

Détection de Défauts d'un Revêtement Organique par Mesures Electrostatiques

Delphine Koch, Philippe Molinié

► To cite this version:

Delphine Koch, Philippe Molinié. Détection de Défauts d'un Revêtement Organique par Mesures Electrostatiques. 5ème Congrès de la Société Française d'Electrostatique, Aug 2006, Grenoble, France. pp.21-26. hal-00239407

HAL Id: hal-00239407 https://centralesupelec.hal.science/hal-00239407v1

Submitted on 5 Feb 2008

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.

Détection de Défauts d'un Revêtement Organique par Mesures **Electrostatiques**

D.Koch, P.Molinié Supélec, Département Energie Plateau du Moulon, 91192 Gif sur Yvette Cedex Email : delphine.koch@supelec.fr, philippe.molinié@supelec.fr

Résumé - Nous présentons ici des mesures de potentiel de surface sur des structures métal-isolant sur lesquelles des défauts ont été réalisés. Pour expliquer la visibilité très nette de ces défauts sur des cartographies de potentiel, nous avons enregistré la réponse de l'isolant en déclins et retours de potentiel. L'analyse des signaux nous permet de mettre en évidence une injection de charge sur la zone de défaut, que nous attribuons à l'apport énergétique d'une décharge de surface se développant à partir de la ligne triple du défaut.

1 Introduction

existe un fort besoin de techniques П d'investigation fiables non destructives permettant d'identifier et de comprendre les mécanismes de dégradation. Ainsi, nous présentons des mesures de potentiel de surface réalisées par une méthode électrostatique bien connue dans le domaine de la caractérisation des diélectriques, mais peu exploitée jusqu'alors dans celle des revêtements organiques utilisés pour la protection contre la corrosion.

L'objectif est donc d'utiliser cette technique non destructive pour améliorer les performances et la durabilité des systèmes de peinture. L'une des applications souhaitées est la détection d'un décollement présent entre le substrat et un revêtement organique, ou une délamination entre couches de peinture qui à long terme favorise la formation de produits de corrosion. Des études récentes [1] ont montré que cet outil de mesure permettait de suivre la progression du vieillissement à partir d'une blessure, et de différencier des défauts liés à une mauvaise adhérence du revêtement.

Nous approfondissons ces travaux en réalisant des cavités artificielles au niveau du substrat pour qualifier la technique de cartographie de potentiel et identifier les signatures en termes de déclin et retour de potentiel des divers phénomènes physiques qui interviennent, afin de les modéliser.

Les diverses expériences dans ce travail laissent présager que la présence de décharges partielles pourrait jouer un rôle essentiel dans une cavité et devrait activer une injection de charge dans le matériau et ainsi, expliquer le déclin de potentiel différent d'un matériau sans cavité.

Dans le contexte des isolations, le mécanisme d'injection de charge présente de nombreuses investigations, mais l'influence des décharges partielles et leur modélisation est connue surtout par une action chimique ou thermique à long terme. En revanche, peu d'études portent sur la quantité de charge qui pourrait être émise dans un isolant par une décharge. Cependant, des études réalisées par Vance [2] sur les mécanismes de transfert de

l'énergie de la décharge corona ont démontré qu'un neutre excité peut transférer son énergie à la surface et créer une paire d'électron-trou : suivant la polarité, le trou reste en surface, et l'électron s'injecte, ou inversement. Néanmoins, le déclin de potentiel assisté par l'effet injecteur de la décharge corona a surtout été étudié par l'équipe de Perlman [3], qui identifie les espèces chimiques responsables de l'injection, par exemple les oxydes d'azote activés énergétiquement formés lors d'une décharge corona négative.

2 **Expériences**

Dispositif expérimental 2.a

Nous utilisons un banc de mesure de potentiel de surface classique (voir description dans [4]), permettant une charge corona et des mesures avec une sonde sans contact. La forme du dépôt de charge est circulaire (diamètre 17 mm) ou rectangulaire de plus grande dimension, suivant les cas. Le temps typique de charge est de l'ordre de 5s dans le premier cas et de 1s dans le deuxième.

Echantillons 2.b

Un essai a porté sur une plaque d'acier avec un revêtement organique epoxyvinylique. En vue de réaliser une mauvaise adhérence, une bande de graisse silicone a été déposée sur une largeur de 2cm avant d'appliquer la peinture. Une scarification (2mm) par fraiseuse a été également effectuée, en vue de futurs tests de vieillissement.

Les autres essais ont été menés sur des plaques d'époxy métallisées utilisées pour les circuits imprimés. Nous avons étudié deux types de systèmes (refSOCEM et refCIFaac) résine époxy/ fibre de verre (norme standard FR4), d'épaisseur $400\mu m$ et d'environ 50mm de coté, avec une métallisation en cuivre d'épaisseur 35µm sur leur face inférieure.

Sur la moitié des échantillons, une cavité artificielle a été créée en enlevant la métallisation sur un diamètre de 4mm (figure1).



Modes opératoires 2.c

Deux types d'essais ont été effectués : des cartographies de potentiel et des mesures de déclin et retour de potentiel au centre des échantillons.

2.c.1 Cartographies de potentiel

Après une charge initiale, des cartographies successives de potentiel ont été réalisées, avec une résolution spatiale de l'ordre de 0,5 mm (0,7 mm dans le cas de la figure2). Leur durée est d'une quinzaine de minutes. On a également extrait de ces cartographies, en sélectionnant une ligne passant par le centre de l'échantillon, des « profils de potentiel » permettant de représenter l'évolution de la distribution de potentiel en surface (figure3).

2.c.2 Déclins et retours de potentiel

Le déclin de potentiel au centre de l'échantillon a été enregistré après application de différents potentiels entre $\pm 100V$ et $\pm 1800V$, pendant des durées variables. Immédiatement après cette mesure, nous avons systématiquement appliqué sur la surface une décharge de signe opposé, en principe pour la neutraliser, mais en inversant aussi parfois le signe du potentiel de la surface. Ensuite, Le « retour de potentiel » [4, 5, 6] a été enregistré. Les courants de charge appliqués sont de $10\mu A$, et les mesures sont réalisées à température ambiante et humidité relative d'environ 50%.

2.d Traitements et représentations des données

Après l'enregistrement du déclin de potentiel en fonction du temps (aspect « brut » donné figure4), les données sont systématiquement traitées et représentées par des courbes $tdV/dt = f(\log t)$. Cette représentation est la meilleure pour l'observation des différentes réponses diélectriques [4]. L'aire située sous la courbe dans cette représentation, entre deux instants correspond à la perte de potentiel pendant cet intervalle de temps. Cette transformée est représentée, dans le cas du déclin, en normalisant à la tension de charge V_0 , et dans celui du retour, par le créneau de tension de neutralisation V_n (qui peut aller au-delà du zéro)

3 Résultats

3.a Détection par cartographies

La figure2 présente une cartographie de potentiel après une charge de +1000V sur le revêtement organique avec la couche de graisse reproduisant un décollement, ainsi qu'une photographie de la surface (la zone sur laquelle la graisse a été appliquée est matérialisée par le rectangle). La mauvaise adhérence de la peinture sur le substrat apparaît nettement par une zone à faible potentiel.



Figure2 : cartographie (60/70mm) de potentiel (en volt) et photographie du revêtement

Les cartographies sur les échantillons d'époxy avec cavité mettent en évidence deux types de comportement opposés concernant la dynamique de ce potentiel au niveau de la cavité par rapport à la zone intacte (figure3).



Figure3 : profil V=fct(x) des cartographies successives après charge circulaire, a/ refSOCEM, cartographie 1h30 après la charge, 40/40mm, b/ refCIFaac, cartographie 2h30 après la charge, 40/10mm

La cavité apparaît soit par un « creux » dans le profil de potentiel, soit comme une « bosse ». Le comportement est dépendant du type de matériau (comme montré ici), mais également du niveau de tension appliqué.

Par ailleurs, deux observations importantes peuvent être tirées de l'évolution des profils de la figure3 :

- l'étalement latéral de la charge est négligeable.

- la différence de potentiel entre la zone de défaut et le reste de l'échantillon n'apparaît pas pendant la charge, mais plutôt progressivement au cours du temps de déclin.

3.b Déclins de potentiel

La dynamique générale d'un déclin et retour de potentiel est montrée figure4.



Nous présentons ici, en représentation $tdV/V_0dt = f(\log t)$, les résultats obtenus sur le matériau refCIFaac.



Influence du champ et de la polarité en zone

3.b.1

Figure5 : courbes de déclin pour diverses tensions et polarités sur matériau refCIFaac sans cavité

La réponse, présentée figure5, est pratiquement linéaire (indépendante du champ appliqué) et symétrique. La principale irrégularité se manifeste systématiquement à champ faible en positif, sous forme de pics qui pourraient être accélérés avec la tension. Le déclin à +100V possède un pic centré à 10^2 s, et celui à +250V centré à 10^1 s.

3.b.2 Influence du champ et de la polarité en zone de défaut

Le déclin de potentiel au centre des cavités est représenté figure6.



Figure6 : courbes de déclin pour diverses tensions et polarités sur matériau refCIFaac avec cavité

Le comportement de cette zone présente des mesures plus dispersées que précédemment. Nous observons une influence de la polarité et du champ appliqué, mais pas dans le sens d'une activation par le champ. Au contraire, des pics sont toujours visibles à champ faible en positif mais bien plus nettement que dans la zone intacte et de même constante de temps pour le déclin à +100V.

3.c Retours de potentiel : comparaison des deux zones

Les courbes de retour de potentiel normalisées après un déclin de 30s, figure7 et figure8 (explication de la courbe « reconstituée » §5.a.2).



Figure8 : courbes du retour de potentiel à champ élevé, après un déclin de 30s

Pour une charge initiale faible, dans la zone intacte, il n'y a pas de dépendance de la polarité. En revanche, pour la zone de défaut, le retour est nettement plus important, et dépend de la polarité. L'amplitude en positif est plus grande qu'en négatif.

Pour une charge initiale élevée, quelque soit la zone étudiée, les courbes se superposent. L'amplitude du retour est proportionnellement moins importante qu'à champ faible.

4 Théorie

4.a Modèle de charge avec et sans cavité en négligeant les effets de bord

4.a.1 Seuil d'apparition des décharges partielles

Du fait de la faible rigidité diélectrique de l'air et de la concentration du champ liée à sa faible permittivité, une décharge partielle peut se produire dans la cavité. En négligeant les effets de bord, en première approximation cette décharge dépend du produit (p*d) de la pression par la distance inter électrode. En nous référant aux courbes de Paschen de l'air à pression atmosphérique, le calcul du seuil de décharge donne une tension aux bornes de la cavité de V_{claquage} = 550V, correspondant à un potentiel de surface V_{surface} = 1800V. Cette valeur théorique ne tient pas compte du caractère isolant d'une électrode, ni de la présence d'un point triple dans la cavité et il est très peu probable qu'elle soit expérimentalement valable.

4.a.2 Calcul du potentiel et de la charge à la fin de la charge / comparaison avec et sans défaut

Nous comparons la zone intacte (A) avec la zone de défaut (B). La capacité totale de la zone B ($C_{isolant}$ en série avec $C_{cavité}$) sera inférieure à la capacité de la zone A. Le système de charge peutêtre considéré, au début de la charge, comme un générateur de courant constant, puis il tend vers un dispositif de charge à potentiel constant. Au début de la charge la densité de charge déposée en surface n'est pas influencée par la cavité ($Q_A = Q_B$), mais à la fin ce sont les potentiels qui seront identiques.

4.a.2.1 Potentiels

En l'absence de décharge dans le défaut, le potentiel pendant la charge sera toujours légèrement plus élevé sur la zone B, la capacité y étant plus faible. La charge de B sera donc plus rapide.

En revanche, si on suppose qu'une décharge vient court-circuiter la cavité à un instant donné, le potentiel en B va chuter comme le représente la flèche de la figure9, à une valeur légèrement plus faible que la zone A, la charge y étant plus faible.

La situation au début des mesures, dépend du rapport entre le temps de charge et la constante de temps caractéristique de charge de l'isolant (figure9). Le calcul montre en fait que ce rapport est de l'ordre de 40 dans nos expériences, et dans le cadre de ce modèle les deux potentiels seront donc égaux à la fin de la phase de charge.

4.a.2.2 Charges

En l'absence de décharge, à la fin de la charge, la quantité de charge superficielle, et donc le champ dans l'isolant, sera toujours plus faible dans le cas B. Ce facteur peut expliquer des effets de polarisation plus faibles dans la zone de défaut, dans le cas où il n'y a pas eu de décharge.

Dans le cas où la décharge a court-circuité la cavité, on peut dire qu'en gros les deux situations sont devenues identiques, et que la charge – et donc le champ dans l'isolant est approximativement la même dans les deux cas.



Figure9 : allure du potentiel de surface et de la densité de charge selon la zone

4.b Phénomènes physiques dans l'isolant

Il existe de nombreux mécanismes pour expliquer la dynamique du déclin et retour du potentiel, tels que la polarisation, la conduction volumique et l'injection de charge [5].

4.b.1 Polarisation dipolaire

La plupart des isolants présentent une composante lente de la polarisation dipolaire, liée, par exemple, à des réorientations moléculaires dans le matériau sous l'influence du champ électrique. Par ailleurs, une polarisation interfaciale existe probablement du fait d'une certaine conductivité intrinsèque dans la fibre de verre.

L'époxy, matériau polaire, présente un phénomène linéaire en fonction du champ et attribué à un mécanisme dipolaire [7]. Ce mécanisme peut être décrit par une fonction d'absorption $\phi(t)$.

Si on dépose sur l'isolant une charge q_0 à l'instant t=0, on a : $q(t) = \Gamma_0(t)q_0$, $\Gamma_0(t)$ étant un créneau (fonction de Heavyside) centré en t=0, on peut montrer [5] qu'on a :

$$\frac{dV(t)}{dt} = \frac{Lq_0}{\varepsilon} \frac{d}{dt} \int_0^t \phi_E(\theta) d\theta = \frac{Lq_0}{\varepsilon} \phi_E(t)$$
(1)

(ε étant la permittivité incluant tous les phénomènes de polarisation jusqu'à la première mesure ; ϕ_E intègre les phénomènes de polarisation plus lents)

La dérivée du potentiel est proportionnelle à la fonction d'absorption $\phi_E(t)$, fonction décroissante, habituellement composée de deux lois de puissance du temps. Cette réponse dipolaire qui traduit les phénomènes de relaxation lents et induit un déclin de potentiel peut également donner naissance à un retour de potentiel (§5.a.2).

4.b.2 Conduction et injection de charge

Une conduction intrinsèque conduit à un déclin exponentiel qui peut être mis en évidence par une valeur constante de dV/Vdt, ce qui n'est jamais le cas ici. A la température ambiante et aux champs faibles, cette conduction est généralement négligeable dans les polymères [5]. Une polarisation interfaciale liée à une conduction intrinsèque dans le verre est tout à fait possible ici, mais sera mieux décrite en termes de polarisation dipolaire.

L'injection de charge nécessité le passage d'une des deux surfaces de l'isolant, et, dans le contexte dissymétrique dans lequel nous travaillons, conduira probablement à une réponse dissymétrique du système. Cette réponse est par ailleurs fortement non linéaire en fonction du champ. C'est un phénomène complexe qui dépend à la fois de la barrière énergétique aux interfaces, et des phénomènes de transport dans le volume [5]. L'injection de charge peut également donner naissance à un retour de potentiel. Nous avons développé la théorie de ce phénomène dans une publication précédente [6].

4.c Phénomènes sur lesquels la cavité peut influer

Quel rôle peut jouer la cavité sur les mécanismes physiques cités précédemment? Ces effets sont dus à la superposition des deux milieux, et aux effets de bord.

4.c.1 *Effets de la superposition des deux milieux*

4.c.2 Polarisation

La présence d'une polarisation dipolaire du matériau pourrait expliquer un déclin moins important dans la zone de cavité, le champ appliqué au niveau de la zone du défaut (§4.a) étant moins important que celui de la zone intacte. Par conséquent, la polarisation dans cette zone est elle même atténuée d'un facteur Q_B/Q_A . Cette atténuation n'existe que dans le cas où aucune décharge n'est venue court-circuiter le défaut, ou si cette neutralisation n'est que partielle.

4.c.3 Injection de charge

L'effet de la cavité sur l'injection de charge sera en principe très important, les interfaces métal/isolant et gaz/isolant, et la répartition énergétique des charges étant très différentes dans les deux cas. Par ailleurs, la présence de la décharge devrait en principe activer l'injection de charge dans la cavité. Comme nous l'avons mentionné dans l'introduction. Ces phénomènes restent mal connus, et leur étude est justement l'objectif de cette étude.

La question de l'injection de charge à la surface supérieure chargée par corona n'est en principe nullement exclue, mais il faut remarquer qu'elle ne peut qu'être plus faible sur la zone de défaut que sur la zone intacte, à la fois par la valeur plus faible (en principe) de la charge sur la zone de défaut, et par l'obstacle que représente le défaut à la migration des charges vers la masse.

4.c.4 Effet du renforcement du champ sur la ligne triple

Un aspect très important du défaut que constitue la cavité est l'introduction d'une ligne triple de contact entre l'air, le métal et l'isolant, au voisinage de laquelle le champ sera maximal. Un calcul de champ a été fait (figure10).



Figure10 : champ au point triple

L'effet de ce renforcement du champ ne devrait pas avoir d'influence sur les mécanismes de polarisation dipolaire qui sont plus ou moins linéaires à champs faibles, ce qui est le cas dans nos expériences. En revanche, l'injection de charge, en l'absence de décharge dans la cavité, sera nettement plus forte sur la ligne triple qu'ailleurs.

La décharge dans la cavité elle-même sera certainement issue de la ligne triple, mais son développement suivra la surface de contact isolantair, et se poursuivra probablement jusqu'à la neutralisation (totale ou partielle) de l'ensemble de

la surface. Les conséquences de cette dynamique sur l'injection ne sont pas évidentes et font justement l'objet de cette étude.

5 Discussion

5.a Phénomène linéaire

Identification / description 5.a.1

L'allure des courbes de déclin et retour de potentiel du matériau, dans la zone intacte, est indépendant du champ et de la polarité malgré quelques irrégularités à champ faible en positif. La figure11 représente les même données en zone intacte en représentation logdV/dt=f(logt).



Figure11 : traitement de la courbe de déclin

Nous retrouvons l'allure classique d'une courbe obéissant à une loi de puissance $(dV/dt \propto t^{-n})$ classique pour un déclin d'origine dipolaire décrit par une fonction d'absorption (le comportement erratique aux temps très courts n'est probablement pas significatif).

5.a.2 *Utilisation du modèle de relaxation linéaire*

Nous avons utilisé les mesures en négatif à champ élevé dans la zone sans défaut pour déterminer la réponse de base $\phi_E(t)$ du matériau, qui a ensuite été appliquée pour reconstituer les retours de potentiel d'origine dipolaire théoriques de la zone intacte et la zone avec la cavité en considérant les créneaux de potentiel appliqués expérimentalement. Si on neutralise l'isolant à l'instant t_n , en déposant une charge q_n de signe opposé à q_0 , l'évolution du potentiel après la neutralisation est en effet donnée, en régime linéaire, par la superposition du signal lié au dépôt initial et de celui induit par le créneau de neutralisation :

$$\frac{dV(t)}{dt} = \frac{Lq_0}{\varepsilon} \phi_E(t) + \frac{Lq_n}{\varepsilon} \phi_E(t-t_n)$$
(2)

On peut donc, connaissant $\phi_E(t)$, et les grandeurs des créneaux de potentiel, calculer la forme théorique de dV/dt du retour de potentiel. C'est ce qui est représenté en pointillés sur les figure7 et figure8 après 30s de déclin.

On voit que le modèle de relaxation dipolaire s'applique très bien aux mesures du retour de potentiel et confirme l'hypothèse du mécanisme de

polarisation pour la zone intacte quelque soit le champ électrique et le temps de déclin.

Pour la zone de défaut, lorsque le champ appliqué est élevé, la courbe de reconstitution du modèle correspond pratiquement, mais ce n'est pas le cas lorsque le champ appliqué est faible. Cette observation n'est pas liée à l'influence de la cavité sur la polarisation, puisqu'on a vu que cette influence ne pouvait amener qu'une baisse du déclin (ou du retour) de potentiel, dans le cas d'une absence de décharge. Mais il semble que cet effet ne soit jamais visible ici, et que la décharge ait lieu bien en dessous du seuil théorique (dès 100 V). Nous pouvons au contraire déduire de ces résultats qu'il existe un mécanisme d'injection de charge superposé à la polarisation.

5.b Comportements asymétriques / non linéaires

Les phénomènes asymétriques et non linéaires sont visibles de manière fugitive en zone intacte, sous la forme d'un pic qui semble accéléré par le champ. Cette observation nous paraît importante car elle expliquerait l'absence de ces phénomènes à champ élevé, par une accélération qui les placerait hors de portée d'observation de notre technique. Si on suppose que le pic observé correspond à un temps de transit d'électrons injectés à la contreélectrode dans le matériau, dans un modèle de mobilité, ce temps est en effet inversement proportionnel au carré du champ, et serait donc environ 200 fois plus petit à 1500 V qu'à 100V.

En zone de défaut, on peut interpréter l'accentuation considérable des pics, très visible notamment en retour de potentiel, comme une injection, assistée par la décharge, à partir de la zone de défaut. L'injection en polarité positive pourrait être interprétée par une injection d'électrons, et en polarité négative, par une injection de trous, plus limitée.

Le fait que les pics observés en retour de potentiel soient présents à peu près pour les mêmes temps que pour le déclin de potentiel s'explique bien dans un modèle d'injection de charge. Il est d'ailleurs tout à fait possible qu'au moment de la neutralisation une décharge de signe opposé ait lieu dans la cavité, favorisée par l'accumulation de charges en surface de la décharge précédente.

Enfin, les cartographies ne montrent généralement pas trop d'effets de bord sur les cavités, et les mesures de déclin étant effectuées au centre de la cavité, il est probable que le phénomène observé est bien l'injection de charge à partir de la surface chargée par la décharge elle-même, et non à partir de la ligne triple.

6 Conclusions

Ce travail n'est qu'une première synthèse de multiples essais qui ont été réalisés à Supélec sur des systèmes comportant des cavités. Les premiers résultats que nous publions nous paraissent intéressants à plus d'un titre, car ils montrent qu'avec des outils expérimentaux très simples, on peut mettre en évidence l'effet d'un décollement sur une structure. De multiples développements expérimentaux nous semblent envisageables. D'une part, l'utilisation de techniques de mesures de la charge d'espace résolues en volume permettront de mieux caractériser la dynamique d'injection de la charge à partir de la cavité, d'autre part, différents types de décollements peuvent être réalisés. Les applications pratiques de ce travail sont également nombreuses.

REMERCIEMENTS

Nous remercions particulièrement C. MERLATTI de l'Institut des Sciences de l'Ingénieur de Toulon et du Var (ISITV) pour la réalisation des plaques avec revêtement.

References

- [1] P. Molinié et al., "Apport des mesures de potentiel de surface à la caractérisation du vieillissement d'un revêtement anticorrosion", *Journées Européennes d'Etude PROCOD 2004, Toulon.*
- [2] D. W. Vance, "Surface charging of insulators by ion irradiation", *J. Appl. Phys.*, Vol. 42, pp. 5430-5443, 1971.
- [3] S. Haridoss, M. M. Perlman and C. Carlone, "Vibrationally excited diatomic molecules as charge injectors during corona charging of polymer films", *J. Appl. Phys.*, Vol. 53, No. 9, pp. 6106-6114,1982.
- [4] P. Llovera, P. Molinié, 2004, "New Methodology for Surface Potential Decay Measurements: Application to Study Charge Injection Dynamics on Polypropylene Films", *IEEE Tr. Diel.&El.Ins*, vol.11, pp 1049-1056.
- [5] P. Molinié, 2005, "Measuring and Modeling Transient Insulator Response to Charging: the Contribution of Surface Potential Studies", *IEEE Tr. Diel.* & *El.Ins.* vol.12, pp. 939-950.
- [6] D. Koch, P. Molinié: "Etalement de charge et effets anormaux sur des films de polyéthylène téréphtalate, étudiés par cartographie de potentiel", *Conférence Matériaux pour le Génie Electrique*, *Lyon*, décembre 2005
- [7] P.Molinié, M.Goldman, J.Gatellet, 1995, "Surface potential decay on corona-charged epoxy samples due to polarization processes", *J.Phys.D* vol. 28 pp.1601-1610