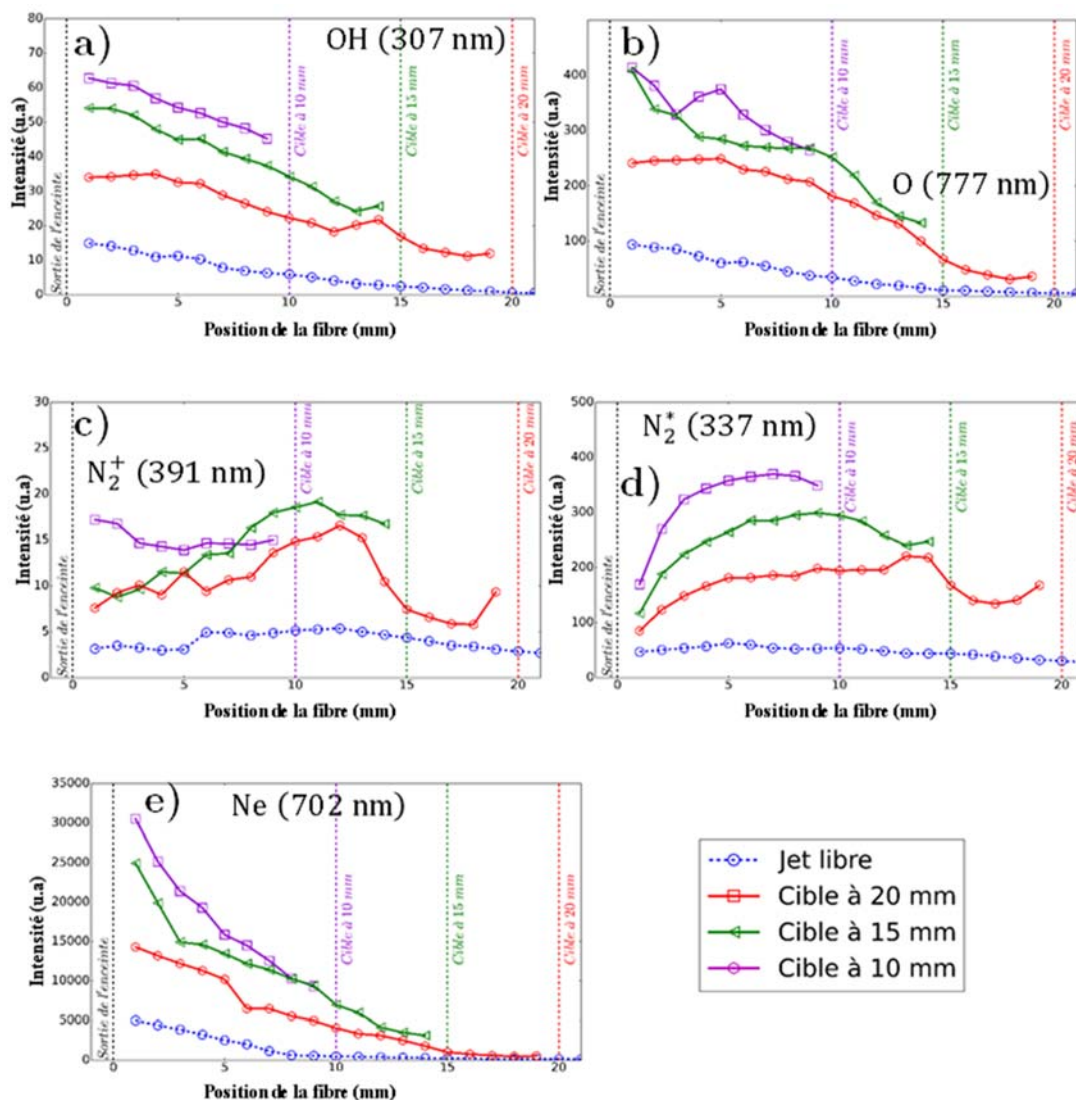


Figure 4-23. Distribution spatiale des émissions des espèces générées par le jet plasma, en jet libre, en présence de la cible conductrice à 10, 15 et 20 mm (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

La contribution des alternances positive et négative du signal de tension sur les espèces réactives générées par le jet plasma a été étudiée. Les résultats de cette étude sont présentés sur la figure 4-24 et résumés dans le tableau 4-9.

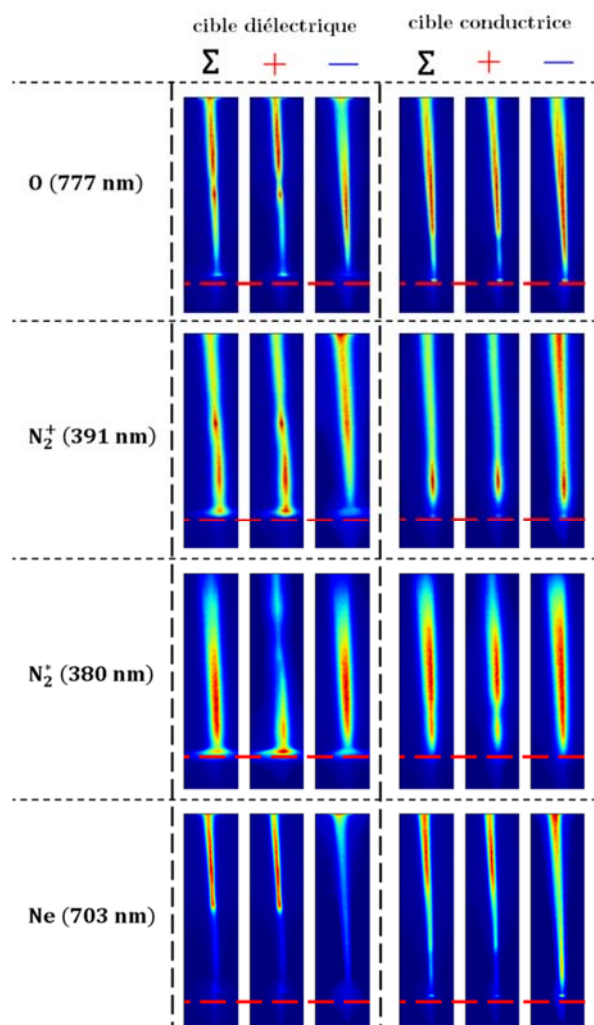


Figure 4-24. Contributions des alternances positive (+) et négative (-) par rapport à l'alternance totale (Σ) sur les émissions des espèces générées par le jet plasma en jet libre, en présence des cibles diélectrique et conductrice à 15 mm, la ligne en pointillée indique la position de la cible (néon à 2 L.min⁻¹, tension impulsionnelle, 2 kV, 20 kHz).

Cible diélectrique

Cible conductrice

Longueur d'onde observée (nm)	Ratio intensité émission (positive/totale)	Ratio intensité émission (négative/totale)	Ratio intensité émission (positive/totale)	Ratio intensité émission (négative/totale)
O (777 nm)	0,61	0,39	0,55	0,45
N ₂ ⁺ (391 nm)	0,71	0,29	0,60	0,40
N ₂ [*] (380 nm)	0,66	0,34	0,32	0,68
Ne (703 nm)	0,76	0,24	0,68	0,32

Tableau 4-9. Contributions des alternances positive et négative du signal de tension sur les espèces générées par le jet plasma. Le ratio d'intensité est calculé à partir de l'intensité intégrée des images présentées.

Pour la cible diélectrique, l'essentiel des émissions provient de l'alternance positive. Ce résultat est similaire pour la cible conductrice sauf pour la contribution négative de N₂^{*} (380 nm) qui est plus importante que l'alternance positive.

II. Alimentation sinusoïdale

Dans cette section, nous nous intéressons aux caractéristiques du jet plasma de néon alimenté par la tension sinusoïdale (tension efficace = 2 kV, fréquence = 20 kHz). En jet libre (figure 4-25(a)), le jet s'étend sur une longueur de 29 mm, soit 11 mm de moins que lorsque la source plasma est alimentée par la tension impulsionnelle. A l'instar des précédentes études, le jet plasma devient intense et étroit lorsqu'il interagit avec une cible conductrice (figure 4-25(c)). A l'inverse, en présence de la cible diélectrique (figure 4-25(b)), nous observons toujours le phénomène d'étalement du jet plasma sur la surface de la cible.

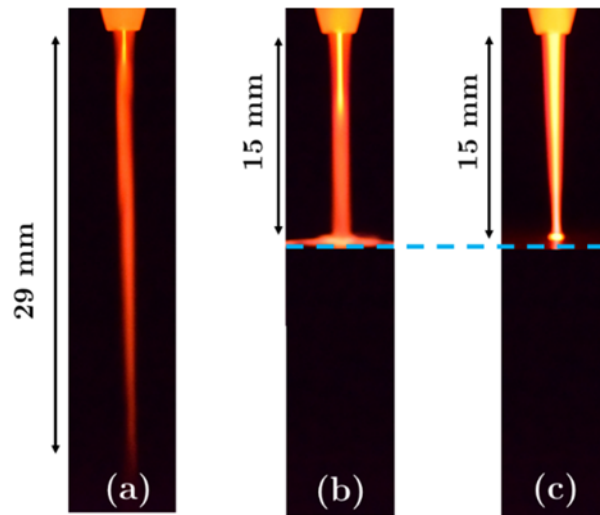


Figure 4-25. Photographies du jet plasma : -(a) sans cible, -(b) en présence d'une cible diélectrique, -(c) en présence d'une cible conductrice. La ligne en pointillée indique la position de la cible (néon à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

1. Etude de la dynamique du jet plasma

1.1. Etude du jet plasma en l'absence de cible (jet libre)

La dynamique du JPEP en l'absence de cible est présentée sur la figure 4-26. Le front d'ionisation parcourt une distance de 19,5 mm en 3 μ s, soit une vitesse moyenne de 6,5 km.s⁻¹. Comme le montre la figure 4-26, la propagation du front d'ionisation coïncide avec une augmentation du signal de courant durant la demi-période positive du signal de tension.

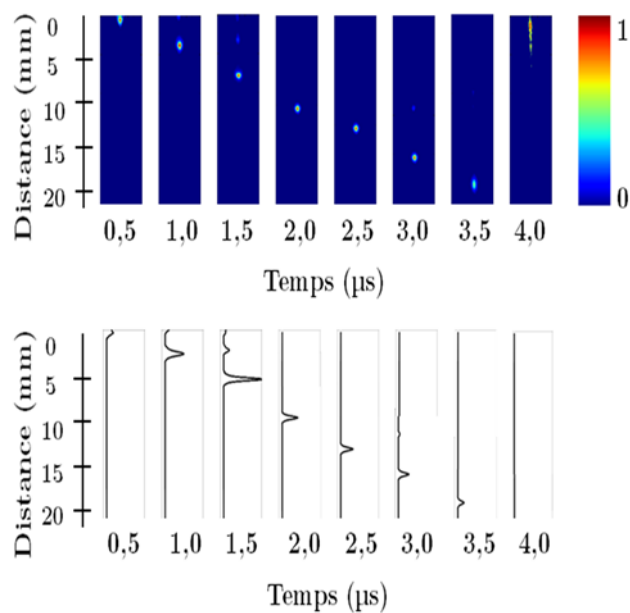


Figure 4-26. Images de la propagation du JPEP en jet libre (8. 10³ accumulations, néon à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

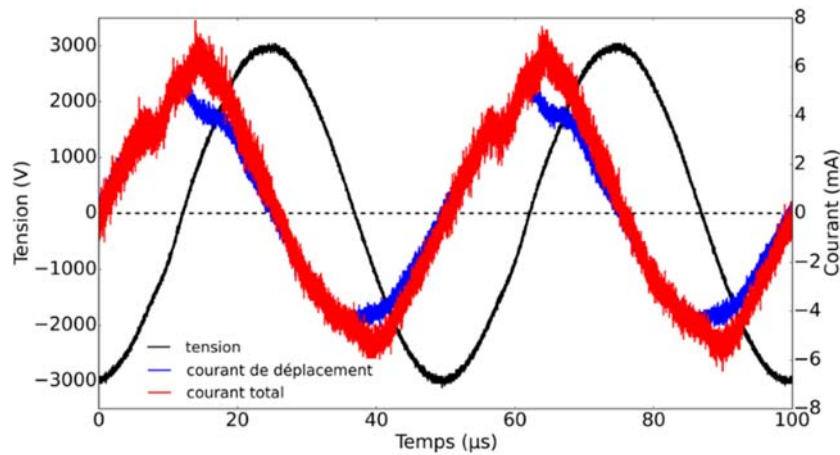


Figure 4-27. Profils des signaux de tension (noir), du courant de déplacement (absence de plasma, bleu) et du courant total (jet libre, rouge), (néon à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

Le profil de la vitesse du front d'ionisation est tracé sur la figure 4-28. De même que l'ensemble des profils de vitesse étudié pour le JPEP, l'évolution temporelle de la vitesse du front d'ionisation présente deux phases :

- Une première phase (phase I) au cours de laquelle, la vitesse augmente et atteint une valeur maximale de 9,6 km.s⁻¹.
- Une seconde phase (phase II) présentant une première portion durant laquelle la vitesse est constante (entre 1100 et 2200 ns) et une seconde portion caractérisée par la diminution progressive de la vitesse jusqu'à l'extinction du front d'ionisation.

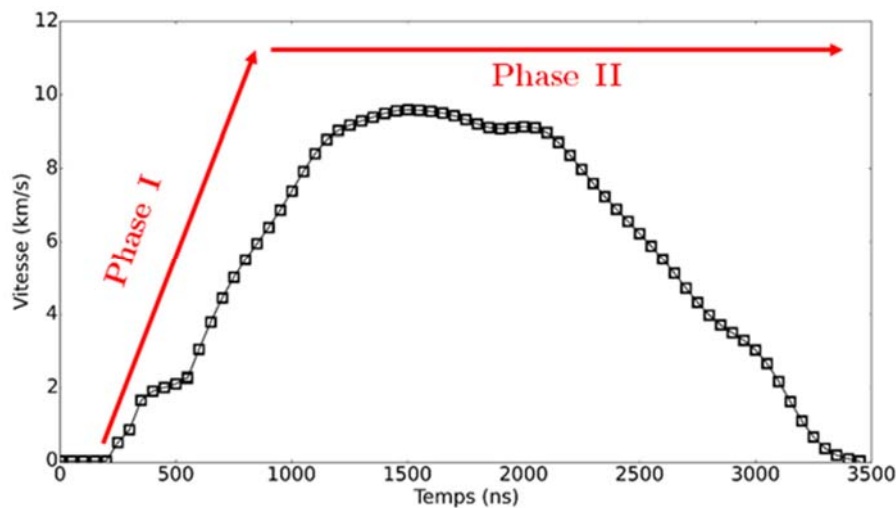


Figure 4-28. Evolution temporelle de la vitesse du JPEP en jet libre (néon à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

La comparaison des caractéristiques des jets plasmas d'hélium et de néon en jet libre, tous les deux sous tension sinusoïdale (tableau 4-10) montre que les distances et les durées de propagation du front d'ionisation du JPEP de néon sont supérieures à celles du JPEP

d'hélium. Cependant, les vitesses moyennes et maximales du front d'ionisation sont sensiblement les mêmes pour les deux gaz³¹.

D'autre part, l'analyse des signaux électriques (figure 4-29) montre que la décharge est amorcée beaucoup plus tôt dans le néon que dans l'hélium. Un décalage de 9 μs a ainsi été mesuré. Des résultats similaires à cette dernière observation ont été relevés par Robert et al., (2015) et Navrátil et al., (2006). Ce phénomène s'explique par le fait que la tension de claquage du néon à pression atmosphérique est plus faible que celle de l'hélium (Navrátil et al., (2006)).

Paramètres	Néon	Hélium
Distance de propagation (mm)	19,5	16
Durée de propagation (ns)	3000	2500
Vitesse moyenne (km.s^{-1})	6,5	6,4
Vitesse maximale (km.s^{-1})	9,6	8,1

Tableau 4-10. Caractéristiques du JPEP en fonction du gaz précurseur pour la tension sinusoïdale.

³¹ Dans le cas du signal de tension impulsionnelle, il a été observé que les vitesses moyenne et maximale du front d'ionisation du néon étaient supérieures à celles de l'hélium. Nous avons fait l'hypothèse à partir des travaux de Boeuf et al., (2013) et Yousfi et al., (2012) que la densité de pré-ionisation des gaz pourrait être à l'origine de ce phénomène.

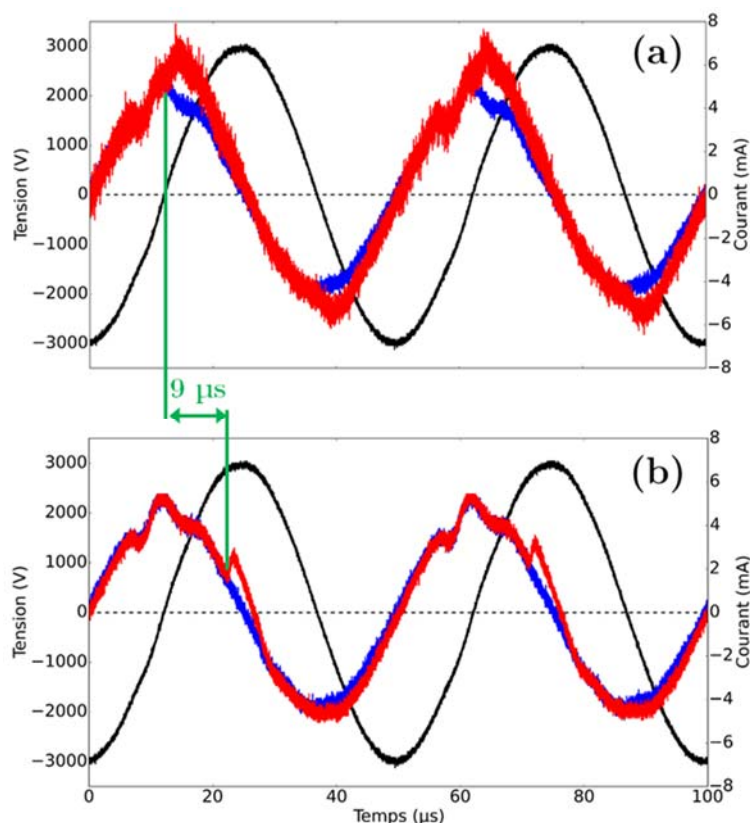


Figure 4-29. Profils du signal de tension (noir), du courant de déplacement (absence de plasma, bleu) et du courant total (jet libre, rouge) des jets plasmas de néon -(a) et d'hélium -(b), (néon/hélium à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

1.2. Etude du jet plasma en présence d'une cible

1.2.1. Interaction JPEP - cible diélectrique

La figure 4-30 montre l'interaction entre le JPEP et une cible diélectrique placée à 15 mm de la sortie de la source plasma. Le contact entre le front d'ionisation et la cible diélectrique intervient 2,3 µs après le début des acquisitions avec la caméra ICCD. Pareillement à l'interaction du JPEP – cible diélectrique sous alimentation impulsionnelle, il se produit une propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible diélectrique.

Les signaux électriques du dispositif expérimental en présence de la cible diélectrique sont présentés sur la figure 4-31. Tout comme dans le cas du jet libre, il se produit une augmentation du signal de courant total à la fois sur les demi-périodes positive et négative du signal de tension.

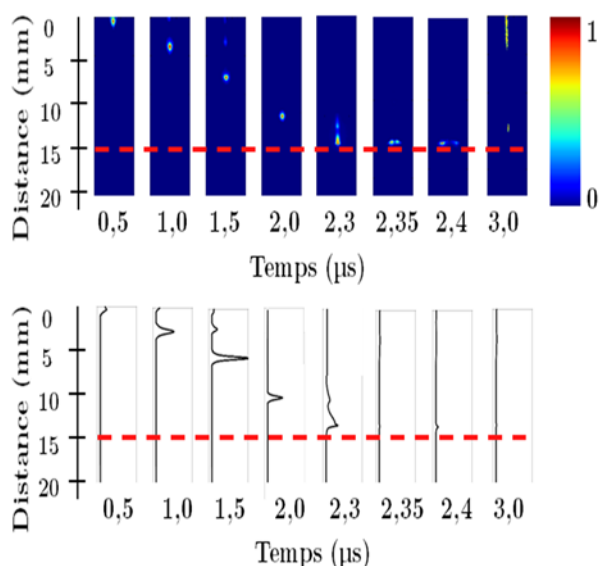


Figure 4-30. Images de la propagation du JEP en présence d'une cible diélectrique à 15 mm ($8 \cdot 10^3$ accumulations, néon à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

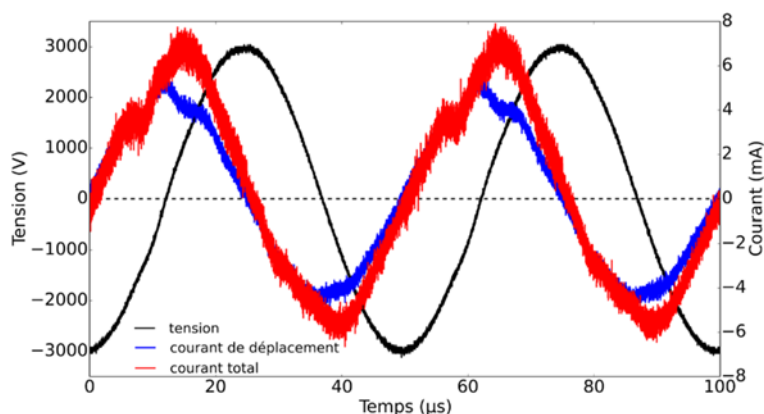


Figure 4-31. Profils du signal de tension (noir), du courant de déplacement (absence de plasma, bleu) et du courant total (jet en présence de la cible diélectrique, rouge), (néon à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

1.2.2. Interaction JEP - cible conductrice

La dynamique du JEP en présence de la cible conductrice (figure 4-32) montre que l'intensité lumineuse de l'onde d'ionisation est maximale à l'instant de contact (1,9 μs). De même que pour les précédentes études sur l'interaction du JEP en présence de la cible conductrice, il ne se produit pas de propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible. De 2 à 3 μs, nous observons la propagation d'un canal d'ionisation depuis la sortie de la source plasma en direction de la surface de la cible. Précisons néanmoins que ce canal n'atteint la cible. D'autre part, comparé aux signaux électriques du jet plasma en jet libre et en présence de la cible diélectrique, l'augmentation du signal de courant total est beaucoup plus prononcée sur les deux alternances du signal de tension (figure 4-33).

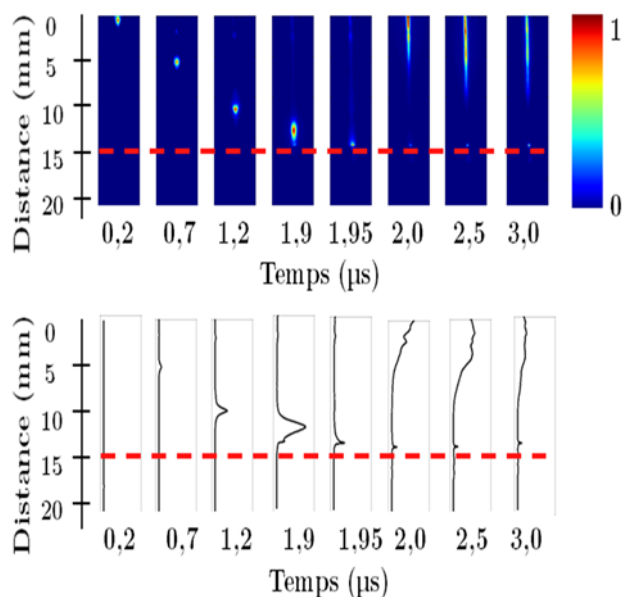


Figure 4-32. Images de la propagation du JPEP en présence d'une cible conductrice à 15 mm, ($8 \cdot 10^3$ accumulations, néon à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

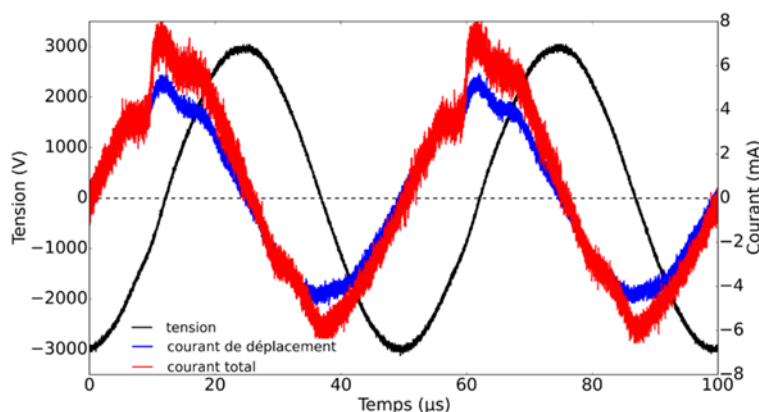


Figure 4-33. Profils du signal de tension (noir), du courant de déplacement (absence de plasma, bleu) et du courant total (jet en présence de la cible conductrice, rouge), (néon à $2 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

2. Etude des espèces réactives du jet plasma

2.1. Spectre d'émission optique du jet plasma au voisinage des cibles

Le spectre du jet plasma en jet libre lorsque la fibre optique est positionnée à 14 mm de la sortie de la source plasma est essentiellement dominé par les émissions des atomes de néon dans les longueurs d'ondes allant de 580 à 750 nm (figure 4-34). Nous distinguons des émissions peu intenses provenant de OH, O, (N_2^* (C-B)) et (N_2^+ (B-X)). Les mécanismes réactionnels de ces espèces sont décrits à la section I.2.1.

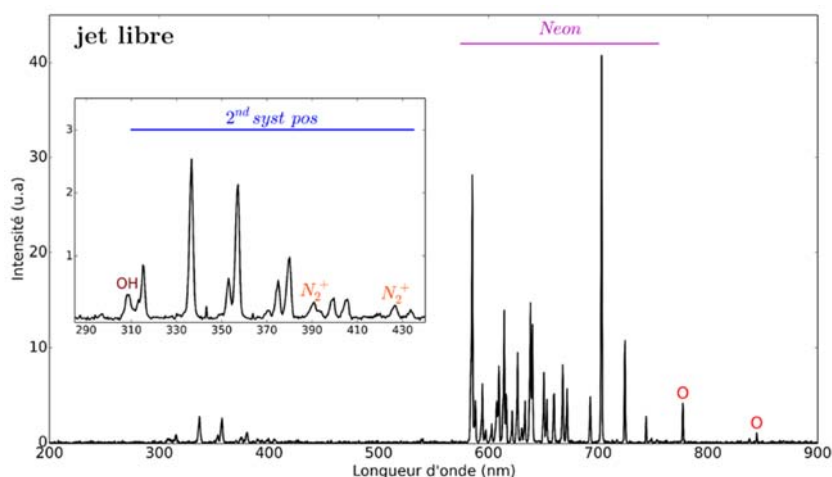


Figure 4-34. Spectre d'émission du jet plasma en jet libre (néon à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

Les cibles diélectrique et conductrice placées à 15 mm de la sortie de la source plasma induisent une variation des intensités des émissions du jet, sans qu'il ne produise d'émissions d'espèces supplémentaires (figure 4-35). Les coefficients de multiplication des intensités par rapport au jet libre sont résumés dans le tableau 4-11. Il est délicat de commenter les coefficients de multiplications de OH et N₂⁺ en raison de leurs très faibles intensités au niveau du spectre du jet libre. Globalement, la cible conductrice augmente de manière significative l'intensité des émissions du jet plasma. Nous attribuons ce phénomène à la présence d'un champ électrique renforcé dans l'ensemble du gap séparant la sortie de la source plasma à la surface de la cible.

λ (nm)	Transitions	Variations d'intensité	
		Diélectrique	Conducteur
308 (OH)	$A^2 \Sigma^+ - X^2 \Pi_u (0 - 0)$	$\nearrow \times 5,82$	$\nearrow \times 38,6$
337 (N ₂ [*])	$C^3 \Pi_u - B^3 \Pi_g (0 - 0)$	$\nearrow \times 5,26$	$\nearrow \times 10,2$
391 (N ₂ ⁺)	$B^2 \Sigma_u^+ - X^2 \Sigma_g^+ (0 - 0)$	$\nearrow \times 7,37$	$\nearrow \times 6,0$
702 (Ne)	$3s \ ^3S_1 - 2p \ ^3P_{0,1,2}$	$\nearrow \times 3,45$	$\nearrow \times 11,1$
777 (O)	$3p \ ^5P_{1,2,3} - 3s \ ^5S_2$	$\nearrow \times 3,91$	$\nearrow \times 9,65$

Tableau 4-11. Variations d'intensités des émissions du spectre en présence des cibles.

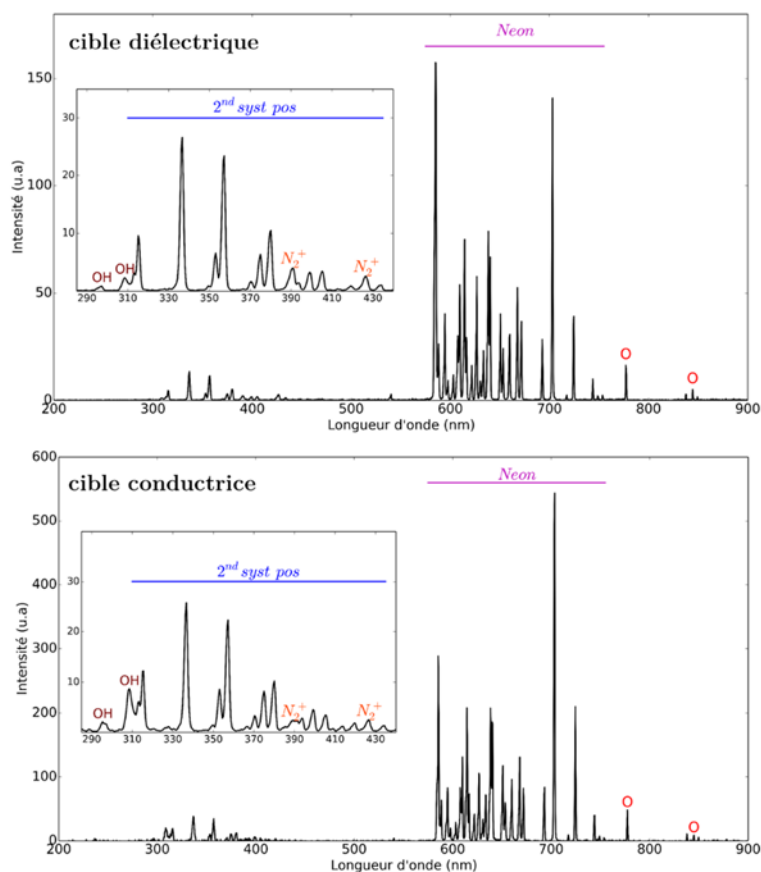


Figure 4-35. Spectres d'émissions du jet plasma en jet présence de la cible diélectrique et conductrice (néon à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

2.2. Distributions spatiales des espèces générées par le jet

Les distributions spatiales des émissions de OH (307 nm), O (777 nm), N₂⁺ (391 nm), N₂^{*} (337 nm) et Ne (702 nm) sont présentées en jet libre et en présence des cibles diélectrique et conductrice sur la figure 4-36. Les résultats obtenus sont similaires à ceux présentés dans les précédentes études. La présence de la cible conductrice modifie la distribution spatiale de l'ensemble des espèces générées par le jet plasma. Pour certaines espèces telles que N₂⁺ (391 nm) et N₂^{*} (337 nm), cette modification se fait au voisinage de la surface de la cible, tandis que pour OH (307 nm), O (777 nm) et Ne (702 nm), la modification d'intensité est plus uniforme. La présence de la cible diélectrique se traduit par une légère augmentation des intensités des espèces générées par le jet plasma, excepté pour les émissions de N₂^{*} (337 nm) où l'augmentation de l'intensité se fait au voisinage de la surface de la cible.

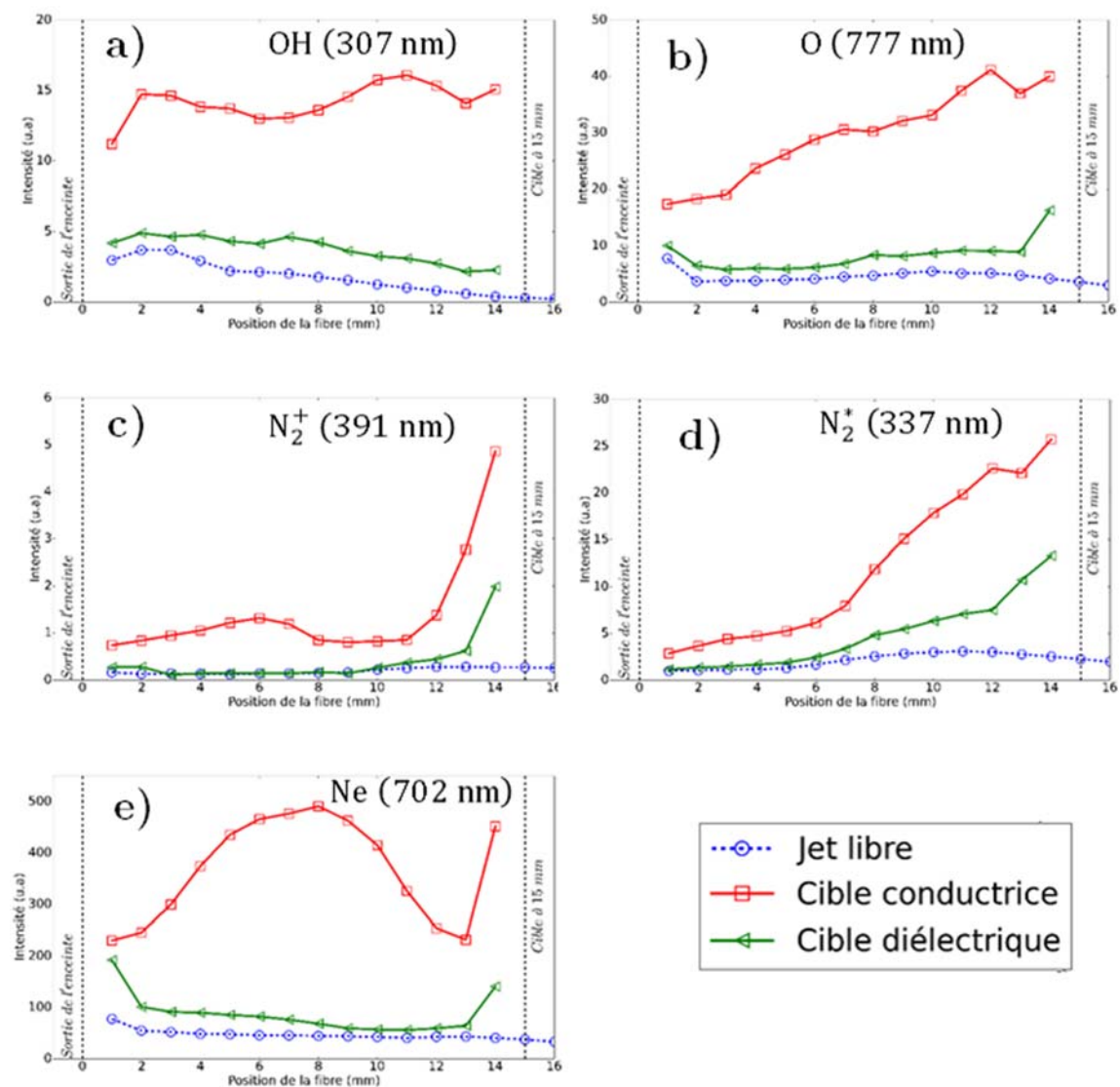


Figure 4-36. Distributions spatiales des émissions des espèces générées par le jet plasma en jet libre et en présence des deux cibles à 15 mm (néon à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

3. Energie dissipée dans le plasma

A partir des signaux électriques présentés à la section II.1, nous déterminons l'évolution temporelle de l'énergie, en absence de plasma (la décharge est alors éteinte), en jet libre, en présence des cibles diélectrique et conductrice durant une période entière du signal de tension. Le résultat de cette étude est représenté sur la figure 4-37 et résumé dans le tableau 4-12. Les valeurs d'énergie du jet plasma d'hélium sont rappelées afin d'effectuer une étude comparative.

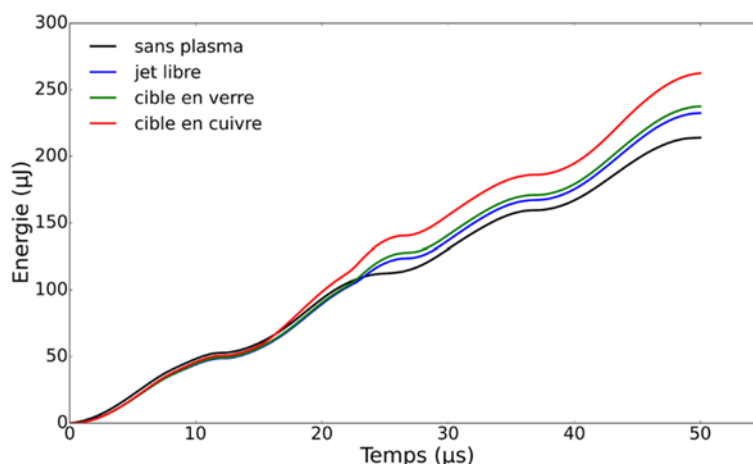


Figure 4-37. Evolutions temporelles de l'énergie en l'absence de plasma (noir), jet libre (bleu), en présence d'une cible diélectrique (vert), en présence d'une cible conductrice (noir), (néon à 2 L.min⁻¹, tension sinusoïdale, 2 kV, 20 kHz).

Conditions	Énergie source plasma (µJ)		Énergie plasma (µJ)	
	Hélium	Néon	Hélium	Néon
Sans plasma	214		-	
Jet libre	232	256	18	42
Cible diélectrique	237	265	23	51
Cible conductrice	262	276	48	62

Tableau 4-12. Energies dissipées dans la source plasma et dans le plasma durant une période entière du signal sinusoïdale sans plasma, en jet libre, en présence des cibles conductrice et diélectrique.

En jet libre, l'énergie dissipée dans le plasma de néon (42 µJ) est supérieure à celle dissipée dans le jet d'hélium (18 µJ). Pour expliquer ce résultat, nous nous basons :

- D'une part, sur les travaux de [Boeuf et al., \(2013\)](#) qui montrent que l'énergie déposée dans la décharge d'un jet plasma d'hélium est essentiellement dissipée par les électrons (70% de l'énergie totale³²).

- D'autre part, sur les travaux de [Kim et Rudd, \(1994\)](#) et de [Wetzel et al., \(1987\)](#) synthétisés par [Navrátil et al., \(2006\)](#) sur la figure 4-38, qui montrent que la section efficace d'ionisation du néon dont l'énergie seuil est inférieure à celle de l'hélium, est également supérieure à celle de l'hélium au-delà de ce seuil.

Ces résultats permettent de supposer que pour des conditions expérimentales identiques, la densité électronique du jet plasma de néon est plus importante que celle du jet d'hélium. L'énergie dans le plasma étant essentiellement dissipée par les électrons ([Boeuf et al., \(2013\)](#)), il est compréhensible que l'énergie mesurée dans le jet de néon soit supérieure à celle du jet d'hélium.

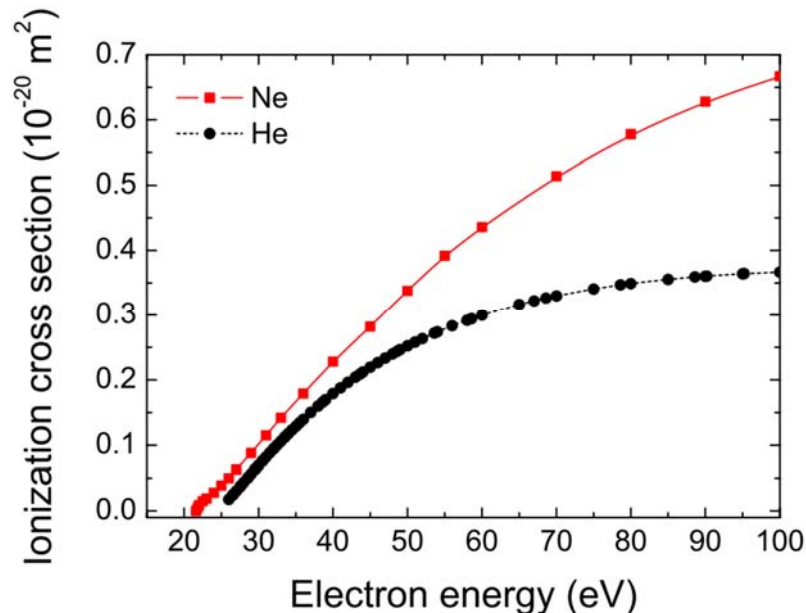


Figure 4-38. Sections efficaces d'ionisation totale du néon et de l'hélium ([Navrátil et al., \(2006\)](#)).

De même que pour le jet plasma d'hélium, la présence des cibles diélectrique et conductrice a pour conséquence d'augmenter la valeur de l'énergie dissipée. Cette augmentation est plus importante d'une part pour la cible conductrice comparée à la cible diélectrique et d'autre part dans le néon comparé à l'hélium.

³² [Boeuf et al., \(2013\)](#) montre que sur une énergie totale de 8 μJ déposée dans la décharge plasma, environ 5,5 μJ sont dissipés par les électrons, soit 69% de l'énergie totale et le reste de l'énergie (2,5 μJ) est dissipé par les ions positifs.

III. Conclusion

Dans cette étude, nous nous sommes penchés sur les propriétés du jet plasma, lorsque le néon est utilisé comme gaz plasmagène. De nombreux points communs ont été observés avec le jet plasma d'hélium. En effet le jet plasma de néon se présente pour la transition positive du signal de tension sous la forme d'un front d'ionisation, tandis que durant la transition négative du signal de tension, il s'agit plutôt d'un canal ionisé continu. De même les résultats de l'interaction du jet avec les cibles ont montré une propagation radiale du front d'ionisation sur la surface de la cible diélectrique et une contre-propagation d'une onde d'ionisation secondaire pour la cible conductrice (polarité négative). Cependant l'étude a montré quelques différences entre les jets d'hélium et de néon, celles-ci peuvent être résumées comme suit :

- L'analyse des émissions optiques du jet plasma de néon a montré que le spectre de ce dernier est dominé par les émissions des atomes de Ne dans les longueurs d'onde allant de 580 à 750 nm. Ces émissions sont à l'origine de la couleur rouge-orangé du jet.

- De même l'interaction du jet de néon avec les cibles a montré une augmentation des intensités des émissions. Cette augmentation est beaucoup plus importante en présence de la cible conductrice que la cible diélectrique. Cependant, contrairement au jet plasma d'hélium, la cible conductrice ne génère pas l'émission d'espèces supplémentaires (NO (A-X)) et N_2^* (B-A)).

- Pour des conditions expérimentales identiques de flux et de tension, le néon génère un jet plasma plus long et une onde d'ionisation plus rapide que l'hélium. A partir de la littérature, nous avons fait l'hypothèse que la densité de pré-ionisation du néon pourrait être supérieure à celle de l'hélium et ainsi expliquer cette observation.

- L'énergie dissipée dans le plasma avec le néon (42 μ J) est plus grande que celle avec de l'hélium (18 μ J). Ce résultat pourrait être dû à la différence entre les densités électroniques des plasmas d'hélium et de néon.

Bibliographie

- Boeuf, J.-P., Yang, L.L., and Pitchford, L.C. (2013). Dynamics of a guided streamer ('plasma bullet') in a helium jet in air at atmospheric pressure. *J. Phys. Appl. Phys.* *46*, 015201.
- Bruno, T.J., and Svoronos, P.D. (2005). CRC Handbook of Fundamental Spectroscopic Correlation Charts. CRC Handb. Fundam. Spectrosc. Correl. Charts.
- Chan, G.C.-Y., Shelley, J.T., Jackson, A.U., Wiley, J.S., Engelhard, C., Cooks, R.G., and Hieftje, G.M. (2011). Spectroscopic plasma diagnostics on a low-temperature plasma probe for ambient mass spectrometry. *J. Anal. At. Spectrom.* *26*, 1434.
- Cicala, G., Tommaso, E.D., Rainò, A.C., Lebedev, Y.A., and Shakhatov, V.A. (2009). Study of positive column of glow discharge in nitrogen by optical emission spectroscopy and numerical simulation. *Plasma Sources Sci. Technol.* *18*, 025032.
- Cosby, P.C. (1993). Electron-impact dissociation of oxygen. *J. Chem. Phys.* *98*, 9560–9569.
- Darny, T., Pouvesle, J.M., Puech, V., Douat, C., Dozias, S., and Robert, E. (2017). Analysis of conductive target influence in plasma jet experiments through helium metastable and electric field measurement. *Plasma Sources Sci. Technol.*
- Dieke, G.H., and Heath, D.F. (1959). The first and second positive bands of N₂ (Baltimore, Md.: Johns Hopkins University, Dept. of Physics).
- Eliasson, B., and Kogelschatz, U. (1986). Electron impact dissociation in oxygen. *J. Phys. B At. Mol. Phys.* *19*, 1241.
- Fujiwara, Y., Sakakita, H., Yamada, H., Yamagishi, Y., Itagaki, H., Kiyama, S., Fujiwara, M., Ikehara, Y., and Kim, J. (2016). Observations of multiple stationary striation phenomena in an atmospheric pressure neon plasma jet. *Jpn. J. Appl. Phys.* *55*, 010301.
- Hasan, M.I., and Bradley, J.W. (2015). Computational model of the interaction of a helium atmospheric-pressure jet with a dielectric surface. *J. Phys. Appl. Phys.* *48*, 435201.
- Kim, Y.-K., and Rudd, M.E. (1994). Binary-encounter-dipole model for electron-impact ionization. *Phys. Rev. A* *50*, 3954–3967.

Kramida, A., Ralchenko, Y., Reader, J., and NIST ASD Team (2015). NIST Atomic Spectra Database.

Li, L., Nikiforov, A., Xiong, Q., Lu, X., Taghizadeh, L., and Leys, C. (2012). Measurement of OH radicals at state X 2 Π in an atmospheric-pressure micro-flow dc plasma with liquid electrodes in He, Ar and N 2 by means of laser-induced fluorescence spectroscopy. *J. Phys. Appl. Phys.* *45*, 125201.

Li, Q., Li, J.-T., Zhu, W.-C., Zhu, X.-M., and Pu, Y.-K. (2009). Effects of gas flow rate on the length of atmospheric pressure nonequilibrium plasma jets. *Appl. Phys. Lett.* *95*, 141502.

Lofthus, A., and Krupenie, P.H. (1977). The spectrum of molecular nitrogen. *J. Phys. Chem. Ref. Data* *6*, 113–307.

Luque, J., and Crosley, D.R. (1998). Transition probabilities in the A 2 Σ^+ –X 2 Π i electronic system of OH. *J. Chem. Phys.* *109*, 439–448.

Martus, K., Masoud, N., and Becker, K. (2006). Collisional and radiative processes in high-pressure Ne/N₂ discharges. *Plasma Sources Sci. Technol.* *15*, S84–S90.

Navrátil, Z., Brandenburg, R., Trunec, D., Brablec, A., St'ahel, P., Wagner, H.-E., and Kopecký, Z. (2006). Comparative study of diffuse barrier discharges in neon and helium. *Plasma Sources Sci. Technol.* *15*, 8–17.

Norberg, S.A., Johnsen, E., and Kushner, M.J. (2015). Helium atmospheric pressure plasma jets touching dielectric and metal surfaces. *J. Appl. Phys.* *118*, 013301.

Pearse, R.W.B., and Gaydon, A.G. (1963). The identification of molecular spectra. Third Edition (John Wiley & Sons).

Popov, N.A. (2011). Fast gas heating in a nitrogen–oxygen discharge plasma: I. Kinetic mechanism. *J. Phys. Appl. Phys.* *44*, 285201.

Riès, D. (2014). Etude d'une décharge hors équilibre à pression atmosphérique pour des applications biomédicales : physique de la décharge, cinétique de la production des espèces réactives lors de l'interaction avec des cellules et des tissus vivants. Orléans.

Robert, E., Darny, T., Dozias, S., Iseni, S., and Pouvesle, J.M. (2015). New insights on the propagation of pulsed atmospheric plasma streams: From single jet to multi jet arrays. *Phys. Plasmas* *22*, 122007.

Saloman, E.B. (2004). Wavelengths, Energy Level Classifications, and Energy Levels for the Spectrum of Neutral Neon. *J. Phys. Chem. Ref. Data* *33*, 1113.

Tanişlı, M., and Taşal, E. (2017). Effect of Atmospheric-Pressure Plasma Jet of Neon on 7-Acetoxy-6-(2,3-Dibromopropyl)-4,8-Dimethylcoumarin Molecule. *J. Phys. Soc. Jpn.* *86*, 064502.

Wang, L., Zheng, Y., and Jia, S. (2016). Numerical study of the interaction of a helium atmospheric pressure plasma jet with a dielectric material. *Phys. Plasmas* *23*, 103504.

Wetzel, R.C., Baiocchi, F.A., Hayes, T.R., and Freund, R.S. (1987). Absolute cross sections for electron-impact ionization of the rare-gas atoms by the fast-neutral-beam method. *Phys. Rev. A* *35*, 559–577.

Yamada, H., Sakakita, H., Kato, S., Kim, J., Kiyama, S., Fujiwara, M., Hirotoimo Itagaki, Okazaki, T., Ikehara, S., Nakanishi, H., et al. (2016). Spectroscopy of reactive species produced by low-energy atmospheric-pressure plasma on conductive target material surface. *J. Phys. Appl. Phys.* *49*, 394001.

Yan, W., and Economou, D.J. (2016). Simulation of a non-equilibrium helium plasma bullet emerging into oxygen at high pressure (250–760 Torr) and interacting with a substrate. *J. Appl. Phys.* *120*, 123304.

Yousfi, M., Eichwald, O., Merbahi, N., and Jomaa, N. (2012). Analysis of ionization wave dynamics in low-temperature plasma jets from fluid modeling supported by experimental investigations. *Plasma Sources Sci. Technol.* *21*, 045003.

Zaplotnik, R., Biščan, M., Krstulović, N., Popović, D., and Milošević, S. (2015). Cavity ring-down spectroscopy for atmospheric pressure plasma jet analysis. *Plasma Sources Sci. Technol.* *24*, 054004.

Chapitre 5 - EFFICACITE BIOCIDES DES JETS PLASMAS

Sommaire

I. Effet biocide des jets plasmas.....	164
1. Introduction sur le monde « invisible » des bactéries.....	164
2. Les sources plasmas pour la décontamination bactérienne	168
II. Matériels et méthodes	171
1. Souches bactériennes et techniques de culture.....	171
1.1. Souches bactériennes utilisées.....	171
1.2. Milieux et conditions de culture	171
2. Caractérisation de la distribution spatiale de l'effet biocide du jet.....	172
2.1. Évaluation de la zone d'inactivation générée par le jet.....	172
2.2. Évaluation de la distribution spatiale des espèces réactives générées par le jet plasma.....	173
3. Évaluation de l'efficacité sporicide du jet.....	174
3.1. De l'inoculation de la cible à la récupération des spores	174
3.2. Modélisation mathématique des cinétiques de survie.....	175
4. Caractérisation des modifications morphologiques produites par l'exposition au jet plasma par microscopie électronique à balayage.....	178
4.1. Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB)	178
4.2. Préparation des échantillons.....	179
III. Résultats et discussions	180
1. Influence de la nature de la cible traitée sur la distribution spatiale de l'effet biocide du jet plasma	180
2. Influence de la nature de la cible traitée sur la distribution spatiale des espèces réactives	183
3. Influence de la nature de la cible traitée sur l'efficacité sporicide du jet plasma	185
4. Influence de la nature de la cible traitée sur la morphologie des spores.....	188
IV. Conclusion.....	191
Bibliographie.....	191

L'aptitude des plasmas froids à inactiver des micro-organismes a incité de nombreux groupes de recherches à évaluer les plasmas comme possible alternative aux outils classiques de décontamination (oxyde d'éthylène, autoclave, etc.). Dans la plupart des études évaluant l'effet biocide des plasmas, les auteurs se sont focalisés sur les paramètres de la source plasma (type de source, gaz plasmagène ou alimentation électrique), le type de micro-organisme et le temps de traitement. Cependant, peu d'études se sont intéressées à des paramètres tout aussi importants comme la distance de traitement et la nature du support traité. L'objectif de ce chapitre est de discuter de l'influence de ces deux paramètres sur l'efficacité biocide des jets plasmas.

I. Effet biocide des plasmas

1. Introduction sur le monde « invisible » des bactéries

La bactériologie est la branche de la microbiologie qui s'intéresse à l'identification, la classification et la caractérisation des bactéries. Cette discipline née dans le milieu du XIX^{ème} siècle sous l'impulsion des travaux de Louis Pasteur³³ (1822-1895) et de Robert Koch³⁴ (1843-1910) est à l'origine de nombreuses avancées dans le domaine médical (décontamination, stérilisation, asepsie, etc.) et de l'agro-alimentaire (pasteurisation et fermentation contrôlée).

Les bactéries sont des organismes vivants de petites tailles (de 0,5 à une dizaine de μm) observables généralement à l'aide d'un microscope. Présents dans tous les milieux naturels (terrestres, aquatiques et aériens), sur la peau ou dans certains organes de l'homme et des animaux, ces micro-organismes contribuent à notre bien-être et participent au bon fonctionnement de notre écosystème (Dedet, (2007)) :

- La microflore bactérienne intestinale contribue au processus de digestion par absorption des nutriments et joue un rôle important dans la synthèse de certaines vitamines (B12, K).

³³ Chimiste de formation, Louis Pasteur révolutionna la médecine en établissant les bases de la théorie microbienne des maladies infectieuses et en mettant au point la première vaccination antirabique.

³⁴ Robert Koch fut le premier à mettre en évidence la nature pathogène des bactéries lorsqu'il démontra que les *Bacillus anthracis* étaient responsables de l'anthrax (maladie du charbon). Par ailleurs, sa méthode de culture sur milieu solide (gélose + agar) permit d'isoler et de cultiver la majorité des bactéries pathogènes.

- La domestication des bactéries permet d'effectuer des fermentations contrôlées de certains produits alimentaires (yaourt et fromage).

- De récentes études en génétique ont montré que certaines bactéries ayant reçu des gènes humains étaient par la suite capables de fabriquer des protéines utiles en médecine, telles que l'insuline, l'interféron ou des anticorps monoclonaux (Hess et al., (1990), Baeshen et al., (2014), Spadiut et al., (2014)).

Toutefois, ces micro-organismes indispensables à l'être humain peuvent être à l'origine de nombreuses épidémies ou servir à la confection d'armes biologiques :

- En se basant sur les travaux de Ali et al., (2015), l'OMS estime entre 21.000 et 143.000, le nombre de décès par an provoqués par la bactérie *Vibrio cholerae*, responsable de la maladie du choléra.

- La tuberculose, maladie extrêmement contagieuse véhiculée par la bactérie *Mycobacterium tuberculosis* a affecté environ 10,4 millions de personnes dans le monde en 2016³⁵.

- Les premiers essais de la « bombe N1 » contenant des spores de *Bacillus anthracis* sur l'île de Gruinard (Écosse) rendirent cette île inhabitable pendant plus de cinquante ans (Dedet, (2007)).

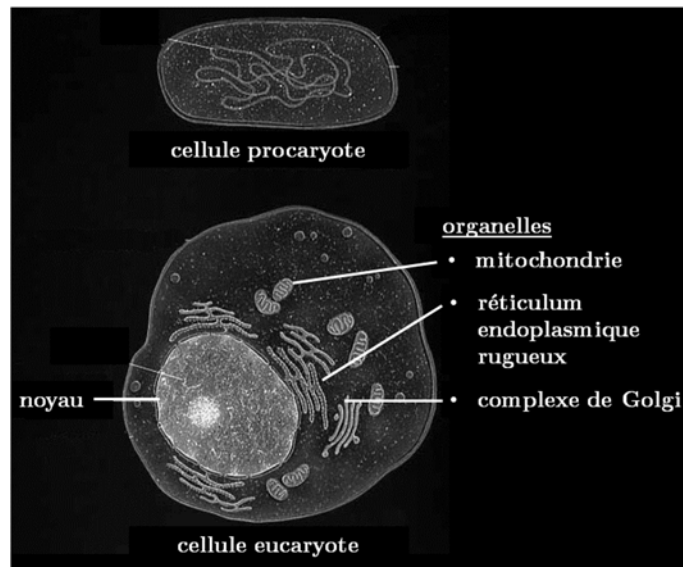


Figure 5-1. Cellules procaryote et eucaryote (modifié à partir de [www.fossilmuseum.net/Paleobiology/Paleobiologysegues/ Cells.htm](http://www.fossilmuseum.net/Paleobiology/Paleobiologysegues/Cells.htm)).

³⁵ Rapport de l'OMS sur la lutte contre la tuberculose dans le monde.

I. Effet biocide des plasmas

Les bactéries, cellules procaryotes se distinguent des cellules eucaryotes (figure 5-1) par l'absence de noyau et d'autres structures membranaires (organelles). Les bactéries peuvent être divisées en deux groupes suivant les propriétés physiques et chimiques de leurs membranes cellulaires, mises en évidence au moyen de la coloration de Gram (figure 5-2) (Rodríguez-Chueca et al., (2015)) :

- Les bactéries à Gram négative (Gram -), caractérisées par une membrane plasmique, une fine couche de Peptidoglycane et une membrane externe.

- Les bactéries à Gram positive (Gram +) dont la couche de peptidoglycane³⁶ est beaucoup plus épaisse, se distinguent des bactéries à Gram - par une absence de membrane externe (Black, (2012)).

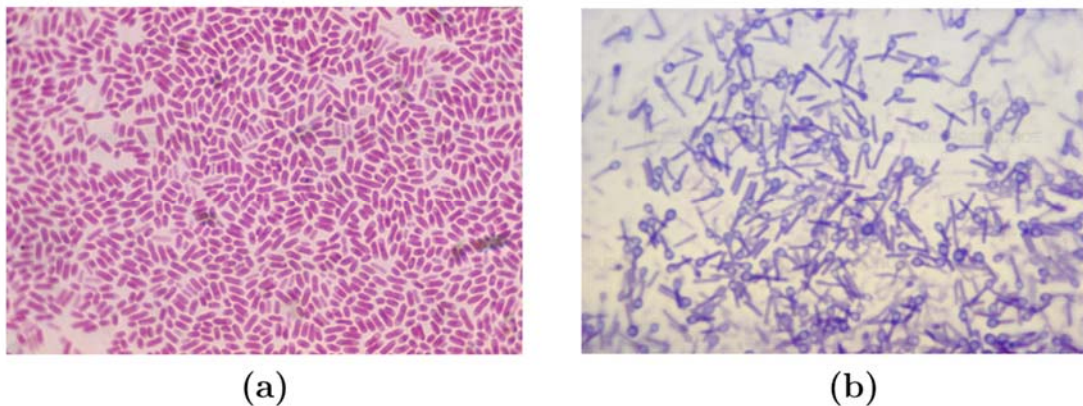


Figure 5-2. Images de microscopie optique de bactéries : -(a) à Gram négative *Escherichia coli* (Martin M. Rotket / Science source), -(b) à Gram positive *Clostridium tetani* (Biophoto Associates / Science source).

Lorsque certaines bactéries se trouvent dans des conditions défavorables (température élevée ou épuisements d'éléments nutritifs), une structure extrêmement résistante appelée endospore (figure 5-3) se forme à l'intérieur du cytoplasme de la cellule. La bactérie évolue ainsi de sa forme végétative vers sa forme sporulée. Ce mécanisme de survie (sporulation) permet à la bactérie³⁷ de rester dans un état de vie ralentie, en attendant que son environnement redevienne favorable à sa croissance (Black, (2012)).

³⁶ Le peptidoglycane est le composant le plus important de la paroi bactérienne. Pour les bactéries à Gram +, il mesure entre 20 et 80 nm, tandis que pour les bactéries à Gram -, il est évalué en moyenne à 2 nm.

³⁷ Les souches bactériennes pouvant sporuler appartiennent généralement à la famille des *Bacillus* et *Clostridium*.

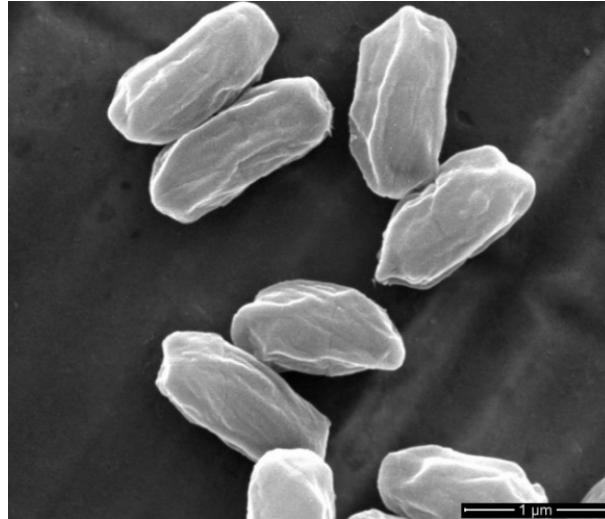


Figure 5-3. Observation en microscopie électronique à balayage de spores de *Bacillus atropheus*.

Les spores bactériennes ont une structure multicouche (figure 5-4). Les caractéristiques des différentes couches pour des spores de type *Bacillus* sont résumées dans les paragraphes suivants (Sella et al., (2014)) :

- Le **manteau**, couche la plus externe de la spore, est composé essentiellement de protéines. En effet, 50 à 80% de la totalité des protéines contenues dans une spore sont localisées dans le manteau. Selon Nicholson et al., (2000) et Young et Setlow, (2004), le manteau intervient dans les mécanismes de résistance des spores contre de nombreuses espèces chimiques oxydantes telles que le peroxyde d'hydrogène (H_2O_2) et l'ozone (O_3).

- La **membrane externe** est la couche qui enveloppe le cortex. Elle est essentielle à la formation de la spore, mais n'interviendrait pas dans son mécanisme de résistance contre les agents chimiques (Nicholson et al., (2000)).

- Le **cortex** est constitué de peptidoglycane globalement similaire à celui des bactéries sous formes végétatives³⁸.

- Composée de lipides et caractérisée par une faible perméabilité aux molécules de petites tailles, la **membrane interne** protège le noyau de la spore contre les dommages chimiques de l'ADN (Setlow, (2006)).

- Situé au centre de la spore et élément vital de la spore, le **noyau** contient l'ADN, l'ARN et la majorité des enzymes de la spore.

³⁸ Les différences entre le peptidoglycane du cortex de la spore et celui des bactéries sous forme végétative sont abordées en détails dans les travaux de Sella et al., (2014).

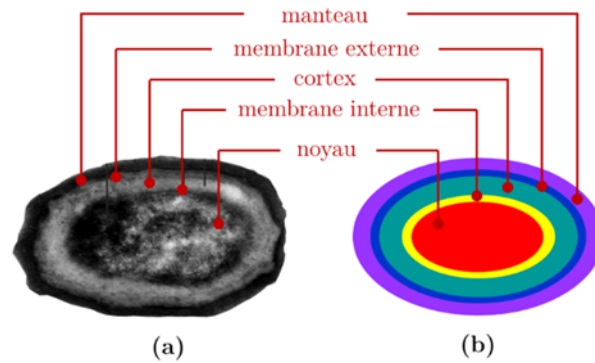


Figure 5-4. –(a) Coupe transversale (Sella et al., (2015)) et –(b) représentation schématique d'une spore de *Bacillus atrophaeus*.

2. Les sources plasmas pour la décontamination bactérienne

L'utilisation de sources plasmas pour la décontamination microbiologique peut être répartie en deux catégories :

- Les traitements directs, dans lesquels l'objet à décontaminer est directement placé dans l'espace de décharge de la source plasma (figure 5-5(a)). L'objectif de tels traitements est que tous les agents actifs du plasma (UV, particules chargées, espèces réactives, température et champ électrique) participent au processus d'inactivation des bactéries.

- Les traitements indirects « sélectifs » (figure 5-5(b)), dans ce cas, l'objet à traiter est positionné aux voisinages de la décharge plasma afin de privilégier l'action de certains agents actifs (UV ou espèces réactives).

La décontamination réalisée avec un jet plasma peut être considérée comme un traitement direct. En effet, ces dispositifs sont dimensionnés de sorte à acheminer l'ensemble des agents actifs du plasma vers le site de traitement (figure 5-5(c)).

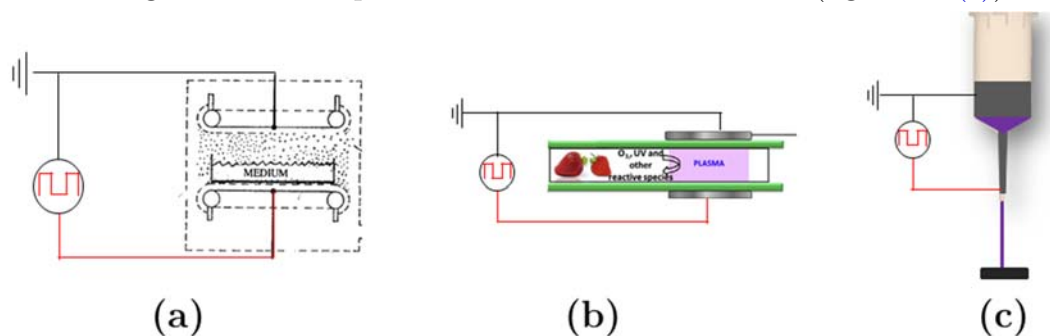


Figure 5-5. –(a) traitement direct (Laroussi, (1996)), –(b) traitement indirect (Misra et al., (2014)), –(c) traitement avec un jet plasma.

Le tableau 5-1 résume les principaux résultats issus de la littérature sur les effets biocides des plasmas dans un contexte de décontamination microbiologique.

Paramètres	Principaux résultats	Bactéries	Milieux	Références
Temps de traitement	L'efficacité biocide des plasmas est très souvent proportionnelle au temps de traitement. Ainsi, le taux d'inactivation des bactéries traitées augmente généralement avec la durée d'exposition au plasma.	<i>Escherichia coli</i> <i>Pseudomonas aeruginosa</i>	Membrane de nitrocellulose Milieu de culture LB (Luria-Bertani)	Laroussi et al., (2000)
Type de traitement	Un traitement direct (figure 5-5(a)) produit un effet biocide à la fois plus important et plus rapide qu'un traitement indirect (figure 5-5(b)).	<i>Bacillus atrophaeus</i>	Boîtes de Petri en polystyrène	Patil et al., (2014)
Conditions expérimentales	La puissance injectée dans le plasma conditionne l'efficacité biocide du traitement.	<i>E. coli</i>	Amandes	Deng et al., (2007)
Composition du gaz plasmagène	L'ajout d'une quantité relativement faible de dioxygène (O ₂) dans le gaz rare accroît la surface biocide, tout en augmentant l'effet biocide du plasma.	<i>E. coli</i>	Verre Gélose trypticase soja (TSA)	Laroussi, (2015)

I. Effet biocide des plasmas

Type de surface traitée	Pour des conditions expérimentales identiques et pour une même souche bactérienne, les performances d'inactivations des sources plasmas varient selon les surfaces traitées.	<i>E. coli</i> , <i>Saccharomyces cerevisiae</i> , <i>L. monocytogenes</i>	Membrane de nitrocellulose, pelures de différents fruits (mangue, melon)	Perni et al., (2008)
Humidité relative du gaz plasmagène	L'augmentation de l'humidité relative du gaz plasmagène entraîne une augmentation de la performance biocide de la source plasma.	<i>Bacillus atrophaeus</i>	Boîtes de Petri en polystyrène	Patil et al., (2014)
Acidité de la solution traitée	Pour le traitement des milieux liquides, il a été observé que les plasmas modifiaient l'acidité des solutions traitées. Certaines études ont mis en évidence une augmentation de l'effet biocide des solutions traitées, lorsque celles-ci présentaient une valeur de pH inférieur à 4,7.	<i>E. coli</i>	Solution aqueuse	Ikawa Satoshi et al., (2010)
Caractéristiques Gram	De nombreuses études font état d'une plus grande efficacité des plasmas sur des bactéries à Gram – que des bactéries à Gram +.	<i>E. coli</i> , <i>S. aureus</i>	Lame de verre	Ma et al., (2008)
Forme sporulée et forme végétative	Les bactéries sous leur forme sporulée sont plus résistantes aux agents actifs du plasma que sous leur forme végétative.	<i>Bacillus subtilis</i>	Plaqué d'agar	Tseng et al., (2012)

Tableau 5-1. Principaux résultats concernant les effets bactéricides des plasmas froids.

II. Matériels et méthodes

1. Souches bactériennes et techniques de culture

1.1. Souches bactériennes

Dans ce travail, deux souches bactériennes ont été utilisées : la souche d'*Escherichia coli* ATCC 25922 et la souche de *Bacillus atrophaeus* NRRL B4418 (Steris corporation, Mentor, OH, 44060, USA).

Escherichia coli (*E. coli*) est une bactérie à Gram négative connue pour sa capacité à produire des toxi-infections alimentaires. Naturellement présente dans l'organisme, particulièrement dans le gros intestin, cette bactérie peut causer de nombreux troubles au sein de l'organisme (diarrhée, infection urinaire). La souche ATCC 25922 est un substitut non pathogène de la souche O157 :H7. Isolée à partir d'un échantillon clinique humain à Seattle en 1996, elle est couramment utilisée comme souche de contrôle de qualité.

Bacillus atrophaeus est une bactérie à Gram-positive, similaire à *Bacillus subtilis*. Cependant elle diffère de cette dernière par sa capacité à produire un pigment noir lorsqu'elle est cultivée dans un milieu contenant de l'azote organique. Les spores de *Bacillus atrophaeus* sont souvent utilisées pour évaluer l'efficacité des systèmes de stérilisation. Elles sont également employées dans l'industrie comme indicateurs biologiques pour le contrôle et la validation de différentes techniques de stérilisation telles que l'oxyde d'éthylène, la chaleur sèche ou humide (Sella et al., (2015)).

1.2. Milieux et conditions de culture

La souche *E. coli* utilisée dans cette étude est cultivée en milieu trypticase soja (TSB). Dans un premier temps, une préculture est obtenue en repiquant la souche *E. coli* d'un stock (*E. coli* + glycérol, le tout conservé à -80 °C) dans 5 ml de milieu frais, incubé pendant 20 heures à 37 °C sous agitation orbitale de 200 rpm (rotations par minute). Dans un second temps, 50 µl de la préculture sontensemencés dans 10 ml de TSB et incubés pendant 16 heures à 37 °C sous agitation orbitale de 200 rpm.

A la fin de la période d'incubation, la culture est centrifugée pendant 10 min à $5000 \times g$, puis le culot bactérien est suspendu de nouveau dans du tampon phosphate stérile (PBS). L'opération est répétée 3 fois et la culture a été ajustée à 0,1 unité d'absorbance à 600 nm.

2. Caractérisation de la distribution spatiale de l'effet biocide du jet

2.1. Évaluation de la zone d'inactivation générée par le jet

L'étendue de la zone biocide active du jet plasma est évaluée en utilisant deux milieux de culture distincts : un milieu complet composé uniquement de gélose trypticase soja (TSA) et un milieu restrictif (TSA + NaCl). Comme nous le verrons à la section III.2.1, le milieu restrictif permet de mettre en évidence l'effet sous-létal du jet plasma.

2.1.1. Évaluation de la zone d'inactivation avec le milieu complet (TSA)

Une suspension bactérienne d'*E.coli* est préparée conformément au mode opératoire mentionné précédemment. Un volume de 100 μ l de suspension contenant environ 10^6 cellules en phase stationnaire est utilisé pour inoculer des plaques de gélose trypticase soja (TSA). Les cibles diélectriques et conductrices sont stérilisées, puis placées au centre de chaque plaque. Les plaques sont par la suite exposées au jet plasma pendant 1, 2.5, 5 et 10 minutes à une distance de traitement de 10 mm. Après le traitement par plasma, les plaques sont incubées à 37 °C pendant 24 heures avant de déterminer la surface sur laquelle la croissance bactérienne a été inhibée. Chaque expérience est répétée 3 fois.

2.1.2. Évaluation de la zone d'inactivation avec le milieu restrictif (TSA + NaCl)

Une suspension d'*E. coli* est inoculée sur de la gélose trypticase soja contenant entre 1 et 5% de NaCl. Puis, ces plaques sont incubées pendant 48 heures à 37 °C. Le dénombrement des colonies formées a montré que la concentration maximale de NaCl pour laquelle la survie des cellules n'est pas affectée est de 3%. La série d'expériences réalisées avec le milieu complet est répétée en utilisant de la gélose trypticase soja contenant 3% de NaCl. A la différence qu'après avoir été exposées au jet plasma, les plaques sont incubées pendant 48 heures à 37 °C avant de déterminer la zone d'inhibition.

2.2. Distribution spatiale des espèces réactives générées par le jet plasma

De nombreuses méthodes permettent de déterminer la distribution spatio-temporelle des espèces réactives dans la phase gazeuse du jet plasma (spectroscopie optique d'émissions résolu en temps, caméra ICCD couplée à des filtres interférentiels ou SITF³⁹). Cependant, peu d'études abordent la problématique de la distribution des espèces réactives au niveau de la surface de la cible en interaction avec le jet. Une des méthodes qui permet d'évaluer la distribution spatiale de la concentration relative des espèces réactives produites par un jet plasma est basée sur l'utilisation d'un réactif amidon-KI (Kawasaki et al., (2014), Kawasaki et al., (2017)). Cette méthode qui repose sur la formation d'un complexe amidon-I₂ de couleur bleu foncé, a permis de détecter et de localiser la présence d'espèces réactives de l'oxygène telle que le peroxyde d'hydrogène à l'intérieur de section de tissu de plantes (Schopfer, (1994)).

Dans cette étude, des échantillons (10 cm × 10 cm) de membrane de nitrocellulose (Amersham Protan 0,45 µm, GE Healthcare Life Sciences) ont été imbibés dans une solution contenant 10 g.L⁻¹ d'amidon soluble (Acros Organics) et 0,05 mol.L⁻¹ de KI (Acros Organics). Après avoir été immergées dans la solution amidon-KI, les membranes sont séchées à l'air libre pendant 20 minutes avant d'être placées sur une couche d'agar de 5 mm d'épaisseur. Les cibles conductrices ou diélectriques (1 mm × 1 mm) sont placées au centre de chaque membrane, puis exposées au jet plasma pour différents temps de traitement (1, 2.5, 5 et 10 min). Pour chaque temps d'exposition, la surface où la réaction chimique a eu lieu est estimée pour une distance de traitement de 10 mm (figure 5-6).

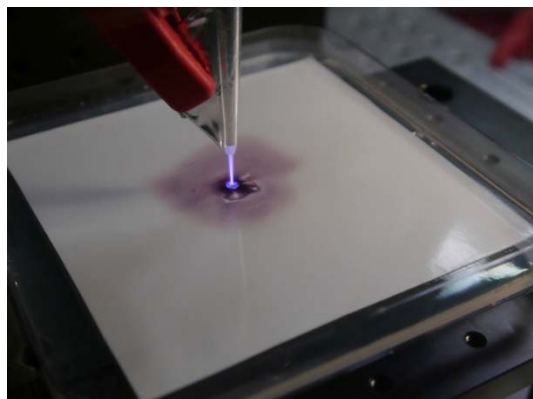


Figure 5-6. Exposition au jet plasma d'un échantillon de nitrocellulose en présence d'une cible diélectrique.

³⁹ Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier.

3. Évaluation de l'efficacité sporicide du jet

3.1. De l'inoculation de la cible à la récupération des spores

Une suspension de spores de *Bacillus atrophaeus* NRRL B4418 a été inoculée sur les supports diélectriques et conducteurs. Chaque support (5 mm × 5 mm) préalablement stérilisé est inoculé par une goutte (spot) de 2 µl de suspension de spores, ce qui correspond à environ 10⁶ CFU/spot. Après inoculation, les échantillons sont séchés pendant une heure à température ambiante à l'intérieur du poste de sécurité microbiologique (PSM). Le diamètre des inocula mesuré à l'aide d'un microscope Leica DM500 (Leica Microsystems, Wetzlar, Allemagne) est de 3,4 ± 0,3 mm.

Par la suite, les échantillons sont placés à 10, 15 et 20 mm de la sortie de la source et exposés au jet plasma pendant 1, 2,5, 5 et 10 minutes. Après le traitement, les spores ont été récupérées dans 1 ml de tampon phosphate stérile (PBS) contenant 0,1% de Tween 80 (Sigma Aldrich, Allemagne) par agitation au vortex pendant 1 minute. Pour favoriser la germination des spores survivantes, les spores sont activées par choc thermique. Les échantillons sont plongés dans un bain marie à 75 °C pendant 30 minutes, puis dans un bain de glace pendant 15 minutes.

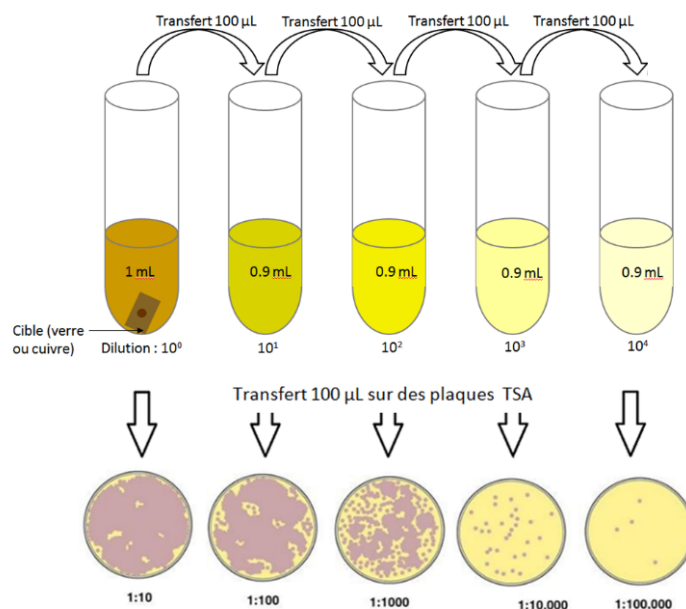


Figure 5-7. Dénombrement sur de la gélose coulée « spread plate method ».

Les bactéries survivantes sont dénombrées par la méthode de numération sur des plaques de gélose. La suspension bactérienne subit une série de quatre dilutions progressives au 1/10. A partir de chaque dilution, 100 µl sont déposés sur la surface d'une boîte de Pétri contenant 15 ml de milieu TSA (figure 5-7). Après incubation à 37 °C pendant 24 heures, les bactéries sont dénombrées sur la plaque permettant d'observer entre 30 et 300 colonies nettement séparées. Chaque expérience est répétée 3 fois.

La survie des spores est exprimée à partir de la relation $\log [N]$ où N est le nombre moyen de colonies formées après le traitement par plasma (CFU) et N_0 , le nombre moyen de colonies pour un échantillon non-traité (échantillon de contrôle). Après le décompte des colonies, les courbes de survie représentant l'évolution temporelle du nombre de bactéries ayant résisté aux agents actifs du plasma ont été ajustées en utilisant *GInaFit*⁴⁰.

3.2. Modélisation mathématique des cinétiques de survie

L'introduction de modèles mathématiques dans un contexte d'inactivation des bactéries remonte aux travaux de Krönig et Paul (1897) et de Chick (1908). En effet, Krönig et Paul (1897) évaluant l'effet bactéricide du chlorure de mercure (HgCl_2) sur des spores de *Bacillus anthracis* ont mis en évidence une action graduelle dans le temps du HgCl_2 sur les bactéries *Bacillus anthracis*. Chick (1908) analysant les travaux de Krönig et Paul (1897) a noté que les courbes de survie présentaient une évolution logarithmique entre le nombre de bactéries survivantes à l'exposition du chlorure de mercure et le temps d'exposition. En faisant une analogie avec la théorie cinétique des réactions chimiques de premier ordre, ce dernier proposa l'équation différentielle (Éq (5.1)) pour décrire l'évolution temporelle de la survie des bactéries :

$$\frac{dN(t)}{dt} = -k \times N(t) \quad \text{Éq (5.1)}$$

La résolution de cette équation a permis d'exprimer la survie des bactéries à un instant t , en connaissant le nombre de bactéries initiale N_0 et le coefficient d'inactivation bactérien (k) :

$$N(t) = N_0 \times \exp(-k \cdot t) \quad \text{Éq (5.2)}$$

⁴⁰ *GInaFit* est un module complémentaire du logiciel Microsoft Excel développé par Geeraerd, Valdramidis, et Van Impe (2005). Il permet à partir de modèles mathématiques adaptés à la survie microbienne d'aider à l'interprétation des données expérimentales.

L'équation [Éq \(5.2\)](#) connue sous le nom de modèle logarithmique linéaire ou modèle de Chick-Watson, constitue le premier modèle mathématique sur la cinétique d'inactivation des bactéries. Il a permis à [Chick \(1908\)](#) de quantifier l'influence d'un paramètre secondaire tel que la température sur un procédé de décontamination chimique à base de phénol sur des *Bacillus anthracis*.

Le modèle de Chick-Watson est basé sur le principe que l'ensemble des micro-organismes qui forment une population présente une sensibilité identique face à un processus de décontamination. Cependant, de nombreuses études notamment dans le cadre de la décontamination microbiologique par effet thermique ont montré que certaines populations bactériennes étaient réparties en deux sous-populations ([Humpheson et al., \(1998\)](#), [Corradini et al., \(2007\)](#)). Chaque sous-population, inactivée indépendamment, est caractérisée par un coefficient d'inactivation proportionnel à sa sensibilité face au processus de décontamination. La cinétique d'inactivation de ces sous-populations est décrite par le modèle de Cerf ou modèle biphasique linéaire ([Éq \(5.3\)](#)) :

$$N(t) = N_0 (f \times \exp(-k_1 \cdot t) + (1 - f) \times \exp(-k_2 \cdot t)) \quad \text{Éq (5.3)}$$

Avec :

- k_1 : coefficient d'inactivation de la population sensible
- f : proportion initiale de la population sensible
- k_2 : coefficient d'inactivation de la population résistante
- $(1-f)$: proportion initiale de la population résistante

Dans notre étude, les modèles de Chick-Watson et de Cerf sont utilisés pour étudier la cinétique d'inactivation des spores de *Bacillus atrophaeus* inoculés sur les différentes cibles. La qualité d'ajustement de chaque modèle est évaluée à l'aide du coefficient de corrélation (R^2) et de l'erreur quadratique moyenne (EQM). Un ajustement de bonne qualité est caractérisé par une forte valeur de R^2 (proche de 1) et une faible valeur de l'EQM (proche de 0). Les résultats de cette étude sont résumés dans le tableau [5-2](#).

Cibles et distances		R ²		EQM	
		Chick-Watson	Cerf	Chick-Watson	Cerf
conductrice	10 mm	0,8225	0,9929	0,8998	0,3125
	15 mm	0,9167	0,9918	0,5445	0,2965
	20 mm	0,6530	0,9949	0,6805	0,1434
diélectrique	10 mm	0,9291	0,9908	0,1132	0,0707
	15 mm	0,9534	0,9702	0,0977	0,1354
	20 mm	0,9485	0,9666	0,1315	0,1834

Tableau 5-2. Valeurs du coefficient de corrélation et de l'erreur quadratique moyenne en fonction des cibles conductrice et diélectrique pour les trois distances de traitement.

Pour la cible conductrice, les valeurs de R² et de l'EQM pour les trois distances de traitement (10, 15 et 20 mm) montrent clairement que le modèle de Cerf est plus adapté que celui de Chick-Watson pour étudier la cinétique d'inactivation par plasma des *Bacillus atrophaeus*. Ce résultat est confirmé sur la figure 5-8(a).

Pour la cible diélectrique, les résultats de l'étude sont différents, particulièrement pour les distances de traitement de 15 et 20 mm. En effet, les valeurs de R² sont plus élevées pour le modèle Cerf. En revanche, les valeurs de l'EQM sont plus faibles avec le modèle Chick-Watson. Néanmoins, la représentation graphique des données expérimentales (figure 5-8(b)) montre que la cinétique d'inactivation par plasma des *Bacillus atrophaeus* inoculés sur la cible diélectrique est mieux décrite par le modèle de Chick-Watson.

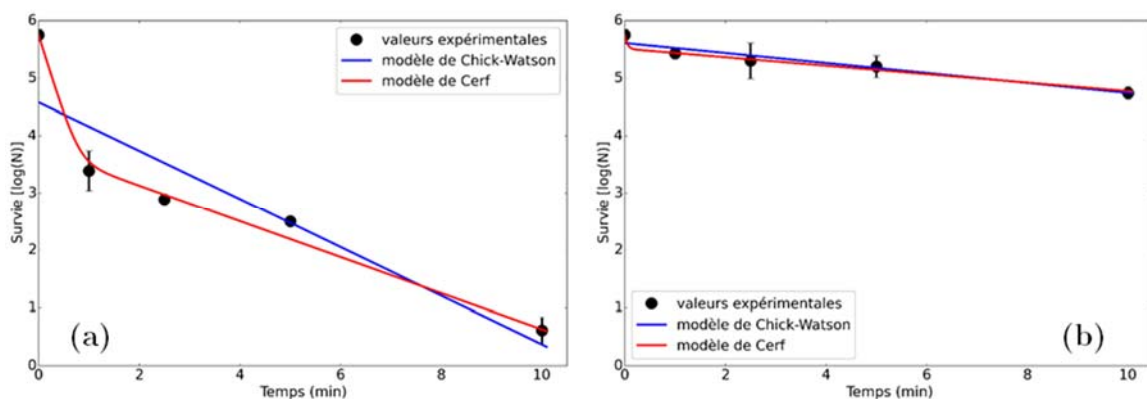


Figure 5-8. Ajustement des courbes de survies des spores de *Bacillus atrophaeus* inoculées sur les cibles conductrice –(a) et diélectrique –(b) par les modèles de Chick-Watson et de Cerf (hélium à 2 L.min⁻¹, distance de traitement de 10 mm).

4. Caractérisation des modifications morphologiques produites par l'exposition au jet plasma par microscopie électronique à balayage

Afin de mettre en évidence les effets du plasma sur la morphologie et les dimensions des spores de *Bacillus atropheus*, les échantillons conducteurs et diélectriques traités sont examinés par microscopie électronique à balayage (MEB). Les analyses ont été réalisées au centre de microscopie électronique appliquée à la biologie (CMEAB) de l'université Toulouse 3, Paul Sabatier.

4.1. Principe de fonctionnement du microscope électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage (MEB) est une technique d'observation de la topographie de la surface d'un échantillon. Les images obtenues par MEB ont une grande profondeur de champ (100 fois celle de la microscopie optique pour un même grandissement) et une résolution de l'ordre du nanomètre (Ruste, (2013)). Un MEB est constitué de trois parties : un étage d'émission d'électrons primaires, un étage de focalisation de ces électrons et un étage de détection de particules (figure 5-9).

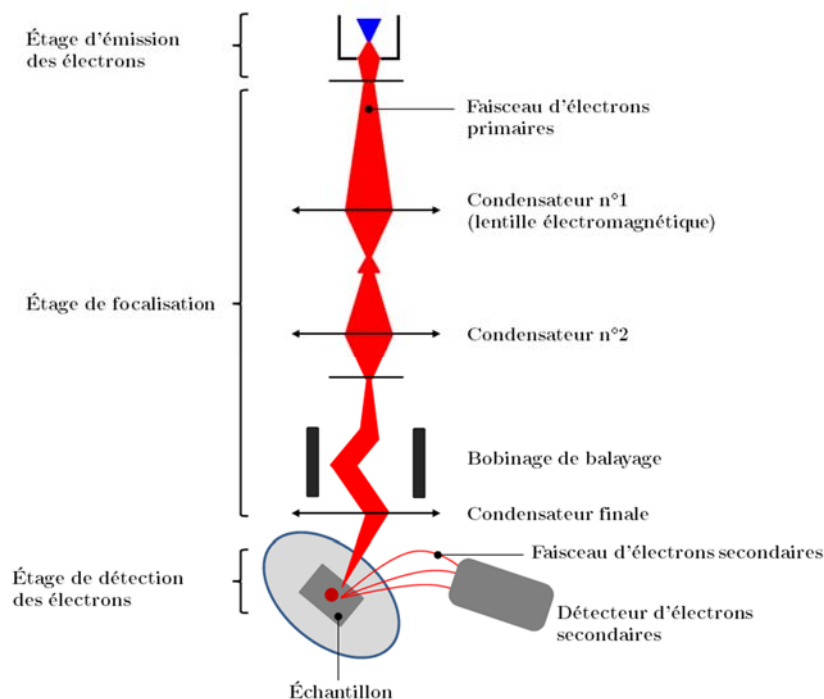


Figure 5-9. Schéma de principe d'un microscope électronique à balayage (MEB).

Les électrons primaires sont produits par un canon à électrons constitué principalement d'un filament de tungstène (cathode). Ce dernier est chauffé par l'application d'une haute tension et permet de générer un faisceau d'électrons primaires énergétiques entre la cathode et l'anode (à la masse). Ces électrons primaires traversent ensuite l'étage de focalisation dans lequel le faisceau est canalisé vers la zone d'observation de l'échantillon. Les électrons sont focalisés par un ensemble de lentilles électromagnétiques constituant la colonne électronique du microscope. Le rôle de cet étage est de canaliser les électrons primaires sur la surface de l'échantillon et de balayer la zone à analyser avec ce spot électronique (environ 1 nm de diamètre).

4.2. Préparation des échantillons

Les échantillons conducteur et diélectrique sont préparés de la même façon que pour l'étude de l'efficacité sporicide du plasma (section II.3). Après avoir été exposés au jet plasma pour des temps de traitement de 1, 5 et 10 minutes, pour une distance de traitement de 10 mm, ces échantillons sont observés au microscope électronique à balayage (Quanta 250 FEG FEI, Thermo Fisher Scientific). Dans le but d'améliorer le contraste des images observées, les échantillons sont préalablement recouverts d'une couche de platine d'environ 10 nm en utilisant un système de dépôt de couches minces par plasma (Leica EM MED020, Leica Microsystems).

A partir des images de MEB, une étude de l'effet des plasmas sur la longueur des spores est réalisée en mesurant plus de 300 spores par échantillon observé. Les mesures sont réalisées en utilisant le logiciel *Leica Application Suite version 3.4.0* (Leica Microsystems, Suisse). Toutes les données sont exprimées comme moyenne $\pm \sigma$ (n=3) et la significativité statistique de la différence entre ces longueurs est calculée par l'analyse de la variance (ANOVA) en utilisant le langage de programmation *R*. Les différences avec des valeurs de $p < 0,05$ ont été considérées comme significatives.

III. Résultats et discussions

1. Influence de la nature de la cible traitée sur la distribution spatiale de l'effet biocide du jet plasma

La figure 5-10 représente l'évolution de la surface d'inactivation du jet lorsqu'une cible diélectrique ou conductrice est placée au centre d'une plaque de TSA inoculée avec des bactéries d'*E.coli*. Nous observons que pour les deux cibles traitées, la surface d'inactivation augmente avec le temps de traitement. Cependant, il est à noter que les valeurs des écart-types sont plus importantes dans le cas du diélectrique que pour la cible conductrice. Cette dernière observation peut être expliquée par le comportement du jet au niveau de l'interface plasma - surface.

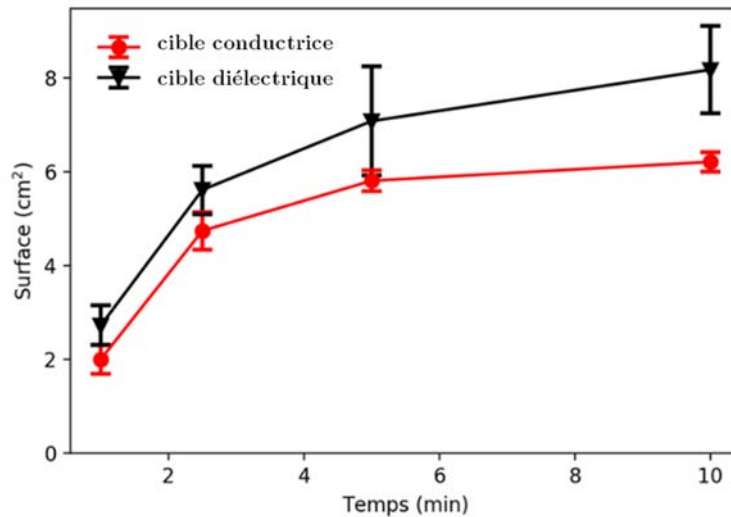


Figure 5-10. Évolutions de la distribution spatiale de l'effet biocide du jet plasma en présence des cibles diélectriques et conductrices, en fonction du temps de traitement.

Comme le montre la figure 5-11, lorsqu'il interagit avec une cible conductrice, le jet plasma est focalisé sur un point de contact. Ce phénomène qui traduit une certaine stabilité du jet au voisinage de la surface de la cible assure une délimitation reproductible de la surface d'inactivation du jet plasma.



Figure 5-11. Photographie du jet plasma d'hélium interagissant avec une cible conductrice.

Pour la cible diélectrique, la figure 5-12 montre que la distribution spatiale du plasma sur la surface de la cible n'est pas reproductible aux extrémités de la zone d'étalement du plasma. Ce phénomène peut être à l'origine des valeurs plus élevées des écart-types lors de l'interaction du jet plasma avec la cible diélectrique. Enfin, nous observons une surface biocide létale moyenne plus grande pour la cible diélectrique ($5,89 \text{ cm}^2$) que pour la cible conductrice ($4,72 \text{ cm}^2$). Ce résultat mis en relation avec la distribution de la production d'espèces réactives sera débattu à la section à la section III.2.

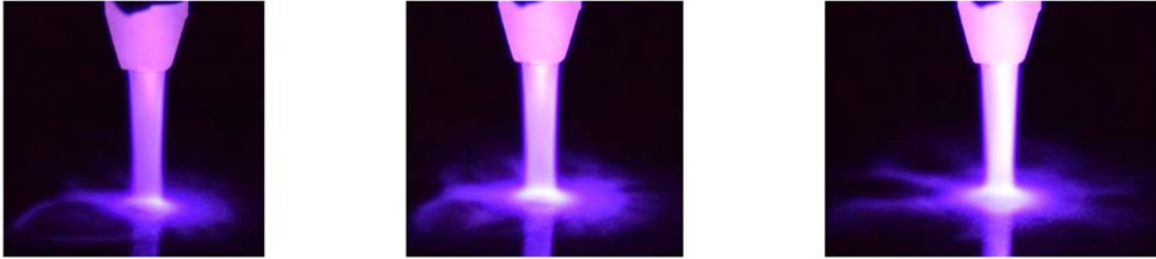


Figure 5-12. Photographies du jet plasma d'hélium interagissant avec une cible diélectrique (figure reprise de la section I.2.2.1.1 du chapitre 3).

La même expérience réalisée avec un milieu restrictif (TSA + 3% NaCl) a montré une surface d'inactivation plus importante dans le milieu restrictif (figure 5-13(b)) que dans le milieu complet (figure 5-13(a)). Nous observons que la surface biocide sous-létale se situe entre les surfaces létale et non-létale (figure 5-13(b')). Ce résultat confirme les études de PERNI *et al.*, (2008b) sur la capacité des plasmas à provoquer des dommages sous-létaux au niveau des micro-organismes. La possibilité de localiser la surface biocide sous-létale causée par le jet plasma offre une perspective intéressante à cette étude, car cela permet d'évaluer la résistance des bactéries aux effets du plasma⁴¹.

L'évolution temporelle des différentes surfaces biocides (figure 5-14) a montré une valeur moyenne de la surface biocide sous-létale pour la cible diélectrique ($2,16 \text{ cm}^2$) légèrement supérieure à celle pour la cible conductrice ($1,76 \text{ cm}^2$). Ce résultat est en accord avec ceux obtenus pour la surface biocide létale (figure 5-10).

⁴¹ Cette partie sera abordée plus en détail dans les perspectives de cette étude.

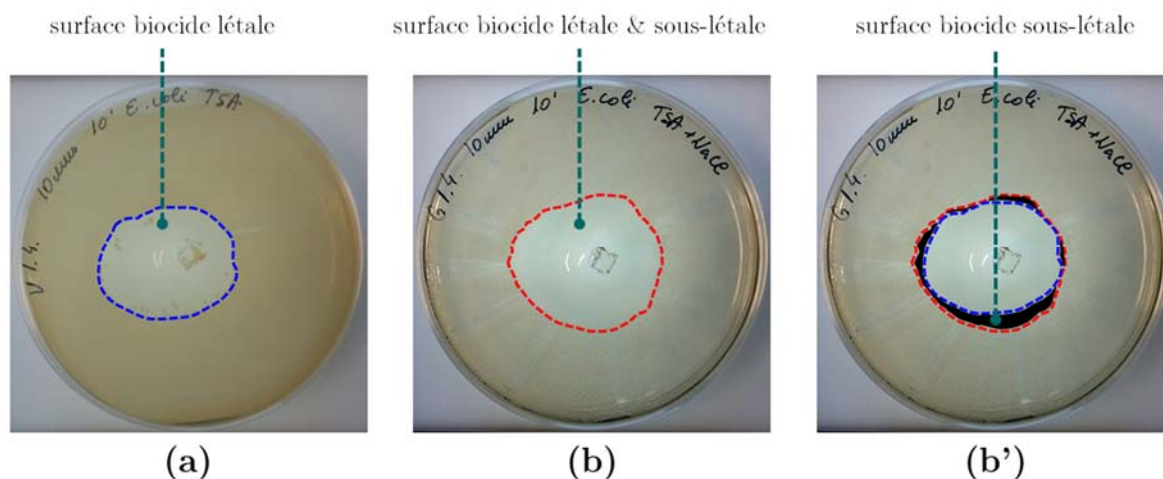


Figure 5-13. Mise en évidence de la capacité du jet plasma à produire des dommages sous-létaux : -(a) surface biocide létale en milieu complet (TSA), -(b) surface biocide létale et sous-létale en milieu restrictif (TSA+3% NaCl), -(b') surface biocide sous-létale obtenue à partir de la différence des surfaces ci-avant.

La capacité des plasmas à engendrer des lésions sous-létales ne doit pas être confondue avec leur aptitude à mettre les bactéries dans un état viable mais non cultivable (Dolezalova et Lukes, (2015)). En effet, bien qu'étant vivante, une bactérie viable mais non cultivable est incapable de produire des colonies dans un environnement normal⁴². En revanche, une bactérie présentant des lésions sous-létales conserve son aptitude à se répliquer. Elle est donc capable de former des colonies si son environnement lui est favorable, d'où l'utilisation du NaCl pour inhiber cette capacité.

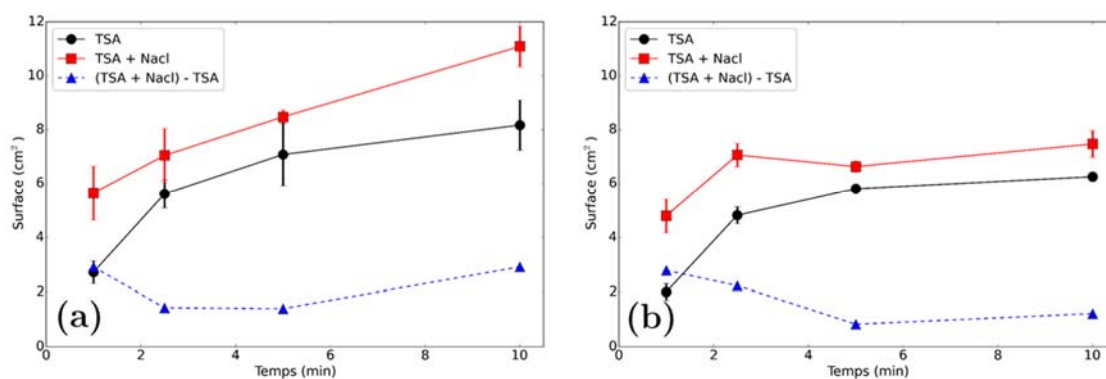


Figure 5-14. Influence de la nature de la cible traitée sur les différentes surfaces biocides du jet plasma : -(a) cible diélectrique et -(b) cible conductrice, en fonction du temps de traitement.

⁴² Sous certaines conditions (présence de stimuli tel que le pyruvate de sodium), les bactéries viables mais non cultivables peuvent retrouver une activité métabolique normale et redevenir cultivable dans un environnement normal (Ding et al., (2017)).

2. Influence de la nature de la cible traitée sur la distribution spatiale des espèces réactives

La figure 5-15 montre la surface de réaction entre le réactif amidon-KI et les espèces réactives générées par le jet plasma en présence d'une cible diélectrique pour un temps de traitement de 1 minute et une distance de traitement de 10 mm. Nous observons que la réaction se produit sur une surface beaucoup plus large que le point de contact du jet avec la cible. Des résultats similaires portant sur l'interaction de jets plasmas de He et He/O₂ avec un fantôme d'agarose contenant le réactif KI-amidon ont été obtenus par [Kawasaki et al., \(2016\)](#).

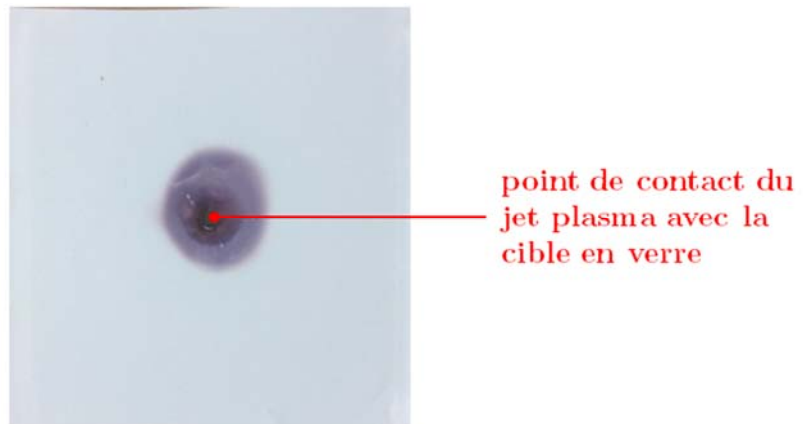


Figure 5-15. Distribution spatiale des espèces réactives en présence d'une cible diélectrique pour un temps de traitement de 1 minute et une distance de traitement de 10 mm.

Les résultats de l'étude de [Kawasaki et al., \(2014\)](#) ont montré une surface de réaction plus grande pour le jet He/O₂ que pour le jet He (figure 5-16), mettant ainsi en évidence l'importance de la composition du gaz plasmagène dans la production d'espèces réactives.

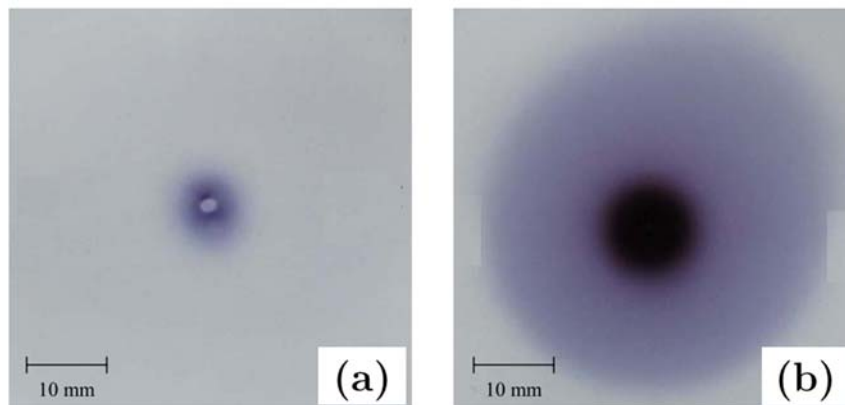


Figure 5-16. Surfaces de réaction des jets plasmas avec un fantôme d'agar : -(a) jet de He, -(b) jet He + 0,5% O₂ ([Kawasaki et al., \(2014\)](#)).

La distribution spatiale des espèces réactives sur la surface du réactif KI-amidon en présence des cibles diélectrique et conductrice présente une évolution temporelle similaire (figure 5-17). En effet, pour les deux cibles, nous observons une rapide augmentation de la surface de la réaction durant les 100 premières secondes, suivie d'une stabilisation de cette dernière de 100 à 600 secondes. Lorsque nous comparons les surfaces après 600 secondes de traitement, nous notons que celle correspondant à l'échantillon conducteur (12 cm²) est inférieure à celle du diélectrique (15 cm²). Ce résultat mis en parallèle avec la distribution spatiale de l'effet biocide du jet plasma (section III.1) permet de supposer que les espèces réactives de l'oxygène sont les principaux agents d'inactivation des bactéries.

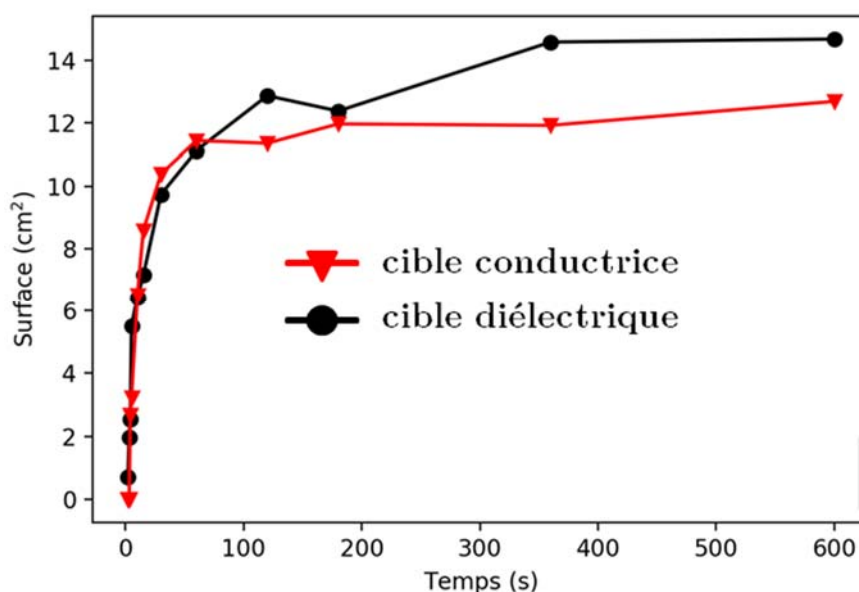


Figure 5-17. Évolutions de la distribution spatiale de la production d'espèces réactives du jet plasma en présence de cibles diélectrique et conductrice, en fonction du temps de traitement.

Concernant la différence entre les dimensions des surfaces de réactions, un résultat similaire à nos travaux a été observé dans l'étude de Wang et al., (2016). Ces derniers font interagir un jet plasma He/O₂ avec des substrats de différentes conductivités : une cible en verre et une cible en silicone sur lesquelles, une fine couche (4 μm) de parylène a préalablement été déposée. Leur étude montre que pour un temps de traitement relativement long (45 – 50 s), la gravure de la couche de parylène par le jet plasma se fait sur une plus grande surface dans le cas de la cible en verre (figures 5-18(a-c)) que pour la cible en silicone (figures 5-18(d-f)).

Par ailleurs, les résultats du modèle de [Norberg et al., \(2015\)](#) montrent que les espèces réactives générées par un jet plasma en interaction avec une cible sont réparties sur une surface plus grande pour une cible diélectrique comparé à une cible métallique. L'explication la plus probable à ce phénomène réside en la formation d'une onde d'ionisation surfacique dans le cas de l'interaction du jet plasma avec la cible diélectrique. En effet, celle-ci durant sa propagation sur la surface de la cible diélectrique va générer par la même occasion des espèces réactives. L'interaction du jet plasma avec la cible conductrice n'engendrant pas d'onde d'ionisation surfacique, il est compréhensible que la production des espèces réactives se fasse dans le cas d'une cible conductrice sur un plus petit rayon que pour une cible diélectrique. Cependant, la surface biocide ne doit pas être confondue avec l'efficacité biocide. Ce dernier point est abordé dans le paragraphe suivant.

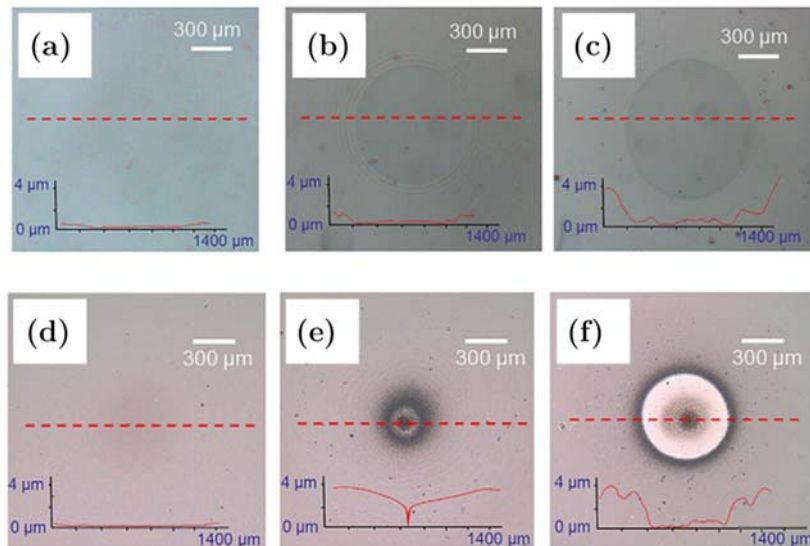


Figure 5-18. Évolutions de l'interaction entre un jet plasma et des cibles constituées de 4 µm d'une couche de parlylène déposée sur des matériaux de différentes conductivités : substrat en verre -(a) 2 s, -(b) 12 s, -(c) 50 s et un substrat en silicone -(d) 2 s, -(e) 12 s, -(f) 45 s (modifié à partir de [Wang et al., \(2016\)](#)).

3. Influence de la nature de la cible traitée sur l'efficacité sporicide du jet plasma

Les courbes de survie des spores de *Bacillus atrophaeus* inoculées sur les deux types de cibles et exposées au jet plasma montrent une efficacité biocide plus importante pour la cible conductrice (figure 5-19(a)) comparé à la cible diélectrique (figure 5-19(b)). En effet, pour un temps de traitement 10 minutes et une distance de traitement de 10 mm, nous obtenons une réduction de la charge des spores de 5 et de 0,7 log respectivement pour la cible en conductrice et la cible diélectrique.

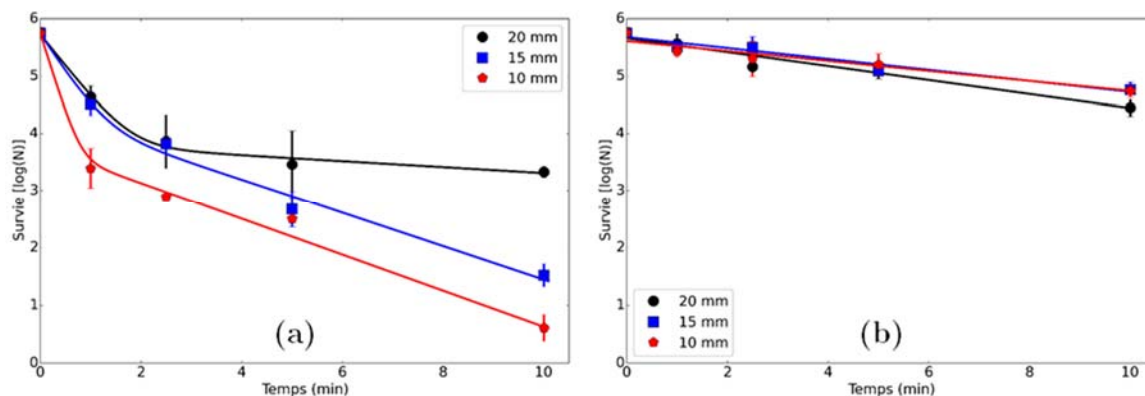


Figure 5-19. Courbes de survie ajustées : -(a) cible conductrice (modèle de Cerf), -(b) cible diélectrique (modèle de Chick-Watson).

Les conditions expérimentales étant identiques⁴³, l'efficacité sporicide du jet plasma nettement plus importante pour la cible conductrice pourrait être attribuée à la valeur élevée de sa conductivité ($6.0 \cdot 10^7 \text{ S.m}^{-1}$). En effet, les études spectroscopiques présentées à la section I.3 du chapitre 3, de même que celle de Yamada et al., (2016)⁴⁴ ont montré une forte augmentation des émissions des espèces réactives produites par le jet plasma à proximité de la surface conductrice. Selon Yamada et al., (2016), ce phénomène serait dû à la présence d'un champ électrique local au voisinage de la cible, qui accélérerait les électrons et par la même occasion augmenterait la production d'espèces réactives biocides créés directement (OH, O) ou indirectement (NO) par impacts électroniques.

Les travaux de Hasan et Bradley, (2015), Guaitella et Sobota, (2015) évoquent la présence d'un champ électrique renforcé au voisinage de cibles diélectriques interagissant avec des jets plasmas. L'hypothèse la plus probable est que le champ électrique local pour une cible conductrice serait plus intense que pour une cible diélectrique. Cette hypothèse pourrait expliquer la plus grande production d'espèces réactives et la plus grande efficacité sporicide du jet plasma en présence de la cible conductrice par rapport à la cible diélectrique.

Pour la cible conductrice, les résultats montrent clairement que la distance de traitement à un impact important sur l'efficacité biocide du plasma. En effet, nous observons une

⁴³ Alimentation électrique : tension impulsionnelle, 20 kHz, 2 kV ; gaz plasmagène : hélium à 2 L.min^{-1} , température et humidité relative de la salle d'expérimentation : $20 \text{ }^\circ\text{C}$, 40%.

⁴⁴ Précisons que pour l'étude de Yamada et al., (2016), la cible conductrice en interaction avec le jet plasma est reliée à la masse.

réduction de 5, 4 et 2 log respectivement pour les distances de traitements de 10, 15 et 20 mm.

Afin d'évaluer l'influence de la distance de traitement sur l'efficacité biocide du jet plasma, les courbes de survie ont été ajustées avec le modèle biphasique de Cerf (figure 5-19(a)). Les coefficients d'inactivations pour les trois distances de traitement sont reportés dans le tableau 5-3.

Nous observons une augmentation des coefficients d'inactivations des spores de *Bacillus atrophaeus* avec une diminution de la distance de traitement. Lorsque la cible est à 10 et 15 mm de la sortie de la source plasma, l'inactivation porte sur les deux types de populations, tandis qu'à 20 mm, les bactéries résistantes semblent peu affectées par l'exposition aux agents actifs du plasma.

Une hypothèse sur l'existence d'une distance critique, en-dessous de laquelle la présence de la cible conductrice modifierait les phénomènes physiques plasmas⁴⁵ a été faite dans le chapitre 3. Les résultats de cette étude permettent d'élargir ce raisonnement à l'efficacité biocide du jet plasma. Ainsi, nous supposons que l'inactivation de la population résistante de spores de *Bacillus atrophaeus* inoculés sur la cible conductrice n'est possible que pour une distance de traitement inférieure à 20 mm.

Distances	k_1 (min ⁻¹)	k_2 (min ⁻¹)
10 mm	6,5	0,72
15 mm	3,13	0,67
20 mm	2,56	0,12

Tableau 5-3. Coefficients d'inactivations par plasma des spores de *Bacillus atrophaeus* inoculées sur une cible conductrice, k_1 : coefficient d'inactivation de la population sensible aux agents du plasma, k_2 : coefficient d'inactivation de la population résistante aux agents actifs.

Pour la cible diélectrique, nous observons au bout de 10 min de traitement, une réduction de la charge bactérienne inférieure à 1 log quelle que soit la distance de traitement. La faible incidence de la distance de traitement est traduite par la faible variation du coefficient d'inactivation pour les trois distances évaluées (tableau 5-4).

⁴⁵ Il a été observé un amorçage de la décharge et une propagation de l'onde d'ionisation 50 ns en avance comparé au cas du jet libre (chapitre 3, section I.2.2.1).

Cette étude démontre qu'en fonction du type de cible traitée par plasma, la distance de traitement peut être considérée comme un paramètre tout aussi important que les paramètres classiques (temps de traitement, composition du gaz plasmagène, humidité relative, etc.).

Distances	k
10 mm	0,20
15 mm	0,22
20 mm	0,26

Tableau 5-4. Variations des coefficients d'inactivations de Chick-Watson dans le cas d'une cible en verre.

4. Influence de la nature de la cible traitée sur la morphologie des spores

En général, l'inactivation des spores par plasma est attribuée à trois principaux mécanismes : les dommages à l'ADN dus à l'action des UV, la désorption et la gravure (Moisan et al., (2001)). Dans notre étude, les images obtenues par microscopie électronique à balayage (MEB) ont mis en évidence un phénomène de gravure au niveau du manteau et des différentes couches des spores de *Bacillus atrophaeus* (figure 5-20). D'une part, nous observons que la profondeur de la gravure augmente avec le temps d'exposition et d'autre part, nous notons que pour un même temps de traitement, la gravure est beaucoup plus prononcée pour les spores inoculées sur la cible conductrice que celles sur la cible diélectrique.

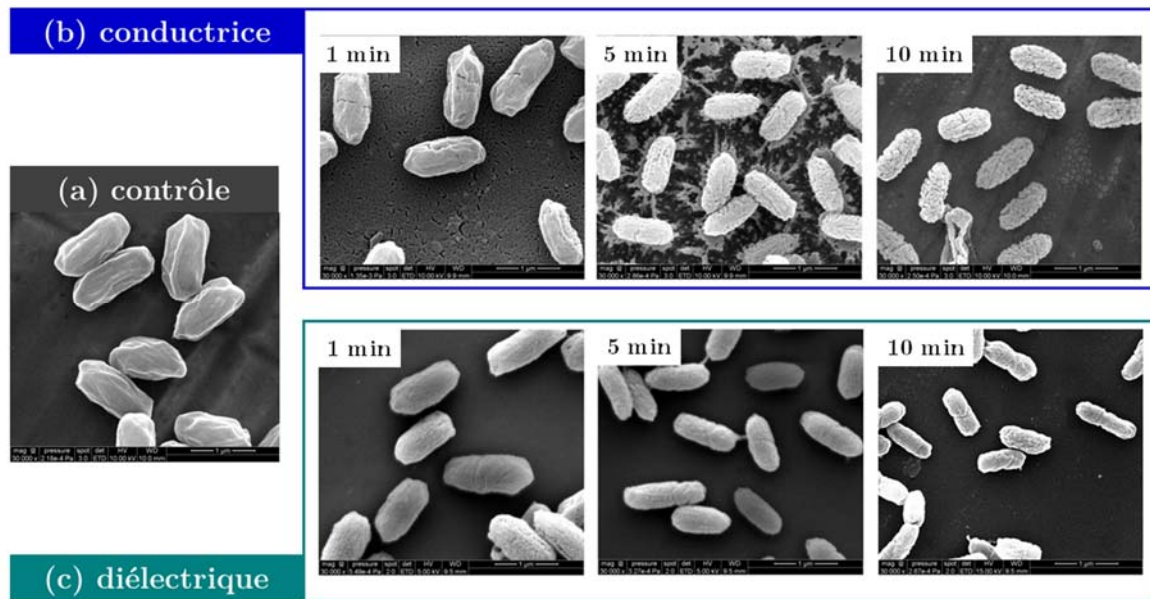


Figure 5-20. . Images de microscopie électronique à balayage de spores de *Bacillus atrophaeus* : -(a) non traitées par plasma (contrôle), -(b) et -(c) exposées au jet plasma pour des temps de traitement de 1, 5 et 10 min à une distance de traitement de 10 mm.

La longueur des spores a été mesurée afin de quantifier l'influence du type de cible sur la profondeur de gravure. Tout comme les travaux de [Shen et al., \(2014\)](#) sur l'inactivation de spores de *Bacillus subtilis* par un jet plasma d'argon, les résultats de l'étude (figure 5-21) ont mis en évidence une diminution de la taille des spores avec une augmentation du temps d'exposition.

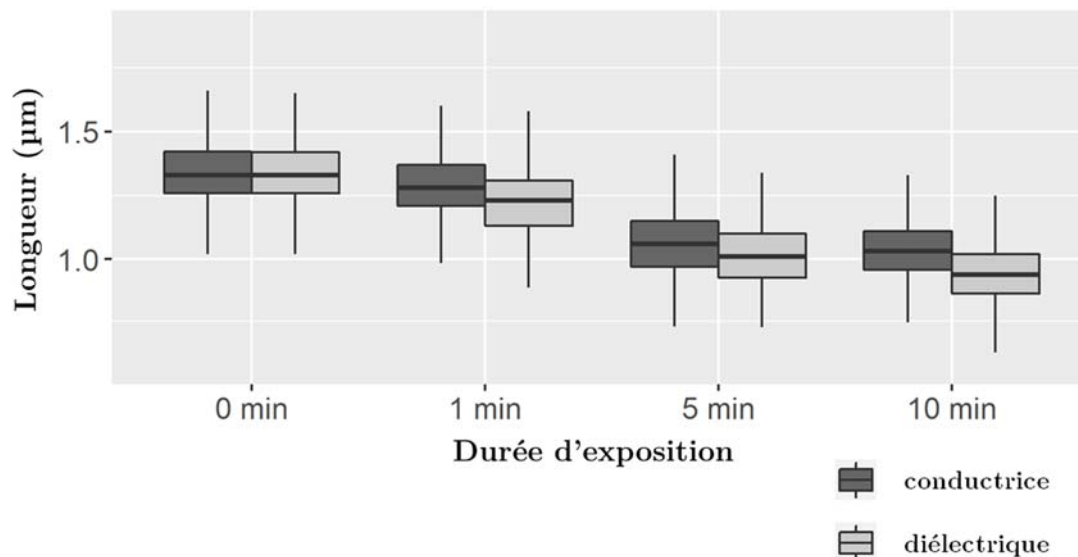
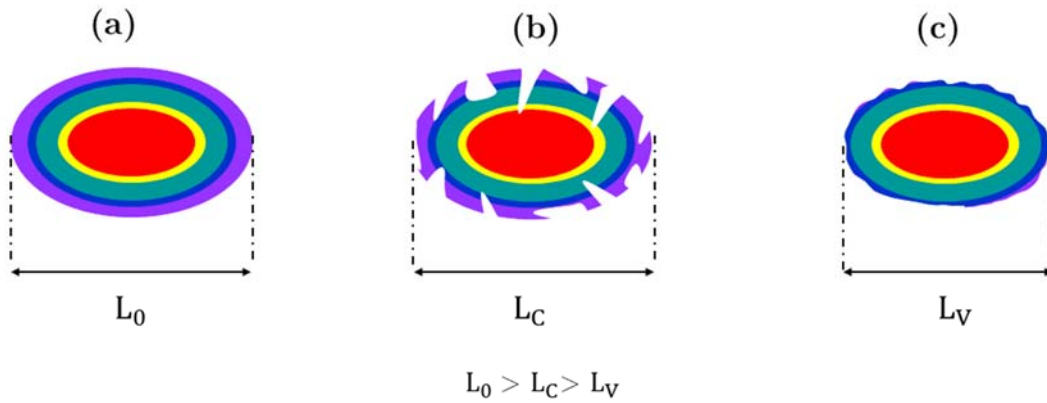


Figure 5-21. Longueurs des spores de *Bacillus atrophaeus* en fonction du temps de traitement et du type de cible.

D'autre part, nous observons que pour un temps de traitement identique, la longueur des spores inoculées sur la cible diélectrique est plus petite que celle des spores inoculées sur la cible conductrice. Ce résultat plutôt inattendu peut être expliqué par un mode de gravure des spores différent d'une cible à l'autre. En effet, il peut être envisagé que la gravure des *Bacillus atrophaeus* inoculées sur la cible conductrice se fasse, certes en profondeur mais que celle-ci ne soit pas homogène (figure 5-22(b)). Ainsi, le faisceau d'électrons (environ 1 nm) du microscope électronique distingue plus aisément le phénomène de gravure. A l'opposé pour la cible diélectrique, la gravure pourrait être plus homogène et de ce fait, présenter peu de relief (figure 5-22(c)). Des mesures supplémentaires avec une technique d'observation telle que la microscopie à force atomique permettraient de valider ou d'invalider cette hypothèse.



L_0 : Longueur des spores non traitées (contôle)

L_C : Longueurs des spores inoculées sur la cible conductrice traitée par plasma

L_V : Longueurs des spores inoculées sur la cible diélectrique traitée par plasma

Figure 5-22. Représentations schématiques des possibles modes de gravure des *Bacillus atrophaeus* sous l'effet du jet plasma.

IV. Conclusion

Dans cette étude, nous avons évalué l'influence du type de cible et de la distance de traitement sur l'effet biocide des jets plasmas. Les résultats ont mis en évidence une plus grande surface biocide pour la cible diélectrique contre une plus grande efficacité biocide pour la cible conductrice. Par ailleurs, il a été observé qu'en fonction du type de cible traitée, la distance de traitement peut influencer de manière importante l'effet biocide des jets plasmas. Enfin, la microscopie électronique à balayage a mis en évidence un phénomène de gravure au niveau des couches des spores de *Bacillus atrophaeus* et une influence de la nature de la surface sur la taille des spores traitées.

Bibliographie

- Ali, M., Nelson, A.R., Lopez, A.L., and Sack, D.A. (2015). Updated Global Burden of Cholera in Endemic Countries. *PLoS Negl. Trop. Dis.* *9*.
- Baeshen, N.A., Baeshen, M.N., Sheikh, A., Bora, R.S., Ahmed, M.M.M., Ramadan, H.A.I., Saini, K.S., and Redwan, E.M. (2014). Cell factories for insulin production. *Microb. Cell Factories* *13*, 141.
- Black, J.G. (2012). *Microbiology Principles and Explorations* (Wiley).
- Chick, H. (1908). An Investigation of the Laws of Disinfection. *J. Hyg. (Lond.)* *8*, 92–158.
- Corradini, M.G., Normand, M.D., and Peleg, M. (2007). Modeling non-isothermal heat inactivation of microorganisms having biphasic isothermal survival curves. *Int. J. Food Microbiol.* *116*, 391–399.
- Dedet, J.-P. (2007). *La microbiologie, de ses origines aux maladies émergentes* (Paris: Dunod).
- Deng, S., Ruan, R., Mok, C.K., Huang, G., Lin, X., and Chen, P. (2007). Inactivation of *Escherichia coli* on almonds using nonthermal plasma. *J. Food Sci.* *72*, M62-66.
- Ding, T., Suo, Y., Xiang, Q., Zhao, X., Chen, S., Ye, X., and Liu, D. (2017). Significance of Viable but Nonculturable *Escherichia coli*: Induction, Detection, and Control. *J. Microbiol. Biotechnol.* *27*, 417–428.
- Dolezalova, E., and Lukes, P. (2015). Membrane damage and active but nonculturable state in liquid cultures of *Escherichia coli* treated with an atmospheric pressure plasma jet. *Bioelectrochemistry Amst. Neth.* *103*, 7–14.
- Geeraerd, A.H., Valdramidis, V.P., and Van Impe, J.F. (2005). GInaFiT, a freeware tool to assess non-log-linear microbial survivor curves. *Int. J. Food Microbiol.* *102*, 95–105.
- Guaitella, O., and Sobota, A. (2015). The impingement of a kHz helium atmospheric pressure plasma jet on a dielectric surface. *J. Phys. Appl. Phys.* *48*, 255202.
- Hasan, M.I., and Bradley, J.W. (2015). Computational model of the interaction of a helium atmospheric-pressure jet with a dielectric surface. *J. Phys. Appl. Phys.* *48*, 435201.

- Hess, C.B., Niesel, D.W., Holmgren, J., Jonson, G., and Klimpel, G.R. (1990). Interferon production by *Shigella flexneri*-infected fibroblasts depends upon intracellular bacterial metabolism. *Infect. Immun.* *58*, 399–405.
- Humpheson, L., Adams, M.R., Anderson, W.A., and Cole, M.B. (1998). Biphasic Thermal Inactivation Kinetics in *Salmonella enteritidis* PT4. *Appl. Environ. Microbiol.* *64*, 459–464.
- Ikawa Satoshi, Kitano Katsuhisa, and Hamaguchi Satoshi (2010). Effects of pH on Bacterial Inactivation in Aqueous Solutions due to Low-Temperature Atmospheric Pressure Plasma Application. *Plasma Process. Polym.* *7*, 33–42.
- Kawasaki, T., Kawano, K., Mizoguchi, H., Yano, Y., Yamashita, K., Sakai, M., Shimizu, T., Uchida, G., Koga, K., and Shiratani, M. (2014). Visualization of the Distribution of Oxidizing Substances in an Atmospheric Pressure Plasma Jet. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *42*, 2482–2483.
- Kawasaki, T., Sato, A., Kusumegi, S., Kudo, A., Sakanoshita, T., Tsurumaru, T., Uchida, G., Koga, K., and Shiratani, M. (2016). Two-dimensional concentration distribution of reactive oxygen species transported through a tissue phantom by atmospheric-pressure plasma-jet irradiation. *Appl. Phys. Express* *9*, 076202.
- Kawasaki, T., Kuroeda, G., Sei, R., Yamaguchi, M., Yoshinaga, R., Yamashita, R., Tasaki, H., Koga, K., and Shiratani, M. (2017). Transportation of reactive oxygen species in a tissue phantom after plasma irradiation. *Jpn. J. Appl. Phys.* *57*, 01AG01.
- Krönig, B., and Paul, T. (1897). Die chemischen Grundlagen der Lehre von der Giftwirkung und Desinfection. *Z. Für Hyg. Infekt.* *25*, 1–112.
- Laroussi, M. (1996). Sterilization of contaminated matter with an atmospheric pressure plasma. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *24*, 1188–1191.
- Laroussi, M. (2015). Low-Temperature Plasma Jet for Biomedical Applications: A Review. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *43*, 703–712.
- Laroussi, M., Alexeff, I., and Kang, W.L. (2000). Biological decontamination by nonthermal plasmas. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *28*, 184–188.
- Ma, Y., Zhang, G.J., Shi, X.M., Xu, G.M., and Yang, Y. (2008). Chemical Mechanisms of Bacterial Inactivation Using Dielectric Barrier Discharge Plasma in Atmospheric Air. *IEEE Trans. Plasma Sci.* *36*, 1615–1620.

- Misra, N.N., Patil, S., Moiseev, T., Bourke, P., Mosnier, J.P., Keener, K.M., and Cullen, P.J. (2014). In-package atmospheric pressure cold plasma treatment of strawberries. *J. Food Eng.* *125*, 131–138.
- Moisan, M., Barbeau, J., Moreau, S., Pelletier, J., Tabrizian, M., and Yahia, L.H. (2001). Low-temperature sterilization using gas plasmas: a review of the experiments and an analysis of the inactivation mechanisms. *Int. J. Pharm.* *226*, 1–21.
- Nicholson, W.L., Munakata, N., Horneck, G., Melosh, H.J., and Setlow, P. (2000). Resistance of *Bacillus* Endospores to Extreme Terrestrial and Extraterrestrial Environments. *Microbiol. Mol. Biol. Rev.* *64*, 548–572.
- Norberg, S.A., Johnsen, E., and Kushner, M.J. (2015). Helium atmospheric pressure plasma jets touching dielectric and metal surfaces. *J. Appl. Phys.* *118*, 013301.
- Patil, S., Moiseev, T., Misra, N.N., Cullen, P.J., Mosnier, J.P., Keener, K.M., and Bourke, P. (2014). Influence of high voltage atmospheric cold plasma process parameters and role of relative humidity on inactivation of *Bacillus atrophaeus* spores inside a sealed package. *J. Hosp. Infect.* *88*, 162–169.
- Perni, S., Shama, G., and Kong, M.G. (2008a). Cold atmospheric plasma disinfection of cut fruit surfaces contaminated with migrating microorganisms. *J. Food Prot.* *71*, 1619–1625.
- Perni, S., Liu, D.W., Shama, G., and Kong, M.G. (2008b). Cold atmospheric plasma decontamination of the pericarps of fruit. *J. Food Prot.* *71*, 302–308.
- Rodríguez-Chueca, J., Ormad, M.P., Mosteo, R., and Ovelleiro, J.L. (2015). Kinetic modeling of *Escherichia coli* and *Enterococcus* sp. inactivation in wastewater treatment by photo-Fenton and H₂O₂/UV-vis processes. *Chem. Eng. Sci.* *138*, 730–740.
- Ruste, J. (2013). Microscopie électronique à balayage - Principe et équipement.
- Schopfer, P. (1994). Histochemical Demonstration and Localization of H₂O₂ in Organs of Higher Plants by Tissue Printing on Nitrocellulose Paper. *Plant Physiol.* *104*, 1269–1275.
- Sella, S.R.B.R., Vandenberghe, L.P.S., and Soccol, C.R. (2014). Life cycle and spore resistance of spore-forming *Bacillus atrophaeus*. *Microbiol. Res.* *169*, 931–939.
- Sella, S.R.B.R., Vandenberghe, L.P.S., and Soccol, C.R. (2015). *Bacillus atrophaeus*: main characteristics and biotechnological applications - a review. *Crit. Rev. Biotechnol.* *35*, 533–545.

Setlow, P. (2006). Spores of *Bacillus subtilis*: their resistance to and killing by radiation, heat and chemicals. *J. Appl. Microbiol.* *101*, 514–525.

Shen, J., Cheng, C., Zhao, Y., Xiao, D., Lan, Y., Xie, H., Cheng, J., Meng, Y., Li, J., and Chu, P.K. (2014). Observation of inactivation of *Bacillus subtilis* spores under exposures of oxygen added argon atmospheric pressure plasma jet. *Jpn. J. Appl. Phys.* *53*, 110310.

Spadiut, O., Capone, S., Krainer, F., Glieder, A., and Herwig, C. (2014). Microbials for the production of monoclonal antibodies and antibody fragments. *Trends Biotechnol.* *32*, 54–60.

Tseng, S., Abramzon, N., Jackson, J.O., and Lin, W.-J. (2012). Gas discharge plasmas are effective in inactivating *Bacillus* and *Clostridium* spores. *Appl. Microbiol. Biotechnol.* *93*, 2563–2570.

Yamada, H., Sakakita, H., Kato, S., Kim, J., Kiyama, S., Fujiwara, M., Hiroto Itagaki, Okazaki, T., Ikehara, S., Nakanishi, H., et al. (2016). Spectroscopy of reactive species produced by low-energy atmospheric-pressure plasma on conductive target material surface. *J. Phys. Appl. Phys.* *49*, 394001.

Young, S.B., and Setlow, P. (2004). Mechanisms of *Bacillus subtilis* spore resistance to and killing by aqueous ozone. *J. Appl. Microbiol.* *96*, 1133–1142.

CONCLUSION GENERALE

Au cours de ce travail, différents paramètres influençant les propriétés physiques et biocides d'un jet plasma à pression atmosphérique (JPPA) ont été évalués. Les études ont porté sur le jet en l'absence de cible (jet libre) et en présence de deux cibles de conductivités différentes : une cible conductrice ($6.0 \cdot 10^7 \text{ S.m}^{-1}$) et une cible diélectrique ($10^{-10} \text{ S.m}^{-1}$). Les résultats correspondants sont résumés dans cette thèse.

L'observation de la dynamique du jet plasma en jet libre avec une caméra ICCD a montré la propagation d'une onde d'ionisation par alternance du signal de tension. Durant l'alternance positive, la propagation de l'onde d'ionisation du jet plasma est matérialisée par le déplacement d'un front lumineux « plasma bullet », suivi d'un canal faiblement intense. Tandis qu'au cours de l'alternance négative, l'onde d'ionisation apparaît essentiellement sous la forme d'un canal d'ionisation continu et présente une vitesse moyenne inférieure à celle mesurée durant l'alternance positive.

D'après la littérature, la différence entre les dynamiques de propagation des deux ondes d'ionisations pourrait être le résultat de l'interaction entre le champ électrique « appliqué » (imposé par la source de tension) et le champ électrique « induit » (formé entre les charges présentes au niveau de l'onde d'ionisation et les charges accumulées sur la surface interne de la source plasma).

Les résultats ont montré que pour des conditions expérimentales identiques, le gaz plasmagène et le profil du signal de tension influençaient grandement les propriétés du jet plasma. Il a été observé que lorsque l'hélium est utilisé comme gaz plasmagène, la vitesse de l'onde d'ionisation générée durant l'alternance positive du signal impulsionnel est 6,5 fois supérieure à celle du signal sinusoïdal. Lorsque le néon est utilisé comme gaz de décharge, la vitesse de l'onde d'ionisation générée durant l'alternance positive du signal impulsionnel est 10,7 fois supérieure à celle du signal sinusoïdal.

En se basant sur la littérature, nous émettons l'hypothèse que les valeurs relativement élevées des vitesses de l'onde d'ionisation sous le signal impulsionnel par rapport à celles sous le signal sinusoïdal pourraient être la conséquence de la différence importante entre les temps de montée des deux signaux.

En effet, le temps du signal impulsionnel se compte en dizaines de ns, tandis que pour le signal sinusoïdal, cette transition est beaucoup plus longue (quelque μs).

Par ailleurs, pour des conditions identiques de flux et de tension, la longueur du jet et la vitesse de propagation de l'onde d'ionisation sont plus élevées dans le néon que dans l'hélium. La densité de pré-ionisation, définie comme la densité initiale de charges (électrons et ions) présentes dans le volume du gaz plasmagène avant l'application du signal de tension aux bornes de la source plasma pourrait être à l'origine de ce phénomène.

L'interaction du jet avec une cible a montré un résultat différent suivant que cette dernière soit diélectrique ou conductrice. Lorsque l'onde d'ionisation d'un jet plasma atteint la surface d'une cible diélectrique, l'accumulation des premières charges sur la surface du diélectrique engendre un champ électrique induit dans le gap séparant la surface de la cible à la sortie de la source plasma. La propagation axiale de l'onde d'ionisation se trouve ralentie et l'onde d'ionisation se propage progressivement de manière radiale et symétrique en direction des zones où les charges déposées sont faibles. Parallèlement, l'accumulation des charges sur la surface du diélectrique génère un champ électrique latéral qui entretient la propagation de l'onde d'ionisation sur la surface de la cible. Le phénomène d'étalement du jet plasma sur la surface de la cible diélectrique observé sur les différentes photographies présentées dans ce mémoire est la conséquence de la propagation de cette onde d'ionisation surfacique.

En présence de la cible conductrice, le phénomène d'étalement du plasma ne se produit pas. En fonction de l'alternance du signal de tension, de la distance entre la source plasma et la surface de la cible (distance de traitement) et du profil du signal de tension, nous observons :

- La propagation d'une seconde onde d'ionisation de la sortie de la source plasma en direction de la surface de la cible (chapitre 3, section II.1.2.2).
- La contre-propagation d'une onde d'ionisation secondaire de la surface de la cible vers la sortie de la source plasma (chapitre 3, section I.2.2.2.2 et chapitre 4, section I.1.2.2.2).
- Un amorçage de la décharge et la propagation de l'onde d'ionisation 50 ns en avance comparé au cas du jet libre (chapitre 3, section I.2.2.1).

Concernant cette dernière observation, nous avons émis l'hypothèse que la cible conductrice pourrait agir comme une électrode et qu'il existerait une distance critique en dessous de laquelle elle amorcerait la décharge et la propagation de l'onde d'ionisation plus tôt qu'en l'absence de cible.

L'étude des signaux électriques a mis en évidence d'une part une dissipation d'énergie plus importante pour le jet plasma de néon (42 μJ) que pour le jet d'hélium (18 μJ) et d'autre part une nette augmentation de l'énergie dissipée dans le plasma lorsque la cible conductrice interagit avec le jet (62 μJ pour le jet de néon et 48 μJ pour le jet d'hélium).

La spectroscopie d'émission optique a permis d'observer et d'identifier les émissions des espèces générées par le jet plasma en phase gazeuse : les espèces des gaz plasmagènes (He / Ne) et celles issues de l'air (OH, O, N_2^* (second système positif), N_2^+). La présence des cibles diélectrique et conductrice en contact avec le jet plasma s'est traduite par une augmentation des intensités des émissions des espèces du jet. Cette augmentation est plus importante pour la cible conductrice et s'accompagne de l'émission d'espèces supplémentaires (NO et N_2^* (premier système positif)). Par ailleurs, l'utilisation d'un réactif amidon-KI a permis d'observer que la distribution spatiale des espèces réactives générées par le jet pour la cible conductrice (12 cm^2) était inférieure à celle de la cible diélectrique (15 cm^2).

L'effet biocide des jets plasmas n'étant plus à démontrer, nous nous sommes penchés sur l'influence de la distance de traitement et du type de support sur l'efficacité biocide des jets. Les résultats ont montré que le jet plasma d'hélium est capable d'induire des dommages létaux et sous-létaux aux bactéries exposées. Il a aussi été observé une plus grande surface biocide pour le jet en présence de la cible diélectrique contre une plus grande efficacité biocide du jet au contact de la cible conductrice. Par ailleurs, cette étude a mis en évidence qu'en fonction du type de cible, la distance de traitement peut avoir une influence importante sur l'efficacité biocide du jet. En effet, nous avons obtenu au bout de 10 min de traitement pour la cible conductrice, une réduction de la charge bactérienne de 5, 4 et 2 log respectivement pour les distances de traitement de 10, 15 et 20 mm.

La cinétique d'inactivation par jet plasma des spores de *Bacillus atrophaeus* inoculées sur la cible conductrice a été décrite par le modèle de Cerf. Les résultats de l'étude ont

montré une augmentation des coefficients d'inactivations des spores avec une diminution de la distance de traitement. L'analyse des coefficients d'inactivation et des courbes de survie a permis de formuler l'hypothèse selon laquelle l'inactivation de la population résistante de spores de *Bacillus atrophaeus* inoculées sur la cible conductrice n'est possible que pour une distance de traitement inférieure à 20 mm.

L'observation des effets du jet plasma sur la morphologie des spores de *Bacillus atrophaeus* a mis en évidence un phénomène de gravure de la paroi externe et des différentes couches des spores. La profondeur de gravure et la longueur des spores variant suivant le type de cible inoculée, deux modes gravures ont été proposés pour chaque cible.

Ce travail a permis de démontrer que l'interaction des jets plasmas avec des cibles modifie les propriétés physiques et biocides des plasmas. Les sources plasmas étant amenées à cohabiter avec les techniques classiques de décontaminations (autoclave, oxyde d'éthylène, etc.) et thérapeutiques (traitement de cellules de cancéreuses, traitement de plaies chroniques), les résultats de cette étude encourage à évaluer les propriétés biocides et thérapeutiques des plasmas dans les conditions réelles de leur future application.

PERSPECTIVES

En ce qui concerne la nature des cibles utilisées, il serait très intéressant de réaliser un travail similaire sur des liquides, liquides qui pourraient avoir différentes propriétés et donc différentes conséquences sur le plasma généré par la source, et plasma qui pourrait avoir un effet physique, biologique mais aussi chimique cette fois sur la cible liquide.

Dans cette étude, nous ne nous sommes pas intéressés à la température du jet au point de contact avec la cible. De plus, les cibles évaluées dans ce travail ne sont pas thermosensibles, elles ont des propriétés très différentes de l'épiderme ou de tissus vivants. Il serait intéressant d'étendre cette étude à des matériaux synthétiques se rapprochant de tissus vivants, voire de la peau. Dans ce cas, les propriétés du jet plasma seraient évaluées en tenant compte des particularités de ces surfaces en lien avec des applications biomédicales.

L'antibiorésistance est caractérisée par une augmentation de la résistance d'une souche bactérienne face aux effets d'un antibiotique. Dans notre étude, nous avons mis en évidence et localisé une zone biocide sous-létale (chapitre 5, section III.1). En prélevant des bactéries dans cette zone, puis en les exposant de nouveau au jet plasma dans les conditions expérimentales identiques à leur premier traitement, il serait possible de vérifier si ces bactéries n'ont pas développé de résistance face aux agents actifs du plasma.

PUBLICATIONS

- Aboubakar Koné, Bruno Caillier and Philippe Guillot (2016). Target interacting with atmospheric pressure helium DBD. IEEE International Conference on Plasma Science (ICOPS).

- Aboubakar Koné, Florent Sainct, Bruno Caillier and Philippe Guillot (2016). Investigation of the interaction of He/Ne plasma jet with a cooper plate. ESCAMPING XXIII.

- Aboubakar Koné, Florent Sainct, Bruno Caillier and Philippe Guillot (2016). Investigation of the interaction between a helium plasma jet and conductive/non conductive targets. International Conference on Plasma Medicine (ICPM-6).

- Aboubakar Koné (2016). Etude de l'interaction entre un jet plasma et une cible conductrice et non conductrice. GDR Abioplasm.

- Aboubakar Koné, Cristina Muja, Florent Sainct, Bruno Caillier and Philippe Guillot (2017). Experimental study of the interaction of an helium plasma jet and a conductive target. IEEE International Conference on Plasma Science (ICOPS).

- Aboubakar Koné, Cristina Muja, Florent Sainct, Bruno Caillier and Philippe Guillot (2017). Comparative study of the interactions of helium and neon plasmas jets with a conductive target. IEEE International Conference on Plasma Science (ICOPS).

- Aboubakar Koné, Cristina Muja, Florent Sainct, Bruno Caillier and Philippe Guillot (2017). Neon plasma jet interactions with conductive and non-conductive targets. IEEE International Conference on Plasma Science (ICOPS).

- Aboubakar Koné, Cristina Muja, Florent Sainct, Bruno Caillier and Philippe Guillot (2018). Investigation of the interaction between a helium plasma jet and conductive (metal) / non-conductive (dielectric) targets. Plasma Medicine (Begell House Journal).