



Université  
de Toulouse

# THÈSE

En vue de l'obtention du

## DOCTORAT DE L'UNIVERSITÉ DE TOULOUSE

Délivré par :

Université Toulouse 3 Paul Sabatier (UT3 Paul Sabatier)

---

**Présentée et soutenue par :**

**Thomas PEREL**

**le** mardi 2 septembre 2014

**Titre :**

Protection des circuits électriques des avions plus composites et plus électriques :  
Propriétés électriques des varistances élaborées par "Spark Plasma Sintering"

---

**École doctorale et discipline ou spécialité :**

ED GEET : Génie Electrique

**Unité de recherche :**

LAPLACE - UMR 5213

**Directeur(s) de Thèse :**

M. Vincent BLEY, Maître de conférences à l'université Paul Sabatier, Co-directeur

M. David MALEC, Professeur à l'université Paul Sabatier, Co-directeur

**Jury :**

M. Petru NOTINGHER, Professeur à l'université Montpellier II, IES, Rapporteur

M. Dominique TOURNIER, Maître de conférences, INSA Lyon, Ampère, Rapporteur

M. Claude ESTOURNES, Directeur de Recherche (CNRS), CIRIMAT, Toulouse, Examineur

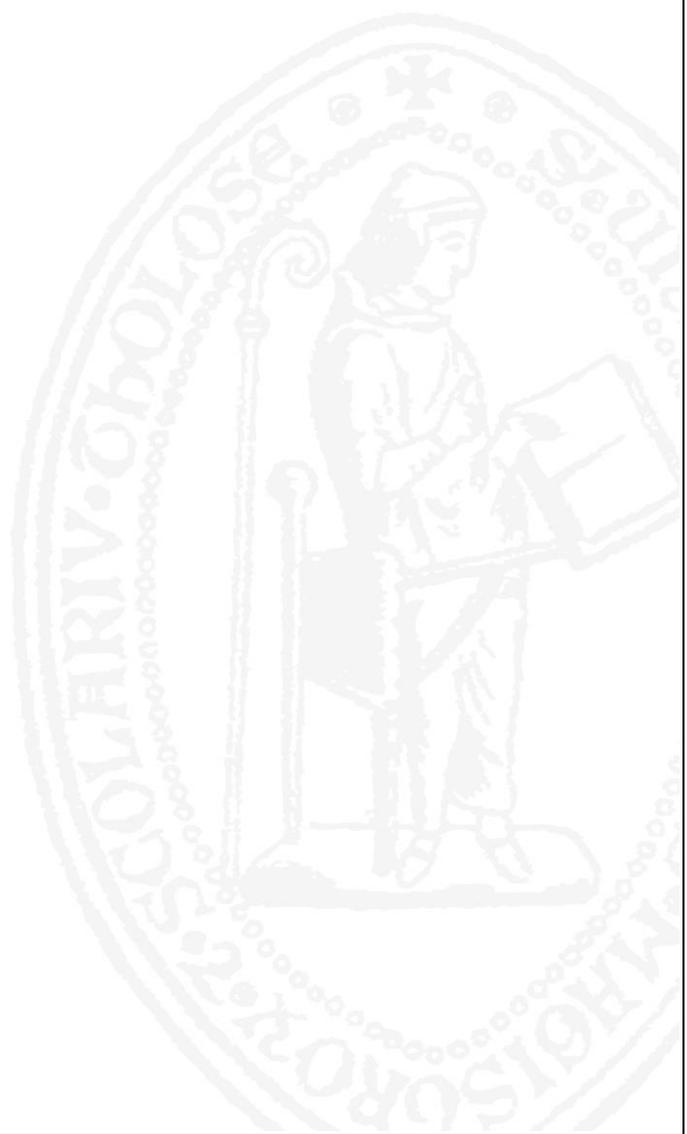
M. Renaud METZ, Maître de conférences à l'université Montpellier II, L2C, Examineur

M. Jonathan MOREL, Docteur Ingénieur, TRIDELTA Parafoudres S.A., Invité

M. Houmam MOUSSA, Docteur Ingénieur, Labinal Power Systems groupe SAFRAN, Invité

M. Vincent BLEY, Maître de conférences à l'université Paul Sabatier, Co-directeur

M. David MALEC, Professeur à l'université Paul Sabatier, Co-directeur



# Remerciements

*Les travaux présentés dans ce manuscrit ont été réalisés au sein du Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie (LAPLACE) de Toulouse sous la direction de Monsieur Vincent BLEY, Maître de conférences à l'université Toulouse III, et Monsieur David MALEC, Professeur à l'université Toulouse III. Je leur exprime en premier lieu toute ma gratitude pour leur encadrement durant toute la durée de ma thèse. Leurs précieux conseils et leurs encouragements ont permis de mener ce travail à son terme.*

*J'adresse mes profonds remerciements à Monsieur Petru NOTINGHER, Professeur à l'université Montpellier II, ainsi qu'à Monsieur Dominique TOURNIER, Maître de conférences à l'INSA Lyon, pour avoir évalué mon travail de thèse et pour avoir accepté d'en être les rapporteurs. Je tiens à souligner leur grande disponibilité pour rédiger les rapports permettant ainsi de respecter les délais administratifs.*

*Je remercie Monsieur Claude ESTOURNES, Directeur de recherche au CNRS (CIRIMAT), qui m'a fait l'honneur et le plaisir de présider le jury de soutenance.*

*J'ai été particulièrement sensible et honoré par la présence dans mon jury de thèse de Monsieur Renaud METZ, Maître de conférences à l'université de Montpellier II, de Monsieur Jonathan MOREL, Docteur Ingénieur chez TRIDELTA PARAFONDRES S.A., et de Monsieur Houmam MOUSSA, Docteur Ingénieur chez Labinal Power Systems du groupe SAFRAN.*

*Pour les nombreuses discussions, très fructueuses lors des réunions qui ont permis d'orienter cette étude, je remercie le consortium des industriels partenaires du projet PREFACE. J'exprime toute ma reconnaissance à Monsieur Michel DUNAND et Monsieur Mounir ABDI dont les connaissances sur les problématiques foudre dans un environnement aéronautique m'ont fait découvrir un univers inconnu mais passionnant.*

*Côté partenaires du projet, je tiens à remercier Claude ESTOURNES, Sophie GUILLEMET-FRITSCH, Yannick BEYNET du laboratoire CIRIMAT pour leur agréable collaboration. Un double remerciement à Yannick, qui arrivé en cours de projet, a pris la relève de Fabien BOUREL dans un contexte délicat, sans lequel je n'aurais pu mener à bien cette thèse.*

*Toujours dans les partenaires du projet, j'exprime toute ma reconnaissance à Jonathan MOREL, Frédéric MALPIECE de chez TRIDELTA PARAFONDRES S.A. pour leur accompagnement ainsi que pour les essais de vieillissement. Au passage, j'en profite pour souhaiter une bonne continuation à Antoine IZOULET.*

*Je remercie Monsieur Christian LAURENT, directeur du LAPLACE, de m'avoir accueilli dans son laboratoire.*

*J'adresse ma profonde reconnaissance à tout le personnel du LAPLACE de manière générale pour la formidable ambiance de travail dont j'ai pu profiter. Je tiens à mentionner le plaisir que j'ai eu à travailler au sein du groupe « Matériaux Diélectriques dans la conversion de l'Energie » (MDCE) et à remercier tous les membres permanents du groupe (Jean-Pascal CAMBRONNE, Thierry LEBEY, Zarel VALDEZ NAVA, Sombel DIAHAM, Lionel LAUDEBAT, Marie-Laure LOCATELLI, Philippe CASTELAN, Nadine LAHOUD, Céline COMBETTES, Sorin DINCULESCU) pour le temps qu'ils m'ont consacré au cours de ces années ainsi que leurs conseils qui ont contribué à l'aboutissement de cette thèse.*

*Je tiens également à remercier à nouveau Monsieur Jean-Pascal CAMBRONNE, responsable du groupe MDCE, mais également responsable de la formation de Master 2 recherche, pour m'avoir donné la chance d'effectuer un Master 2 recherche dont l'orientation « matériaux pour l'électrotechnique » a été plus qu'enrichissante.*

*Je remercie bien évidemment tous mes collègues de bureau, passés et présents, qui ont contribué à créer une ambiance de travail chaleureuse (pour ne faire qu'une liste des présents, François le Patron, Trung alias Pierre, Simon le Plombier, que les anciens me pardonnent). Ces remerciements sont également destinés à tous les collègues Doctorants et Post-Doctorants avec qui j'ai partagé des moments dans et hors laboratoire très agréables. Une mention spéciale pour les « MDCE » Guillaume, Laurent, Thibaut, Bang, Lumei (à votre tour), Chafé (ce qui se passe à Cancùn reste à Cancùn), Elyse, Zenzebil, Cédric, Cyril, Louis, Enrico... mais également pour Abder, Abdé, Lucie, Chérif, Mustapha, et les sacrés footeux Quyen et Xuan.*

*Pour le soutien que vous m'avez apporté tout au long de ma thèse, je vous exprime toute mon amitié. Que les absents m'excusent, faire une liste exhaustive des personnes rencontrées est hasardeux, mais à coup sûr j'ai pensé à vous à un moment...*

*Qu'il me soit permis ici de remercier l'ensemble des amis pour le soutien et les encouragements qu'ils m'ont transmis tout au long de ces années.*

*Sur un plan plus personnel, je voudrais remercier l'ensemble de ma famille de m'avoir constamment encouragé et aidé à franchir les obstacles surtout pendant les moments de doute. Que mes parents, qui seront les seuls désignés par pudeur, y trouvent une pensée pleine d'affection. Les mots sont insuffisants pour exprimer combien je leur suis reconnaissant... Merci est bien trop faible pour témoigner votre impact sur l'aboutissement de cette thèse...*

*Que tous mes proches (qui ne seront encore là non plus pas désignés, mais ils/elles se reconnaîtront j'en suis sûr), reçoivent toute mon affection pour être restés toujours présents pendant cette période de vie en ermite.*

# Sommaire

<b>INTRODUCTION GENERALE .....</b>	<b>5</b>
------------------------------------	----------

<b>CHAPITRE I : PRESENTATION DU CONTEXTE .....</b>	<b>9</b>
--	----------

<b><u>I ) LA Foudre en Aeronautique .....</u></b>	<b><u>13</u></b>
---	------------------

I-1) <u>Historique.....</u>	<u>13</u>
I-2) <u>Types d'orages, répartition, naissance et mécanisme d'un coup de foudre .....</u>	<u>14</u>
I-3) <u>Quelques chiffres sur le risque de foudroiement d'un aéronef.....</u>	<u>14</u>
I-4) <u>Processus d'accroche sur un aéronef .....</u>	<u>16</u>
I-4-1) <u>Eclair intercepté par l'aéronef.....</u>	<u>16</u>
I-4-2) <u>Eclair déclenché par la présence de l'aéronef.....</u>	<u>16</u>
I-5) <u>Les effets de la foudre sur un aéronef .....</u>	<u>17</u>
I-5-1) <u>Les effets directs.....</u>	<u>18</u>
I-5-2) <u>Les effets indirects.....</u>	<u>18</u>
I-6) <u>Phénomènes électromagnétiques lors d'un foudroiement.....</u>	<u>19</u>
I-6-1) <u>Couplage résistif .....</u>	<u>19</u>
I-6-2) <u>Couplage magnétique.....</u>	<u>19</u>
I-6-3) <u>Couplage capacitif .....</u>	<u>20</u>
I-7) <u>Le courant foudre en aéronautique.....</u>	<u>21</u>
I-7-1) <u>Caractéristiques du courant foudre.....</u>	<u>21</u>
I-7-2) <u>La réglementation internationale.....</u>	<u>23</u>
I-7-3) <u>« Zoning » d'un aéronef .....</u>	<u>28</u>

<b><u>II ) VERS L'AVION « PLUS ELECTRIQUE » ET « PLUS COMPOSITE ».....</u></b>	<b><u>30</u></b>
--	------------------

II-1) <u>Vers le « plus » électrique.....</u>	<u>30</u>
II-1-1) <u>Généralités sur les sources d'énergies embarquées .....</u>	<u>30</u>
II-1-2) <u>Evolution de l'énergie électrique.....</u>	<u>31</u>
II-1-3) <u>Pourquoi privilégier l'énergie électrique ? .....</u>	<u>34</u>
II-2) <u>Les composites en aéronautique .....</u>	<u>36</u>
II-2-1) <u>Structure des matériaux composites.....</u>	<u>37</u>
II-2-2) <u>Evolution de l'utilisation de matériaux composites en aéronautique.....</u>	<u>40</u>
II-2-3) <u>Intérêts et inconvénients.....</u>	<u>41</u>
II-3) <u>Les nouvelles contraintes face à l'impact foudre.....</u>	<u>44</u>
II-3-1) <u>Nouvelles contraintes liées à l'évolution de la structure .....</u>	<u>44</u>
II-3-2) <u>Nouvelles contraintes liées à l'évolution des systèmes.....</u>	<u>45</u>
II-4) <u>Le projet PREFACE.....</u>	<u>46</u>

<b>CHAPITRE II : VARISTANCES ZNO .....</b>	<b>49</b>
<b>I ) GENERALITES .....</b>	<b>53</b>
<b>II ) CARACTERISTIQUES ELECTRIQUES .....</b>	<b>55</b>
II-1) Caractéristique courant-tension I(V) ou J(E) .....	55
II-2) Définitions des paramètres électriques .....	57
<b>III ) CONSTITUTION ET STRUCTURE DU MATERIAU .....</b>	<b>59</b>
III-1) Technique d'élaboration .....	59
III-2) Frittage .....	61
III-3) Rôle des dopants .....	62
III-4) Microstructure .....	63
III-5) Le joint de grains microvaristance élémentaire .....	65
<b>IV ) MECANISME DE CONDUCTION .....</b>	<b>66</b>
IV-1) Modèles associés de barrière de potentiel de type SCHOTTKY .....	66
IV-2) Les différents modèles physiques de l'effet varistance envisagés .....	68
IV-2-1) Modèle de M. MATSUOKA .....	68
IV-2-2) Modèle de J. D. LEVINE .....	68
IV-2-3) Modèle de L. M. LEVINSON et ses collaborateurs .....	69
IV-2-4) Modèle de G. E. PIKE .....	70
IV-2-5) Modèle de O. DORLANNE .....	70
IV-3) En résumé .....	70
<b>V ) DEGRADATION ET VIEILLISSEMENT DES VARISTANCES ZNO .....</b>	<b>71</b>
V-1) Généralités .....	71
V-2) Phénomènes provoquant la destruction d'une varistance .....	72
V-2-1) Emballement thermique .....	72
V-2-2) Perforation et fracture .....	72
V-3) Phénomènes provoquant la dégradation d'une varistance .....	73
V-3-1) Dégradation lors du fonctionnement répété de chocs de courant .....	73
V-3-2) Vieillissement sous la tension de service et l'effet de la température .....	73
V-4) « Détection » de dégradation/vieillissement .....	73
V-4-1) Effet de dégradation/vieillissement sur les paramètres électriques des varistances .....	73
V-4-2) Mesures et tests de dégradation .....	74
V-5) Mécanismes de dégradation .....	75
V-5-1) Modèle de K. EDA .....	75
V-5-2) Modèle de T. K. GUPTA et ses collaborateurs .....	76
V-5-3) Modèle de C. G. SHIRLEY et W. M. PAULSON .....	76
V-5-4) Modèles de S. SATO et ses collaborateurs .....	77
<b>VI ) FRITTAGE PAR SPARK PLASMA SINTERING (SPS) OU FRITTAGE FLASH .....</b>	<b>77</b>
VI-1) Principe du frittage flash (SPS) .....	77
VI-2) Le débat des mécanismes impliqués dans le frittage SPS .....	79
VI-3) Intérêts pour la réalisation de varistances .....	80
VI-4) Description du matériel de frittage .....	81

## **CHAPITRE III : REVUE CRITIQUE DE LA CARACTERISATION ET DE LA MODELISATION DU COMPORTEMENT DES VARISTANCES $Z_{\text{N}O}$ .....83**

<b>I ) REVUE CRITIQUE DE LA CARACTERISTIQUE I(V) DES VARISTANCES <math>Z_{\text{N}O}</math> .....</b>	<b>87</b>
<b>II ) CARACTERISATION AUX COURANTS FAIBLES.....</b>	<b>90</b>
II-1) Spectroscopie diélectrique .....	90
II-1-1) Principe de mesure.....	90
II-1-2) Dispositifs de mesure .....	91
II-1-3) Relevé fréquentiel .....	92
II-2) Courants transitoires sous polarisation continue .....	95
II-2-1) Définitions .....	95
II-2-2) Relevé courant-temps .....	96
II-2-3) Influence de la température.....	99
II-3) Dispositifs de caractérisation I(V), J(E) aux courants faibles (tension continue - bas niveau) .....	102
II-4) Caractéristiques électriques I(V,T) sous tension continue aux courants faibles.....	104
<b>III ) Caractéristique I(V), J(E) aux courants forts.....</b>	<b>106</b>
III-1) Dispositifs de caractérisation aux courants forts.....	106
III-2) Comparatif des caractéristiques expérimentales et données constructeur.....	107
<b>IV ) MODELISATION.....</b>	<b>109</b>
IV-1) Modèles comportementaux .....	109
IV-2) Modèles physiques : l'effet Schottky .....	112

## **CHAPITRE IV : PROPRIETES ELECTRIQUES DES VARISTANCES A BASE DE $Z_{\text{N}O}$ ELABOREES PAR SPARK PLASMA SINTERING (SPS).....121**

<b>I ) ELABORATION DES VARISTANCES ET MESURES PRELIMINAIRES .....</b>	<b>125</b>
I-1) Poudre de base et mise en forme.....	125
I-1-1) Poudre initiale .....	125
I-1-2) Caractéristique structural du composant commercial issu de la poudre de base .....	126
I-1-3) Elaboration par frittage conventionnel .....	128
I-1-4) Elaboration par frittage flash (SPS).....	130
I-2) Caractéristiques I(V) préliminaires d'échantillons frittés par SPS.....	132
I-2-1) Influence du recuit.....	132
I-2-2) Type et durée de recuit .....	133
<b>II ) Comparaison des céramiques obtenues par frittage conventionnel et par SPS</b>	
<b>POSSEDANT UNE TAILLE DE GRAINS DE <math>Z_{\text{N}O}</math> IDENTIQUE .....</b>	<b>135</b>
II-1) Comparaison des microstructures .....	135
II-2) Comparaison des mesures de spectroscopie d'impédance.....	136
II-2-1) Impédance et phase .....	136
II-2-2) Permittivité et pertes diélectriques en fonction de la fréquence .....	137
II-3) Comparaison des caractéristiques électriques DC aux courants faibles.....	138
II-3-1) Caractéristiques J(E) à température ambiante.....	138
II-3-2) Caractéristiques J(E) en température.....	140
II-4) Caractéristique I(V) sous impulsions de courant .....	142
II-5) Reproductibilité .....	144

<b>III ) Influence du type d'encapsulation .....</b>	<b>146</b>
III-1) Essai de vieillissement sur des composants frittés par SPS .....	146
III-1-1) Vieillissement avec encapsulation EPOXY .....	146
III-1-2) Vieillissement sans encapsulation .....	147
III-2) Caractérisations de varistances commerciales sous divers matériaux d'encapsulation.....	148
III-2-1) Présentation des varistances S20K230 et choix d'encapsulation .....	148
III-2-2) Caractéristiques complètes I(V) et J(E) .....	149
<b>IV ) Influence de la taille des grains sur l'énergie maximale admissible.....</b>	<b>152</b>
IV-1) Echantillons et microstructures .....	152
IV-2) Caractéristiques et paramètres électriques .....	154
<b>V ) Bilan .....</b>	<b>156</b>
<b>CONCLUSION ET PERSPECTIVES.....</b>	<b>159</b>
<b>ANNEXES.....</b>	<b>163</b>
<hr/>	
<b>Annexe A .....</b>	<b>165</b>
Le phénomène foudre	
<b>Annexe B .....</b>	<b>175</b>
Formes d'ondes test à appliquer en entrée d'équipement (effet indirect)	
<b>Annexe C.....</b>	<b>179</b>
Evaluation de l'énergie dissipée dans une varistance au cours d'un choc de courant	
<b>Annexe D .....</b>	<b>181</b>
Synthèse des différents mécanismes de conduction	
<b>Annexe E.....</b>	<b>185</b>
Méthodes de caractérisation structurale	
<b>Annexe F.....</b>	<b>187</b>
Procédure de préparation des échantillons pour mesures sous impulsions de courant	
<b>BIBLIOGRAPHIE .....</b>	<b>189</b>

# INTRODUCTION GENERALE

Depuis plusieurs années, l'augmentation du coût du pétrole et le souci de préserver l'environnement ont motivé les entreprises œuvrant dans le domaine du transport à modifier leur approche lors des phases de conception de nouveaux produits. Dans le domaine aéronautique, la réduction du poids de la structure et des systèmes demeure un aspect important avec de nombreux défis à relever afin de garantir la fiabilité de l'ensemble et s'accompagne inévitablement d'une évolution de la puissance embarquée. L'essor de l'électronique de puissance participe à ce changement avec des apports multiples (souplesse de fonctionnement, gain de masse, fiabilité, coût d'exploitation,...). Pour répondre à cette demande, l'industrie aéronautique se tourne aujourd'hui vers le concept de l'avion « plus composites » et « plus électriques ». Ces mutations technologiques sont sources de nouvelles problématiques notamment dans le cas d'une agression foudre. Cet événement est loin d'être exceptionnel puisque, en moyenne, un avion civil est foudroyé toutes les 1000 à 1500 heures de vol. Le risque pour le fuselage de l'aéronef n'est pas le seul, le courant foudre pouvant se propager jusqu'aux systèmes internes et perturber leur fonctionnement par des surtensions induites. Les règles usuelles de spécifications de protection et qualification ne sont plus adaptées à ces systèmes électriques particuliers et certains verrous technologiques doivent être levés afin de répondre au besoin nécessaire de protection contre la foudre des différents systèmes mis en œuvre : c'est l'objectif du projet PREFACE (Projet d'Etude Foudre sur Avion Composite plus Electrique).

PREFACE est un projet collaboratif présentant l'avantage de regrouper les acteurs systémiers, les avionneurs, des organismes et laboratoires de recherche et un réseau d'experts scientifiques foudre et électrique important. Une des thématiques de ce projet de recherche est le développement de protections innovantes dans lesquelles s'inscrivent ces travaux de thèse.

Les varistances sont des composants traditionnellement utilisées comme solution de protection contre les surtensions énergétiques. De l'usage dans les appareils domestiques aux lignes de distribution électrique (parafoudres), leurs applications depuis le courant induit jusqu'à la foudre sont nombreuses. Ces matériaux céramiques dont la caractéristique courant-tension est fortement non-linéaire ont la particularité de pouvoir absorber de fortes densités énergétiques. Malgré l'incertitude se rapportant aux mécanismes de conduction, chercheurs et ingénieurs ont mis au point de multiples techniques de fabrication de ce type de matériau. Le présent travail consiste en l'analyse des propriétés électriques de varistances obtenues par une nouvelle méthode de frittage : Le frittage flash ou « Spark Plasma Sintering » (SPS).

Depuis quelques dizaines d'années, cette technologie séduit autant les mondes scientifiques qu'industriels pour ses performances dans la mise en forme de tous types de matériaux, et notamment des céramiques. Cette technique de frittage repose sur le fait que la source de chaleur est obtenue par effet Joule issu du passage du courant pulsé à travers la cellule de pressage, voire éventuellement à travers l'échantillon selon sa conductivité électrique. Cette technologie permet d'accroître les cinétiques de frittage et d'obtenir ainsi des densifications totales en préservant des granulométries nanométriques. De plus, la très faible inertie thermique de l'appareil permet la réalisation de cycles de frittage extrêmement rapides. L'intérêt de cette technique est donc lié principalement au développement des matériaux nanostructurés mais aussi à la possibilité de produire des pièces frittées sous charge à une cadence considérablement augmentée. Cette technique permet également d'associer des matériaux tout en limitant leur inter-diffusion ou leur réaction et ainsi de créer des multi-matériaux avec des interfaces très bien définies.

Les objectifs de ce travail sont d'étudier l'influence de cette méthode de frittage sur les propriétés électriques du matériau ainsi que de montrer les avantages et inconvénients par rapport à une méthode de frittage conventionnel. Le matériau de base de notre étude est issu des applications TRIDELTA PARAFODRES S.A., la mise en œuvre du matériau est assurée par les outils technologiques du CIRIMAT (Plateforme Nationale de Frittage Flash).

Le premier chapitre sera consacré au contexte dans lequel s'inscrit notre étude. Nous présenterons le phénomène foudre dans un contexte aéronautique. Puis nous présenterons la voie de l'avion « plus composite » et « plus électrique » ainsi que les nouvelles contraintes issues de ces évolutions.

Le chapitre 2 présentera d'une manière très générale les varistances à base de ZnO. Les différentes grandeurs électriques propres aux varistances y seront définies ainsi que leur constitution et leur structure. Nous reviendrons également sur les principaux mécanismes de conduction et de dégradation évoqués dans la littérature. La dernière partie de ce chapitre présentera le frittage par SPS.

L'objet du chapitre 3 sera de produire une revue critique de la caractérisation et de la modélisation du comportement des varistances ZnO. Nous reviendrons en détail sur l'établissement de la caractéristique courant-tension des varistances puis nous effectuerons une présentation de nos dispositifs de caractérisations. Nous montrerons par ailleurs l'importance du temps de polarisation, qui est un paramètre important mais néanmoins très peu abordé dans la littérature au niveau des varistances ZnO. Enfin, nous verrons que nos résultats expérimentaux permettent d'appuyer un mécanisme de conduction de type Schottky.

Le chapitre 4 présentera la démarche d'élaboration des varistances frittées par SPS. Puis une comparaison des propriétés électriques entre des varistances issues d'une même

poudre de base frittées par une méthode conventionnelle et SPS sera effectuée. Une étude sur l'influence de l'encapsulation, nécessaire pour procéder à des mesures sous impulsions de courants, sera également proposée. Enfin, nous verrons quelle influence peut avoir la taille des grains dans des varistances frittées par SPS sur ses paramètres électriques maximaux (courant, tension, densité d'énergie admissible).

Nous terminerons ce manuscrit par les perspectives d'amélioration des propriétés des varistances qui pourraient être obtenues par action sur les paramètres de réglage d'un frittage SPS.



**CHAPITRE I :**  
**PRESENTATION DU CONTEXTE**



# Préambule

L'objet de ce premier chapitre est de présenter le contexte général dans lequel s'inscrit notre étude. La foudre est très certainement un des phénomènes naturels le plus fascinant à étudier. Afin de mieux aborder les problématiques, nous présenterons dans une première partie le phénomène dans un contexte aéronautique. Nous verrons en particulier les principes fondamentaux du phénomène d'accroche de la foudre sur un aéronef, ses effets, les différents phénomènes mis en jeu lors d'un foudroiement et enfin la réglementation associée.

La tendance actuelle en aéronautique se caractérise par le souhait des avionneurs d'aller vers le plus électrique et le plus composite. Ces mutations technologiques combinées sont donc des sources de problématiques nouvelles face à une agression foudre sur un aéronef. La troisième partie sera donc consacrée, en premier lieu, à un rappel concernant les architectures électriques et les matériaux composites utilisés dans le domaine aéronautique. Puis, les nouvelles contraintes découlant des différentes évolutions technologiques seront présentées. Enfin, nous évoquerons le contexte industriel, ainsi que le cadre de recherche dans lequel s'inscrivent nos travaux de thèse.



## I ) LA Foudre EN AERONAUTIQUE

### I-1) Historique

Depuis des temps primitifs, la puissance délivrée par la foudre et l'intensité des phénomènes qui l'accompagnent sont sources de craintes : les peintures découvertes la représentent comme une hache ou une pierre lancée depuis les Cieux. Plusieurs motifs datant de 2500 ans avant notre ère ont également été découverts, à savoir des personnages les bras levés vers le ciel, prolongés par des éclairs. Il semblerait que ces représentations de la foudre soient liées à des observations de la nature faites par les premiers hommes [1].

Pendant l'antiquité de nombreuses religions et mythologies associent la foudre à la colère des dieux [2]. Dans la Grèce antique, des philosophes ont tenté de donner des explications rationnelles du phénomène. Aussi, ARISTOTE a émis l'hypothèse d'une fumée tellurique explosant avec force. Dans ses « Questions naturelles », SENEQUE a supposé que la foudre résulterait de la transformation de l'air réchauffé en feu. Par ailleurs, PLINE l'Ancien expliqua que « celui qui voit l'éclair et entend le tonnerre n'est pas l'homme qui a été frappé ». Toutefois, les connaissances de l'époque n'ont pas permis de donner des explications satisfaisantes. Pour autant, une distinction fut déjà établie entre la notion d'éclair (décharges entre deux nuages) et de la foudre (décharges entre nuage et sol).

Au Moyen Age, une ancienne coutume de paysans français consistait à porter dans sa poche, par temps d'orage, une pierre de foudre appelée fulgurite. Cette roche se forme par la vitrification de sols siliceux, sous l'effet de la forte chaleur produite par le courant de foudre lors de son impact au sol. Pourtant, selon l'Eglise, ce type de catastrophes naturelles était avant tout une punition d'une faute collective ou individuelle [3].

Au XVII<sup>e</sup> siècle, DESCARTES présente des explications plus rationnelles du phénomène orageux en s'appuyant sur une théorie de SENEQUE : le tonnerre se manifesterait lorsque les nuages tombent sur d'autres situés plus bas. L'air situé entre ces deux nuages se comprimerait, produisant ainsi un dégagement de chaleur donnant naissance à un éclair et une détonation qui caractérise le tonnerre.

Il faudra attendre le XVIII<sup>e</sup> siècle pour voir apparaître les premières études sur l'électricité marquant ainsi le début de l'ère scientifique. Benjamin FRANKLIN [4] perça les mystères de la foudre en tant que phénomène électrique, notamment avec sa célèbre expérience du cerf-volant en 1752. Son observation des bâtiments frappés par la foudre permit, par la suite, la mise au point de paratonnerres équipant plusieurs monuments. Toutefois, la survenue d'accidents mortels au cours d'expériences scientifiques permit de prendre conscience du danger des paratonnerres et plus largement de la foudre.

Au cours du XIX<sup>e</sup> siècle, peu de connaissances nouvelles sur les orages et la foudre ont émergé. En revanche, cette époque fut prolifique en matière de recueil de données

statistiques : nombre d'orages, de victimes de la foudre et de diverses manifestations par lesquelles la foudre frappe êtres vivants et édifices.

En 1926, l'invention de la caméra à objectifs tournants par Sir Charles VERNONBOYS a permis de montrer toutes les phases du déroulement d'un éclair notamment en enregistrant les foudroiements multiples sur l'Empire State Building de New-York [5], [6]. C'est à cette époque que l'idée de placer des barreaux magnétiques sur les lignes électriques s'aimantant de façon rémanente au passage de courants électriques intenses, a permis d'estimer l'amplitude des courants de foudre [7]. Par la suite, l'arrivée de l'oscilloscope cathodique et des analyseurs très rapide ont servi à observer de manière plus précise les premières formes d'ondes de courants foudre. Ainsi, au cours de la moitié du XX<sup>e</sup> siècle, Karl BERGER conclut que la durée d'une décharge pouvait varier entre 0.1 ms et 1 s. On découvrit également que les orages sont indispensables à la vie et qu'ils assurent le maintien du champ électrique de notre planète. En effet, ils agissent comme une machine électrostatique naturelle capable de recharger la couche ionosphérique. Cette partie de l'atmosphère ionisée située à plus de 60 km d'altitude nous protège des rayons solaires et des rayons cosmiques et joue ainsi le rôle d'immense armature de condensateur en maintenant un équilibre électrique entre elle et la surface de la Terre.

## **I-2) Types d'orages, répartition, naissance et mécanisme d'un coup de foudre**

Pour plus de précisions concernant le phénomène foudre en général, le lecteur se reportera à l'Annexe A.

Les aéronefs sont susceptibles d'intercepter les trois types de décharges évoqués dans l'Annexe A, c'est-à-dire les décharges nuage-sol, inter-nuageuses et intra-nuageuses. Dans la mesure du possible, même les plus gros avions de ligne détournent leur route afin d'éviter le chemin d'un cumulonimbus devant la violence des perturbations qu'ils engendrent (vents extrêmement violents). Cependant, le foudroiement d'un aéronef n'est pas un phénomène rare.

## **I-3) Quelques chiffres sur le risque de foudroiement d'un aéronef**

On estime qu'un avion de ligne est foudroyé en moyenne une à deux fois par an soit environ toutes les 1000 à 1500 heures de vol. Le foudroiement d'un appareil n'est donc pas exceptionnel et constitue une menace non négligeable pour la sécurité des vols. Malgré les avancées scientifiques concernant la connaissance du phénomène, il est impossible d'empêcher un avion d'être foudroyé. Une bonne connaissance du phénomène devient alors indispensable afin de prendre les précautions nécessaires qui s'imposent.

Trois campagnes de mesures de foudroiements en vol ont largement contribué à améliorer la compréhension des phénomènes :

- NASA Storm Hazards program : avion de type F-106 (1978-1986),
- USAF/FAA Lightning Characterization program : avion de type CV-580 (1984-1985, 1987);
- ONERA/CEV programme Transall : avion de type C-160 (1984, 1988).

De nombreuses études ont permis de mieux appréhender le phénomène. La Figure I-1 [8] résume les statistiques de foudroiement des aéronefs en fonction de leur altitude pour cinq études concernant des avions différents.

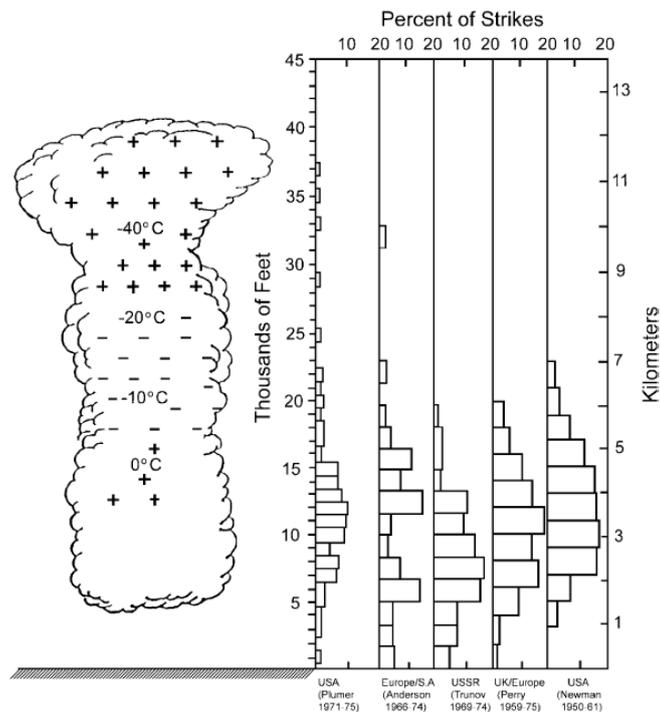


Figure I-1 : Statistiques de foudroiements des aéronefs en fonction de leur altitude (adapté de [8])

Cette étude montre que les statistiques sont identiques quelle que soit le type d'avion. De plus, 75% des foudroiements référencés [9] se produisent lors des phases de montées à l'altitude de croisière des aéronefs ou lors des phases de descentes. En effet, lors de ces phases de décollages ou d'atterrissages, l'aéronef peut se trouver entre le sol et un nuage orageux ou à l'intérieur même de ce nuage. Ainsi, les relevés montrent que les aéronefs sont foudroyés en moyenne pour des altitudes inférieures à 6 km et donc pour des vitesses de l'ordre de 100 m/s [10].

L'aéronef est donc particulièrement vulnérable lorsqu'il traverse la partie basse du nuage d'orage.

Pendant le vol à l'altitude de croisière les foudroiements sont plus rares. En effet, d'une part l'altitude moyenne des vols longs courriers se situe à des altitudes supérieures à

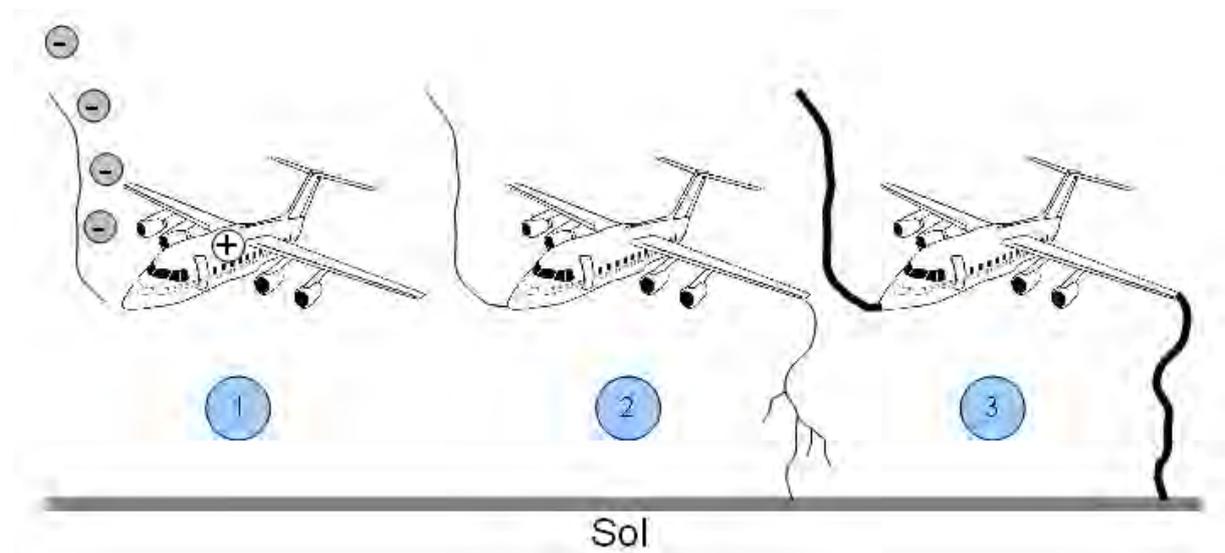
celles des cumulonimbus et d'autre part, parce qu'il est plus facile de contourner ces zones orageuses pendant cette phase que lors du décollage ou de l'atterrissage.

#### **I-4) Processus d'accroche sur un aéronef**

On distingue deux types de couplage de la foudre sur un aéronef : dans 10 % des cas l'avion intercepte un éclair dont la naissance est totalement indépendante de sa présence, alors que dans la très grande majorité des cas (90%) c'est l'avion lui-même qui déclenche la foudre.

##### **I-4-1) Eclair intercepté par l'aéronef**

Pour ce type de couplage, le mécanisme de foudroiement est présenté sur la figure ci-dessous (Figure I-2) :



*Figure I-2 : Mécanisme d'interception de la foudre par un aéronef (adapté de [8] et [11])*

- 1 : La présence du traceur négatif descendant tend à charger l'avion positivement
- 2 : Le traceur se connecte à l'avion et poursuit sa progression en direction du sol
- 3 : L'arc en retour se forme et traverse l'avion qui fait partie du canal ionisé.

##### **I-4-2) Eclair déclenché par la présence de l'aéronef**

Pour ce type de couplage, l'aéronef joue un rôle dans la création du traceur et initie les arcs électriques. En effet, la présence de l'avion a pour conséquence d'augmenter localement le champ électrique qui, lorsqu'il atteint le niveau de claquage produit un éclair initié par la présence de l'aéronef [8]. La Figure I-3 montre le phénomène de renforcement du champ autour de l'aéronef.

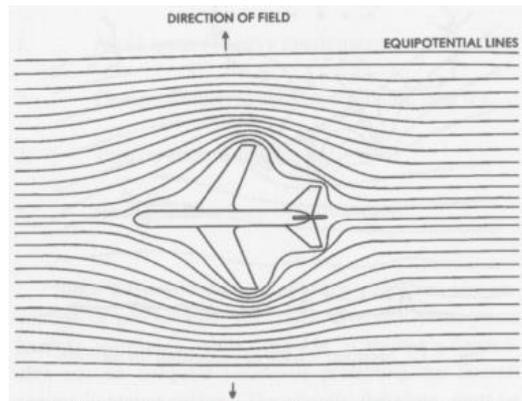


Figure I-3 : Augmentation du champ électrique autour de l'avion [8]

Le processus de couplage d'un aéronef initiant un éclair est représenté Figure I-4 et se déroule suivant le mécanisme suivant :

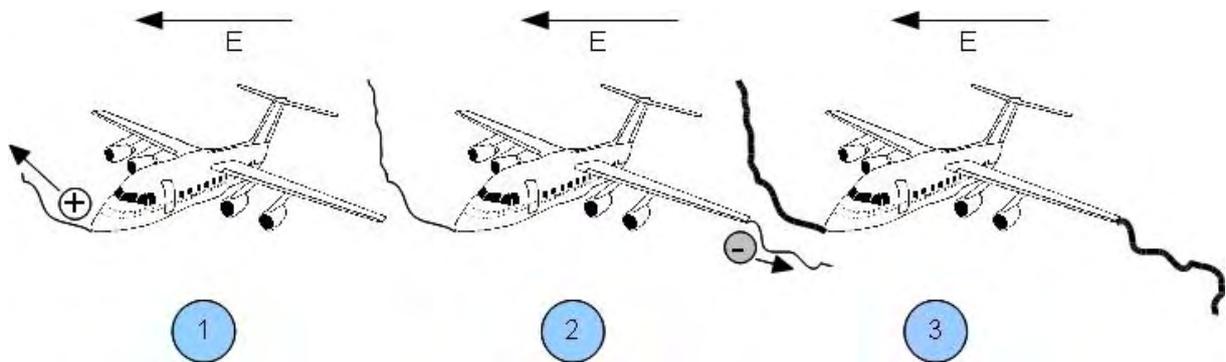


Figure I-4 : Aéronef initiant un éclair (adapté de [8] et [11])

- 1 : Un traceur bidirectionnel se forme. Le champ électrique extérieur induit des charges aux extrémités de l'avion. Le traceur positif venant de l'avion provoque une perte de charges positives
- 2 : Le traceur négatif se propage par bonds successifs
- 3 : Création de la décharge provoquant le passage du courant d'arc en retour dans l'avion qui fait partie du canal ionisé.

On notera que le signe des deux traceurs dépend de l'orientation du champ électrique dans lequel l'aéronef se trouve.

### **I-5) Les effets de la foudre sur un aéronef**

Lorsque la foudre atteint un aéronef, les effets qu'elle peut engendrer sont classés en deux catégories :

- Les effets directs regroupant les dégâts essentiellement thermomécaniques causés aux points d'attachement de la foudre (points d'entrées, de sorties, zones de balayage) ;

- Les effets indirects rassemblant l'ensemble des perturbations électromagnétiques sur l'électronique embarquée en conséquence des circulations des courants et pénétrations des champs électromagnétiques dans l'aéronef.

### **I-5-1) Les effets directs**

Les points d'entrée et de sortie de la foudre sont les zones les plus contraintes thermiquement. En effet, la température peut atteindre en ces points plusieurs dizaines de milliers de degrés Celsius. Les effets directs vont donc regrouper l'ensemble des dommages physiques perçus par l'aéronef (ou par les équipements embarqués en cas de conduction du courant de foudroiement à l'intérieur du fuselage). Essentiellement de type thermomécaniques, ils peuvent également être liés aux fortes concentrations des forces magnétiques engendrées par le courant élevé de la décharge. Ces effets multiples sont répertoriés dans la liste suivante :

- Déformation mécanique liée aux forces magnétiques : la pression magnétique de l'arc (proportionnelle au carré de l'intensité du courant d'arc est inversement proportionnelle à sa surface conductrice) à un rôle important pour des arcs de fortes intensités et de faibles sections de conducteurs
- Dommages thermiques au point d'attachement de l'arc : une dégradation majeure du fuselage (perforation par brûlure, érosion) si la température au point de contact atteint la température de fusion du matériau
- Dommages provoqués par l'onde de choc acoustique (onde de pression) causé par l'échauffement brutal du canal de foudre (risques de rupture suivant le type de matériau utilisé pour le fuselage)
- Formation de points chauds au niveau de la surface interne du revêtement : risque d'inflammation de carburant ou d'autres substances hautement inflammables
- Formation d'arcs électriques/étincelles : ils peuvent se produire entre deux parties conductrices isolées électriquement l'une par rapport à l'autre. Les étincelles d'origines thermiques se produisent en général à proximité des points chauds au niveau de la jonction des pièces (phénomène d'étincelage).

### **I-5-2) Les effets indirects**

Ces effets concernent l'ensemble des contraintes électromagnétiques qui apparaissent sur l'électronique embarquée et les câbles induites par la circulation du courant foudre sur l'aéronef. Ce phénomène de couplage électromagnétique (induction, agressions en champs électriques et magnétiques), peut provoquer des phénomènes transitoires de tensions et de courants et éventuellement des claquages localisés. Dans ces conditions, il apparaît important de connaître ces phénomènes transitoires pour se protéger de leurs effets (surtensions au niveau des circuits de commande, dysfonctionnement des capteurs, calculateurs, dommages physiques irréversibles des composants électroniques, ...).

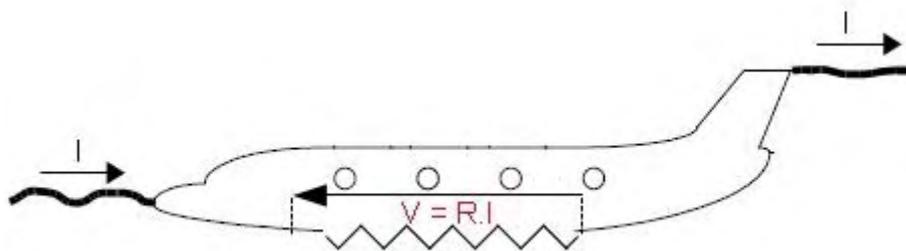
Un avion entièrement métallique subissant un foudroiement est considéré comme une cage de Faraday : aucun champ, ni courant ne pénètre dans l'avion. Cependant, cette théorie se distingue de la réalité et différents types de couplages peuvent intervenir entre le courant foudre et les équipements de l'aéronef. Ce sont ces phénomènes que nous allons décrire dans le paragraphe suivant.

## **I-6) Phénomènes électromagnétiques lors d'un foudroiement**

On distingue trois mécanismes de couplages différents : le couplage résistif, le couplage magnétique et le couplage capacitif. Ces couplages peuvent être combinés dans le cas d'équipements complexes, nous les présenterons dans le cas où l'avion est parcouru par l'arc en retour ce qui permettra de les séparer. Nous les présentons également pour un aéronef dont le fuselage est considéré comme étant entièrement métallique. Nous aborderons plus loin dans ce manuscrit l'influence de l'emploi de matériaux composites sur ces phénomènes de couplages.

### **I-6-1) Couplage résistif**

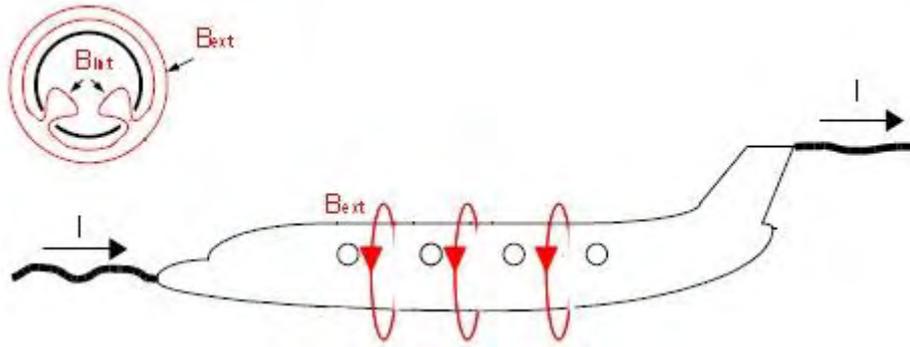
Le couplage résistif est lié au champ électrique produit le long des surfaces du fuselage. Le fuselage métallique d'un aéronef présente une résistance électrique globale faible (structure conductrice). Ainsi, lorsqu'un aéronef est traversé par un courant de foudre élevé, une différence de potentiel importante apparaît entre ces points d'entrée et de sortie. Comme le montre la Figure I-5, un équipement connecté avec deux points de masses assez éloignés, ou si l'équipement commande des charges ou encore reçoit des informations de capteurs éloignés distribués dans l'ensemble de l'appareil et référencés à une masse locale, il sera soumis à cette différence de potentiel.



*Figure I-5 : Représentation schématique du couplage résistif (adapté de [11])*

### **I-6-2) Couplage magnétique**

Le courant de foudre parcourant le fuselage de l'aéronef va créer un champ magnétique tournant autour de la direction de ce courant (Figure I-6).



*Figure I-6 : Représentation schématique du couplage magnétique (adapté de [11])*

Ce couplage fait donc intervenir le champ magnétique pénétrant à l'intérieur de l'avion par les différentes ouvertures telles que les hublots ou le pare-brise. La variation du champ magnétique passant dans la boucle de surface  $S_b$  et d'inductance  $L$ , génère une tension de circuit ouvert  $V_{CO}$  définie par :

$$V_{CO}(t) = -S_b \cdot \frac{dB_{int}}{dt} \quad (\text{Eq. I-1})$$

La boucle en court-circuit sera parcourue par un courant de court-circuit induit d'amplitude :

$$I_{SC} = \frac{1}{L} \int V_{OC} \cdot dt \quad (\text{Eq. I-2})$$

On notera que d'autres types de couplages par champ magnétiques peuvent se produire comme la diffusion des forts courants à travers la peau de l'avion mais ne seront pas traités dans ce manuscrit.

### **I-6-3) Couplage capacitif**

Ce mode de couplage met en jeu le champ électrique pénétrant dans l'avion au travers des ouvertures (Figure I-7).

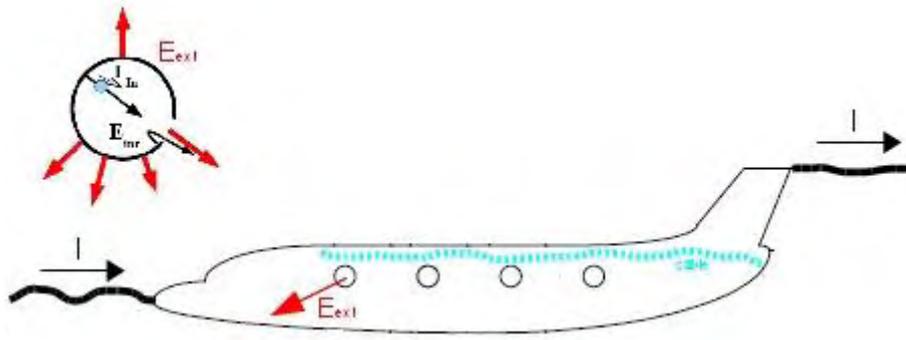


Figure I-7 : Représentation schématique du couplage capacitif (adapté de [11])

En effet, si  $Q$  représente la charge électrique à l'intérieur d'une surface  $S$  (normale au champ électrique) et si cette surface est connectée à une impédance, une tension apparaît et la valeur de la tension et du courant est proportionnelle à cette variation du champ électrique.

$$\oiint \vec{E}_{int} \cdot \vec{dS} = \frac{Q}{\epsilon_0} \quad (\text{Eq. I-3})$$

$$Q = \int I_{SC} \cdot dt \quad (\text{Eq. I-4})$$

La variation du champ électrique  $E$ , induit donc un courant de déplacement  $I_{dep}$  défini par la relation ci-dessous,  $\epsilon_0$  étant la permittivité du vide :

$$I_{dep} = \epsilon_0 \cdot S \cdot \frac{dE_{int}}{dt} \quad (\text{Eq. I-5})$$

## I-7) Le courant foudre en aéronautique

Les paramètres caractéristiques du courant de foudre (que nous détaillerons dans le prochain paragraphe) ont été déterminés sur des décharges de foudre naturelles au sol. Ces conditions permettent d'avoir des données conséquentes pour l'élaboration de statistiques. En effet le caractère stochastique de la foudre nécessite la définition d'une onde normalisée couvrant « idéalement » tous les cas de foudroiements possibles.

### I-7-1) Caractéristiques du courant foudre

Les données les plus complètes sur les courants de foudre furent obtenues par *BERGER* [12] et ont permis le tracé de courbes de probabilités pour les amplitudes des courants foudres et des pentes du premier arc en retour. C'est d'ailleurs en partie grâce à ces mesures que sont issues les paramètres d'un coup de foudre dans certaines normes (NF EN 62305-1 par exemple). Une représentation en loi normale de ces courbes est donnée Figure I-8 et Figure I-9 [13].

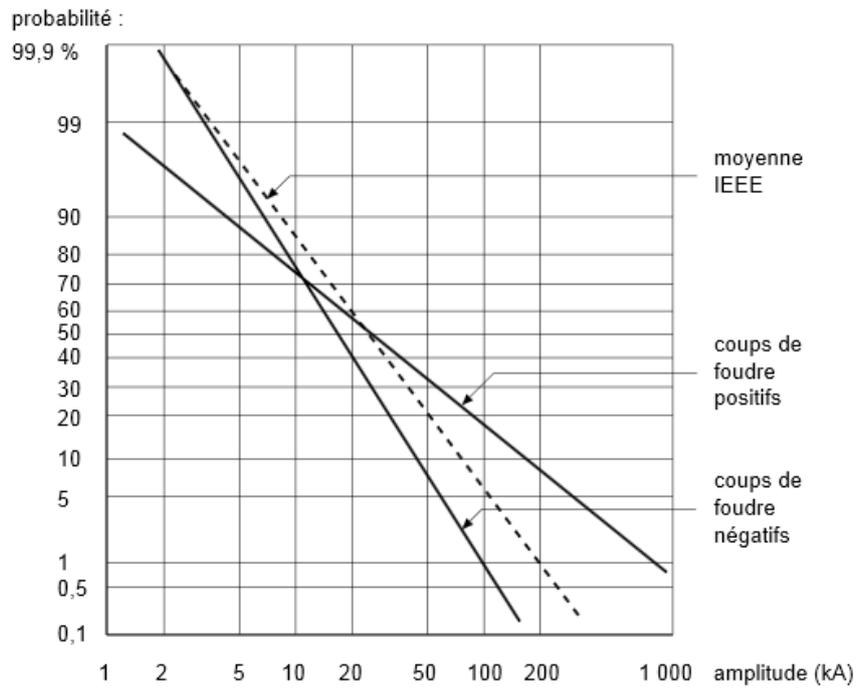


Figure I-8 : Courbes de probabilité de l'amplitude des courants de foudre [13]

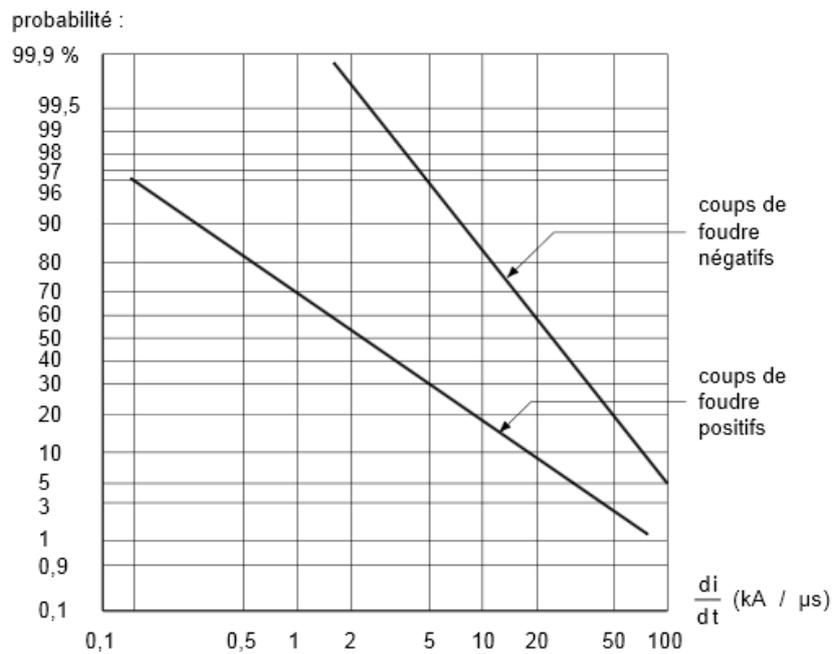


Figure I-9 : Probabilité des pentes du premier arc en retour des courants de foudre positifs et négatifs suivant les mesures effectuées au Mont San Salvatore [13]

De ces différents travaux, les caractéristiques principales du courant foudre ont été définies :

- L'intensité crête du courant (amplitude)
- Les temps de montée et de descente de l'onde de courant
- La charge C(en Coulombs) contenu dans la décharge égale à :

$$Q = \int i. dt \quad (\text{Eq. I-6})$$

- L'énergie spécifique en  $A^2.s$  (souvent nommée intégrale d'action), qui représente l'énergie dissipée par un coup de foudre par unité de résistance électrique égale à :

$$\int i^2. dt \quad (\text{Eq. I-7})$$

En considérant l'ensemble du phénomène foudre, il est difficile d'établir des corrélations évidentes entre les différents paramètres ainsi définis. Cependant, si on néglige le courant persistant et en se limitant à la première composante d'un coup de foudre, il existe une forte corrélation, d'une part entre l'amplitude du courant et la charge électrique  $Q$  du coup de foudre, et d'une part, entre l'amplitude du courant et l'énergie spécifique  $i^2t$ .

Dans l'objectif d'améliorer les protections foudre des aéronefs et afin de standardiser les tests en laboratoires, on trouvera des préconisations issues de la première réglementation internationale dans les travaux de *FISHER and All* [14].

Les campagnes de mesures en vol suggèrent que les foudroiements en vols sont minorants par rapport à ceux au sol. La normalisation en vigueur couvre 99% des coups au sol en sévérité et est définie suivant les caractéristiques du courant foudre présenté précédemment. La partie suivante s'intéresse à la définition des formes d'onde foudre pour l'aéronautique.

### **I-7-2) La réglementation internationale**

Tous les domaines d'activités en contact plus ou moins directement avec le phénomène foudre disposent d'une ou de plusieurs normalisations relatives à ses effets, directs et/ou indirects. Pour le domaine aéronautique, la norme **RTCA/DO-160** [15] définit les caractéristiques du phénomène de foudroiement afin de démontrer la conformité d'un appareil ou équipement telles que : formes d'onde des courants et tensions induites, mécanisme d'injection, zoning, spécifications des équipements, etc.

La forme d'onde typique associée au processus de foudroiement d'un aéronef est présentée en Figure I-10. Chaque composante (H, A, B, C, D, D/2) représente une phase différente du processus et du courant de foudroiement. Le processus complet étant caractérisé par la formation du canal ionisé (phase 1), puis des décharges électriques successives (phase 2).

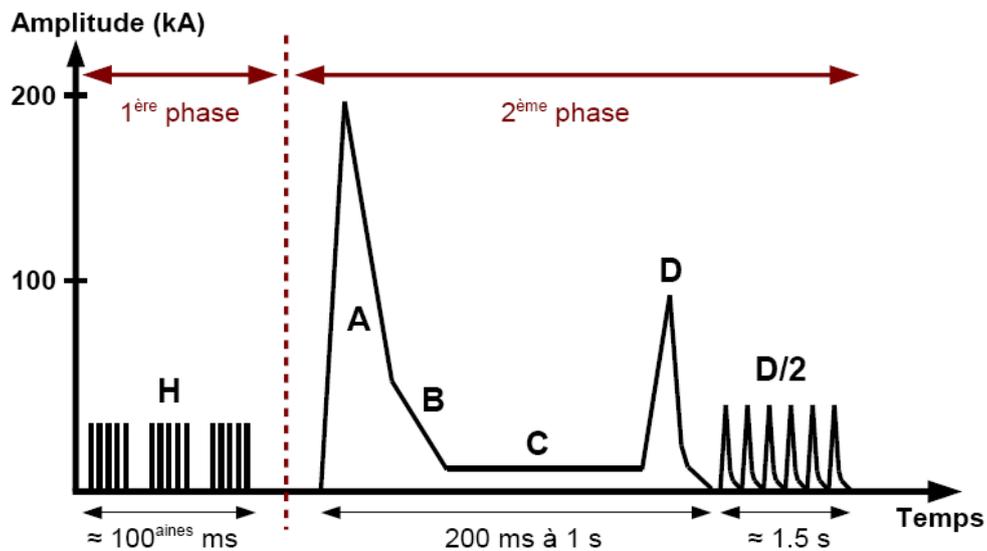


Figure I-10 : Onde typique correspondant au processus de foudroiement d'un avion [11] [15]

Dans la suite de cette partie, nous relierons les différentes composantes de l'onde typique correspondant au processus de foudroiement d'un avion au mécanisme d'un coup de foudre. Nous décrirons également les formes d'ondes normalisées associées à ces différentes composantes. Rappelons au préalable qu'une onde est définie par son amplitude crête, son temps de montée et son temps de descente (Figure I-11):

- Temps de montée : Intervalle de temps compris entre 10 et 90 % de la valeur crête;
- Temps de descente : Intervalle de temps à 50 % de la valeur crête (largeur à mi-hauteur).

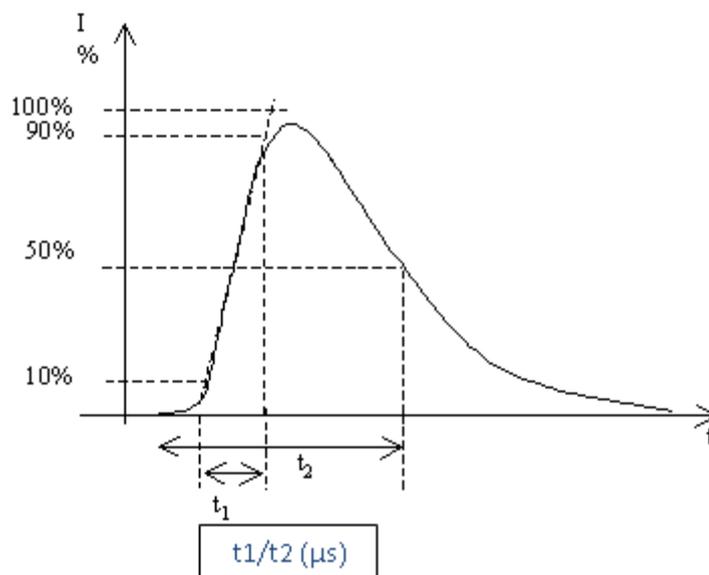


Figure I-11 : onde normalisée de type  $t_1/t_2$  ( $\mu s$ )

Par exemple pour une onde possédant un temps de montée ( $t_1$ ) de 8  $\mu\text{s}$  et une largeur à mi-hauteur ( $t_2$ ) de 20  $\mu\text{s}$ , on parle communément « d'onde 8/20 »  $\mu\text{s}$ .

a) Composante H

La composante H correspond à la phase de formation du canal ionisé et des phénomènes précurseurs de la décharge électrique du premier arc en retour, se produisant principalement lors des phases d'amorçage d'un foudroiement, mais peut aussi être liée à un éclair intra-nuageux se produisant à la fin de la décharge par exemple. Ce phénomène appelé « Multiple Burst » se compose de 3 trains de 20 impulsions. Le temps entre chaque train d'impulsions est compris entre 30 et 300 ms. La Figure I-12 représente plus en détail le phénomène de « Multiple Burst » et sa forme d'onde associée.

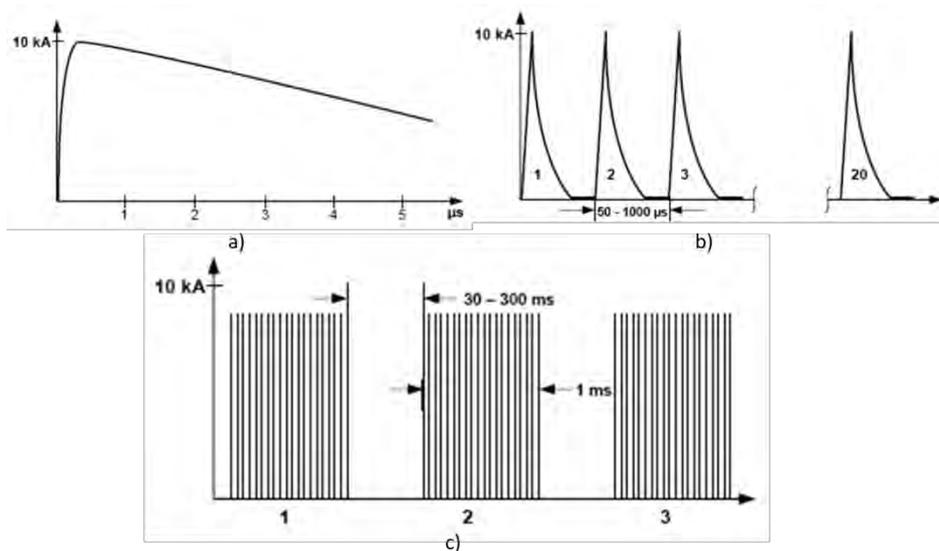


Figure I-12 : Représentation de la forme d'onde H : impulsion seule (a), train d'impulsions (b), allure globale (c) [11] [15]

L'onde H est faiblement énergétique et ne cause pas de dommage physique ni à l'avion ni aux équipements électroniques, cependant la nature répétitive des impulsions peut interférer avec certains systèmes et provoquer des erreurs dans les communications entre les équipements.

b) Composante A

La composante A correspond au courant généré par le premier arc en retour. Il s'agit du courant le plus fort (valeur crête de 200 kA) et le plus énergétique du processus de foudroiement (intégrale d'action de  $2 \cdot 10^6 \text{ A}^2 \cdot \text{s}$ ). La durée totale de cette composante est de 500  $\mu\text{s}$  au maximum. Sa représentation temporelle associée est représentée dans la Figure I-13.

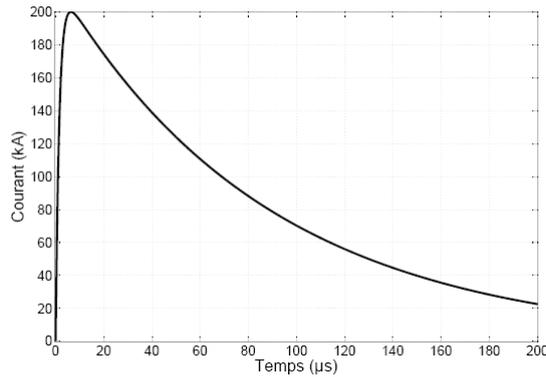


Figure I-13 : Représentation graphique de la composante A [11] [15]

c) Composantes B et C

Les composantes B et C caractérisent la transition entre la décharge de l'arc en retour et les décharges secondaires.

- La composante B traduit la circulation d'un courant intermédiaire (d'amplitude moyenne 2 kA) et d'un transfert de charges de 10 C en 5 ms ;
- La composante C (courant continu de 200 à 800 A) transfère une charge de 200 C en un temps compris entre 0.25 et 1 seconde. Elle est représentée par une onde rectangulaire d'amplitude 400 A sur une durée de 0.5 s.

Les formes d'ondes temporelles de ces composantes sont représentées dans la Figure I-14.

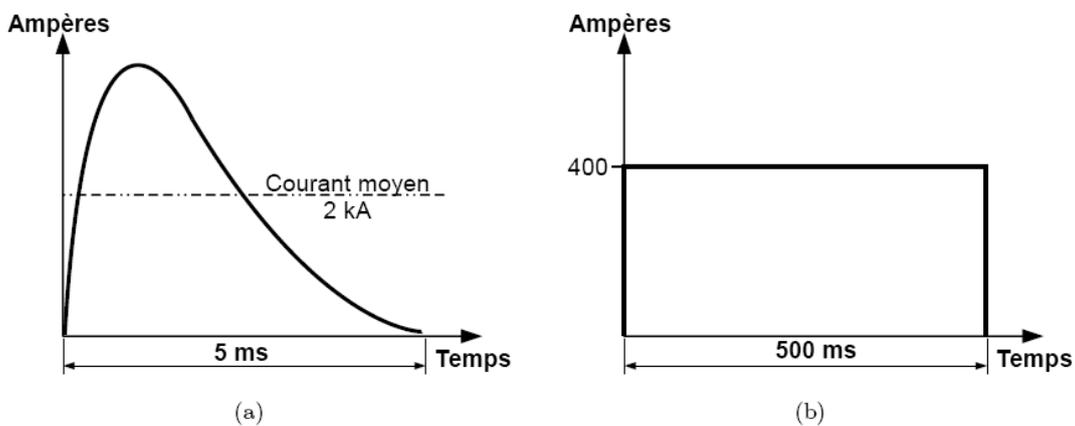


Figure I-14 : Formes d'ondes de la composante B (a) et de la composante C (b) [11] [15]

d) Composante D

Comme nous l'avons exposé précédemment, après la décharge du premier arc en retour, de nouvelles décharges peuvent apparaître. Cette composante est liée au premier arc en retour subséquent qui peut donner naissance à un courant d'une centaine de kA. Son intégrale d'action est de l'ordre de  $0.25 \cdot 10^6 \text{ A}^2 \cdot \text{s}$  et une durée maximale de 500 µs. La forme d'onde liée à cette décharge est représentée dans la Figure I-15.

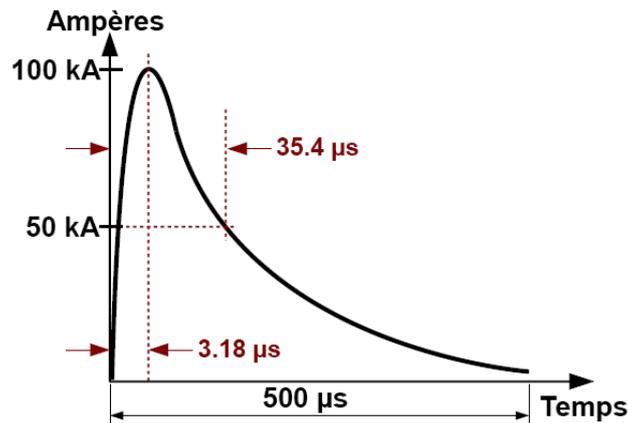


Figure I-15 : Représentation temporelle de la forme d'onde D [11] [15]

e) Composante D/2 : décharges multiples

Ce phénomène de décharges multiples (multiple stroke) caractérise les nombreuses décharges se produisant en plus de la décharge de l'arc en retour et secondaire notamment dans le cas d'un coup de foudre nuage-sol. Après le premier arc en retour subséquent défini par la composante D, des arcs subséquents peuvent encore se produire et sont considérés dans la norme comme une suite d'onde D de valeurs crête la moitié de sa valeur initiale (soit 50 kA). Elle est définie suivant les contraintes suivantes (Figure I-16) :

- 13 décharges d'amplitude D/2
- durée minimale entre les décharges de 10 ms
- durée maximale entre deux décharges de 200 ms
- durée totale du phénomène inférieure à 2 s (composante D + 13 composantes à D/2).

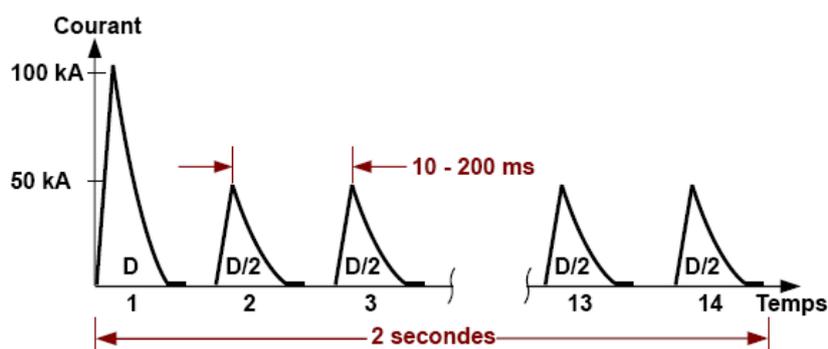


Figure I-16 : Représentation du phénomène de décharges multiples [11] [15]

f) Résumé des paramètres inhérents aux formes d'onde

Les formes d'onde A, B, D et H sont décrites mathématiquement par des biexponentielles de courant d'expression dans le domaine temporel :

$$I(t) = I_0 \cdot (e^{-\alpha t} - e^{-\beta t}) \quad (\text{Eq. I-8})$$

Les valeurs des paramètres  $\alpha$  et  $\beta$ , l'amplitude  $I_0$  ainsi que la valeur de l'intégrale d'action  $i^2t$  sont représentées dans le Tableau I-1 pour chaque forme d'onde.

Paramètres	Onde A	Onde B	Onde D	Onde H
$I_0$ (A)	218 810	11 300	109 405	10 572
$\alpha$ ( $s^{-1}$ )	11 354	700	22 708	187 191
$\beta$ ( $s^{-1}$ )	647 265	2 000	1 294 530	19 105 100
$I_{\text{crête}}$ (A)	200 000	4 173	100 000	10 000
$i^2t$ ( $A^2.s$ )	$2.10^6$	NA	$0,5.10^6$	NA

*Tableau I-1 : Paramètres, amplitudes et intégrales d'actions des formes d'ondes biexponentielles utilisées dans l'aéronautique*

### **I-7-3) « Zoning » d'un aéronaf**

Les diverses parties d'un avion ne sont pas exposées de façon identique au risque de foudroiement. En effet, nous avons montré Figure I-3 le phénomène de renforcement des lignes de champs autour de l'avion. Dans les exemples de processus de couplage, nous avons considéré comme point d'entrée de la foudre le nez de l'avion et comme point de sortie, soit une aile, soit la queue de l'avion. Des études ont permis de distinguer quelles zones de l'aéronaf sont les plus susceptibles d'être les points d'entrée et de sortie de la foudre : il s'agit du zoning. Les régions les plus fréquemment concernées sont les extrémités (zone où le champ est le plus fort) comme par exemple les ailes, le nez, l'empennage, la dérive et les moteurs.

De plus, la foudre ne s'attache pas forcément à l'avion en un seul point d'entrée et de sortie. En effet, pendant la durée du processus d'attachement, l'avion parcourt une distance non négligeable modifiant sa position par rapport à l'axe du canal foudre (phénomène de « swept channel »). Ceci a pour effet de donner naissance à de nouveaux points d'attachement et donc de multiplier les chemins parcourus par le courant dans et sur l'aéronaf.

Le zoning d'un aéronaf est donc défini par des normes (Figure I-17) spécifiant quelles zones de l'avion sont susceptibles d'être parcourues par telle ou telle forme d'onde (spécifiée dans le paragraphe précédent et liée aux caractéristiques d'attachement de la décharge foudre).

Les formes d'onde présentées sont issues de la réglementation représentant un coup de foudre direct. Pour les effets indirects, il existe des formes d'onde de transitoires à appliquer en entrée des équipements. Ces formes d'ondes sont regroupées dans l'Annexe A.

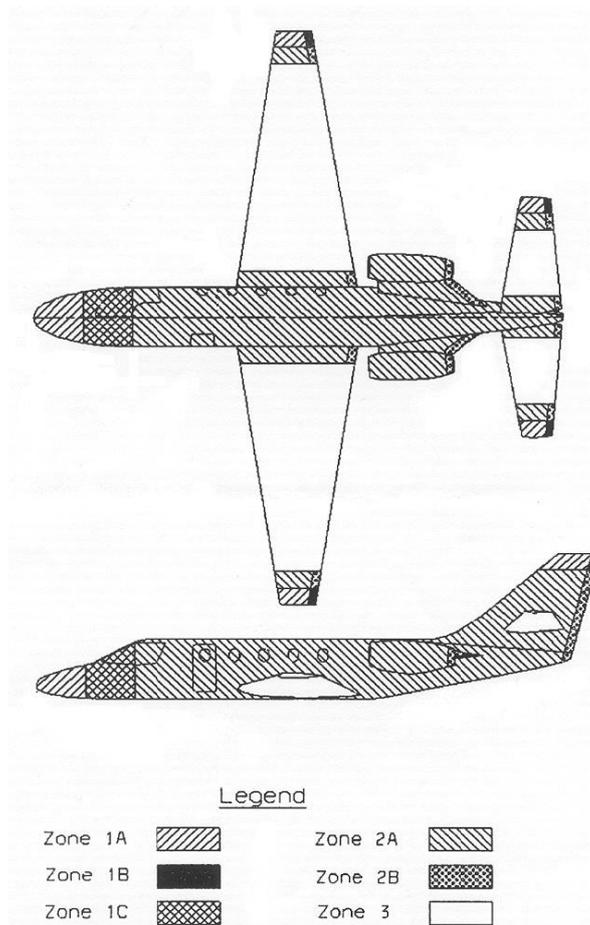


Figure I-17 : Exemple de représentation d'un zonage défini dans la réglementation internationale

Les surfaces de l'avion sont divisées en plusieurs zones :

- **Zone 1A** : surfaces d'attachement du premier arc en retour
- **Zone 1B** : surfaces susceptibles d'accrocher le premier arc en retour sur une période longue
- **Zone 1C** : surfaces de transition de la décharge du premier arc en retour
- **Zone 2A** : surfaces ayant une forte probabilité de subir un balayage de l'arc électrique issu des zones 1
- **Zone 2B** : surfaces susceptibles de subir un phénomène de balayage de l'arc sur une période longue
- **Zone 3** : surfaces subissant les circulations de courant continu. Elle correspond donc aux parties de l'avion où il y a une faible probabilité d'attachement de l'arc de foudre.

Remarque : Les suffixes A et B pour les zones 1 et 2 correspondent aux probabilités de stagnation de l'arc de foudre au niveau de la zone considérée (suffixe A : temps de stagnation court ; suffixe B : temps de stagnation élevé).

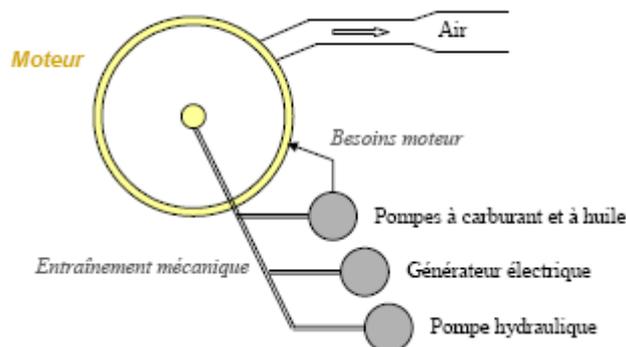
## **II ) VERS L'AVION « PLUS ELECTRIQUE » ET « PLUS COMPOSITE »**

Nous avons vu dans les paragraphes précédents qu'un avion de structure métallique n'est pas totalement considéré comme une cage de Faraday au niveau des équipements embarqués. En effet, il existe de nombreux mécanismes permettant à l'énergie de se coupler avec les équipements internes. Ces mécanismes s'avèrent d'autant plus présents avec la tendance des avionneurs à aller vers un avion « plus électrique » et « plus composite » dans un objectif global de gain de masse, volume et d'efficacité des systèmes. Dans cette partie, nous commencerons par présenter brièvement le concept de l'avion « plus électrique » avec les évolutions sur la puissance embarquée dans les aéronefs. Ensuite nous présenterons les matériaux composites et leur utilisation en aéronautique. De ces mutations technologiques, nous dégagerons les sources de problématiques nouvelles notamment en cas d'agression foudre. Pour terminer, une présentation du projet PREFACE dans lequel s'inscrit ce travail de thèse sera effectuée.

### **II-1) Vers le « plus » électrique**

#### **II-1-1) Généralités sur les sources d'énergies embarquées**

Les sources d'énergie disponibles à bord des aéronefs actuels sont principalement pneumatiques, hydrauliques et électriques. Ces sources d'énergies dites « secondaires » sont obtenues à partir des réacteurs et par conséquent la source d'énergie primaire est donc le kérosène (Figure I-18) [16].



*Figure I-18 : Les différentes sources d'énergie et leurs mises en œuvre dans un avion à réaction [16].*

L'énergie pneumatique est obtenue par prélèvement d'air sur les compresseurs du réacteur. Les principales fonctions réalisées par cette source d'énergie sont le conditionnement d'air (climatisation et pressurisation) et le dégivrage des bords d'attaque des ailes.

L'énergie hydraulique est fournie par une pompe hydraulique entraînée mécaniquement par l'arbre du moteur. Son circuit se compose principalement d'un réservoir, de pompes, d'un réseau de distribution et de différents actionneurs. Les fonctions

réalisées par les actionneurs hydrauliques sont principalement liées aux commandes de vol, à la rentrée et à la sortie du train d'atterrissage ainsi qu'au freinage.

L'énergie électrique est également obtenue par un entraînement mécanique d'un alternateur en rotation sur l'arbre du réacteur. Les fonctions assurées par l'énergie électrique sont nombreuses et l'électricité produite sert à alimenter des équipements variés : calculateurs, commandes d'actionneurs, éclairages, instruments de navigations, etc. L'énergie électrique est donc utilisée pour les systèmes de l'avion mais également pour le confort et le divertissement des passagers. Cette source d'énergie a tendance à remplacer de plus en plus les autres sources d'énergie de l'avion (nous en évoquerons les raisons dans les paragraphes suivants) et s'avère donc être en perpétuelle augmentation. Le paragraphe suivant illustre brièvement l'évolution progressive de l'avion « plus électrique ».

## II-1-2) Evolution de l'énergie électrique

### a) Augmentation de la puissance embarquée

L'utilisation de l'électricité dans l'aéronautique n'est pas récente et le besoin en puissance électrique s'est fait de plus en plus important comme l'illustre la Figure I-19 [17].

Le réseau de bord d'un avion, dans les débuts de l'aéronautique civile, était alimenté en tension continue de 28 V. De l'alimentation des postes de radio pour les aéronefs aux charges très peu importantes avant 1945, à l'alimentation des cuisines de la Caravelle SE 210 (premier avion civil long courrier pouvant transporter 80 passagers) en 1955, c'est une augmentation de la consommation qui passe d'une dizaine de kW à une trentaine. A l'époque l'ensemble des commandes de vol était hydraulique et mécanique.



Figure I-19 : Evolution de la puissance embarquée [17].

Ce n'est que dans le début des années 1970 que le réseau principal passe à 115 V AC triphasé 400 Hz avec la commercialisation de l'A300 (260 passagers) d'Airbus. La puissance électrique disponible s'élève alors à 250 kW. Ce choix de fréquence plus élevée que pour un réseau électrique terrestre classique s'explique par le fait que, à puissance apparente donnée, le volume (et la masse) d'un matériau magnétique (utilisé dans les moteurs, transformateurs et filtres) diminue lorsque la fréquence augmente. Cette valeur a été un compromis entre la faisabilité technique des alternateurs (vitesse de rotation et nombre de pôles du rotor), l'aspect financier (à plus haute fréquence le circuit magnétique nécessite une conception plus onéreuse) mais également dans un souci d'harmonisation en vue de l'établissement de normes, les Etats-Unis ayant déjà opté pour le 400 Hz.

La fin des années 80 marquera un changement important dans les commandes de vol avec l'Airbus A320. Cet aéronef dont la consommation est légèrement supérieure à celle de son prédécesseur s'élevant à 300 kW est doté d'un système appelé "Fly by Wire" consistant en la gestion électrique des commandes de vol. En plus des commandes de vol, certains actionneurs deviennent eux aussi « plus électriques » avec l'apparition de systèmes hybrides « électro-hydraulique » tels que les EHA (Electro-Hydrostatic Actuator). Le schéma de principe d'un EHA est représenté dans la Figure I-20-a. De plus, les équipements électriques électroniques et informatiques qui aident au pilotage des aéronefs deviennent entièrement numériques. Dans le même temps, le confort des passagers ne fait que croître au fil des années. Sièges électriques, vidéo, cuisines, prises de courant... viennent améliorer la qualité de vie à bord. Quant à la sécurité et à la souplesse de fonctionnement : actionneurs, capteurs, dégivrage, freinage, ne sont que quelques exemples de la montée en puissance des systèmes électriques. Enfin nous ne pourrons terminer ce bref rappel historique sans évoquer l'A380 dont l'architecture se différencie nettement de ses prédécesseurs par ses nombreuses avancées technologiques. Les principales avancées sont les suivantes :

- Système de secours totalement électrique,
- Réseau électrique à courant alternatif à fréquence variable (360 à 800 Hz),
- Introduction d'actionneurs électrique pour les commandes de vol tels que les EMA (Electro-Mechanical Actuator) dont une photo est représentée Figure I-20-b.

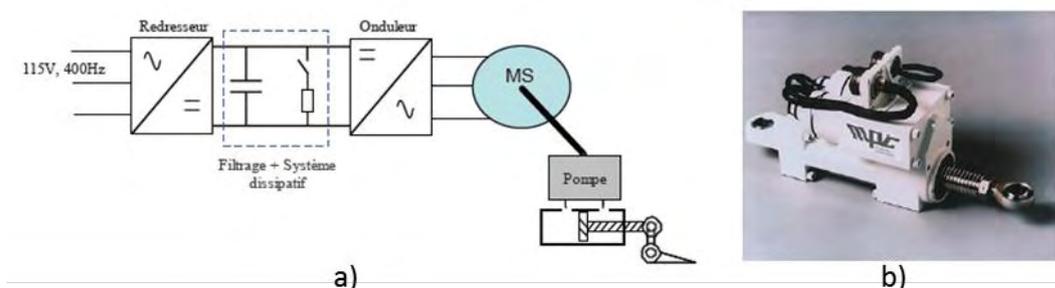


Figure I-20 : Schéma de principe d'un EHA et photo d'un EMA [18] [19]

b) Evolution des réseaux de bord

Dans les dernières générations d'avions commerciaux, la présence de convertisseurs statiques au sein des réseaux de bord était limitée à une quantité réduite d'applications : alimentation de charges commerciales, redresseurs (115 V-400 Hz/28 V) et onduleurs de secours (28 V/115 V-400 Hz) du réseau de distribution électrique. L'évolution actuelle et future des architectures électriques s'accompagne nécessairement du développement des systèmes d'électronique de puissance.

Une illustration des architectures types habituellement utilisées pour un gros porteur est présentée dans la Figure I-21 (A330). On se reportera à la référence [16] pour une description plus précise de ce type d'architecture.

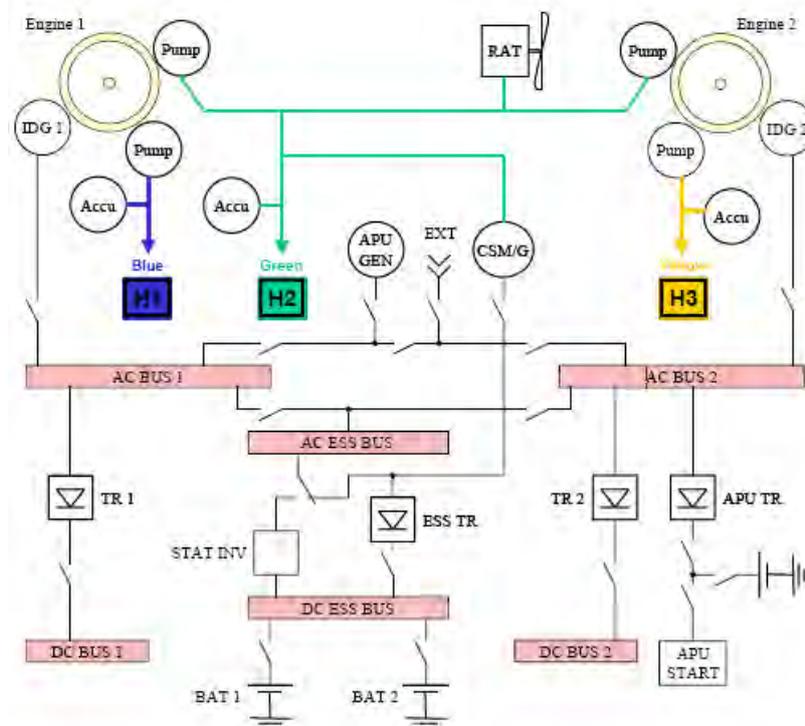


Figure I-21 : Architecture type 3H (basé sur A330) [16]

L'innovation principale sur l'A380 est que l'un des trois circuits hydrauliques des architectures dites 3H (3 circuits hydrauliques) est remplacé par un circuit électrique pour obtenir l'architecture 2H+2E (Figure I-22). Avec ce type de configuration, le système de secours est entièrement alimenté électriquement par une éolienne « RAT » (Ram Air Turbine) qui fournit suffisamment d'énergie pour alimenter les fonctions vitales de l'aéronef. Ainsi, la suppression de l'ensemble d'un circuit hydraulique (plusieurs pompes et tuyauteries associés) peut entraîner un gain de masse estimé à 1,2 tonne [20].

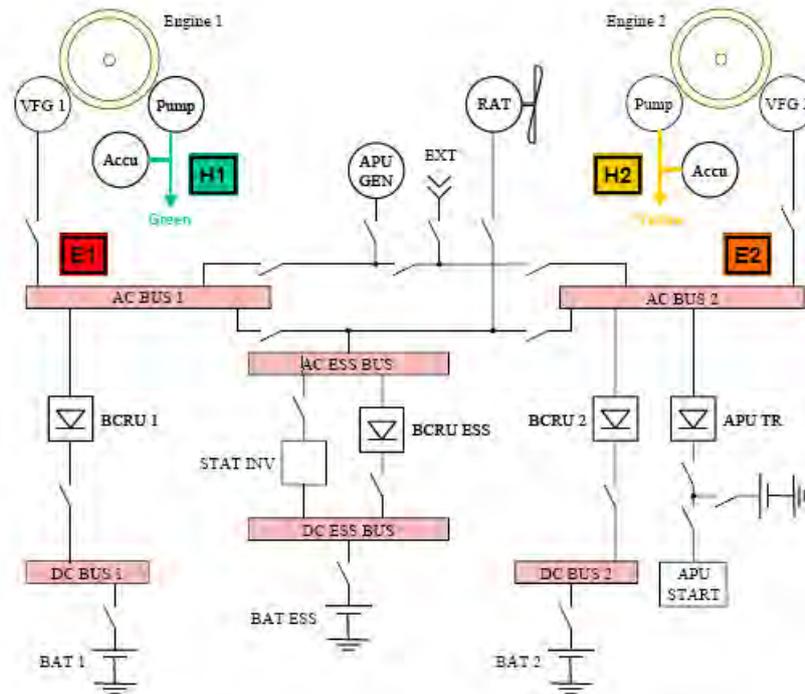


Figure I-22 : Architecture « plus électrique » 2H+2E (basé sur A380) [16]

La puissance installée à bord atteint les 800 kVA mais le réseau alternatif est maintenant à fréquence variable, comprise entre 360 et 800 Hz. L'avantage est la réduction des dimensions et masses des générateurs d'entraînement à vitesse constante avec la suppression de la masse du système de réduction mécanique.

La référence [16] reprend de manière plus précise les évolutions d'un point de vue circuit électrique. On y trouvera notamment le schéma de principe d'un IDG (Integrated Drive Generator) expliquant comment est assurée la constance de la fréquence pour des avions de type A330 par exemple, mais également son remplaçant, le VFG (Variable Frequency Generator) utilisé pour obtenir des fréquences variables comme ceux présents sur l'A380. Les charges électriques alimentées par le réseau AC ont donc été dimensionnées pour en prendre en compte cette nouvelle spécification.

Plus d'un tiers des actionneurs à bord de l'A380 sont des systèmes tels que les EHA et EMA remplaçant ainsi les vérins et autres machines hydrauliques.

### II-1-3) Pourquoi privilégier l'énergie électrique ?

Les exemples de systèmes « plus électrique » développés ou en cours de développement sont nombreux. Des freins électriques développés par la société Messier-Bugatti, aux moteurs électriques placés dans les roues afin de permettre le déplacement au sol de l'avion sans utiliser la propulsion des moteurs principaux les avantages sont nombreux.

a) Les avantages et inconvénients des trois sources d'énergies

L'expression et la tendance d'un avion « plus électrique » est essentiellement liée au potentiel d'amélioration supérieur qu'offrent les systèmes électriques par rapport aux autres formes d'énergie exploitées. En effet, les solutions conventionnelles sont déjà optimisées et ne laissent pas entrevoir d'évolution significative. Le Tableau I-2 regroupe les principaux avantages et inconvénients des trois sources d'énergie cohabitant à bord des aéronefs [21].

	<b>Avantages</b>	<b>Inconvénients</b>
<b>Hydraulique</b>	Fort couple	Fuite du liquide hydraulique, Maintenance
<b>Pneumatique</b>	Démarrage des moteurs plus aisé	Dégrade le rendement du réacteur (prélèvement de l'air)
<b>Electrique</b>	Coûts de maintenance faible, gain de masse	CEM, fiabilité à démontrer Vulnérabilité Foudre ?

*Tableau I-2 : Principaux avantages et inconvénients des sources d'énergies [21].*

Les principaux inconvénients de l'énergie hydraulique sont les risques éventuels de fuites du liquide hydraulique (corrosion, incendie). Ce type de défaillance implique souvent une longue indisponibilité de l'aéronef et un coût de maintenance important : d'une part, parce que le diagnostic de ce type de système est limité et rend donc la défaillance difficilement localisable et d'autre part, des systèmes peuvent être victimes de cette fuite et devront faire l'objet d'un remplacement. En revanche, l'utilisation de l'énergie électrique peut palier à ces inconvénients. En effet, les systèmes électriques permettent une surveillance et une détection des pannes plus aisées. La capacité opérationnelle s'avère donc être améliorée par une réduction des délais de maintenance.

En ce qui concerne l'énergie pneumatique, le prélèvement d'air effectué sur les réacteurs a pour conséquence de pénaliser leurs performances et leurs rendements. Ainsi, l'utilisation d'une architecture électrique permettrait une réduction de 35% de la puissance nécessaire prélevée sur les réacteurs. L'énergie électrique apporte dans ce cas un rendement énergétique important avec une gestion optimisée des sources et des charges. Ce gain se répercute directement sur la consommation de carburant.

D'une manière générale, un système hydraulique ou pneumatique présente un volume de tuyauterie important : le remplacement de ces deux systèmes permet d'envisager un gain de masse important qui constitue une contrainte majeure de dimensionnement en aéronautique. Cependant, ce gain de masse est souvent difficile à estimer car les contraintes aéronautiques imposent logiquement une sécurité de fonctionnement sévère et importante. Par exemple, la disponibilité et la redondance nécessaire des équipements peuvent nécessiter la mise en œuvre d'une masse de câble conséquente. Pour résoudre ce problème, une des voies étudiées est la mutualisation des convertisseurs d'électroniques de puissance.

b) La gestion de l'énergie : mutualisation des convertisseurs

La mutualisation des convertisseurs s'inscrit toujours dans l'objectif de gain et d'optimisation de la consommation d'énergie et également de masse. Quel en est le principe ? Dans une philosophie d'optimisation d'énergie, il pourrait paraître aujourd'hui aberrant de laisser le circuit hydraulique du train d'atterrissage sous pression alors que celui-ci ne va servir qu'à l'atterrissage ou au décollage. Il en est de même pour les systèmes électriques, qui ne fonctionnent pas tous durant les mêmes phases d'un vol. Le principe de la mutualisation est donc d'alimenter plusieurs charges par le même convertisseur. Celui-ci étant bien entendu dimensionné par rapport à la charge la plus importante si les charges ne fonctionnent pas au même moment. Ainsi, ces énergies deviennent facilement commutables d'un poste à un autre.

c) Le « plus électrique » : que des avantages ?

En résumé, l'opportunité offerte par la souplesse de mise en œuvre de l'énergie électrique dans le domaine électrique permettrait d'obtenir des gains sur le rendement du moteur, la sûreté de fonctionnement, la maintenance, la consommation de carburant et dans une mesure plus difficilement quantifiable de masse. Cependant, le remplacement des systèmes hydrauliques et pneumatiques par des câblages électriques apportent des problématiques nouvelles.

En effet, l'éloignement de la source par rapport à la charge fait intervenir des câbles de longueurs significatives impliquant des contraintes électromagnétiques élevées. De plus, l'évolution vers des avions de plus en plus électriques nécessite inévitablement une augmentation de la puissance électrique embarquée. Une solution envisagée pour augmenter cette puissance et d'augmenter la tension alternative. Néanmoins, l'environnement aéronautique (pression, température, humidité), entraîne l'apparition de phénomènes tels que les décharges partielles [19] [22] qui sont très défavorables pour les systèmes d'isolation électrique. Bien évidemment, le risque de foudroiement d'un aéronef n'échappe pas à l'apparition de nouvelles problématiques. Celles-ci seront détaillées dans un prochain paragraphe. L'utilisation de nouveaux systèmes implique inévitablement la prise en compte de nouvelles problématiques. Afin d'y répondre, les acteurs aéronautiques développent de nombreux programmes de recherches.

## **II-2) Les composites en aéronautique**

Le choix des matériaux quelle que soit l'industrie (aérospatiale, automobile, ferroviaire, génie civil, ...) est toujours un problème complexe où le compromis coût/performance à une place très importante. Depuis plusieurs années les matériaux composites prennent une place de plus en plus importante dans la composition du fuselage des avions. Autrefois essentiellement réservée au domaine militaire puis à l'aérospatiale, leur mise en œuvre dans les applications aéronautiques a progressé en plusieurs étapes

depuis les années 1960-1970. Ils ont d'abord été testés dans les structures secondaires afin d'exploiter leur durabilité en vol, puis de plus en plus dans des structures primaires.

### **II-2-1) Structure des matériaux composites**

Un matériau composite est défini comme l'assemblage d'au moins deux matériaux différents. L'assemblage final permet d'obtenir un ensemble possédant des propriétés inédites que les éléments constitutifs seuls ne possèdent pas. Un matériau composite est constitué :

- D'un **renfort**, présentant diverses architectures qui assure la tenue mécanique
- D'une **matrice**, assurant la cohésion de la structure et la transmission des efforts vers le renfort
- Eventuellement de **charges** et **additifs** dans le but de modifier sensiblement les propriétés du matériau (mécanique, électrique, thermique), de résister au feu, de faciliter le démoulage, d'améliorer la résistance au vieillissement, ...

La description des éléments qui peuvent constituer un matériau composite présentée dans la suite de ce travail est donnée de manière non exhaustive et pour les principaux matériaux composites utilisés dans le domaine aéronautique.

#### a) Renforts

Les renforts sont généralement conçus de sorte à avoir des propriétés mécaniques optimales (notamment résistance et rigidité). Ils se présentent le plus souvent sous forme fibreuse ou filamentaire. Les plus courantes sont :

- Les fibres de carbone : conférant aux composites une résistance mécanique élevée (aussi bien en traction, compression qu'en flexion)
- Les fibres de verre : plus abordables, elles présentent des propriétés mécaniques plus faibles que les fibres de carbones mais néanmoins intéressantes
- Les fibres d'aramide (Kevlar): comme le carbone, elles possèdent des propriétés mécaniques élevées en traction mais leurs résistances en compression est faible.

La classification des types de renforts couramment rencontrés est indiquée sur la Figure I-23.

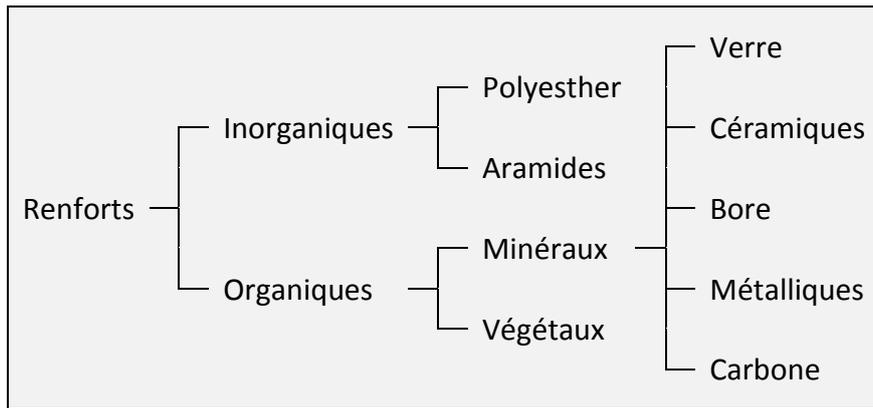


Figure I-23 : Types de renforts [23]

En jouant sur la texture et la géométrie des renforts, il est possible de créer une architecture adaptée aux caractéristiques mécaniques souhaitées (rigidité, résistance à la rupture, dureté, etc.). Les renforts fibres peuvent donc se présenter sous différentes formes :

- Sous forme linéique (fils, mèches, etc.)
- Sous forme de tissus surfaciques (tissus simples, mats, etc.)
- Sous forme multidirectionnelle (tresse, tissus complexes, etc.)

Une illustration de tissu est donnée Figure I-24, il se compose de chaînes et de trames perpendiculaires entre elles. Les modes d'entrecroisements (ou armures) classiquement utilisés sont illustrés dans le Tableau I-3 [24].

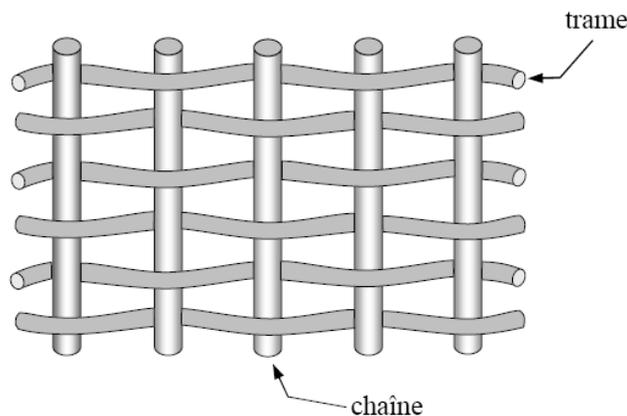


Figure I-24: Chaînes et trames d'un tissu [23]

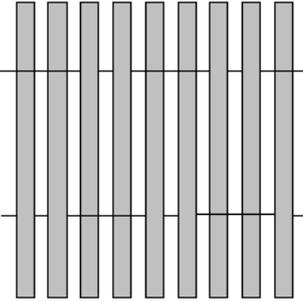
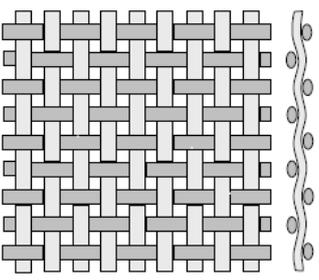
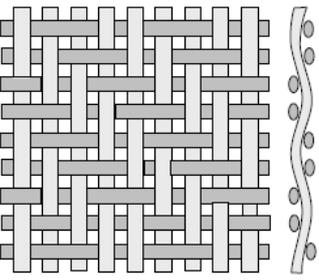
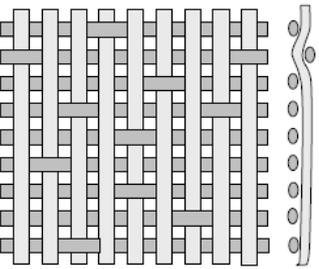
<b>Armure unidirectionnelle (UD)</b>	
	<p>Dans un tissu unidirectionnel, les fils sont alignés parallèlement à la direction chaîne. Le tissu possède des performances élevées dans la direction chaîne mais possède un taux de déséquilibre très grand.</p>
<b>Armure taffetas</b>	
	<p>Les fils de chaînes et de trames s'entrecroisent alternativement, conduisant à un tissu très plat, stable, mais peu déformable pour la mise en œuvre. Les propriétés mécaniques sont sensiblement identiques dans les deux directions chaînes et trames. Toutefois l'armure taffetas conduit à un haut degré de courbure des fibres qui induit une diminution des performances mécaniques des composites</p>
<b>Armure sergé</b>	
	<p>Pour ce type d'armure, le nombre de fils de chaîne et de fils trame qui s'entrecroisent peut varier. Pour un sergé 2*2, les fils trame passent sur deux fils chaîne et sous deux fils chaîne. Ce type d'entrecroisement conduit à un motif répétitif qui a l'avantage d'être souple et dense s'adaptant bien à des moulages de formes complexes.</p>
<b>Armure satin</b>	
	<p>L'armure satin est assez semblable à celle du sergé. Chaque fil de chaîne flotte au-dessus de plusieurs fils de trame et réciproquement. Il est caractérisé par un nombre, ici satin de 8. Il en résulte une face qui contient plus de fils chaîne et une autre plus de fils trame. Ce type de tissus présente une forte masse spécifique.</p>

Tableau I-3: Les principaux modes d'entrecroisements (armures) utilisées pour le tissage [24]

b) Matrices

La matrice a pour rôle de lier les fibres renforts, répartir les contraintes subies, apporter la tenue chimique de la structure et donner la forme désirée au produit. Généralement, il s'agit d'une résine polymère thermodurcissable ou thermoplastique [25]. La classification des types de matrices couramment rencontrées est donnée sur la Figure I-25.

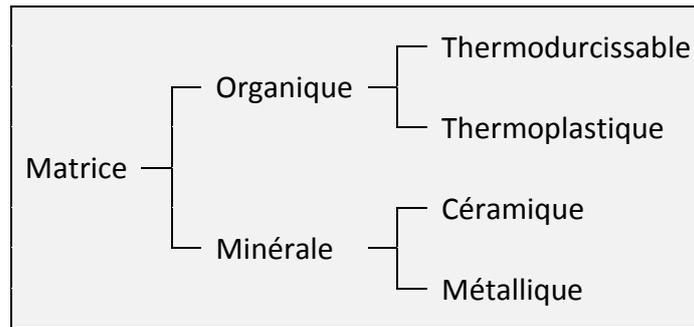


Figure I-25: Types de matrice [23]

La Figure I-26 (a) représente l'agencement des différentes couches constituant un matériau composite. Dans ce cas l'orientation des fibres est différente entre chaque couche. Quelques exemples de matériaux composites à base de carbone ou de Kevlar sont illustrés Figure I-26 (b).

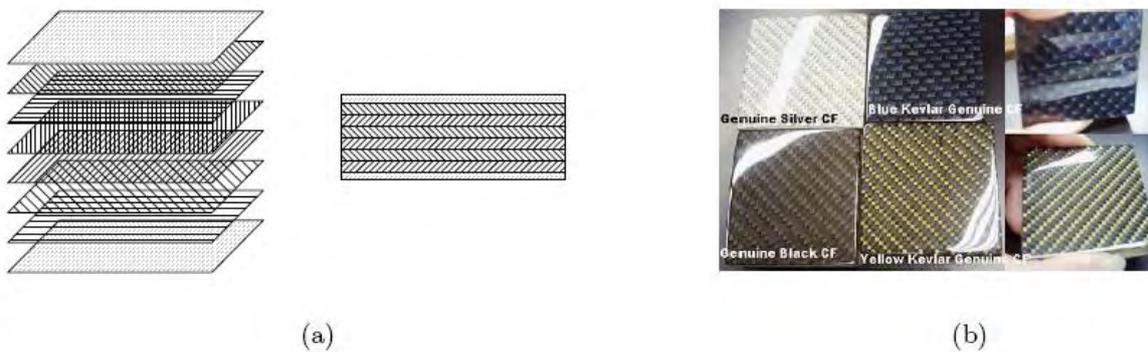


Figure I-26 : (a) Structure typique d'un matériau composite ; (b) Différents matériaux composites[11]

## II-2-2) Evolution de l'utilisation de matériaux composites en aéronautique

Les composites fibres de verre/résine organique ont été introduits depuis les années 1960 en quantité croissante. Les applications restent toutefois limitées (en raison du manque de rigidité de la fibre de verre) aux aménagements intérieurs (planchers) et aux structures secondaires (carénages et capotages). Dans les années 1970, un plafond est atteint avec les avions civils gros porteur de type Airbus A300 B2/B4 et le premiers Boeing 747. Pour l'Airbus A300 B2/B4, les composites à base de fibres de verre représente 6% de la masse de la structure de l'avion [26].

Par la suite, les premières applications des composites renforcés avec des fibres de carbone apparaissent sur des pièces de structures secondaires avec les portes de nacelle sur le Vautour, ou des parties mobiles de voilure sur Concorde par exemple. Leur utilisation sur les structures secondaires ne cessera d'augmenter, avant d'être introduite pour la première fois sur une voilure d'avions civils ATR72 à la fin des années 1980.

La structure des avions civils était jusqu'à très récemment entièrement métallique. Cependant, les remarquables propriétés mécaniques des matériaux composites font pencher les avionneurs vers ce type de matériaux. La principale motivation étant

essentiellement le gain de masse apporté. L'introduction des matériaux composites de manière progressive a permis une meilleure maîtrise de cette technologie. En 2011, les matériaux composites représentent près de 50% du poids de la structure sur le gros porteur de Boeing 787. Airbus annonce pour son A350 un taux de 52% du poids total de la structure en matériaux composites.

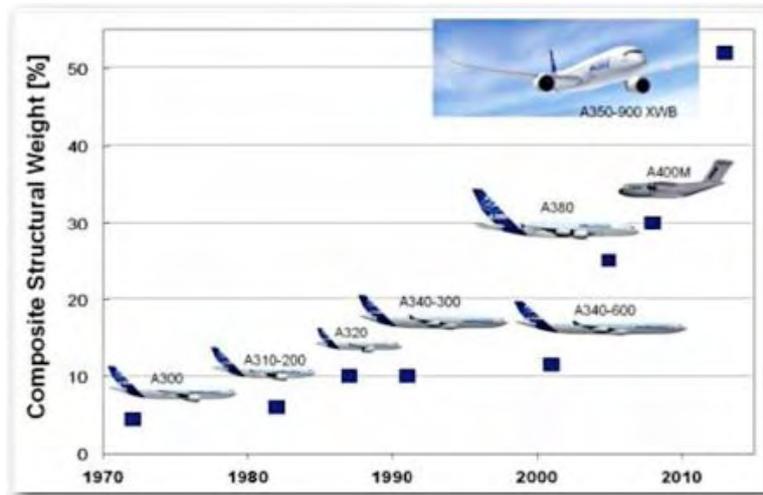


Figure I-27 : Evolution de la proportion de composites dans les avions commerciaux Airbus (source Airbus).

### II-2-3) Intérêts et inconvénients

Bien que la principale motivation d'utilisation des matériaux composites dans l'aéronautique soit essentiellement le gain de masse et donc de coût (voir Tableau I-4 ou un exemple est donné dans le cas d'hélicoptères), les propriétés mécaniques de ces matériaux s'avèrent particulièrement intéressantes.

Pièce	Matériaux fibres/résine	Variation de masse par rapport à une solution métallique (%)	Variation de coût par rapport à une solution métallique (%)
Carénages	Aramide/époxyde	- 55	- 80
Empennage horizontal	Carbone/époxyde	- 45	- 55
Moyeu rotor principal	Verre/époxyde	- 40	- 65
Portes	Aramide/époxyde	- 30	- 70
Siège Pilote	Aramide/époxyde	- 20	- 80
Dérive empennage	Carbone/époxyde	- 20	+ 10
Pales	Verre-carbone/époxyde	0	- 30
Planchers	Aramide-carbone/époxyde	-20	+70 (pas rentable)

Tableau I-4 : Gain de masse et de coût de pièces d'hélicoptères composites par rapport à la même pièce métallique [26]

L'emploi de ces matériaux présente des avantages et inconvénients dont nous nous proposons de lister les principaux ci-dessous.

a) Principaux intérêts

- Gain de masse : La masse volumique d'un matériau composite est généralement inférieure à celle de l'aluminium (de l'ordre de  $1700 \text{ kg/m}^3$  pour un matériau en fibre de carbone contre  $2770 \text{ kg/m}^3$  pour un aluminium-cuivre). L'anisotropie de ces matériaux, du fait de leur conception en couches, permet d'ajuster le dimensionnement et mène à un gain de poids (la rigidité et la résistance mécanique sont différentes suivant le sens des fibres).
- Bonnes propriétés mécaniques : les matériaux composites présentent une quasi-insensibilité à la fatigue en comparaison des matériaux métalliques qui nécessitent en maintenance un suivi régulier de la propagation des fissures de fatigue dans les pièces de structure (Tableau I-5).

	Résistance en traction (MPa)	Tenue en fatigue après $10^7$ cycles (MPa)	Résistance en traction d'une plaque percée (MPa)	Tenue en fatigue après $10^7$ cycles d'une plaque percée (MPa)
Composite carbone isotrope	450	≈ 400	≈ 250	≈ 200
Alliage d'aluminium	45	≈ 170	50	≈ 90

Tableau I-5 : Comparaison des performances en traction et en fatigue d'éprouvettes en composite à fibres de carbone et en alliage d'aluminium [26]

- Maintenance : Les matériaux composites ne sont pas sujets à la corrosion.
- Possibilité de réaliser des formes complexe en un ensemble : Les techniques de fabrications (moulage) permettent de réaliser des formes complexes, qui en métal nécessiterait plusieurs sous-éléments. Les coûts d'assemblage sont donc réduits et les chutes de matériaux à l'usinage limités (Tableau I-6).

	Dérive hélicoptère Dauphin		Moyeu rotor Dauphin		Dérive Airbus	
	Alliage léger	Composite	Alliage léger	Composite	Alliage léger	Composite
Nombre de pièces	231	88	293	92	≈ 2 000	≈ 100
Assemblage	5 940 rivets	Collage 2 phases	Rivetage	Bobinage + assemblage	≈ 50 000 rivets	Co-cuisson + assemblage
Coût relatif fabrication (%)	100	66	100	35	100	Valeur non disponible

Tableau I-6 : Comparaison du coût et du nombre de pièces pour des éléments réalisés en composite et en métal [26]

- Performances : La possibilité de réaliser des formes complexes permet également d'obtenir des surfaces plus lisses (par l'absence de rivets) et adapter la géométrie pour optimiser le rendement aérodynamique.

b) Principaux inconvénients

- Vieillessement humide : Le vieillissement humide n'est pas à négliger car il induit une baisse des propriétés. En revanche, cette baisse est limitée et n'évolue plus à partir d'un état de saturation ce qui permet de prendre en compte cette chute de performances dès la conception.
- Comportement aux chocs : Il s'agit d'un paramètre important à prendre en compte dans le dimensionnement d'une structure en matériau composite car les performances mécaniques peuvent être réduites de façon non négligeable (jusqu'à 50%). Dans certaines phases d'assemblage ou de maintenance, des précautions doivent être prises (chocs, chute d'outil,...).
- Sensibilité aux trous : Les structures composites sont généralement assemblées par boulonnage et rivetage. Comme nous l'avons montré dans le Tableau I-5, bien que présentant une résistance en traction et une tenue en fatigue supérieures à celles d'un alliage, le fait de percer une structure composite peut entraîner une chute de ces performances de 50%. Cette particularité doit être prise en compte dès la phase de conception.
- Caractéristiques électromagnétiques : Les caractéristiques électromagnétiques sont anisotropes, ainsi la résistivité, la perméabilité et la permittivité sont différentes selon les trois orientations possibles [27].
- Tenue à la foudre : Les matériaux composites n'offrent pas les mêmes garanties que l'aluminium face aux agressions de type foudre. En effet, il n'évacue pas le courant aussi bien qu'une structure aluminium du fait de leur faible conductivité ( $\sigma_{\text{alu}} = 3.7 \cdot 10^7 \text{ S/m}$ ). Les valeurs de conductivité d'un matériau composite peuvent être 100 à 1000 fois inférieures. De ce fait, une protection particulière doit être utilisée pour protéger la structure (et les équipements) contre les foudroiements. Au niveau de la structure, une solution est l'ajout un grillage de bronze ayant pour rôle d'évacuer les charges électriques en surface lors d'un foudroiement.

Cette double mutation technologique constitue une source de problématiques nouvelles notamment dans le cas d'une agression foudre. En effet, les répercussions des effets indirects de la foudre sur les équipements sont importantes. A cela il faut ajouter le fait que les contraintes foudres (nombre de foudroiement, intensité des coups de foudre), devraient, compte tenu des bouleversements climatiques actuels, devenir plus importantes. Dans la partie suivante, une description de ces nouvelles problématiques est menée.

## **II-3) Les nouvelles contraintes face à l'impact foudre**

### **II-3-1) Nouvelles contraintes liées à l'évolution de la structure**

#### a) Surtensions dues à l'impédance de la structure

Nous l'avons abordé au paragraphe I-6), un courant foudre circulant sur le fuselage d'un aéronef peut induire des surtensions importantes aux bornes des équipements. Ce phénomène est renforcé de part l'utilisation de matériaux composites dont la conductivité électrique est très faible par rapport à une structure classique

#### b) Pénétration du champ électromagnétique

Ce phénomène évoqué dans le paragraphe I-6) est lui aussi renforcé par l'utilisation de matériaux composites. En effet, la pénétration du champ magnétique par diffraction à l'intérieur de l'avion au travers d'ouvertures peut aussi se produire, par diffusion notamment, sur des parties moins conductrices. Ce champ magnétique se couple aux câbles provoquant des surtensions à leurs extrémités.

#### c) Influence de la faible efficacité de blindage magnétique - pénétration du champ électromagnétique

Le blindage magnétique est lié à la capacité d'un matériau à laisser passer un champ magnétique. Les matériaux composites n'assurent généralement aucun blindage magnétique, il se produit alors un phénomène de redistribution du fait de la forte pénétration du champ magnétique dans le fuselage. En effet, si l'on considère un câble métallique à l'intérieur d'une enceinte fermée en composite et que l'on injecte un courant sur l'enceinte, un champ magnétique va pénétrer à l'intérieur de cette dernière. Ce champ va induire un courant sur le câble qui va diminuer au même rythme que le champ magnétique dans l'enceinte. Le composite ayant une plus faible inductance que le câble mais une plus forte résistance, le courant induit sur le câble peut durer plus longtemps que le courant injecté. De ce fait, les contraintes sur les équipements sont fortement augmentées.

De plus ce phénomène est renforcé en basse fréquence. En effet, l'effet de peau qui quantifie la profondeur de pénétration du courant circulant sur un conducteur est donné par la relation suivante, où  $f$  est la fréquence et  $\sigma$  la conductivité électrique :

$$\delta = \sqrt{\frac{1}{\pi f \mu \sigma}} \quad (\text{Eq. I-9})$$

Un courant circulant sur un mauvais conducteur le traversera plus facilement et, en théorie, le même courant circule de part et d'autre de l'enceinte. Ainsi, une augmentation des courants circulant sur les câbles interne est à prévoir lorsque la structure d'un aéronef est composée de matériaux composites.

d) Phénomène de redistribution

La circulation du courant foudre sur un avion composite est très différente de celle rencontrée sur un avion à structure métallique traditionnelle. En effet, dans le cas d'un avion à structure métallique, la résistance électrique étant très faible, la grande majorité du courant foudre circule sur la surface métallique de l'avion. Seule une très faible quantité de ce courant pénètre dans les éléments internes. De plus, la durée de ces courants est généralement bien inférieure à la durée du phénomène de foudre. En revanche, pour un avion en structure composite, la résistance électrique est bien plus élevée. Ceci entraîne qu'une plus grande partie du courant foudre circule sur les équipements internes d'une durée pouvant être supérieur à celle du phénomène foudre. L'environnement électromagnétique s'avère être donc beaucoup plus sévère dans un avion composite. La Figure I-28 illustre ce phénomène de redistribution des courants.[28]

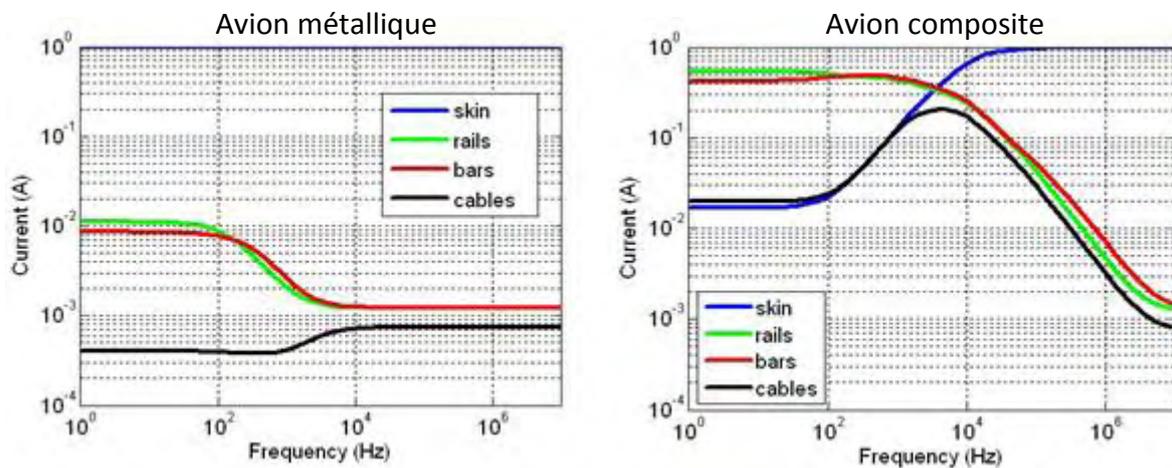


Figure I-28 : Distribution fréquentielle du courant foudre [28]

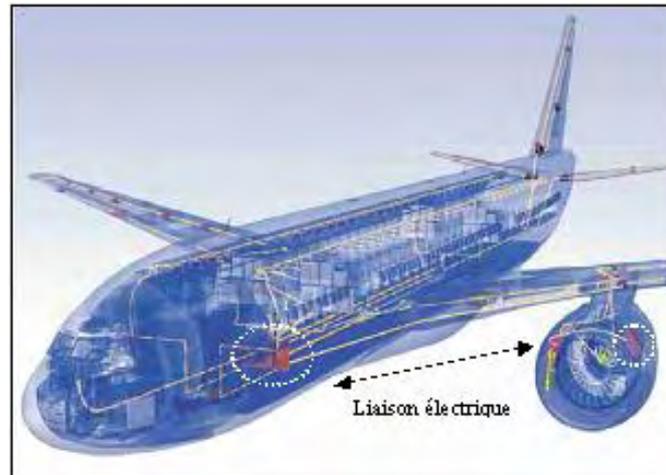
Le courant foudre circule sur les parties les moins impédantes de l'aéronef. En haute fréquence, cela correspond donc aux parties les moins inductives et en basse fréquence aux parties les moins résistives :

- Les hautes fréquences de la foudre circulent préférentiellement sur les structures de plus fort rayon (moins inductives), soit principalement sur le fuselage (métallique ou composite)
- Les basses fréquences de la foudre circulent sur les parties les moins résistives et se répartissent au prorata de leur résistance (structure, câbles, rails, ...).

**II-3-2) Nouvelles contraintes liées à l'évolution des systèmes**

Nous avons évoqué précédemment la tendance des avionneurs à remplacer les systèmes hydrauliques et/ou pneumatiques au bénéfice de l'électrique. Le train d'atterrissage et la nacelle par exemple sont reliés par une liaison électrique avec des

équipements internes au fuselage. On parle alors de concept des systèmes électriques étendus (Figure I-29).



*Figure I-29 : Exemple de système étendu nacelle [29]*

Ainsi, les nouvelles générations de fonctions ne sont plus perçues comme des systèmes isolés, mais comme des systèmes étendus composés de boîtiers et de leurs câblages. Ces systèmes étendus sont parfois situés dans des zones fortement exposées aux effets indirects voir même aux effets directs d'un impact foudre. Ces équipements se retrouvent victimes d'un impact foudre mais peuvent parfois se retrouver sources de l'agression en réinjectant des courants foudres sur les circuits de l'aéronef. Il s'agit d'une problématique sensible notamment pour les circuits de puissance qui ne peuvent être découplés du circuit avion.

C'est donc dans ce cadre de l'avion « plus électrique » et « plus composite » qu'est né le projet PREFACE.

#### **II-4) Le projet PREFACE**

Le Projet PREFACE (**PR**ojet d'**Et**ude **F**oudre sur **Av**ion **C**omposite plus **E**lectrique) a pour objectif de répondre aux difficultés de conception des systèmes électriques, induites par l'évolution des structures aéronaves vers le plus composite et l'électrification de fonctions en zones déportées (nacelle ou train). Les objectifs du projet PREFACE sont multiples, nous ne les détaillerons pas dans ce manuscrit. Un des objectifs concerne les composants de protections et fait l'objet de ce travail.

La protection des équipements contre une surtension due à un choc de foudre sur la structure de l'avion doit s'effectuer par un composant possédant une caractéristique courant-tension fortement non-linéaire. Les composants de protections électroniques habituellement utilisés en aéronautiques sont essentiellement des composants à base de silicium de types diodes, transils, transorbs ou Transient Voltage Suppressor (TVS). Ces

composants ont une très bonne dynamique mais sont limités d'un point de vue énergétique. La Figure I-30 représente les caractéristiques d'un transorb 100kW (Microsemi MPLAD130KP275CA) 100kW pour une onde foudre de type WF5A à 100°C. Ce composant à base de silicium, avec de telles hypothèses de fonctionnement présente une capacité énergétique de 7,5 J pour une impulsion unique soit une densité énergétique d'environ 13 J/cm<sup>3</sup> (packaging compris).

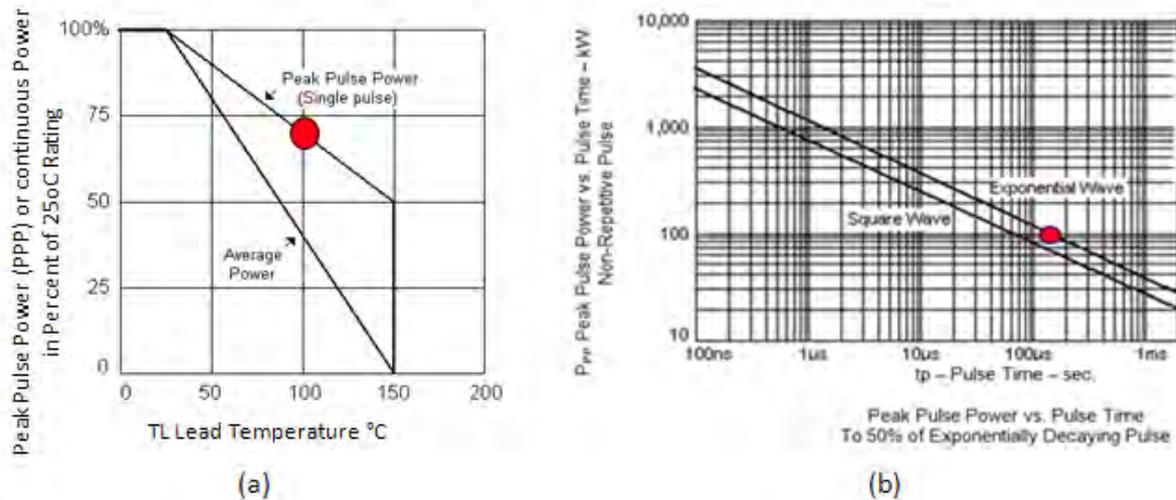


Figure I-30 : Caractéristique d'un transorb 100 kW pour une onde 5A.

Les architectures réseaux et les structures composites nécessiteront des composants de protections à densité énergétique bien supérieures. Les composants à base de silicium n'apportent pas de solution à ce jour et leurs perspectives d'évolutions paraissent minces.

En revanche, les composants de types varistances peuvent s'avérer particulièrement intéressants malgré une dynamique plus faible. En effet, ces composants présentent une densité énergétique bien meilleure (de l'ordre de 250 J/cm<sup>3</sup> à ce jour). Ces matériaux céramiques possèdent une caractéristique courant-tension fortement non-linéaire particulièrement intéressante. Dans un contexte de problématique aéronautique et dans un souci de gain de masse et d'espace, les varistances se doivent d'être moins volumineuses et plus fiables que celles actuellement disponibles dans le commerce. Une microstructure plus fine entraînerait la possibilité d'obtenir un composant répondant à ces critères. Pour réaliser cet objectif, la technique du frittage flash ou « Spark Plasma Sintering » (SPS) a été envisagée.

Cette technique de frittage est connue pour accroître les cinétiques de densification des matériaux permettant d'envisager un meilleur contrôle de leur microstructure [30]. Le travail consiste à la mise en œuvre d'un matériau non linéaire (poudre) issu des applications **TRIDELTA PARAFOUDRES S.A.** dont les composants seront mise en œuvre par frittage flash par le **Centre Inter universitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (CIRIMAT)**.

Des varistances à base de ZnO possédant la même formulation sont élaborées selon la méthode de frittage conventionnel et par frittage flash, ceci afin d'évaluer les potentialités d'un frittage flash par rapport à un frittage conventionnel et étudier l'impact du procédé de frittage flash sur des matériaux non linéaire classiquement utilisés. L'objectif étant également d'optimiser les paramètres de frittage (température, palier, atmosphère, ...) en étudiant leur influence sur la microstructure, mais également sur les caractéristiques physiques et électriques des varistances.

**CHAPITRE II :**  
**VARISTANCES Z<sub>N</sub>O**



## Préambule

Les varistances à base d'oxyde de Zinc (ZnO) sont des composants connus depuis les années 1970. Leurs remarquables propriétés électriques en font un composant de protection contre les surtensions largement commercialisé. Ce chapitre présente les caractéristiques générales de l'élément de base de notre étude qu'est la varistance à base d'oxyde de zinc.

Après quelques généralités, nous présenterons les différentes grandeurs électriques propres aux varistances nécessaires pour leur description. Puis, la constitution et la structure du matériau seront abordées. Bien que les procédés de frittage ont quelque peu évolué, le processus de fabrication reste globalement le même. Nous reviendrons sur les principaux mécanismes de conduction évoqués dans la bibliographie afin de mieux appréhender les phénomènes. Les varistances étant amenées à voir leurs performances diminuer ou bien à être détruites au cours de leur utilisation, nous passerons en revue les différents phénomènes pouvant provoquer soit leur dégradation soit leur destruction. Nous reviendrons également sur les mécanismes de dégradation évoqués dans la littérature qui sera une base d'interprétation de nos résultats dans les chapitres suivants. Ensuite une présentation du frittage par Spark Plasma Sintering ou frittage flash et de son intérêt pour la réalisation de varistance ZnO sera effectuée. Enfin, la dernière partie s'attachera à préciser les objectifs des études sur les varistances frittées par cette technique de frittage.



## I ) GENERALITES

Les varistances sont principalement utilisées comme élément de protection de composants ou d'équipements soumis à des perturbations électriques d'origine accidentelle ou naturelle. On les trouve parfois sous différentes appellations tels que MOV (Metal Oxide Varistor) ou VDR (Voltage Dependant Varistor). Sa fonction de protection est liée à sa caractéristique non linéaire I(V). L'effet varistance est habituellement décrit par la formule empirique suivante :

$$J = KV^\alpha \quad (\text{Eq. II-1})$$

Avec  $J$  la densité de courant traversant le composant,  $K$  un coefficient dépendant de sa géométrie et du matériau utilisé,  $V$  la tension à ses bornes et  $\alpha$  le coefficient de non-linéarité ( $\alpha > 1$ ).

Les varistances connues actuellement regroupent deux types de matériaux :

- **Les varistances à base de carbure de silicium (SiC)**, qui sont les plus anciennes, connues depuis les années 30 et largement développées dans les années 1950 à 1980. Elles présentent un coefficient de non-linéarité faible, généralement inférieur à 10 et ont pratiquement disparu au profit des varistances citées ci-dessous.
- **Les varistances à base d'oxyde de zinc (ZnO)**, se sont largement développées à partir des années 1980 et présentent un coefficient de non linéarité très élevé compris généralement entre 20 et 50. Bien que les premiers travaux de mise en évidence de l'effet non linéaire des matériaux à base de ZnO sont attribués à [31] et [32] dans les années 60, MATSUOKA fut le premier à donner une description détaillée de leur mise en œuvre en 1971 [33].

Elles sont obtenues par frittage d'une céramique constituée d'un mélange d'oxydes, procédé que nous aborderons un peu plus loin dans ce manuscrit. Doté d'une grande capacité en énergie, un temps de réponse court, leurs domaines d'utilisation n'a cessé de s'étendre.

En effet, l'extension de la gamme des varistances permet leur utilisation comme composant de protection contre les surtensions de nombreux systèmes électriques. Citons par exemple les lignes de distribution du réseau électrique (soumis aux agressions foudre) qui sont protégées contre les surtensions par des parafoudres constitués de varistance ZnO (Figure II-1).

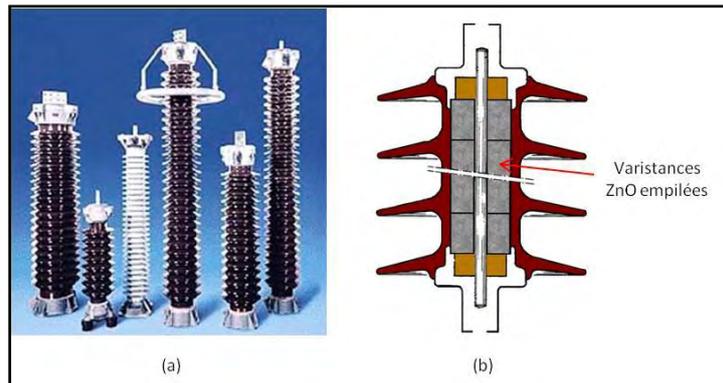


Figure II-1 : Exemples de parafoudres HT (a : TRIDELTA PARAFOUDRES S.A.)

On les retrouve également dans des appareils électriques plus communs, tels les téléviseurs, certaines prises dites « parasurtenseur », téléphones portables... Ainsi, elles se présentent sous différentes formes comme l'illustre la Figure II-2.



Figure II-2 : Différents types de varistances : de la dizaine de kilovolts à quelques volts et de la centaine de millijoules à quelques kilojoules

Cependant, leur utilisation en électronique de puissance n'est pas courante. Malgré leur présence importante dans de nombreux systèmes électriques, rares sont les détails concernant leurs dimensionnements, mais aussi leurs limites.

## **II ) CARACTERISTIQUES ELECTRIQUES**

Avant d'aborder la microstructure de ce type de matériau, il est nécessaire de présenter les différents paramètres électriques associés à ce composant. Les varistances sont définies à travers des spécifications qui leurs sont propres et ne correspondent pas toujours aux définitions que l'on rencontre habituellement en électronique. De plus, les différents fabricants n'utilisent pas toujours les mêmes définitions concernant les paramètres électriques des composants qu'ils proposent. Pour les parafoudres, par exemple, certaines spécifications sont propres au domaine d'utilisation (protection des réseaux de distribution aériens ou protection de l'électronique).

### **II-1) Caractéristique courant-tension I(V) ou J(E)**

Une varistance ZnO est un composant bi-directionnel dont la caractéristique courant-tension, de par sa large gamme de fonctionnement, correspond à des régimes d'essais différents. Notons que la caractéristique densité de courant-champ de même allure que la caractéristique courant-tension est indépendante des caractéristiques géométriques liées à l'échantillon (surface de métallisation et épaisseur). Pour cette raison, elle s'avère à priori mieux adaptée pour comparer des caractéristiques électriques d'échantillons possédant des dimensions différentes (Figure II-3). Nous reviendrons sur cette caractéristique dès que nous aurons abordé la microstructure de la varistance afin de montrer le lien existant avec celle-ci. Par ailleurs nous reviendrons également sur sa méthode d'obtention qui se doit d'être sujet à plusieurs commentaires.

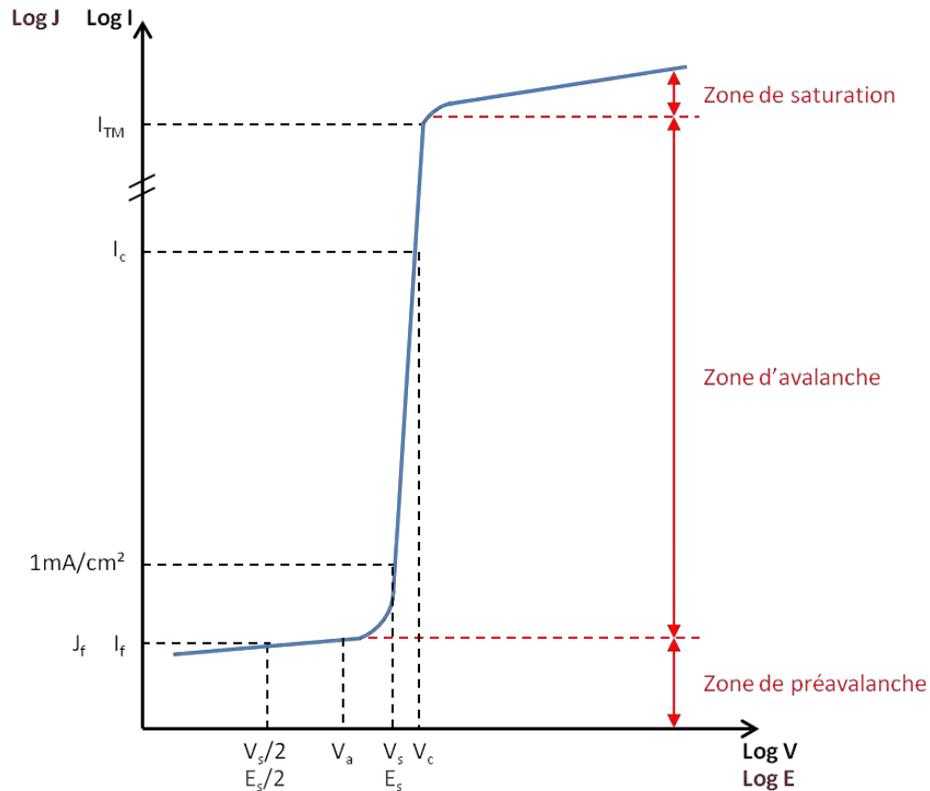


Figure II-3 : Caractéristique typique  $I(V)$  ou  $J(E)$  d'une varistance ZnO.

La Figure II-3 fait apparaître trois zones distinctes :

- **Zone de préavalanche** :

Elle correspond au fonctionnement à l'état de repos du composant en absence de toute contrainte électrique ou un courant très faible la traverse (typiquement de  $10^{-10}$  à  $10^{-8}$  A). Dans cette zone, le composant possède une résistivité très élevée.

- **Zone d'avalanche (ou zone non linéaire)** :

Le courant varie brutalement pour une faible augmentation de la tension. Cette zone correspond à l'effet varistance proprement dit, décrite par l'expression empirique exprimée par l'équation II-1. En présence d'un phénomène électrique transitoire préjudiciable pour le système ou équipement à protéger, c'est autour de ce point de fonctionnement que le composant est utilisé. Ainsi, la tension sera limitée lors de l'écoulement d'un courant de décharge provoqué par le transitoire. La varistance agit alors comme un écrêteur de surtension. L'effet varistance sera d'autant plus important que la valeur du coefficient de non-linéarité sera élevée, celui-ci traduisant directement la pente de la courbe dans cette zone. On comprend alors aisément l'intérêt d'une pente la plus abrupte possible permettant d'obtenir une caractéristique de source de tension quasi idéale.

- **Zone de saturation** :

Cette zone correspond à des courants élevés. La relation entre la tension et le courant se traduit par une expression quasiment linéaire ( $\alpha \approx 1$ ).

## **II-2) Définitions des paramètres électriques**

Plusieurs paramètres électriques décrivent une varistance ainsi que ses performances. La plupart des fabricants fournissent ces paramètres indépendamment des dimensions géométriques de l'échantillon et préfère les utiliser sous des unités de types « courant-tension » plutôt que « densité de courant-champ électrique ». Ces notations ont l'avantage d'être beaucoup plus pratiques pour une utilisation en électronique. Afin de pouvoir comparer par la suite des échantillons de géométries différentes, il s'avère plus judicieux de les définir par rapport à la densité de courant et champ électrique (et de revenir au « courant-tension » si nécessaire mais à partir de « densité de courant-champ électrique »). C'est à partir de ces définitions que seront donnés les différents paramètres électriques dans la suite de cet ouvrage.

- **Tension de seuil  $V_s$  (ou champ de seuil  $E_s$ )**

La tension de seuil correspond à la tension continue qu'il faut appliquer à la varistance pour que la densité de courant dans le matériau atteigne 1 mA/cm<sup>2</sup>.

En pratique, elle se situe après le premier coude de la caractéristique I(V), soit 20 à 30% au-dessus de la tension d'alimentation de l'équipement à protéger.

La tension de seuil est un bon exemple des différences existantes quant à son moyen d'obtention. Dans une très large majorité des cas, la tension de seuil est donnée lorsque la varistance est parcourue par un courant de 1 mA et donc totalement indépendamment des dimensions de l'échantillon (surface des électrodes et épaisseur).

- **Courant de fuite  $I_f$**

Il s'agit du courant qui traverse la varistance dans des conditions de fonctionnement normales. Il est donc associé aux pertes d'énergie du système à protéger. Le courant de fuite doit donc être le plus faible possible. Il est traditionnellement mesuré pour une valeur de tension correspondant à la moitié de la tension de seuil.

- **Coefficient de non-linéarité  $\alpha$**

Comme nous l'avons déjà évoqué précédemment, ce paramètre correspond à la pente de la caractéristique courant-tension tracée en échelle logarithmique. En général, il est calculé pour des courants spécifiques (plage de courant pouvant varier entre 0,1 et 100 mA suivant les fabricants). Dans notre cas, et compte tenue de la spécificité de l'obtention de la caractéristique courant-tension nécessitant plusieurs types de mesure (continu, impulsions de courant, ...), nous proposons de définir deux coefficients  $\alpha_1$  et  $\alpha_2$  :

$$\alpha_1(1 - 10mA) = \frac{\log \frac{I_{10mA}}{I_{1mA}}}{\log \frac{V_{10mA}}{V_s}} \quad (\text{Eq. II-2})$$

$$\alpha_2(1 - 100mA) = \frac{\log \frac{I_{100mA}}{I_{1mA}}}{\log \frac{V_{100mA}}{V_s}} \quad (\text{Eq. II-3})$$

- **Tension assignée  $V_a$**

Elle correspond à la tension nominale de fonctionnement appliquée en permanence à la varistance (tension de service). Pour ce point de fonctionnement, la varistance présente un très faible courant de fuite et dissipe donc une énergie négligeable. Le circuit à protéger fonctionne dans des conditions normales. Il faut distinguer la tension assignée en continue  $V_{aDC}$  et la tension assignée en régime alternatif 50 Hz  $V_{aRMS}$  ( $V_{aDC} > V_{aRMS}$ ).

- **Tension maximale d'écrêtage  $V_c$**

C'est la valeur crête de la tension résiduelle aux bornes de la varistance lorsque celle-ci est traversée par un courant  $I_{TM}$  maximal lors de l'application d'une onde normalisée 8/20  $\mu s$ .

- **Courant maximal admissible  $I_{TM}$**

Il s'agit de la valeur maximale de courant qui peut traverser la varistance pour une onde de type 8/20  $\mu s$ , sans qu'elle ne subisse de dégradation. La valeur du courant maximal admissible dépend de la forme d'onde (8/20  $\mu s$ , 10/1000  $\mu s$ , ...) appliquée en une ou plusieurs impulsions mais également de la répétition consécutive du nombre de chocs. Cette valeur est caractéristique d'une classe de varistance.

- **Energie maximale admissible  $E$**

Il s'agit de l'énergie maximale que peut dissiper une varistance lorsqu'elle est soumise à un choc de type 10/1000  $\mu s$ . Au-delà de cette énergie, un risque de dégradation du matériau est possible (explosion, percement, fracture). Ce type d'onde de « longue durée », est beaucoup plus contraignant au niveau de l'énergie à dissiper. Là encore, certains constructeurs fournissent cette donnée pour une onde rectangulaire d'une durée de 2 ms (standard IEC 60). Pour des formes d'ondes différentes, il est communément utilisé la formule suivante, où  $V_c$  est la tension maximale d'écrêtage,  $I_p$  le courant maximum dépendant de la forme d'onde et K un coefficient fonction du type d'onde (Annexe C):

$$E = \int_0^t V_c(t) \cdot I_p(t) \cdot K \cdot dt \quad (\text{Eq. II-4})$$

- **Puissance moyenne dissipée P**

C'est la puissance moyenne maximale que peut dissiper une varistance à considérer au repos et en activité. Cette puissance varie suivant la géométrie et le conditionnement du composant. Au repos, une puissance trop importante à dissiper peut entraîner un emballement thermique de la varistance. La puissance moyenne dissipée dépend principalement de l'énergie de l'impulsion (aire de la forme d'onde), du temps entre plusieurs impulsions éventuelles et de sa répétition. Si l'élévation de température dépasse les caractéristiques prescrites par le fabricant, elle peut endommager la résine d'encapsulation ou conduire à un emballement thermique pouvant détruire ou endommager la varistance. En général, les limites sont fixées par des graphiques exprimant le pourcentage de dégradation de la tension maximum par rapport à l'élévation de température, ou du courant maximum en fonction du nombre et du temps de répétition des impulsions (courbes de déclassement).

- **Capacité parallèle C<sub>p</sub>**

La mesure de la capacité de la varistance est mesurée sous faible tension (1 V) à une fréquence définie par le fabricant. En général, elle est donnée pour une fréquence de 1 kHz.

### **III ) CONSTITUTION ET STRUCTURE DU MATERIAU**

Les varistances sont constituées d'une juxtaposition de cristaux d'oxyde de Zinc agglomérés avec différents oxydes métalliques. Le rôle de ces oxydes est fondamental sur les caractéristiques électriques du matériau final [33] [34] [35]. La varistance à base de ZnO est donc un système multi-matériaux particulièrement complexe.

#### **III-1) Technique d'élaboration**

Les caractéristiques de la poudre utilisée (distribution, taille de particule, agglomération) ont une influence sur l'homogénéité de la céramique et sur sa densification. D'une manière générale, l'oxyde de zinc qui est l'élément majoritaire présent dans une varistance (90 % en masse environ), possède une résistivité à température ambiante faible ( $\rho \approx 1 \Omega \cdot \text{cm}$ ). L'ajout des différents oxydes lors de l'élaboration de la varistance en atmosphère oxydante, permet un dopage du cristal de ZnO par des métaux. Les mécanismes de dopage sont soit substitutionnels, soit interstitiels. Dans le cas d'un dopage substitutionnel, la position du dopant dans le tableau périodique des éléments va déterminer s'il remplacera un atome de zinc [36] [37] ou un atome d'oxygène [38] du réseau atomique du ZnO. Les additifs utilisés ont pour effet d'augmenter la conductivité du ZnO qui est de type n. Cette conductivité de type n est produite par un excès de zinc dans les couches de ZnO. Pour que

le dopage s'effectue il faut que les éléments diffusent dans le cristal de ZnO. Il faut donc que celui-ci forme des solutions solides avec les oxydes additifs dont les rayons cationiques soient proches de  $Zn^{2+}$ . Les rayons de  $Bi^{3+}$  ne remplissent pas ces conditions, c'est pourquoi ils se trouvent dans la région intercrystallite appelée joint de grains.

La réalisation de varistance nécessite un contrôle méticuleux des différentes étapes intervenant au cours du processus d'élaboration. Le processus simplifié et général de fabrication d'une varistance est représenté dans la Figure II-4.

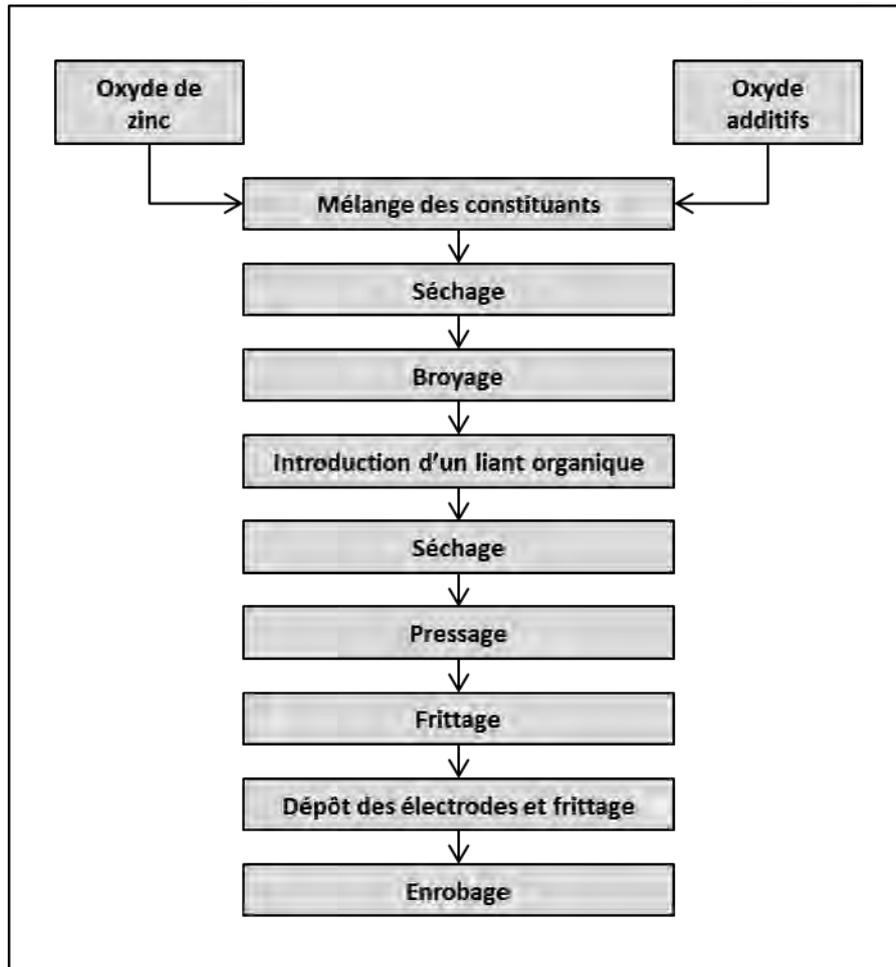


Figure II-4 : Procédé simplifié d'élaboration des varistances à base de ZnO

Les oxydes entrants dans la composition de la varistance sont généralement mélangés mécaniquement (mélangeur à boulets) et/ou en phase liquide puis séchés. Avant le frittage, il est nécessaire de préparer un « crû » par compactage de la poudre qui est préalablement mélangée à un liant organique afin d'assurer une bonne tenue mécanique.

### III-2) Frittage

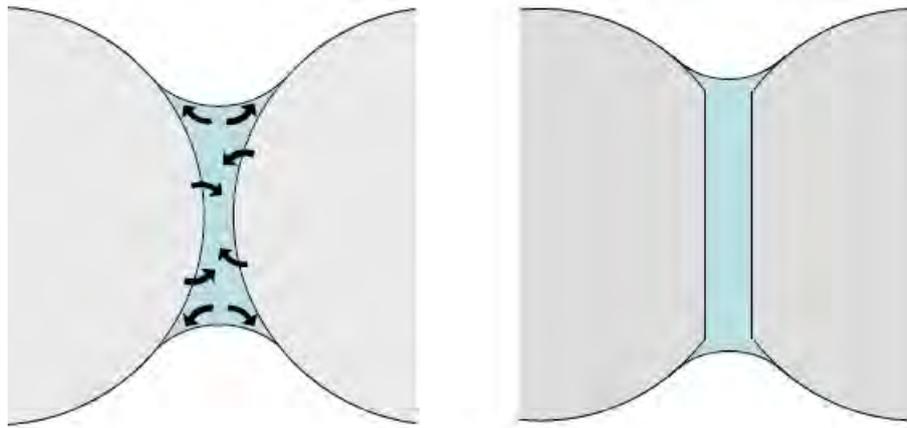
L'étape la plus importante du processus de fabrication est le frittage. Il se définit comme la consolidation et densification d'un matériau sous l'action de la chaleur. Il permet notamment de mettre en forme la varistance à partir d'une poudre d'oxyde de zinc dopée mais surtout de lui donner sa structure finale dont dépendront les propriétés du matériau. Cette structure résultante est à base de grains et de joints de grains qui lui donneront ainsi la propriété de non-linéarité recherchée.

Cette étape est le siège de réactions physico-chimiques complexes entre les différents constituants. Sur le plan physique elles se traduisent par une croissance des grains, et par une augmentation de la densification quand diminue la porosité. Ce frittage s'effectue généralement sous atmosphère oxydante dans un four traditionnel avec des paliers, de 1000 à 1350 °C allant de 1 à 3 heures.

Dans le cas des varistances à base de ZnO, on parle de frittage en phase liquide car certains oxydes se trouvent en phase liquide à la température de frittage [4] [5] [6] [7]. L'oxyde de bismuth qui fût le premier à avoir été décrit [33], fait partie des oxydes réputés indispensables à la formation d'une varistance bien que la littérature montre qu'il peut être remplacé [43] [45] [46] [47]. Il forme ainsi un eutectique avec l'oxyde de zinc à une température de 735 °C. Le frittage en phase liquide révèle trois étapes :

- La phase liquide permet de favoriser la compaction du cru et aux grains de se réarranger entre eux. Le rapprochement des grains entre eux est d'autant plus efficace que l'angle de contact entre la phase liquide et la phase solide est faible. Il n'y a pas de densification à ce stade.
- Dans cette étape, les courbures des grains disparaissent par un mécanisme de dissolution-précipitation entre grains adjacents au travers de la phase liquide (Figure II-5). La mouillabilité et la solubilité augmentant avec la température, la densification est donc augmentée également.
- La dernière étape est le grossissement des grains dû à la dissolution des petits grains dans la phase liquide et leur précipitation sur les plus gros grains (coalescence).

Une fois le frittage terminé, la phase liquide se solidifie durant le refroidissement formant ainsi un matériau polycristallin.



*Figure II-5 : Schéma du mécanisme de frittage en phase liquide par dissolution-précipitation [48]*

### **III-3) Rôle des dopants**

La fabrication des varistances fait intervenir de nombreux paramètres et reste par conséquent assez empirique. Même présent en très faibles quantités, les différents dopants jouent un rôle important dans les propriétés de la varistance. Dans la littérature, de nombreux travaux sont proposés concernant les dopants utilisés pour la fabrication des varistances à base de ZnO. Dans ce paragraphe, on se propose d'aborder les plus communément employés et ceux qui rentreront dans la composition des échantillons issus de notre étude.

L'oxyde de Bismuth ( $\text{Bi}_2\text{O}_3$ ) que nous avons évoqué dans le paragraphe précédent est responsable de l'effet varistance et sa concentration influence également le courant de fuite. Le bismuth est un élément à grand rayon ionique et ne peut former une solution solide par insertion avec le ZnO. C'est pourquoi il se situe au niveau des joints de grains (région intercrystallite). Bien que permettant un frittage efficace grâce à l'apparition de la phase liquide à une température d'environ 800 °C, il présente l'inconvénient d'être hautement volatile lors du processus de frittage [49].

L'oxyde de Cobalt ( $\text{Co}_3\text{O}_4$ ) ainsi que l'oxyde de Manganèse ( $\text{MnO}_2$ ) ont pour effet d'augmenter considérablement le coefficient de non-linéarité. La résistivité des grains de ZnO dopés avec  $\text{Co}_3\text{O}_4$  augmente avec le pourcentage de l'oxyde tandis que le courant dans la zone ohmique diminue, ce qui correspond à une augmentation de la barrière de potentiel.

Le contrôle de la taille des grains s'avère particulièrement important pour la réalisation de varistances. En effet, outre le fait de donner l'épaisseur finale du matériau, le nombre de joints de grain par unité d'épaisseur influence les propriétés électriques. Ce point est abordé dans la partie suivante. C'est pourquoi, on retrouve des additifs complémentaires ayant pour rôle soit d'inhiber la croissance des grains de ZnO pendant le frittage, soit au contraire de l'augmenter. L'oxyde d'antimoine ( $\text{Sb}_2\text{O}_3$ ) est par exemple le plus utilisé pour maîtriser la croissance des grains. Durant le frittage, pour une température d'environ 700 °C,

il forme avec l'oxyde de zinc et le bismuth, une phase dite pyrochlore qui se traduit par la présence dans la phase intergranulaire de particules pyramidales. Ces dernières agissent comme un blocage mécanique de la migration des joints de grains de ZnO. A une température de 800 °C, la phase pyrochlore réagit avec l'oxyde de zinc et se décompose en une phase dite spinelle ( $Zn_7Sb_2O_{12}$ ) et une phase riche en  $Bi_2O_3$ .

Malgré la connaissance actuelle des mécanismes d'influence des dopants, il reste très difficile de pronostiquer toutes les conséquences de leur ajout. De plus, il est fort probable que lorsqu'un élément améliore une propriété particulière, il présentera un autre inconvénient relatif à une autre propriété. On retiendra cependant que les différents additifs peuvent approximativement être divisés en deux catégories. La première catégorie est composée des oxydes qui participent directement à la création des états localisés à la surface des cristallites (Bi, Co, parfois Mn). La deuxième catégorie contient tous les autres qui diffusent dans le cristal de ZnO et contribue à assurer les performances à la varistance. On notera que certains d'entre eux pourront au cours du processus de frittage former des composés intermédiaires avec ceux du premier groupe.

### **III-4) Microstructure**

Comme nous l'avons évoqué dans la partie précédente, c'est au cours du processus de frittage que se dessine la microstructure de la varistance. Elle se compose de grains de ZnO semi-conducteurs de type n entourés de barrières de potentiel isolantes localisées aux joints de grains. Ces joints de grains ont un rôle capital car ils sont le siège de l'effet varistance, selon des mécanismes qui seront précisés ultérieurement. Notons pour le moment qu'ils sont isolants aux basses tensions et deviennent conducteurs à partir d'une tension  $V_b$  de quelques volts environ. Plusieurs travaux sur différents joint de grains ont par ailleurs mis en évidence qu'ils n'étaient pas tous identiques électriquement [3] [10] [11] [52]. Une distribution des tensions de seuil (pour un joint de grain  $V_b$ ) autour d'une valeur moyenne de 3 V est mise en évidence. A partir de cette valeur sa microstructure idéalisée peut être représentée (Figure II-6).

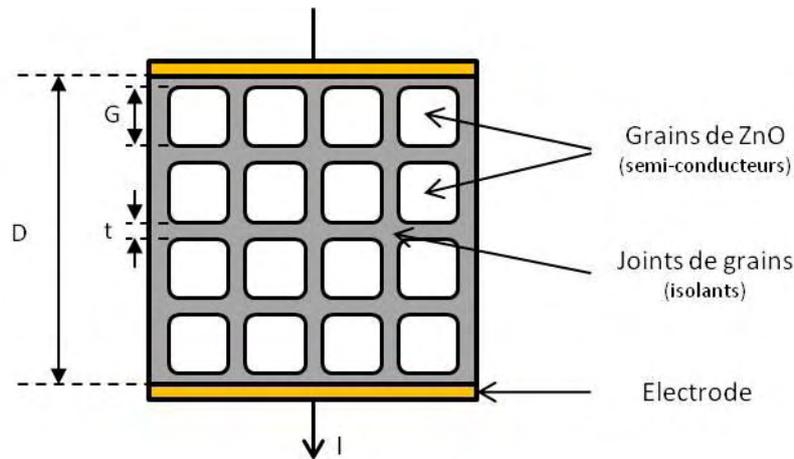


Figure II-6 : Schéma idéalisé de la microstructure d'une varistance à base de ZnO.

Ce modèle suppose le cas où les joints de grains sont électriquement identiques avec une distribution uniforme du courant. Le composant est alors modélisé par des cubes de ZnO de taille  $G$  séparés les uns des autres par une région isolante d'épaisseur  $t$  négligeable par rapport à  $G$ . La tension de seuil  $V_s$  (où le champ de seuil) de la varistance est alors la somme des tensions de seuil des  $n$  joints de grains (barrières) en série soit :

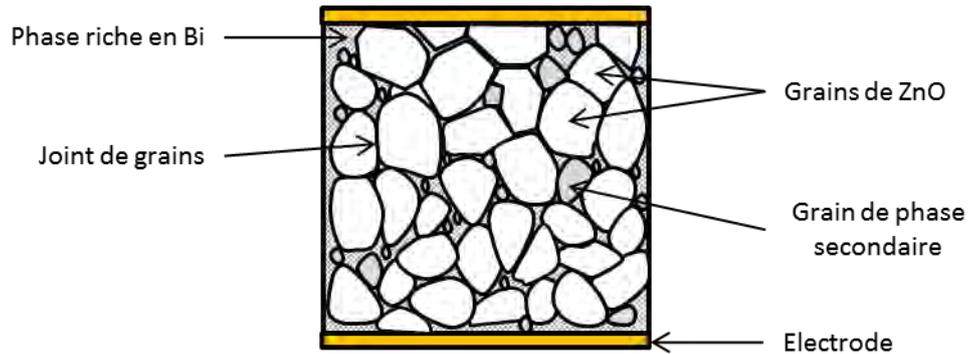
$$V_s = n \cdot V_b \quad (\text{Eq. II-5})$$

La tension de seuil est directement proportionnelle à la distance  $D$  entre ses deux électrodes, c'est-à-dire à l'épaisseur de la varistance.

Si nous cherchons à diminuer l'épaisseur de la varistance tout en gardant la même tension de seuil, il nous faut alors diminuer la taille des grains afin d'augmenter le nombre de barrières de potentiel. Il s'agit de l'idée principale qui nous a guidé dans ce travail, nous reviendrons sur les moyens de diminuer la taille de grains un peu plus loin dans ce chapitre.

Cependant, les contacts entre grains d'oxyde de zinc et joints de grains ont une géométrie complexe et irrégulière qui rend difficile voire impossible une modélisation fine. En réalité la microstructure schématisée fait apparaître trois éléments essentiels (Figure II-7):

- Les grains d'oxyde de zinc
- Les couches intergranulaires (ou joints de grain) composé d'une phase riche en Bi
- Les petits grains ou particules de phases isolantes dont les structures de base (de type spinelle et pyrochlore) sont formés principalement par les oxydes de cobalt, de zinc, et d'antimoine et précipités aux grains.



*Figure II-7 : Représentation approximative de la microstructure réelle d'une varistance*

### **III-5) Le joint de grains microvaristance élémentaire**

Nombreux sont les auteurs qui ont réalisé la mesure directe des caractéristiques électriques d'un joint de grain unique pour des varistances à base de ZnO. Pour ces mesures les électrodes sont posées sur deux grains adjacents séparés par un joint de grains. Ces différentes expériences ont montré que chaque joint de grain possède une caractéristique courant-tension non linéaire telle une varistance macroscopique [53] [54]. Des statistiques réalisées sur les mesures électriques d'un nombre important de joints de grains d'une même varistance ont mis en évidence des variations importantes au niveau de la valeur de la tension de déclenchement (individuellement une tension de déclenchement autour de 3,3 V) [55] [56]. Les auteurs ont introduit la notion de « bons » et « mauvais » joints de grains pour justifier de cette disparité [50]. Cependant, ils ont montré qu'en moyenne le champ de seuil global obtenue est égal au nombre de joints de grains présents multiplié par 2,3 V [57].

Les joints de grains sont responsables de la non-linéarité, chacun d'eux constituant une barrière au passage du courant. Ci-dessous on se propose un résumé des travaux montrant que les propriétés non-ohmiques des céramiques à base de ZnO sont liées à l'existence de cette barrière de potentiel qui se forme à la surface des grains et non à la couche intergranulaire [58] [35] [59] [60]:

- Les caractéristiques non linéaires ne dépendent ni de la conductivité ni de la composition chimique de la couche intergranulaire.
- La non-linéarité de la caractéristique courant-tension peut être obtenue par l'addition d'un seul dopant qui diffuse dans la cristallite mais pas dans la couche intergranulaire (Co par exemple).
- La tension de seuil d'un joint unique ne dépend pas de la concentration totale d'additifs ni de l'épaisseur de la couche intergranulaire mais est fonction de la nature de la phase intergranulaire. Pour une variation de 0,1 à 2  $\mu\text{m}$  de la couche intergranulaire, la tension de seuil chute de moins de 20 %.

- La largeur de la barrière de potentiel obtenue par des mesures capacitives ne dépend pas de l'épaisseur de la couche intergranulaire.
- La rupture du joint de grains suite à un choc électrique conduit à une destruction de la symétrie de la caractéristique courant-tension qui est fortement modifiée pour une polarité et reste inchangée pour l'autre. Ceci indique que les caractéristiques non-linéaires sont contrôlées par deux barrières de potentiel surfaciques opposées. La rupture de la couche intergranulaire ne donnerait pas lieu à cette asymétrie.
- La caractéristique courant-tension est sensible à la présence d'oxygène à la surface où se créent des états de surface localisés et non de la composition chimique de la couche intergranulaire [61] [62] [63].

#### **IV ) MECANISME DE CONDUCTION**

Depuis les années 1970, plusieurs théories se sont succédées afin d'expliquer les caractéristiques courant-tension des varistances à base de ZnO. Nous nous intéresserons en particuliers à la zone I (zone de pré-avalanche) particulièrement sensible à la température en vue d'effectuer une modélisation des varistances dans cette zone de fonctionnement. Nous proposons également un rappel des différents mécanismes de conduction les plus souvent évoqués, responsable dans la région II de l'effet « varistance » et des critiques qu'ils ont pu susciter. Ils s'appuient tous sur l'existence d'une double barrière électrostatique au niveau des joints de grains.

##### **IV-1) Modèles associés de barrière de potentiel de type SCHOTTKY**

Les différents modèles qui décrivent les barrières aux joints de grains responsables de l'effet varistance sont basés sur la physique des semi-conducteurs. Ces concepts ont été développés en particulier pour l'amélioration et la compréhension des technologies à bases de silicium.

Dans le cas des varistances à base de ZnO, l'hypothèse de départ résulte de l'existence de niveaux électroniques de surface aux joints de grains. L'exposition du joint de grains à l'air ou à l'oxygène est probablement responsable de ces niveaux électroniques superficiels. De plus les défauts de surface des oxydes de métaux fonctionnent comme des sites d'adsorption pour le dioxygène. Ces niveaux sont accepteurs d'électrons, ils se situent donc à des énergies inférieures au niveau de Fermi des grains de ZnO semi-conducteurs. Ceci ayant pour effet la diffusion des électrons situés de chaque côté du joint de grain. Les électrons se retrouvent alors piégés au niveau du joint de grain laissant de part et d'autre de ce dernier des ions chargés positivement. Il se crée alors deux régions chargées positivement et deux champs électriques localisés de directions opposées : les zones de charges d'espace [64]. L'alternance des zones (chargées positivement et négativement)

forment des barrières de potentiel électrostatique que l'on désigne sous le nom de double barrière de SCHOTTKY. Ce potentiel électrostatique entre l'interface et le grain est donné par l'équation de Poisson (en une dimension) :

$$\text{div } \overrightarrow{\text{grad}} V(x) = - \frac{\rho}{\varepsilon} \Rightarrow \frac{\partial^2 V}{\partial x^2} = - \frac{\rho}{\varepsilon} \quad (\text{Eq. II-6})$$

où  $\rho$  représente la densité des charges dans le grain de ZnO et  $\varepsilon$  la permittivité du ZnO.

Le diagramme d'énergie la représentant est caractérisé par une courbure des bandes de valence et de conduction au niveau du joint de grain (Figure II-8). Dans cette figure,  $E_c$  représente le niveau d'énergie de la bande de conduction,  $E_v$  celui de la bande de valence et  $E_f$  le niveau de Fermi.

La somme des porteurs positifs figés de part et d'autre du joint de grains est égale en valeur absolue au nombre de porteurs (négatifs) figés dans le joint de grains.

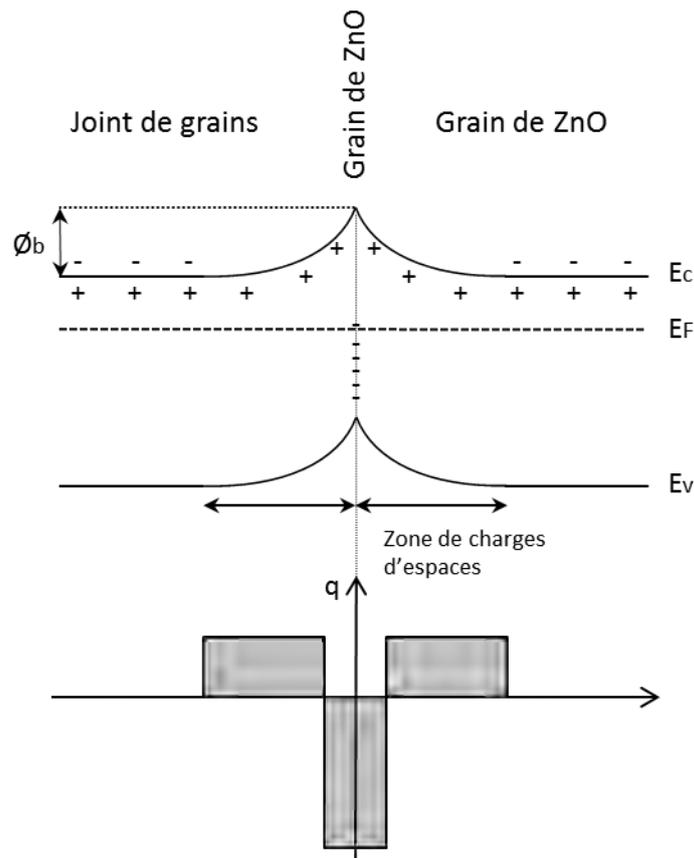


Figure II-8 : Diagramme de bandes d'énergie pour une double barrière de SCHOTTKY au joint de grain en absence de polarisation (adapté de [65])

La hauteur de barrière appelée également énergie d'activation a été calculée comme généralement comprise entre 0,6 et 0,8 eV [66] . Nous reviendrons par ailleurs sur la mesure expérimentale permettant de déterminer la hauteur de barrière [66] [67] [68] [69].

## **IV-2) Les différents modèles physiques de l'effet varistance envisagés**

### **IV-2-1) Modèle de M. MATSUOKA**

MATSUOKA [33] a proposé un premier modèle expliquant le comportement non-linéaire. En mesurant une épaisseur de joint de grains de 1  $\mu\text{m}$ , il conclut que celle-ci est trop importante pour qu'un effet Tunnel puisse exister. Le coefficient de température de la tension de seuil  $V_s$  étant négatif, il propose en 1971 un mécanisme basé sur les courants limités par charges d'espace et tenant compte des pièges profonds situés dans le joint. Tant que la tension reste inférieure à une tension limite, une partie des électrons injectés reste piégée aux joints de grains et ne contribue donc pas à la conduction. Au-delà de cette tension limite, la totalité des électrons participent à la conduction entraînant ainsi une augmentation du courant.

Ce modèle amène à quelques critiques, d'une part sur l'épaisseur du joint de grains qui depuis a été mesuré à une valeur sensiblement plus petite et d'autre part sur la corrélation entre la tension de seuil et la densité de pièges avec la composition chimique du joint alors qu'aucune corrélation expérimentale n'a été trouvée. Enfin sur la constante diélectrique qui est de 170 dans ce modèle alors qu'elle est en réalité voisine de 10.

### **IV-2-2) Modèle de J. D. LEVINE**

L'auteur [70] est le premier à proposer le modèle de la double barrière inversée résultant d'une migration vers le joint de grains d'électrons issus de grains de part et d'autre de ce joint (Figure II-9). Son approche consiste dans un premier temps à déterminer la variation de la hauteur de barrière du joint avec le potentiel appliqué et à étudier ensuite le mécanisme de conduction dû à cette variation.

A la jonction se forment deux régions de charges d'espace positives entre lesquelles se situent des charges surfaciques négatives. Les états surfaciques sont distribués exponentiellement avec l'énergie :

$$N_s(E) \sim \exp \frac{E}{E_0} \quad (\text{Eq. II-7})$$

Le bas de la bande de conduction de chacun des deux grains dans la jonction est considéré comme continu, c'est-à-dire que la couche intergranulaire est négligée. LEVINE compare ensuite la caractéristique courant-tension d'une varistance avec la branche d'une barrière de Schottky en tenant compte des charges des états surfaciques :

$$I \sim (V + V_0)^\alpha \sim (V + V_0)^{E_0/2KT} \quad (\text{Eq. II-8})$$

Dans cette formule  $V$  est la tension,  $V_0$  une constante,  $E_0$  la caractéristique énergétique de la distribution  $N_s(E)$ . On remarque que  $E_0/2kT$  joue le rôle du coefficient de

non-linéarité. Il parvient donc à déterminer qu'une varistance à la température ambiante peut présenter un coefficient de non-linéarité supérieur à 50 pour  $E_0$  proche de 2,5 eV.

A partir de l'équilibre électrostatique existant entre les charges positives du grain de droite et celles négatives piégées au joint, il exprime une relation entre la hauteur de barrière  $\phi$  et la tension  $V$ , qu'il porte ensuite dans l'équation relative à l'effet thermoélectronique ci-dessous pour expliquer la non linéarité :

$$J = J_0 \left( \exp \frac{-q\phi}{kT} \right) \quad (\text{Eq. II-9})$$

Dans cette expression,  $J_0$  est une constante proportionnelle à  $T^2$ ,  $T$  est la température absolue,  $q$  la charge élémentaire de l'électron,  $\phi$  la hauteur de barrière,  $\phi_0$  la hauteur de barrière pour  $V$  nul et  $k$  la constante de Boltzmann.

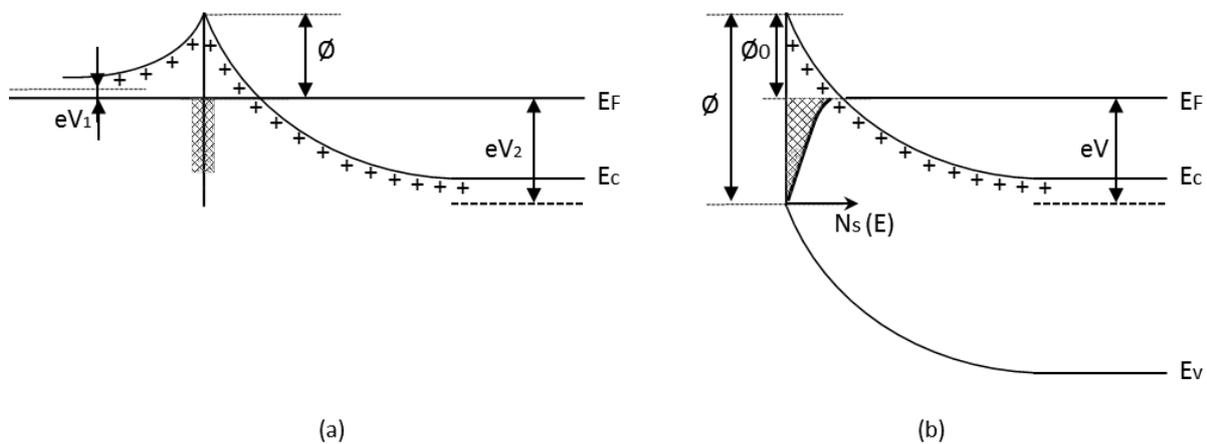


Figure II-9 : Diagramme de bandes d'énergie de l'ensemble grain-joint de grain-grain dans le modèle de Levine (adapté de [71]).

(a) : Les états de surfaces chargés négativement donnent des bandes énergétiques fortement courbées. La charge négative est compensée par les régions de désertion chargées positivement. Les états de surface (aire hachuré) sont occupés jusqu'au niveau de Fermi. La hauteur de barrière dépend de la position du niveau de Fermi.  
 (b) : Côté polarisé ( $V_1$  est supposé négligeable devant  $V_2$ , les charges du grain adjacent sont négligés). Les états de surface sont exprimés par une distribution  $N_s(E)$  jusqu'au niveau de Fermi. Cette distribution est supposée inchangée par rapport à  $E_c$  et à  $E_v$ . Quand la tension appliquée augmente, la charge d'interface augmente et la hauteur de barrière diminue.

Il suppose dans son calcul que  $\phi$  (potentiel électrostatique ou hauteur de barrière) est négligeable devant  $V$ . De plus, l'auteur s'éloigne de la réalité en négligeant les charges du grain de gauche, et les valeurs  $\alpha$  issues de ce modèle théorique sont trop faibles en comparaison des valeurs expérimentales.

### IV-2-3) Modèle de L. M. LEVINSON et ses collaborateurs

Toujours à partir du diagramme de la double barrière inversée, les auteurs [53] [72] [73] [74] utilisent les lois de conservation non seulement de la charge mais aussi du courant en proposant un mécanisme de transport du grain de gauche vers le joint de grains, puis du joint de grain vers le grain de droite. En dessous de la tension de seuil  $V_s$ , ils supposent la loi d'émission thermoélectronique, et au-dessus, un effet Tunnel qui devient responsable de la

non-linéarité. Ils supposent que ceci est dû à un déplacement d'électrons du joint de grains vers le grain de droite où se créent des trous par ionisation d'impact.

#### **IV-2-4) Modèle de G. E. PIKE**

L'auteur [75] explique la non linéarité par le mouvement des trous créés par ionisation de chocs sous l'influence du champ électrique, dans les régions désertées et vers l'interface où ils restent piégés avant de se recombiner avec les électrons de l'interface. Cette modification dans l'équilibre des charges produit une forte diminution de la hauteur de barrière d'où une forte augmentation du courant.

Si ce modèle démontre la non-linéarité, il ne donne cependant pas d'explication au mécanisme directement responsable du passage des électrons quand la tension atteint la tension de seuil.

#### **IV-2-5) Modèle de O. DORLANNE**

En se basant sur le modèle de la double barrière proposée par LEVINE, l'auteur [76] [77] cherche une relation théorique entre la hauteur de barrière  $\phi$  et le potentiel  $V$  qu'il portera ensuite dans les deux équations liées aux effets Tunnel et thermoélectronique. Pour cela il fait remarquer que ses prédécesseurs se sont référés à une hypothèse de départ basée sur l'effet Tunnel sans que celle-ci ne soit suffisamment étayée.

La comparaison avec ses résultats expérimentaux lui a permis d'en déduire que l'effet Tunnel n'est pas indispensable pour expliquer la forte non-linéarité. En revanche, il tente de démontrer que celle-ci n'est due qu'à l'effet thermoélectronique et que la chute de la hauteur de barrière est due à l'apparition brutale de porteurs minoritaires dans le grain de droite.

Ce modèle qui permet pour la première fois de discuter sur l'allure de la hauteur de potentiel en fonction de la tension appliquée, reste néanmoins insuffisant quant à l'explication de l'asymétrie des caractéristiques  $I(V)$  suite à l'application de chocs de courant de grande amplitude.

#### **IV-3) En résumé**

Concernant les régions I et III, il est communément admis que la conduction est contrôlée respectivement par la loi d'émission thermoélectronique (parfois appelé thermoïonique) et la loi d'Ohm.

Avec l'abaissement des barrières de potentiel, la conduction n'est plus limitée par les joints de grains mais par les grains eux-mêmes, d'où la région de saturation observée pour les fortes densités de courant. Le passage du courant est limité par la résistance ohmique des grains ce qui a pour effet de diminuer la valeur du coefficient de non-linéarité dans cette zone.

Les modèles électrostatiques ont permis de mettre en évidence deux types de dopants, certains affectant la conductivité des grains, d'autres contrôlant la densité de charges au niveau des barrières de Schottky. Leur intérêt reste limité pour la réalisation et l'optimisation de varistances car ils ne fournissent aucune indication sur le choix de la nature des dopants. En effet, la concentration des différents additifs n'intervient pas explicitement dans la fonction  $\phi(V)$ .

L'explication de la zone fortement non-linéaire de la caractéristique courant-tension a amené à la construction de plusieurs modèles théoriques qui vérifient plus ou moins bien les données expérimentales. Cependant, il faut remarquer que la plupart de ces travaux sont proposés pour un joint de grains, une varistance étant composée d'un nombre important d'interfaces grains/joints de grains.

## **V ) DEGRADATION ET VIEILLISSEMENT DES VARISTANCES ZNO**

### **V-1) Généralités**

Les caractéristiques presque idéales de la varistance à l'oxyde de zinc avec en particulier un coefficient de non-linéarité très élevé, font que ce composant peut être utilisé seul sans éclateur. Les varistances sont, dans ces conditions, alimentées de façon continue sous la tension de service.

De plus, au cours de leur existence, ces varistances subissent un certain nombre de contraintes qui peuvent entraîner une dégradation ou un vieillissement accéléré du matériau conduisant à un emballement thermique par une augmentation excessive du courant de fuite. On parle de dégradation ou de vieillissement d'une varistance, chaque fois que ses performances de protections sont amoindries. Suite à un défaut de fabrication ou à l'action de contraintes électriques, mécaniques ou atmosphériques, ses caractéristiques de protection peuvent s'altérer irréversiblement. Ce processus est particulièrement sensible et néfaste à basses tensions où la varistance, placée en parallèle avec l'élément à protéger, dérive alors un courant de fuite plus important favorisant l'emballement thermique ainsi que sa destruction.

De nombreux essais ou observations ont permis de mettre en évidence les principaux phénomènes favorisant la dégradation ou le vieillissement, par exemple :

- L'application de chocs de courant de grande amplitude
- Le vieillissement sous la tension de service et l'effet de la température
- La pollution et les décharges partielles (essentiellement dans les parafoudres)
- etc.

La destruction de la varistance peut être due essentiellement à trois phénomènes [78]:

- Emballement thermique
- Perforation
- Fracture.

Il n'existe pas de mécanisme unique responsable de la dégradation du fait des diverses contraintes (tension continue/alternative, choc de foudre, température, ...) auxquelles est soumise la varistance. Nous proposons dans les parties V-2) et V-3) d'expliquer ces phénomènes très succinctement et indépendamment : d'une part les phénomènes pouvant amener à la destruction de la varistance (V-2) et d'autre part ceux provoquant une dégradation ou un vieillissement de la varistance (V-3).

## **V-2) Phénomènes provoquant la destruction d'une varistance**

### **V-2-1) Emballement thermique**

L'évolution de la température de la varistance peut être estimée par la résolution de l'équation de la chaleur. Cette équation peut être mise sous la forme suivante (en considérant que la conductivité varie peu avec la température) :

$$C_v \frac{dT}{dt} - K \cdot \Delta T = W \quad (\text{Eq. II-10})$$

ou  $C_v$  est la chaleur spécifique de la varistance,  $K$  sa conductivité thermique,  $T$  la température et  $W$  la densité d'énergie apportée par la conduction électrique ( $=J.E$ ).

Le premier terme traduit l'élévation de température, le second la dissipation de chaleur et le troisième la densité d'énergie apportée.

Dans certaines conditions (augmentation du courant de fuite dû au vieillissement ou augmentation du champ électrique  $E$  lors d'un choc de foudre) la varistance ne pourra plus dissiper la chaleur générée et l'emballlement thermique se produira. Cet emballlement provient du fait qu'une augmentation de  $J$  provoque une augmentation de  $T$  qui elle-même provoque à son tour une augmentation de  $J$ , etc.

### **V-2-2) Perforation et fracture**

La capacité d'absorption en énergie des varistances a des limites. L'application de chocs de courant de très grande amplitude ou très fortement énergétiques peut conduire à la destruction immédiate du matériau par perforation, fracturation voire éclatement [79]. Lors du fonctionnement sur la zone non linéaire de la caractéristique  $I(V)$  le courant tend à se concentrer sur des chemins préférentiels ayant une faible impédance, entraînant par conséquent l'échauffement non uniforme de la varistance.

La perforation résulte de la fusion locale due à cet échauffement non uniforme, se traduisant par de petits trous qui peuvent s'étendre le long de l'épaisseur de la varistance [80].

L'échauffement non uniforme entraîne le développement de contraintes thermiques qui, lorsqu'elles sont assez intenses peuvent provoquer la fracture de la varistance. La cause d'apparition principale de ces phénomènes est la non uniformité du matériau dont les causes sont diverses et dépendent de la composition et du processus de fabrication de celui-ci (variation de la taille des grains, pressage, frittage,...).

### **V-3) Phénomènes provoquant la dégradation d'une varistance**

#### **V-3-1) Dégradation lors du fonctionnement répété de chocs de courant**

D'après des observations effectuées et comme le montrent plusieurs travaux [79] [81] [82], une augmentation du courant de fuite sous la tension de service peut être consécutive à l'absorption d'une série de chocs.

#### **V-3-2) Vieillessement sous la tension de service et l'effet de la température**

Lors d'essais de vieillissement, il a été observé un accroissement dans le temps du courant de fuite sous la seule tension de service. Il s'agit d'un phénomène qui est activé par la température ambiante sous l'effet de surtensions temporaires [82].

### **V-4) « Détection » de dégradation/vieillessement**

La varistance est soumise à des contrôles sévères lors de sa fabrication ou en retour d'exploitation. Ceux-ci consistent généralement en un examen visuel, en un contrôle des caractéristiques dimensionnelles et en des essais électriques tels que les mesures de la tension de seuil, du courant de fuite et de la puissance dissipée ou les essais de vieillissement, de tenue de chocs de grande amplitude et de courte durée (chocs de foudre), ou de longue durée et de faible amplitude (ondes de manœuvre).

#### **V-4-1) Effet de dégradation/vieillessement sur les paramètres électriques des varistances**

En règle générale et hormis le cas de la perforation, l'ensemble des phénomènes de dégradation ou de vieillissement énoncés précédemment conduisent aux mêmes effets, c'est-à-dire à une dérive plus ou moins prononcée de la caractéristiques I(V).

Les principaux témoins de ces dérives sont :

- Le taux d'accroissement du courant de fuite  $\Delta I_f / I_f$
- Le taux d'abaissement de la tension de seuil  $\Delta V_s / V_s$  à  $J = 10^{-3} \text{ A/cm}^2$
- L'abaissement du coefficient de non linéarité  $\alpha$
- Le taux d'accroissement de la tension résiduelle  $\Delta V_c / V_c$  au courant nominal de décharge  $I_c$ .

Le critère de dégradation généralement retenu, consiste à quantifier la dérive  $\Delta V_s / V_s$  qui, au-delà de 10% (valeur arbitraire), sanctionne la varistance.

Dans le cas de varistances commerciales, la détection de dégradation ou vieillissement prématuré s'effectue généralement à 85 °C sous une tension constante égale à 0,8 ou 0,9 fois la tension de seuil. Si la valeur du courant de fuite dépasse le mA, ceci est signe d'emballement thermique et la varistance est considérée comme dégradée.

Dans le cas de parafoudres par exemple, pour estimer leur longévité et limiter la durée des expériences on accélère le vieillissement en maintenant les échantillons sous contrainte à une température élevée, puis en appliquant la loi d'Arrhénius. Pour des contraintes électriques identiques, un vieillissement accéléré à 115°C pendant 1500 h est comparable à un fonctionnement pendant 100 ans à la température de 40°C.

Les mécanismes responsables de la dégradation sont complexes et bien souvent liés. Les différents paramètres ne dépendent pas de manière simple de l'énergie appliquée. On attend généralement un courant de fuite plus intense pour une grande amplitude de choc. Or, comme le montre [83] pour une série de chocs successifs d'amplitudes 3 et 5 kA, il arrive d'observer une stabilisation et même une légère diminution du courant de fuite alors qu'il tend à augmenter pour des chocs de 1,5 kA. La raison de ce comportement pourrait avoir un rapport avec la composante transitoire du courant qui, à chaque accroissement de tension, s'ajoute à la conduction proprement dite. Parfois un phénomène de déverminage de la varistance est évoqué sans en préciser les mécanismes complètement. Il se traduit par une variation importante des valeurs du champ de seuil et du coefficient de non-linéarité lors des premiers chocs de courant, puis, ces deux paramètres se stabilisent lors des chocs de courant suivant (à une intensité donnée) [71].

#### **V-4-2) Mesures et tests de dégradation**

De nombreux travaux concernant la mise en évidence de dégradation des varistances sont publiés. Nous proposons dans ce paragraphe d'en citer quelques-uns parmi les méthodes les plus employées où ceux que nous jugeons les plus originaux.

Plusieurs auteurs [83] [71] ont cherché à mettre en évidence les changements aux joints de grains où se forment les barrières de potentiel responsable de l'effet varistance. Ils ont démontré que la hauteur de barrières  $\phi_0$  ne change pas après l'application de contraintes. Par contre, pour des tensions appliquées différentes de 0 V, on assiste à un affaiblissement de la hauteur de barrière. En revanche si sa hauteur de barrière  $\phi_0$  ne change pas, les auteurs ont démontré que sa largeur diminuait.

Pour les parafoudres à base de varistance, des auteurs [84] ont déterminé l'allure de variation de la capacité d'absorption de l'énergie des varistances ZnO pour des applications parafoudres MT et HT. Le comportement électrique, thermique et mécanique a été simulé à travers un modèle tenant compte de l'échauffement non uniforme ainsi que la dépendance de la température de la caractéristique I(V). La défaillance des varistances est considérée dans ce cas comme la conséquence de trois phénomènes : emballement thermique, perforation et fracture. Le modèle des auteurs a montré que pour des varistances de petites

dimensions l'emballement thermique est le mode de défaillance dominant à moins que la varistance soit fortement non uniforme. Les varistances les plus uniformes ont une grande capacité d'absorption qui n'est limitée dans ce cas que par l'emballement thermique. D'autre part un grand diamètre de varistance entraîne l'augmentation des contraintes et dans ce cas la varistance est détruite essentiellement par fracture.

Jean-Michel LAFFARGUE [85] a démontré que la spectroscopie d'impédance pouvait être un outil permettant de caractériser la dégradation des varistances. Après dégradation, la méthode a mis en évidence la diminution du temps de relaxation moyen  $\tau_m$  des espèces polarisables de la varistance, et l'accroissement de l'angle de décentrage ou facteur d'hétérogénéité  $\theta$ .

Choon WOO NAHM [86] [87] [88] [89] dans ses nombreuses publications à démontré que la température de frittage joue un rôle sur la stabilité des propriétés des varistances ZnO ainsi que sur leur évolution de dégradation (courant, permittivité, pertes diélectriques).

La plupart des chercheurs admettent que la dégradation par chocs peut s'expliquer par le mouvement ionique et la modification des propriétés des doubles barrières de Schottky aux joints de grains [90].

## **V-5) Mécanismes de dégradation**

Comme nous l'avons évoqué la plupart des travaux sur ce sujet invoquent pour la plupart un déplacement des ions sous l'action de la contrainte. Nous allons passer en revue quelques-uns d'entre eux.

### **V-5-1) Modèle de K. EDA**

K. EDA [91] modélise le mécanisme de migration des ions  $O^{2-}$  dans une structure telle que celle montrée sur la Figure II-10(a), qui représente 3 grains avec leurs joints de grains et une zone riche en  $Bi_2O_3$ . Deux voies sont probables, la première sous l'action d'un gradient de concentration le long du joint de grains, la deuxième sous l'effet du champ électrique de l'hétérojonction de gauche vers la phase de  $Bi_2O_3$  où une partie des ions  $O^{2-}$  peut être piégé, l'autre partie se fixant à l'interface de droite. Il en résulte un abaissement de la hauteur de barrière de SCHOTTKY et une déformation asymétrique de cette dernière lorsque la tension appliquée est continue et symétrique en alternatif.

L'auteur explique que la barrière de SCHOTTKY polarisée dans le sens direct sera plus facilement déformée que celle polarisée en inverse. Il affirme pour cela que la perte d'oxygène du côté de la barrière polarisée dans le sens direct est plus facile que celle du côté polarisée dans le sens inverse.

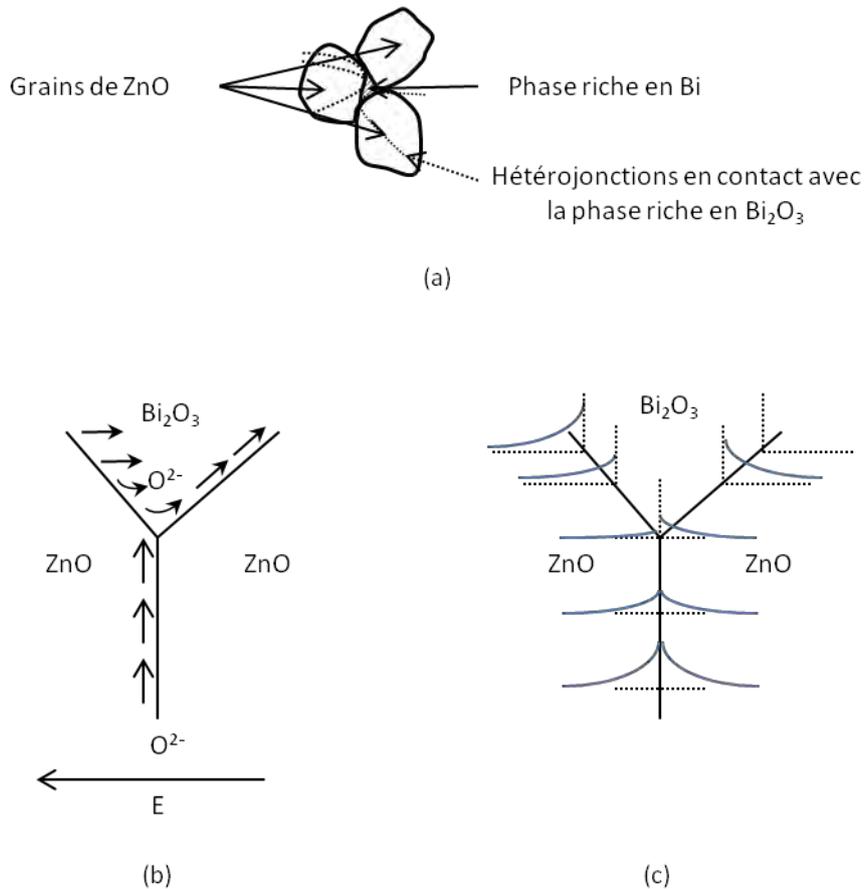


Figure II-10: Schéma représentatif de la modélisation du mécanisme de dégradation (adapté de [91]).

(a) : Ensemble grain/joint de grains et leurs jonctions au niveau de la région riche en Bi.

(b) : Diagramme schématisé de la perte d'oxygène due au champ électrique. Les ions d'oxygène migrent vers les régions polarisées positivement.

(c) : Diagramme schématisé de la déformation de la barrière de SCHOTTKY.

A. CHIANG et W. D. KINGERY [92] ont par ailleurs vérifié ces modèles en mettant en évidence une différence de concentration d'ions métalliques (Al, Si, Ca, Ti, Fe, Co et Bi) entre le joint de grains d'une varistance dégradée et celui d'un échantillon vierge.

### V-5-2) Modèle de T. K. GUPTA et ses collaborateurs

Les auteurs supposent que lors du cycle de frittage, un refroidissement rapide lors du cycle de frittage peut provoquer un gradient de température important dans les grains ayant pour effet de figer les défauts (ions Zn en position interstitielle) dans le ZnO avec une distribution inhomogène [93] [94]. Lors de l'application d'une tension, les ions Zn sont diffusés dans la zone de désertion vers le joint de grains. Une partie des charges négatives à l'origine de la barrière de SCHOTTKY est alors neutralisée, ce qui induit une déformation et l'abaissement de cette dernière.

### V-5-3) Modèle de C. G. SHIRLEY et W. M. PAULSON

Ces auteurs suggèrent que l'hétérogénéité du matériau peut faire apparaître des échauffements locaux excessifs qui détruisent en partie des joints de grains lors de

l'application d'une impulsion de grande amplitude et de forte énergie. Il en résulte alors une augmentation du courant de fuite sous tension normale avec un échauffement global du matériau [95].

#### **V-5-4) Modèles de S. SATO et ses collaborateurs**

La dégradation est décrite en invoquant un phénomène de piégeage de porteurs dans la zone désertée polarisée dans le sens direct. L'origine des pièges n'est pas précisée et ils seraient situés à 0,8 eV au-dessous de la bande de conduction du ZnO. En courant alternatif, une partie seulement des porteurs piégés pendant une demi-période serait libérée à l'alternance suivante. Il se produit alors un accroissement des charges négatives dans les zones désertées qui aurait pour effet de modifier progressivement la courbure des bandes d'énergie et entraînerait l'augmentation du courant de fuite dans le matériau [96].

En résumé, la dégradation d'une varistance soumise à une tension constante est due à une migration d'ions du grain de ZnO vers l'interface, entraînant une diminution de la densité des électrons piégés en surface et une augmentation de la concentration des donneurs du grain de ZnO. En conséquence, un abaissement de la barrière de Schottky se produit ce qui favorise l'accroissement du courant au fur et à mesure que la barrière diminue.

## **VI ) FRITTAGE PAR SPARK PLASMA SINTERING (SPS) OU FRITTAGE FLASH**

Le frittage SPS fait partie des procédés de frittages dit "résistifs". Ils s'apparentent fortement à d'autres procédés comme le FAST (Field Activated Sintering Technique), le PECS (Pulsed Electric Current Sintering) [97] et de nombreux autres procédés [98] [99] [100].

### **VI-1) Principe du frittage flash (SPS)**

Ce type de frittage peut sembler s'apparenter à du frittage par pressage à chaud (Hot Pressing), car ces deux techniques s'effectuent avec une pression uniaxiale sur le matériau. La différence marquante du frittage par Spark Plasma Sintering par rapport aux méthodes conventionnelles réside essentiellement dans le fait que la source de chaleur n'est pas externe. En effet, dans le cas du pressage à chaud, le chauffage s'effectue dans un four par effet Joule (chauffage externe). Concernant le frittage flash, la source de chaleur est obtenue par un courant électrique (continu, alternatif, pulsé ou non), appliqué par le biais d'électrode, passant à travers le moule de la presse et, à travers l'échantillon si celui-ci est conducteur (Figure II-11). Ainsi, le matériau est chauffé soit par effet Joule interne pour un échantillon conducteur, soit par effet Joule externe s'il est isolant mais avec un transfert de chaleur très bon grâce au contact matériau/matrice. Les matrices, pistons, espaceurs et électrodes doivent obligatoirement être conducteurs électriques pour permettre la

fermeture du circuit électrique. L'ordre de grandeur des courants utilisés pour ce type de système est typiquement compris entre 3 000 et 20 000 A, tandis que la différence de potentiel est égale à quelques volts. La faible inertie de ce type de système permet des vitesses de chauffe contrôlables de quelques degrés par minutes et pouvant atteindre jusqu'à 600 °C/min. Ceci constitue un avantage non négligeable de ce type de technologie devant les méthodes plus conventionnelles où la vitesse de chauffe n'est que de quelques degrés par minute. Le refroidissement peut également être contrôlé et s'effectuer de manière rapide de l'ordre d'une centaine de degrés par minute, par passage d'eau froide au travers les électrodes.

L'ensemble matrice/piston dépend à la fois de la température de frittage souhaitée, de la pression mais également du type d'atmosphère. En général, le frittage SPS s'effectue sous vide secondaire, mais il est possible de l'effectuer sous atmosphères contrôlées : neutre (argon, azote), réductrice (hydrogène) ou oxydante.

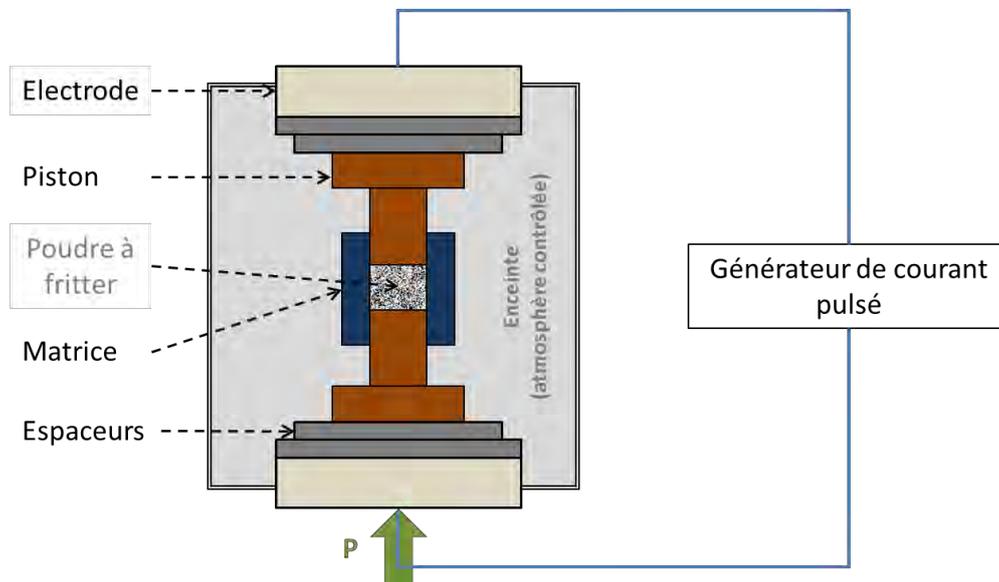


Figure II-11 : Schéma de principe du SPS

Cette technique, même si découverte à la fin des années soixante, reste cependant assez mal connue dans le sens où les mécanismes de frittage mis en jeu sont complexes et restent parfois difficiles à élucider. En effet, les mécanismes de frittage et les propriétés du matériau résultant dépendent à la fois des caractéristiques des poudres utilisées (composition, quantité de chaque élément, taille de particule, ...) mais également du cycle de frittage à proprement dit (vitesse de montée en température, température de frittage, temps de palier, pression, atmosphère, ...). Sa désignation anglophone illustre les divergences existantes sur les mécanismes de frittage. Désigné sous le nom de Spark Plasma Sintering (SPS) qui signifie « frittage par étincelle plasma », cette appellation est liée à la première hypothèse avancée par ses inventeurs.

## **VI-2) Le débat des mécanismes impliqués dans le frittage SPS**

L'influence du champ/courant électrique sur cette technique de frittage n'a toujours pas été démontrée expérimentalement et les phénomènes envisagés pour tenter d'expliquer les mécanismes sont nombreux. Parmi ceux évoqués on trouve la présence de plasma, le phénomène d'électromigration et les gradients de température dans la matrice.

- Présence de plasma

La présence de plasma et/ou d'arcs électriques fût avancée pour expliquer les densifications importantes atteintes par cette technique lors des premiers pas du frittage [101]. Formé entre les grains sous pression, ce plasma aurait pour effet de faciliter la diffusion de la matière en activant la surface des grains par un nettoyage de la couche d'oxyde pouvant recouvrir les particules métalliques et la suppression des impuretés [102].

Cependant aucune preuve de l'existence d'un plasma n'a été confirmée et ceci indépendamment du matériau impliqué [103] [104]. Ce mécanisme ne permet pas d'expliquer les résultats obtenus sur les céramiques isolantes. De plus une étude prouvant l'absence de plasma lors du frittage SPS de poudres de cuivre, d'aluminium et d'alumine alimente de nouveaux débats [105].

- Phénomène d'électromigration

La présence de courant électrique pouvant avoir un effet sur la densification est mis en évidence par un modèle établi pour des matériaux conducteurs avec pour exemple celui de l'alumine [106]. Le modèle de cet auteur est basé sur une contribution forte du phénomène d'électromigration. Le même phénomène est proposé par [107] qui met en avant que l'application d'un champ électrique génère cette électromigration qui serait à l'origine des densifications plus rapides par SPS.

- Gradients de température dans la matrice

Ce troisième phénomène est évoqué en considérant que cette technique de mise en forme n'apporte rien de nouveau par rapport aux frittages sous charges conventionnels hormis des montées en température plus rapide et des températures de frittage plus basses [108]. Les différents auteurs expliquent que les écarts de température entre ces deux méthodes de frittage sont essentiellement liés à une température sous-estimée pour le cas du SPS. Le système de mesure effectué en surface des matrices et non au cœur de l'échantillon présumé plus chaud serait inadapté dans certaines conditions expérimentales [109] [110].

- Application d'une pression plus importante

Enfin, il ne faut pas oublier que le frittage SPS s'effectue sous pression. Pour permettre la compréhension des différents mécanismes présent dans la technique SPS, l'auteur a dissocié les paramètres machine (pression et passage du courant) sur le frittage. Il

résulte de ces études que la pression joue un rôle primordial dans la rapidité du processus alors qu'au contraire le passage du courant ne semble pas permettre une amélioration de la réactivité [111]. Selon NYGREN et al. [112], la densification est nettement améliorée par la pression appliquée ce qui permet d'abaisser la température de frittage, et donc d'augmenter la surface de contact entre particules ayant pour conséquence d'améliorer les phénomènes de diffusion.

### **VI-3) Intérêts pour la réalisation de varistances**

L'un des avantages majeurs du frittage SPS est qu'il permet de réduire considérablement les temps de cycles par rapport aux méthodes de frittages conventionnelles. Les vitesses de chauffe relativement élevées atteintes par SPS permettent de réduire considérablement le temps d'élaboration des céramiques. Ainsi les cycles relativement courts (autour de la dizaine de minutes) permettent d'envisager des gains en productivité.

De plus, ce procédé permet d'obtenir des matériaux à microstructure contrôlée en améliorant/contrôlant notamment la densification et la croissance granulaires. La possibilité offerte par le SPS d'aller vers des microstructures plus fines et par conséquent des grains plus petits présente également un atout dans la miniaturisation de composant. Pour diminuer l'épaisseur d'une varistance tout en conservant le même champ de seuil, il est donc nécessaire de diminuer la taille des grains ce qui aura pour effet d'augmenter le nombre de barrières de potentiels et ainsi permettre l'obtention de composants moins volumineux.

Cette technique de frittage constitue un atout dans l'élaboration d'un matériau homogène, indispensable au bon fonctionnement d'une varistance. Une trop grande disparité dans la taille des grains peut induire le passage du courant selon un chemin privilégié de résistance moindre. Ceci ayant pour conséquence l'apparition de zones où le matériau s'échauffe par effet Joule (points chauds).

On se propose ci-dessous de résumer les avantages et inconvénients présumés du frittage par SPS :

- **Avantages :**

- Frittage rapide (quelques minutes)
- Croissance des grains contrôlés, morphologie du matériau respectée
- Etapes de compaction et de frittage combinées dans la même opération
- Frittage de tous types de matériaux (métaux, céramiques, composites, polymères), cofrittage possible
- Densification très élevée

- **Inconvénients :**

- Coût du générateur de courant pulsé
- Procédé sensible
- Formes géométriques simples et de taille limitée (dû aux gradients de température au sein de l'échantillon)
- Production de masse encore limité
- Atmosphère contrôlée souvent de nature réductrice

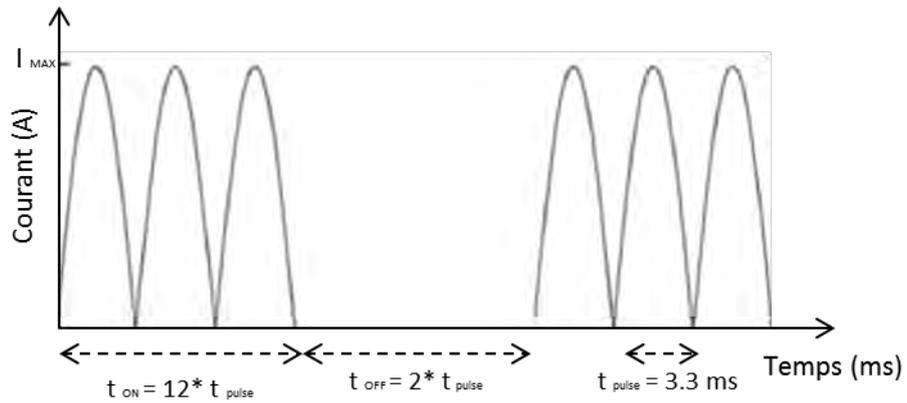
#### **VI-4) Description du matériel de frittage**

Durant notre étude la fabrication des varistances est effectuée au CIRIMAT de Toulouse. Les matériaux frittés par SPS ont été élaborés via la Plateforme Nationale de Frittage Flash (PNF2) du CNRS mis en place au CIRIMAT [113]. Le modèle de SPS équipant la plateforme est un Dr Sinter 2080 (SPS Syntex. Inc.) qui permet l'application de courant pouvant aller jusqu'à 8 000 A pour des tensions de 10 Volts (Figure II-12).



*Figure II-12 : Vue d'ensemble de la machine SPS Dr Sinter 2080*

Dans notre cas la poudre à fritter est placée dans une matrice en graphite au travers laquelle est envoyée une séquence de courant continu pulsée. La durée des impulsions dépend des appareils utilisés. Le courant de pulses est appliqué par vagues de même intensité  $I_{\max}$  pendant le temps  $t_{\text{on}}$ , suivi d'un arrêt pendant un temps  $t_{\text{off}}$  (Figure II-13).



*Figure II-13 : Schéma de l'application du courant SPS en fonction du temps*

Ce chapitre, consacré aux généralités sur les varistances ZnO, met en évidence que ces composants connus depuis les années 1970 ont vu différentes théories se succéder afin d'expliquer leurs mécanismes de conduction. Dans notre prochain chapitre, nous verrons quelle contribution peut apporter la technique de frittage par SPS afin d'étayer le mécanisme de conduction le plus communément admis dans la littérature.

**CHAPITRE III :**  
**REVUE CRITIQUE DE LA**  
**CARACTERISATION ET DE LA**  
**MODELISATION DU COMPORTEMENT DES**  
**VARISTANCES  $Z_{\text{N}O}$**



## Préambule

Nous avons évoqué précédemment les différents paramètres caractérisant une varistance. L'établissement de sa caractéristique typique courant-tension se doit d'être effectuée à l'aide de plusieurs dispositifs en regard de sa large plage d'utilisation. Tout d'abord, une revue critique de sa caractérisation  $V(I)$  traditionnellement établie par les fabricants sera présentée.

Nous présenterons ensuite les dispositifs de caractérisations aux courants faibles, notamment la spectroscopie d'impédance permettant de caractériser le matériau, ainsi que la méthode utilisée dans le domaine temporel sous champ statique. Cette dernière permet d'accéder à la première partie de la caractéristique courant-tension des varistances. Cependant, l'important courant transitoire observé amène une réflexion quant à l'importance du temps de polarisation nécessaire à l'établissement de sa caractéristique. Très rarement précisé dans les nombreuses publications portant sur les varistances à base de  $ZnO$ , ni dans les données des fabricants, ce paramètre « oublié » peut avoir son importance, tant sur la caractéristique  $I(V)$  que sur l'interprétation des mécanismes de conduction et l'identification des caractéristiques physiques. Ces observations nous permettront d'établir notre propre protocole de caractérisation aux courants faibles.

Dans notre cas, nous avons fait le choix de nous intéresser principalement à la zone des courants faibles et des courants forts (zone de saturation) qui détermine le courant maximal qu'une varistance peut supporter. Après avoir présenté notre dispositif de caractérisation dans cette dernière zone, une comparaison de la caractéristique  $V(I)$  théorique d'une varistance commerciale avec celle établie par nos protocoles sera effectuée.

La modélisation du comportement électrique de la varistance doit permettre d'avoir accès aux grandeurs de courants et de tensions intéressant les concepteurs de circuits. Les différents mécanismes de conduction abordés dans le chapitre précédent sont tous basés sur une modélisation physique reposant sur les modèles de bandes d'énergie. Le phénomène de conduction de type Schottky est le plus communément employé pour expliquer le mécanisme de conduction sous champ faible particulièrement sensible à la température. Nous verrons que son utilisation permet d'obtenir une modélisation sous faible champ particulièrement intéressante, bien que d'un point de vue physique, l'analogie avec les mécanismes de conduction habituellement destinés à des matériaux isolants et pour des interfaces métal/isolant peut être sujet à discussion. Pour la zone des courants forts, nous avons proposé une amélioration du modèle mathématique couramment utilisée, notamment dans la plupart des logiciels de simulations électroniques. En effet, les modélisations négligent tous les aspects dynamiques pour ne tenir compte que des valeurs maximales de la tension (ou du champ) et du courant (ou de la densité de courant).



## **I ) REVUE CRITIQUE DE LA CARACTERISTIQUE I(V) DES VARISTANCES**

### **ZnO**

La caractérisation des composants est essentielle et doit évaluer le comportement électrique du matériau. Avant de présenter les méthodes de caractérisation utilisées dans ce travail, il est utile de revenir et de commenter la caractéristique  $V(I)$  traditionnellement usitée. Dans la plupart des documents techniques de varistances commerciales, la méthode d'obtention de cette caractéristique est rarement précisée dans son intégralité. Nous avons vu précédemment que la caractéristique  $I(V)$  faisait apparaître trois zones avec pour conséquence une variation significative de la puissance dissipée par le composant (de quelques  $\mu\text{W}$  à plusieurs MW ce qui représente 12 décades). Les mesures sont de ce fait effectuées selon différents régimes d'essais pour ne pas risquer l'emballement thermique du composant.

La caractéristique  $I(V)$  est représentée pour deux types de contraintes spécifiques qui permettent de représenter son comportement de manière globale. Cependant elle ne rend compte que de manière partielle et sans véritable cohérence électrique de la complexité de ce matériau non linéaire.

En général le fabricant présente la caractéristique  $I(V)$  en tenant compte des fluctuations mineures issues de la fabrication et les paramètres du procédé d'assemblage. Il définit alors une bande tolérance de l'ordre de 10 % de la tension. On notera que cette bande de tolérance dépend du fabricant et éventuellement de la série du composant. La tension de basculement entre le comportement fortement résistif de la varistance et le comportement « très » conducteur est définie pour une valeur de courant normalisé de 1 mA. Comme nous l'avons fait remarquer précédemment, ces paramètres ne tiennent en aucun cas compte des dimensions de la varistance et représente par conséquent une approximation simpliste. Cette ligne de séparation n'a pas de signification physique mais est plutôt considérée comme une référence normalisée pour les fabricants. La représentation de la caractéristique fournie tient alors compte des pires cas à considérer pour le concepteur électronique. Prenons l'exemple d'une varistance EPCOS SIOV-S14K14.

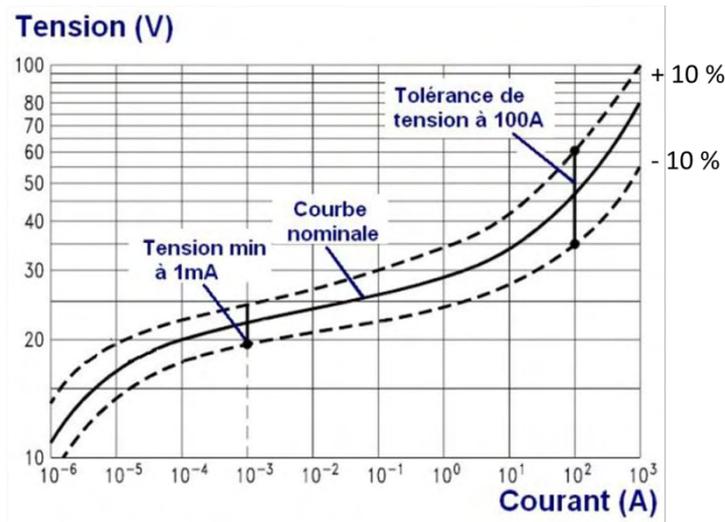


Figure III-1 : Caractéristique  $V(I)$  et bande tolérance de tension pour une varistance EPCOS S14K14 [114]

- **En fonctionnement « normal » (courant  $<1$  mA) :** Cette partie de la courbe se réfère au comportement de haute résistance dans lequel les concepteurs de circuits désirent connaître le courant de fuite le plus important pour une tension de fonctionnement donné. Par conséquent, la limite inférieure de la bande de tolérance est considérée.

Par exemple, si l'on souhaite un courant de fuite maximum de 1 mA, la tension aux bornes de la varistance est de 22 V. Dans le pire cas (-10 %), la tension ne sera que de 19,8 V aux bornes de la varistance pour laisser passer cette valeur de courant. A noter que ces valeurs sont données pour des valeurs de tensions et courants continus.

- **Ecrêtage de la surtension (courant  $>1$  mA) :** Ce segment couvre le comportement de faible résistance dans le cas d'une surtension où le souci des concepteurs devient le cas critique de la tension que devra supporter l'équipement à protéger. La limite supérieure de la bande de tolérance est par conséquent représentée.

Considérons que l'on souhaite écrêter la tension issue d'une agression d'une onde de courant qui a pour valeur maximale 100 A (sur une durée de quelques microsecondes). La tension atteindra une valeur comprise entre 35 V et 60 V en fonction de la tolérance de la varistance, l'équipement à protéger pourra alors être soumis à une différence de potentiel de 60 V dans le pire des cas.

La caractéristique  $V(I)$  des fabricants de varistances est donc souvent représentée sur une seule courbe représentant les cas les plus critiques de chacun des modes de fonctionnement (« normal » et « écrêtage ») : courant de fuite maximal ou tension maximale.

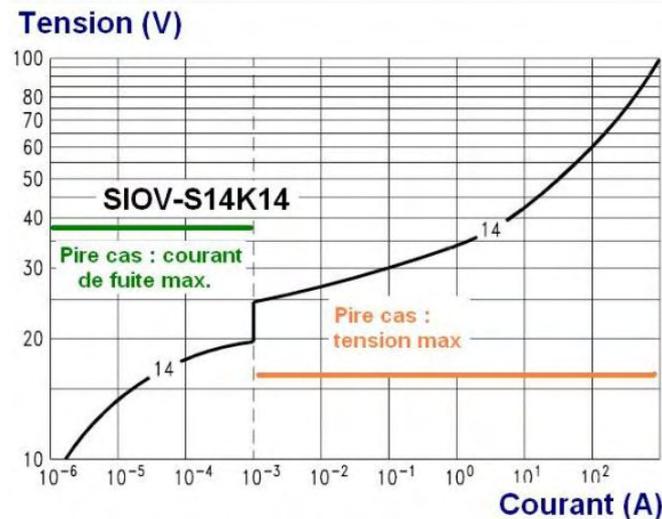


Figure III-2 : Caractéristique  $V(I)$  issue des données constructeurs pour une varistance EPCOS S14K14 [114]

A titre d'exemple, observons les paramètres électriques donnés par le constructeur pour ce type de varistance (Tableau III-1). Les caractéristiques électriques ayant déjà été présentées dans le CHAPITRE II, nous ne reviendrons pas ici sur leurs définitions.

	Maximum Rating (85°C)					Characteristics (25°C)				
	Continous		Transient			Varistor Voltage at 1mA DC		Maximum clamping voltage (8-20µs)		Typical capacitance
SIOV	$V_{RMS}$ [V]	$V_{DC}$ [V]	$I_{max}$ (8/20µs) [A]	$W_{max}$ (2ms) [J]	$P_{max}$ [W]	$V_v$ (1mA) [V]	$\Delta V_v$ (1mA)	$V_c$ max (ic) [V]	$I_c$ [A]	$C_{typ}$ (f=1kHz) [pF]
S14K14	14	18	1000	4	0,1	22	+/- 10%	43	10	9950

Tableau III-1 : Paramètres électriques issus des données constructeurs varistance EPCOS S14K14

Le constructeur ne donne pas directement la valeur du coefficient de non-linéarité, si l'utilisateur désire le connaître il doit le calculer à partir des courbes. Concernant la taille des grains de ZnO seul un encadrement est donné (10 à 100 µm) indépendamment de la gamme de varistance (pour des valeurs de champs de 30 à 250 V/mm). De plus certains de ces paramètres sont donnés pour une température de 25 °C, correspondant à une température ambiante, ou une température de 85 °C, définie comme étant la température maximale d'utilisation.

D'une manière générale chaque paramètre est défini selon les normes **CECC 42000** (Cenelec Electronic Components Committee) ou **IEC** (International Electrotechnical Commission).

La caractéristique  $I(V)$  n'a donc pas de sens physique, ni électrique puisqu'elle représente les valeurs de courants et tensions maximums sous tensions continues d'une part, et sous impulsions de courants d'autre part. Cependant elle s'avère relativement intéressante pour décrire le comportement global des varistances.

## II ) CARACTERISATION AUX COURANTS FAIBLES

### II-1) Spectroscopie diélectrique

#### II-1-1) Principe de mesure

La spectroscopie diélectrique (ou d'impédance) consiste en l'application d'une faible tension sinusoïdale et à l'analyse de l'amplitude et du déphasage entre la tension aux bornes de l'échantillon et le courant qui le traverse.

Le rapport des amplitudes tension/courant ( $U_0/I_0$ ) définit le module de l'impédance  $|Z|$ . Le déphasage entre la tension  $U(t)$  et le courant  $I(t)$  permet l'accès aux parties réelle et imaginaire de l'impédance complexe  $Z^*$  par l'expression :

$$Z^*(\omega) = Z'(\omega) + i * Z''(\omega) = \frac{U_0}{I_0} \{ \cos[\varphi(\omega)] + i \sin[\varphi(\omega)] \} \quad (\text{Eq. III-1})$$

Sa représentation dans un système de coordonnées rectangulaires ou polaires est donnée Figure III-3, appelé diagramme d'Argand ou de plan complexe.

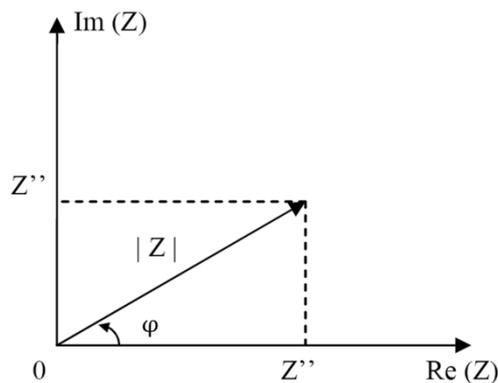


Figure III-3 : Diagramme de définition de l'impédance dans le plan complexe

Le comportement diélectrique d'un isolant peut se présenter à partir d'un schéma électrique plus ou moins détaillé constitué de composants passifs (R,L et C). Par la suite, nous allons travailler avec le modèle électrique équivalent  $R_p$ - $C_p$  (Figure III-4) dont l'expression de l'admittance complexe représentant ce schéma équivalent s'écrit :

$$Y^*(\omega) = \frac{1}{Z^*(\omega)} = \frac{1}{R_p(\omega)} + i\omega C_p(\omega) \quad (\text{Eq. III-2})$$

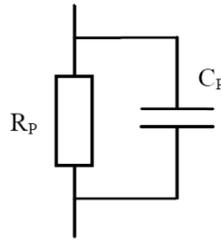


Figure III-4 : Schéma électrique équivalent du comportement utilisé

C'est à partir de ce modèle que ce sont obtenus les différents paramètres. Par exemple, les valeurs respectives des parties réelles et imaginaires de la permittivité diélectrique complexe et du facteur de pertes diélectriques sont calculées avec les expressions :

$$\varepsilon' = \frac{C_p d}{\varepsilon_0 S} \quad (\text{Eq. III-3})$$

$$\varepsilon'' = \frac{d}{\omega R_p \varepsilon_0 S} \quad (\text{Eq. III-4})$$

$$\tan \delta = \frac{1}{\omega R_p C_p} \quad (\text{Eq. III-5})$$

### II-1-2) Dispositifs de mesure

Les mesures de spectroscopie diélectrique sous atmosphère contrôlée ( $N_2$ ) ont été réalisées à l'aide d'un spectromètre diélectrique large bande Novocontrol Alpha-A (Figure III-5). Il permet la caractérisation des échantillons sur une gamme de température allant de -150 °C à 400 °C, sous une tension sinusoïdale de valeur efficace allant de 5 mV à 3 V. La régulation en température et la résolution du facteur de pertes diélectriques sont données avec des précisions respectivement de +/- 0,1 °C et de  $5 \cdot 10^{-5}$ .

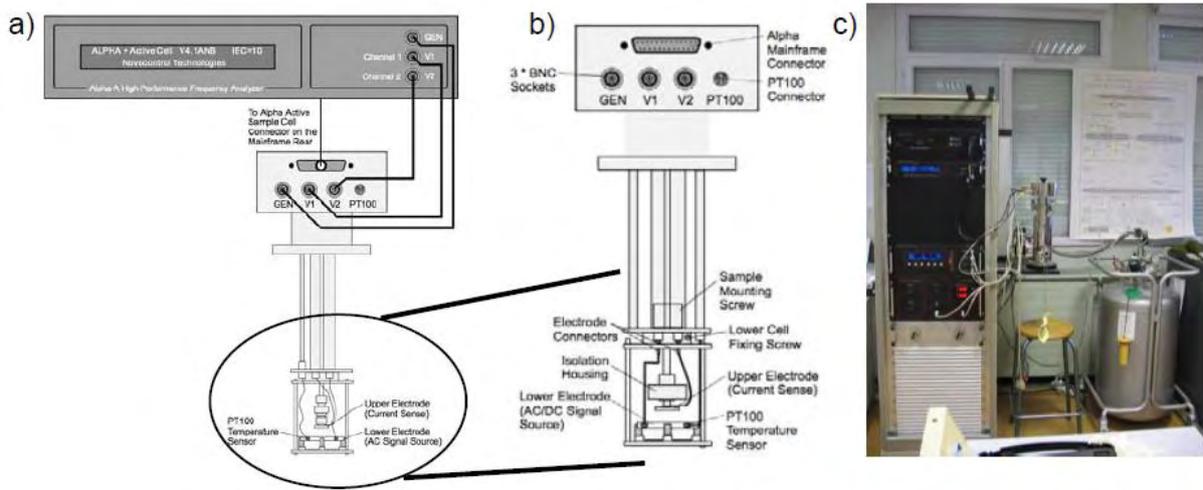


Figure III-5 : Description du dispositif Novocontrol Alpha-A

Les mesures de spectroscopie diélectrique à température ambiante ont été réalisées à l'aide d'un pont d'impédance (HP 4284A) sur une gamme fréquentielle allant de 20 Hz à 1 MHz.

Préalablement à chaque mesure, des compensations de la connexion électrique en circuit ouvert et en court-circuit sont effectués. Des résistances en court-circuit inférieures à 1 mΩ ont été obtenues après compensation.

### II-1-3) Relevé fréquentiel

La Figure III-6 montre la réponse en impédance d'une varistance commerciale en fonction de la fréquence. Ce tracé nous permet de remarquer un comportement capacitif (pente de -20 dB/décade et phase à -90°) de la varistance sur une gamme de fréquence comprise entre 20 et 10<sup>6</sup> Hz.

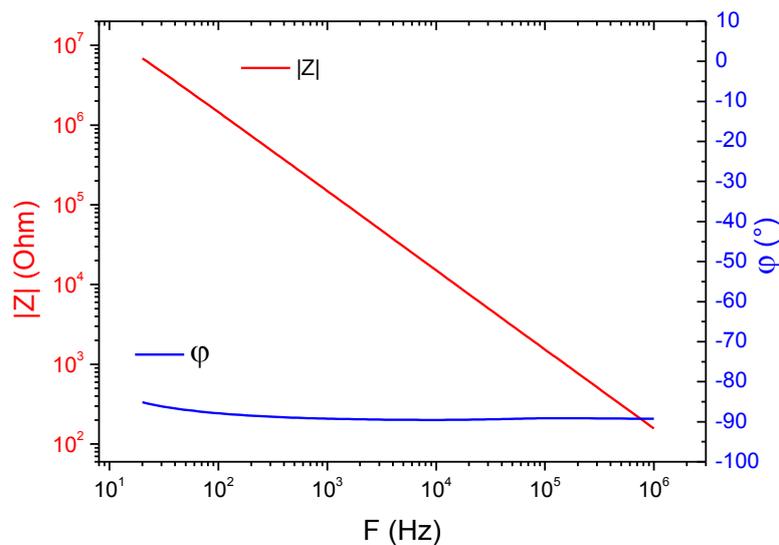


Figure III-6 : Réponse en fréquence ( $|Z|$  et  $\phi$ ) pour une varistance commerciale à 25°C

L'intérêt d'une approche par spectroscopie d'impédance est qu'elle permet de distinguer les participations des différentes composantes d'un système complexe et notamment les liens avec la microstructure du matériau. Pour les varistances, elle permet de mettre en évidence la contribution des grains et des joints de grains dans la réponse diélectrique.

Ainsi, en considérant que le matériau présente une hétérogénéité électrique comme représenté précédemment sur la Figure III-7, le nombre de couche isolante est :

$$n = \left(\frac{D}{G}\right) - 1 \approx \frac{D}{G} \quad (\text{Eq. III-6})$$

avec  $D$ , l'épaisseur totale et  $G$ , la taille moyenne des grains.

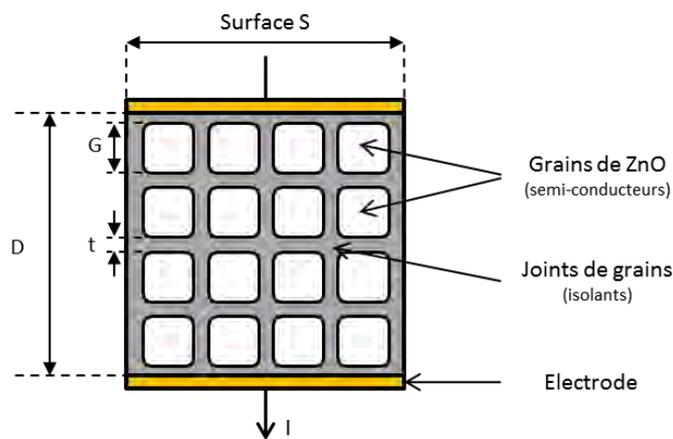


Figure III-7 : Schéma idéalisé de la microstructure d'une varistance à base de ZnO.

Chaque couche représente alors une capacité  $C_{jg} \varepsilon_0 \varepsilon_{jg} \frac{S}{t}$  (avec  $S$  surface de la céramique,  $t$  épaisseur du joint de grain,  $\varepsilon_0$  et  $\varepsilon_{jg}$  respectivement les permittivités du vide et du joint de grains). Ainsi, la capacité totale peut s'exprimer par :

$$C = \varepsilon_0 \cdot \varepsilon_{jg} \frac{G \cdot S}{t \cdot D} \quad (\text{Eq. III-7})$$

L'expression montre, qu'à épaisseur et surface équivalente, une taille de grains ( $G$ ) plus petite, procurée par un frittage SPS par exemple, permet de diminuer la capacité globale de l'échantillon, en considérant  $G \gg t$ . Ceci peut montrer son intérêt dans un environnement où les valeurs de capacités maximales préconisées pour un dispositif de protection sont définies par des normes, ce qui est le cas en aéronautique (données cahier des charges  $C_{\max}=25$  nF à 50 Hz et 1KHz).

La Figure III-8 représente la variation de la capacité pour des échantillons possédant des tailles moyenne de grains de ZnO variant de 2 à 15  $\mu\text{m}$ . Les échantillons possédant des dimensions géométriques différentes, la valeur de la capacité  $C$  est exprimée en F/cm. Les

échantillons sont tous frittés à partir de la même poudre de base mais par des techniques de frittage différentes. L'échantillon présentant une taille moyenne de grains de 15  $\mu\text{m}$  est fritté de manière conventionnelle tandis que les échantillons ayant une taille moyenne de grain de 4 et 2  $\mu\text{m}$  sont frittés par SPS.

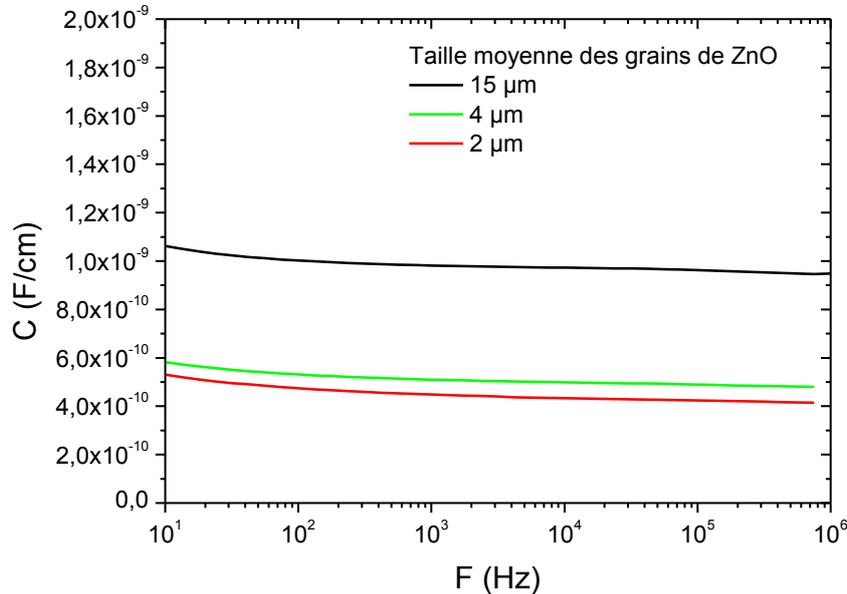


Figure III-8 : Evolution de C en fonction de la fréquence pour différentes tailles de grains de ZnO à 25 °C

D'après l'équation Eq. III-3, la permittivité présentera la même allure de courbes indépendamment des considérations géométriques (Figure III-9).

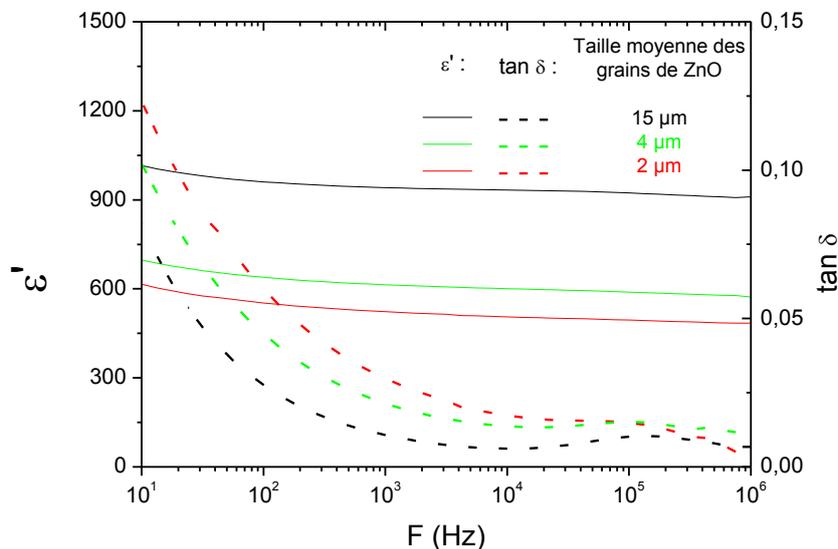


Figure III-9 : Evolution de la permittivité relative et du facteur de pertes diélectriques en fonction de la fréquence pour différentes tailles de grains de ZnO à 25 °C

Pour une même fréquence, les pertes diélectriques sont plus élevées pour un échantillon possédant une taille de grains plus petite. Ce comportement déjà observé dans la littérature sur certains matériaux céramiques peut s'interpréter simplement. Lorsque la taille des grains diminue, le nombre de joints par unité de volume est augmenté. Les

impuretés, sources de pertes, sont habituellement piégées aux joints de grains. Cette augmentation de densité d'impuretés et de barrières capacitives conduit à une augmentation des pertes diélectriques.

Dans cette gamme de fréquence et à température ambiante, les phénomènes de relaxation ne sont pas clairement identifiables.

## II-2) Courants transitoires sous polarisation continue

Comme évoqué précédemment, un courant de déplacement apparaît lors de l'application d'un champ continu aux bornes d'une varistance. L'application d'un champ continu entraîne donc un déplacement de charges. Les dipôles s'orientent avant d'atteindre un état d'équilibre. Afin d'être rigoureux, le courant relevé dans la zone des champs faibles sur les caractéristiques  $I(V)$  des varistances ZnO doit être le courant de conduction. Il est donc nécessaire de connaître l'évolution des courants transitoires et les différents ordres de grandeurs associés afin d'être le plus précis possible lors de la caractérisation  $I(V)$  et de minimiser les erreurs sur le courant de conduction. Pour des varistances dont les tensions de seuil sont élevées, la puissance à dissiper devient rapidement importante et peut provoquer un emballement thermique pouvant amener la dégradation et/ou destruction de celles-ci et bien évidemment entraîner des erreurs de mesures.

### II-2-1) Définitions

Lorsqu'un matériau diélectrique est soumis à un échelon de tension, le courant qui le traverse évolue dans le temps et se compose de deux composantes principales (Figure III-10). La varistance dans la zone de fonctionnement des courants faibles peut être considérée comme un matériau diélectrique.

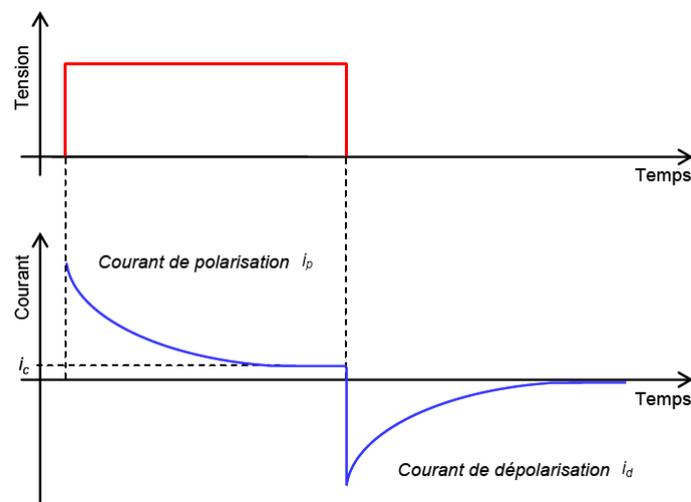


Figure III-10 : Evolution classique des courants transitoires sous tension continue et à faible champ électrique (polarisation et dépolarisation)

Durant la première phase, une tension constante est appliquée pendant laquelle le courant décroît jusqu'à atteindre une valeur qui varie peu avec le temps. Ce courant quasi-permanent est le courant de conduction  $i_c$ . La décroissance du courant correspond à divers phénomènes de polarisation dans le matériau et/ou aux interfaces entre celui-ci et ses électrodes ou joints de grains. Le courant de cette première phase est appelé courant de polarisation  $i_p$ , et est donc composé de la superposition de deux courants : le courant d'absorption  $i_{abs}$  (composante transitoire) et le courant de conduction  $i_c$  (composante quasi-continue) et s'exprime par :

$$i_p = i_{abs} + i_c \quad (\text{Eq. III-8})$$

L'origine du courant d'absorption  $i_{abs}$  est généralement liée :

- à l'orientation électronique
- à l'orientation atomique
- à l'orientation de dipôles
- à l'orientation d'entités plus lentes (bras de chaînes par exemple dans les polymères)
- au courant capacitif  $\frac{dV}{dt}$ .

La décroissance des termes liés à l'orientation s'explique par le fait que les différentes entités atteignent progressivement leur position d'équilibre jusqu'à ne plus induire de courant dû à leur déplacement. Le courant capacitif dépend quant à lui de la capacité de l'isolant mais également du terme  $\frac{dV}{dT}$  qui est imposé par la source d'alimentation. Le courant de conduction  $i_c$  correspond au déplacement des porteurs de charge électrique libres (éléments non polaires) tels que les électrons, les ions et les trous. Il est ainsi représentatif de la résistivité du matériau.

La deuxième phase, que nous n'étudierons pas en détail correspond au moment où l'on supprime la contrainte électrique et que l'on court-circuite l'échantillon. L'agitation thermique tend alors à redistribuer les dipôles rendant leur orientation aléatoire. Un courant de signe opposé au courant d'absorption qui décroît jusqu'à s'annuler est observé. Ce courant  $i_d$  appelé courant de dépolarisation (ou courant de résorption) est égal au courant d'absorption  $i_{abs}$  en valeur absolue, en l'absence de charges d'espaces.

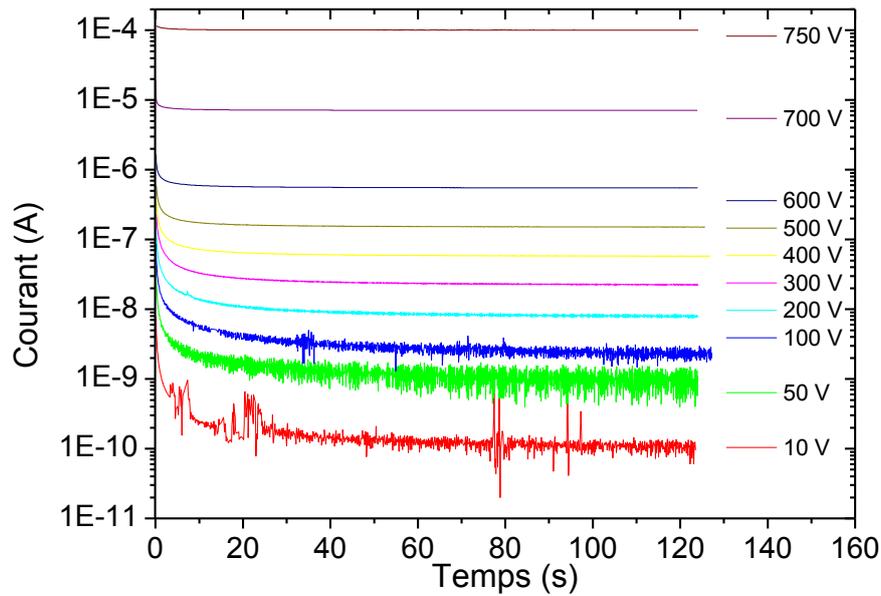
$$i_{abs} = i_p - i_c = -i_d \quad (\text{Eq. III-9})$$

## **II-2-2) Relevé courant-temps**

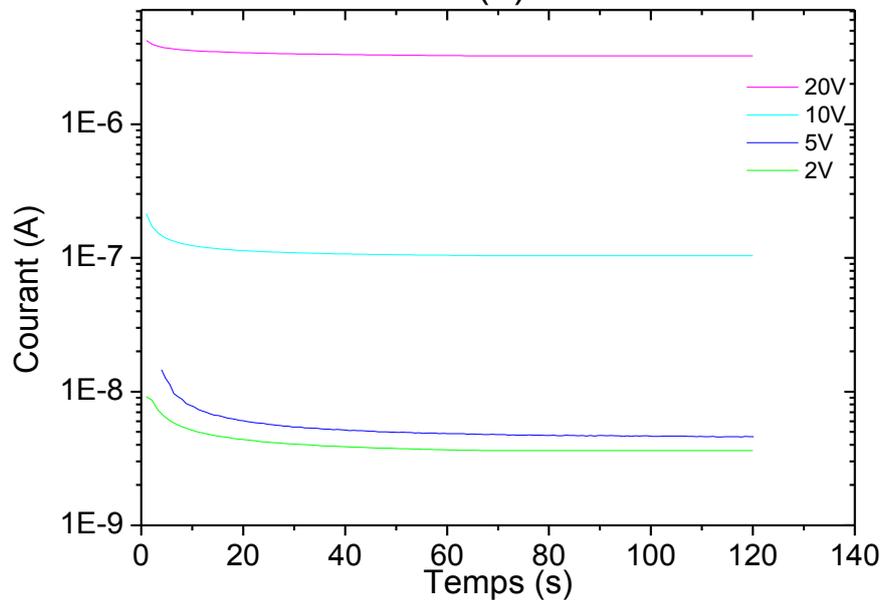
Peu d'informations sont données de la part des fabricants concernant les caractéristiques bas niveaux des varistances. Bien souvent, le courant minimal représenté se situe autour de  $10^{-4}$  A et les conditions d'applications de la tension ne sont pas précisées,

notamment au niveau du temps de polarisation utilisés. De même, malgré les nombreuses publications concernant les varistances ZnO, peu précisent dans l'utilisation des caractéristiques I(V) le temps de polarisation utilisé. D'une manière générale peu de travaux traitent de la réponse en courant lors de l'application d'une tension constante, inférieure à la tension de seuil. Plus de précisions concernant les mesures de courants aux temps longs sont abordées dans les références [115] et [116].

On se propose dans cette partie d'observer l'évolution de ces courants pour deux échantillons commerciaux différents avec des tensions de seuils éloignées. Les mesures sont réalisées à l'aide d'une source de tension (0 à 1100 V) KEITHLEY 2410 dotée d'un ampèremètre (calibre :  $10^{-9}$  à 150 mA). L'échantillon de référence S20K20 possède une tension de seuil de 33 V et une épaisseur 1.1 mm tandis que l'échantillon de référence S20K460 possède une tension de seuil de 750 V pour une épaisseur de 2.9 mm soit respectivement des champs de seuil de 300 V/cm et 258 V/cm. Les allures des courants pour différents niveaux de tensions à température ambiante (25°C) pour chacun des deux échantillons sont représentées sur la Figure III-11.



(a)



(b)

Figure III-11 : Courants de polarisation à 25 °C (aux temps courts) à différents niveaux de tension pour les varistances S20K460 (a) et S20K20(b)

Pour l'échantillon possédant la plus grande tension de seuil, l'écart entre un courant de conduction quasi-stable et la valeur maximum du courant transitoire atteint une décade et demi pour une tension de polarisation de 10 V. Cet écart s'atténue lorsque la tension de polarisation se rapproche de la tension de seuil de la varistance. De même le temps d'obtention du courant quasi statique (de conduction) diminue avec le niveau de tension appliqué. Pour l'échantillon possédant une tension de seuil plus faible, le même comportement est observé.

### II-2-3) Influence de la température

La Figure III-12 montre l'influence de la température sur les réponses en courant pour l'échantillon S20K460 à des niveaux de tensions inférieures à sa tension de seuil.

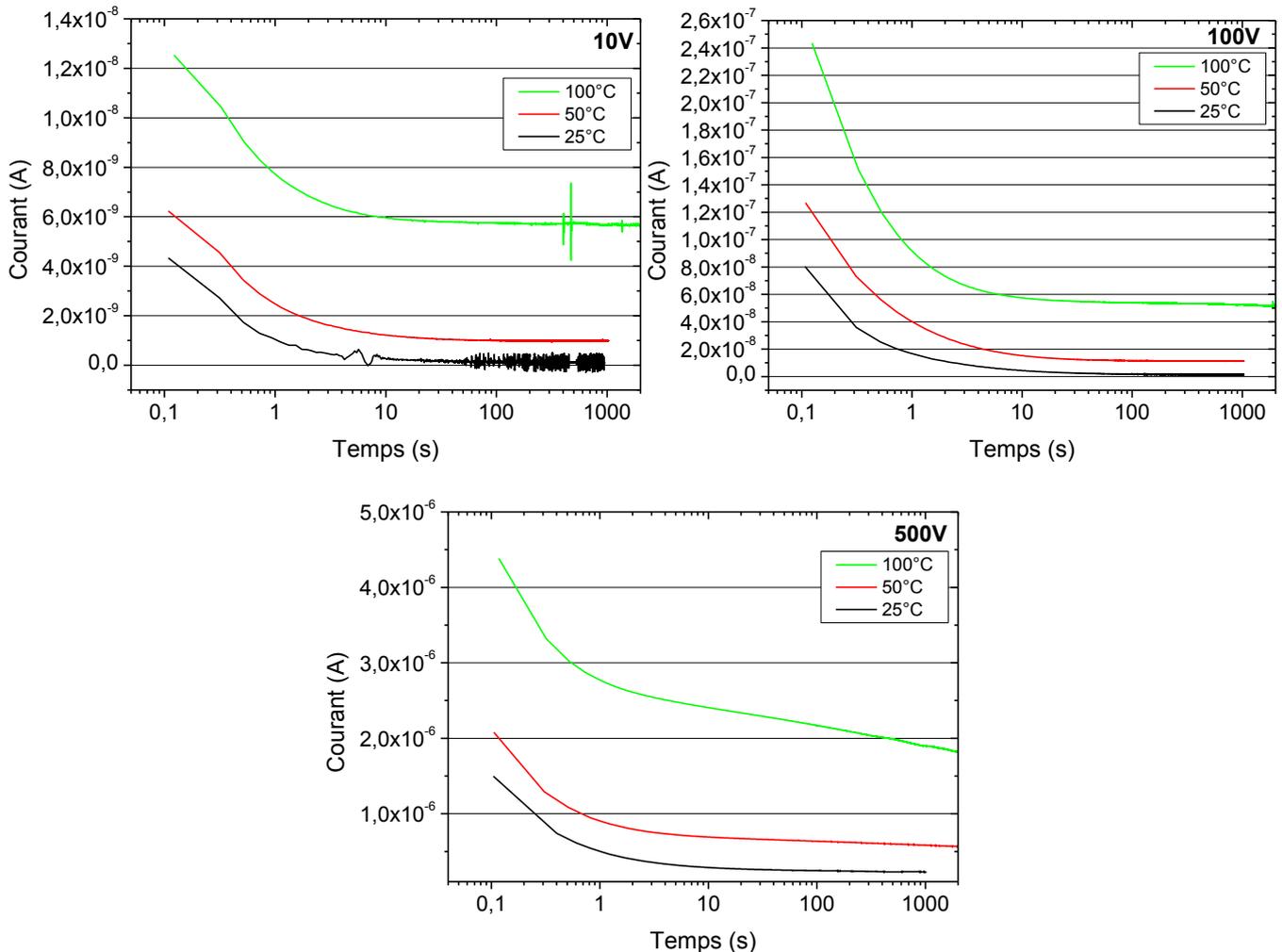


Figure III-12 : Relevé de la réponse en courant sous tension constante pour des températures de 25 °C, 50 °C et 100 °C pour la varistance S20K460

Le courant de conduction est activé thermiquement. Le temps d'établissement d'un courant quasi-statique (de conduction) diminue avec la température et la tension de polarisation. Pour des tensions de polarisation inférieure à 500 V, il passe d'un millier de secondes à température ambiante et à 50 °C à une centaine de secondes pour une température de 100 °C. En revanche, pour des températures de 100 °C et une tension de polarisation se rapprochant de la tension de seuil du composant la réponse en courant s'avère différente. En effet, dans cette zone de fonctionnement le composant devient semi-insolant. A titre d'exemple, nous avons indiqué dans le Tableau III-2 l'erreur commise lorsque le courant de conduction est estimé à 0,1 et à 1 s en comparaison avec la « vraie » valeur du courant de conduction.

Température	$\Delta i_{(0.1s)}$ (%)	$\Delta i_{(10s)}$ (%)
25 °C	3900	144
50 °C	500	26
100 °C	120	5

*Tableau III-2 : Ecart observé entre le courant mesuré à 0,1 s et 10 s et le courant de conduction en fonction de la température (tension appliquée : 10 V, varistance S20K460)*

Les écarts observés diminuent avec la température, ce qui s'explique par le fait que le courant de conduction est activé thermiquement. En augmentant la température, le courant de conduction est donc atteint plus tôt, réduisant ainsi l'écart entre courant mesuré (à 0,1 s ou 10 s) et courant final (courant de conduction). Néanmoins à 25 °C, l'écart observé reste important : environ 3900% à 0,1 s et environ 150% à 10 s, démontrant ainsi que l'erreur commise est substantielle. Notons également qu'une source d'erreur peut être également introduite par la source de tension dont la vitesse d'établissement  $\frac{dV}{dt}$  peut fortement perturber le courant mesuré dans les premières dixièmes de secondes de secondes, voir secondes, après application de la tension. Cette erreur est difficilement quantifiable car dépendant des caractéristiques dynamiques de la source de tension et du retard entre la mise sous tension et l'instant choisi pour l'enregistrement du courant.

Pour compléter ces résultats, la Figure III-13 montre l'évolution des caractéristiques I(V) à température ambiante obtenues en faisant varier le temps de polarisation de 0.1 à 10 secondes aux champs faibles à des températures de 25 °C, 50 °C et 100 °C.

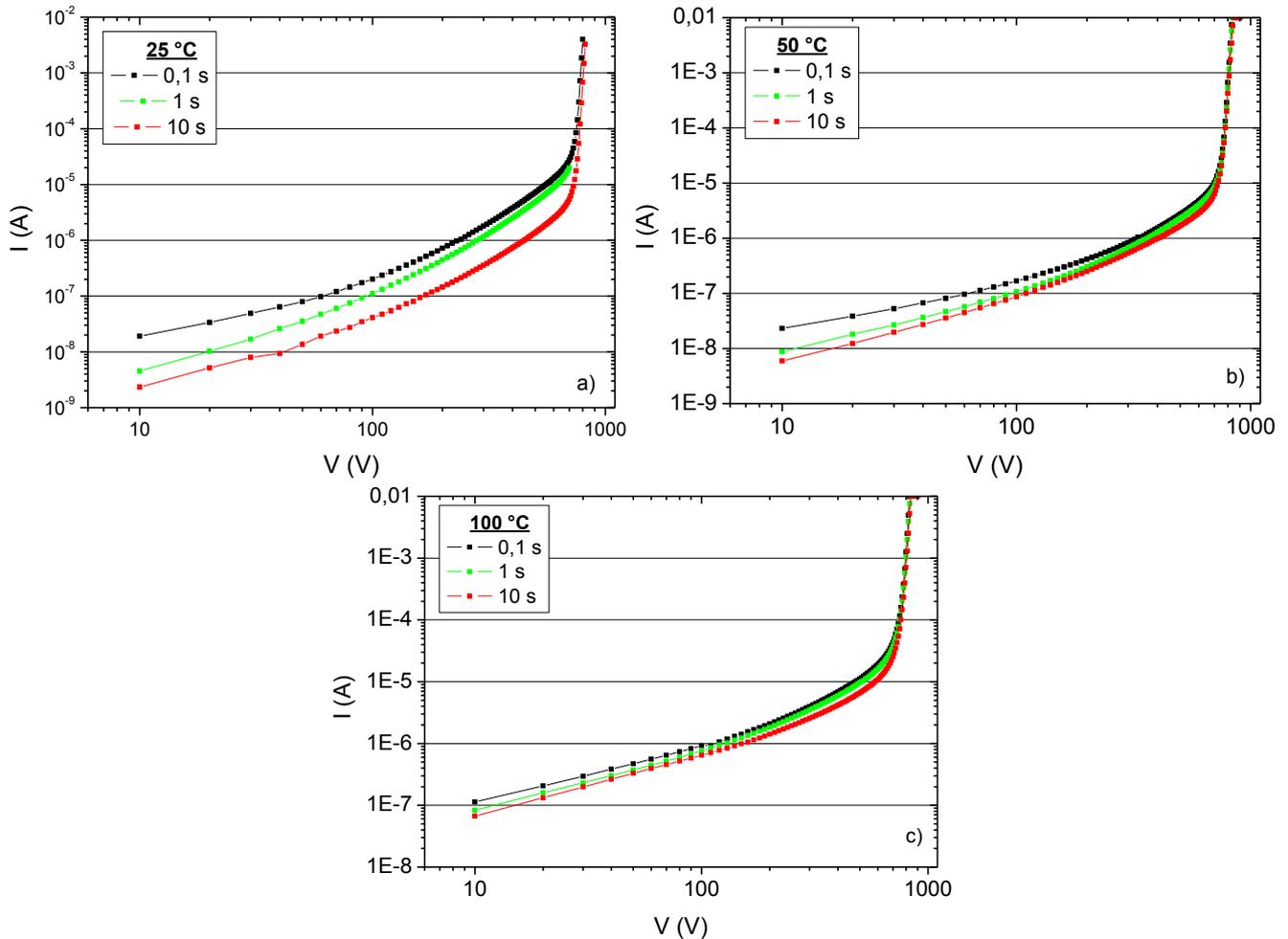


Figure III-13 : Caractéristique  $I(V)$  à faible champ pour différents temps de polarisation pour la varistance S20K460 (a) :25°C ; (b) :50°C ; (c) :100°C

Ces résultats montrent clairement l'importance du choix du temps de polarisation lors de la caractérisation de varistances. Or, ce temps n'est que très rarement précisé aussi bien dans les publications visant à établir des modèles physiques ou comportementaux que sur la caractéristique présentée par les fabricants. Bien évidemment, dans ce dernier cas, la représentation s'effectue sur un graphique en échelle logarithmique ne rendant pas ainsi compte de cette influence. De plus, les caractéristiques communément fournies par les fabricants couvrent une gamme en courant variant de  $10^{-5}$  A à une dizaine de kA.

Il est donc nécessaire de prendre quelques précautions lors de la caractérisation à faible champ (inférieur au champ de seuil) d'un échantillon, notamment d'effectuer des mesures préliminaires courant-temps. Pour des tensions inférieures à la tension de seuil de l'échantillon et pour des températures inférieures à 100 °C, il est nécessaire d'appliquer la tension pendant un temps suffisamment long afin de réduire les erreurs sur le courant de conduction. Devant les faibles valeurs de courant mis en jeu, il n'y a pas échauffement de l'échantillon dû au passage du courant à travers celui-ci. Pour des tensions supérieures à la tension de seuil, l'application de la tension s'effectuera de manière plus rapide (de l'ordre de 0.1s) de manière à éviter l'influence de l'échauffement de l'échantillon compte tenue des

valeurs de courants mis en jeux. En effet, au voisinage de la tension de seuil un courant de l'ordre du mA traverse l'échantillon et augmente très rapidement. Pour un échantillon possédant une tension de seuil élevée, la puissance crête ( $U_{\max} * I_{\max}$ ) vue par la varistance augmente donc considérablement. Ainsi, le temps de mesure doit donc être suffisamment important pour mesurer le courant de conduction et privilégier la précision. En revanche, pour des puissances supérieures à 10 Watts, il est nécessaire de réduire ce temps et privilégier la rapidité de la mesure afin d'éviter un échauffement trop conséquent sur l'échantillon.

D'après nos observations, nous avons fait le choix d'un temps de polarisation tel que défini dans le Tableau III-3 :

Température T (°C)	Tension V (V)			
	$0 < V < 0.2 * V_s$	$0.2 * V_s < V < 0.8 * V_s$	$0.8 * V_s < V_s$	$V > V_s$
$T \leq 100 \text{ °C}$	10 s	10 s	1 s	0.1 s
$T > 100 \text{ °C}$	1 s	1 s	0.1 s	0.1 s

Tableau III-3 : Choix du temps de polarisation en fonction de la tension et de la température

### **II-3) Dispositifs de caractérisation I(V), J(E) aux courants faibles (tension continue - bas niveau)**

La Figure III-14 présente le schéma du banc de mesure automatisé utilisé pour réaliser la caractérisation I(V) des échantillons.

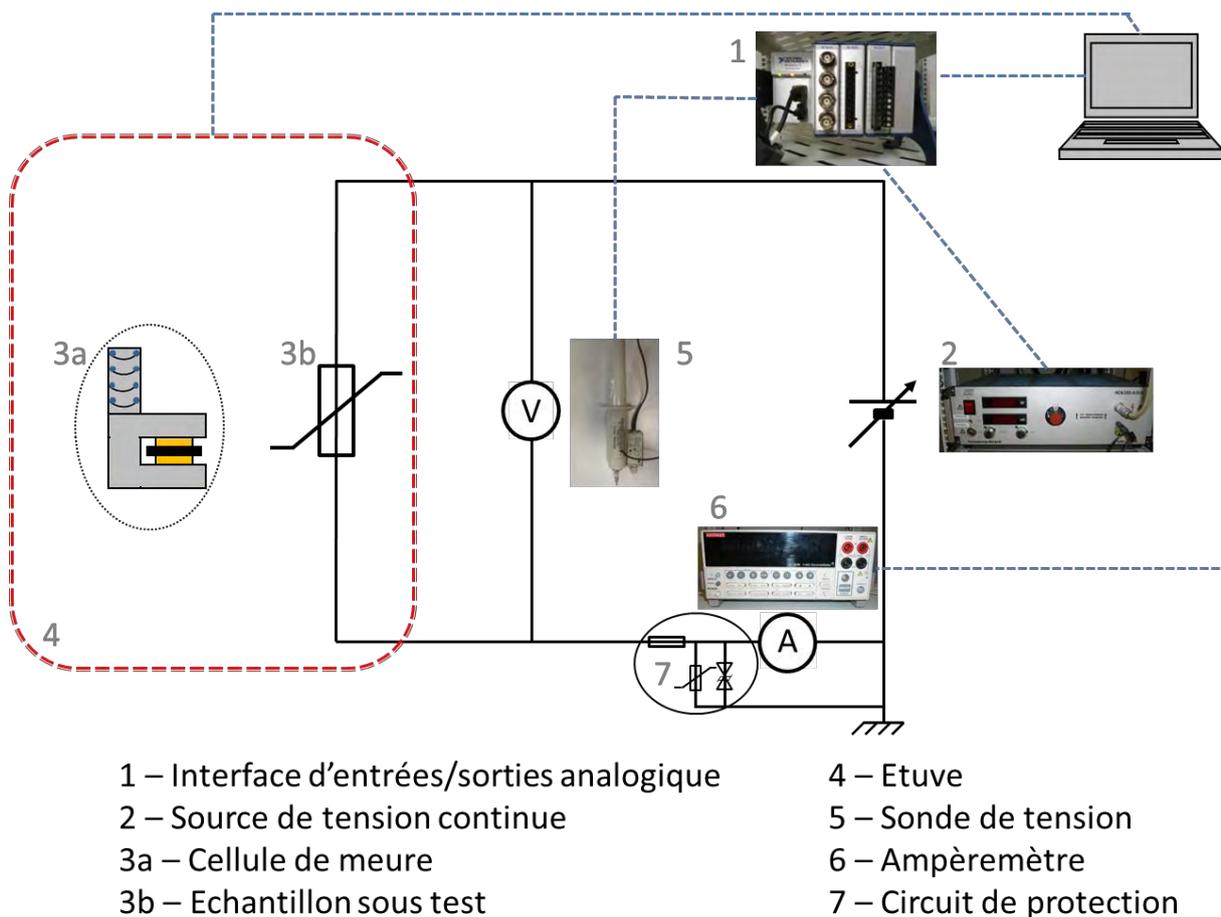


Figure III-14 : Dispositif expérimental pour la caractérisation DC « bas niveau »

L'interface de sorties analogique (1) permet de commander la source de tension de type FUG HCN 350-6500 par l'intermédiaire d'un signal analogique variant de -10 à +10V. La limite en courant de la source peut également être fixée. L'entrée analogique permet de récupérer la mesure de la tension aux bornes de l'échantillon (3) issue de la sonde haute-tension Tektronix P6015A (5). Si l'échantillon ne dispose pas de connectiques, celui-ci est placé dans une cellule de mesure (3a) après avoir été métallisé. L'enceinte (4) permet d'effectuer des mesures en température (-70 °C à +200 °C). Le temps de thermalisation de l'enceinte et du composant après différents essais est estimé entre 20 et 30 minutes. Le courant est mesuré à l'aide d'un ampèremètre de type KEITHLEY 2410 (6). Enfin, un circuit de protection (7) comprenant un fusible, une varistance, et une diode TVS permet de protéger l'ampèremètre.

Le procédé de caractérisation est le suivant : la tension appliquée à l'échantillon est incrémentée d'un pas  $\Delta V$  pendant un temps de durée  $t$ . Afin d'avoir accès à une valeur du coefficient de non-linéarité  $\alpha_1$  à partir de cette mesure sous tension continue « bas niveau », le courant mesuré doit atteindre la valeur de 10mA. Cependant, les mesures effectuées sur ce banc n'excéderont pas 10 mA. En effet, la puissance dissipée peut devenir importante et provoquer un échauffement de l'échantillon (Coefficient de Température de la Résistance < 0).

**Remarque :** Lorsque l'échantillon à caractériser ne nécessite pas une tension supérieure à 1100 V, seul l'appareil Keithley 2410 (Source Meter Unit) est utilisé en tant que source de tension et ampèremètre.

#### **II-4) Caractéristiques électriques I(V,T) sous tension continue aux courants faibles**

Les caractéristiques I(V,T) ont été mesurées sur une varistance commerciale de type EPCOS S20K230 dans une gamme de température de 10 à 80 °C préconisée par le fabricant (Figure III-15).

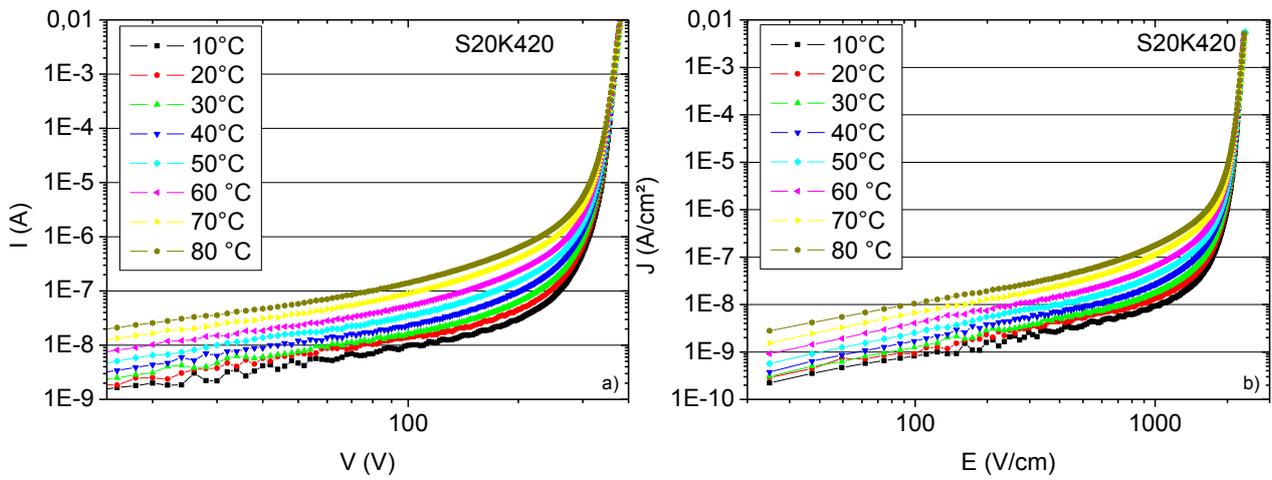


Figure III-15 : Caractéristiques I(V,T) (a) et J(E,T) (b) de la varistance S20K230

Un programme réalisé sous le logiciel Matlab permet dans un premier temps d'obtenir l'évolution de la tension/champ de seuil ( $V_s/E_s$ ), du courant/densité de courant de fuite ( $I_f/J_f$ ), et coefficient de non-linéarité ( $\alpha_{1-10mA}$ ) en fonction de la température (Figure III-16). Dans un deuxième temps, les évolutions de la hauteur de barrière en fonction du champ sont évaluées.

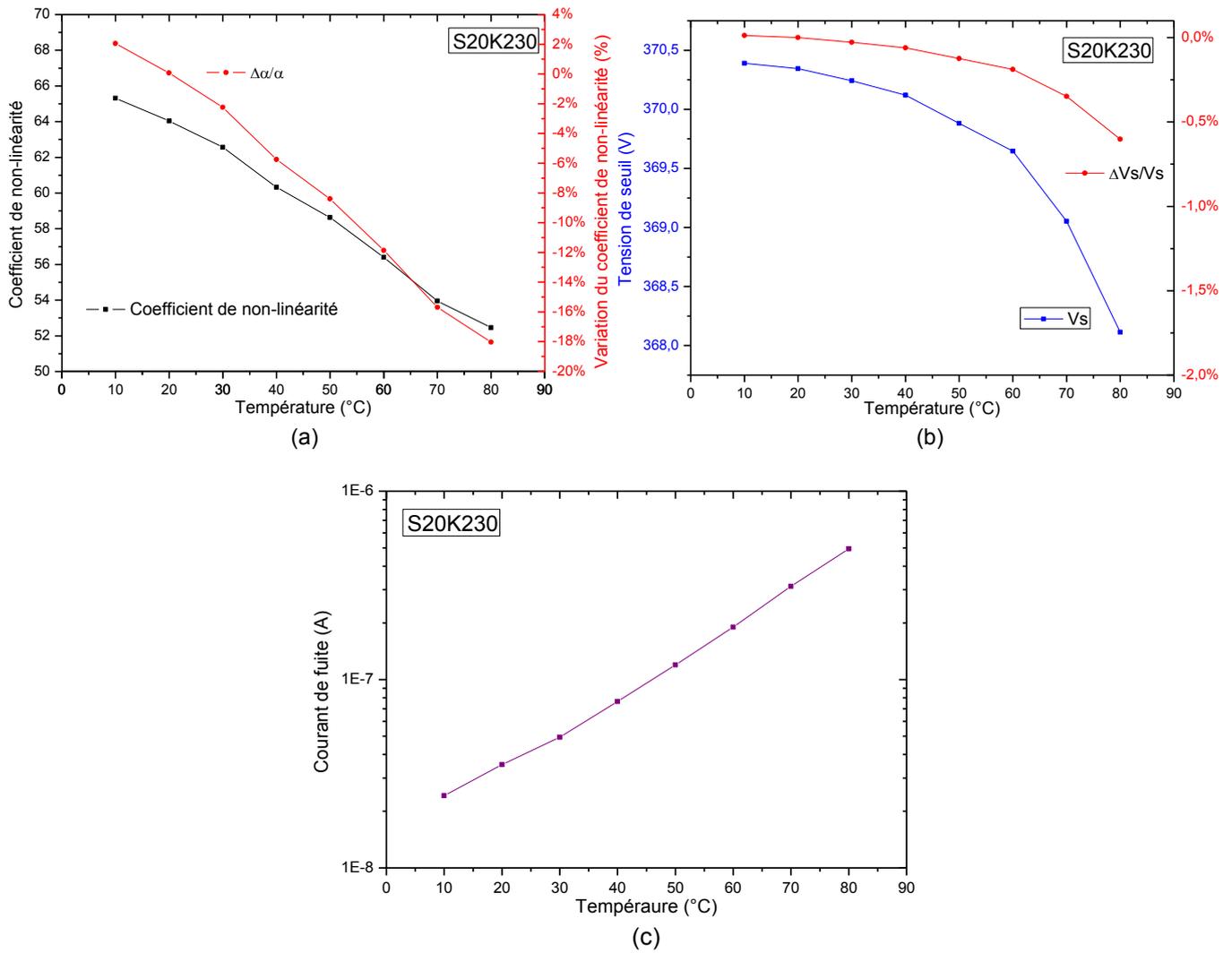


Figure III-16 : Paramètres électriques sous tension continue en fonction de la température de la varistance S20K230. (a) : Coefficient de non-linéarité, (b) : Tension de seuil, (c) : courant de fuite.

Les pourcentages de variation du coefficient de non-linéarité ( $\Delta\alpha/\alpha$ ) et de la tension de seuil ( $\Delta V_s/V_s$ ) sont calculés à partir de leurs valeurs à température ambiante. La valeur du coefficient de non-linéarité  $\alpha$  bien que très élevé (64 à 25 °C), diminue de 18 % à une température de 80 °C. La valeur du courant de fuite  $I_f$  ( $V_s[J=1A/cm^2]/2$ ) quant à elle augmente de plus d'une décade entre 10 °C et 80 °C. En revanche, la tension de seuil reste relativement stable dans cette gamme de température puisqu'une diminution de seulement 0,6 % de sa valeur à température ambiante est observée à 80 °C.

### III ) CARACTERISTIQUE I(V), J(E) AUX COURANTS FORTS

#### III-1) Dispositifs de caractérisation aux courants forts

Si la caractéristique I(V) doit être relevée pour des valeurs de courant plus importantes, nous sommes contraints d'utiliser un générateur d'impulsions. Le générateur principalement utilisé est de type MIG0624T-K12 du fabricant EMC Partner (Figure III-17). Il présente l'avantage de délivrer plusieurs ondes de courants normalisées (8/20  $\mu$ s, 10/350  $\mu$ s, 10/1000  $\mu$ s, 100/1000  $\mu$ s).



*Figure III-17 : Générateur d'ondes de chocs normalisées MIG0624TK-12*

Afin d'utiliser les mêmes critères que ceux utilisés par les fabricants de varistances nous utilisons principalement la forme d'onde 8/20  $\mu$ s pouvant délivrer un courant de charge crête de 24 kA (2\*12kA). Les allures du courant et de la tension sont enregistrées par ordinateur via un oscilloscope. Les relevés de la tension et du courant maximaux permettent le tracé progressif de la caractéristique I(V). Le logiciel réalisé sous Labview permet en plus du transfert des données d'effectuer les opérations suivantes (Figure III-18 et Figure III-19):

- Corriger l'offset et le gain des voies
- Réaliser un filtrage par moyenne glissante
- Enregistrer les points expérimentaux
- Visualiser la puissance instantanée
- Calculer l'énergie dissipée
- Calculer l'intégrale d'action  $\int i^2(t). dt$

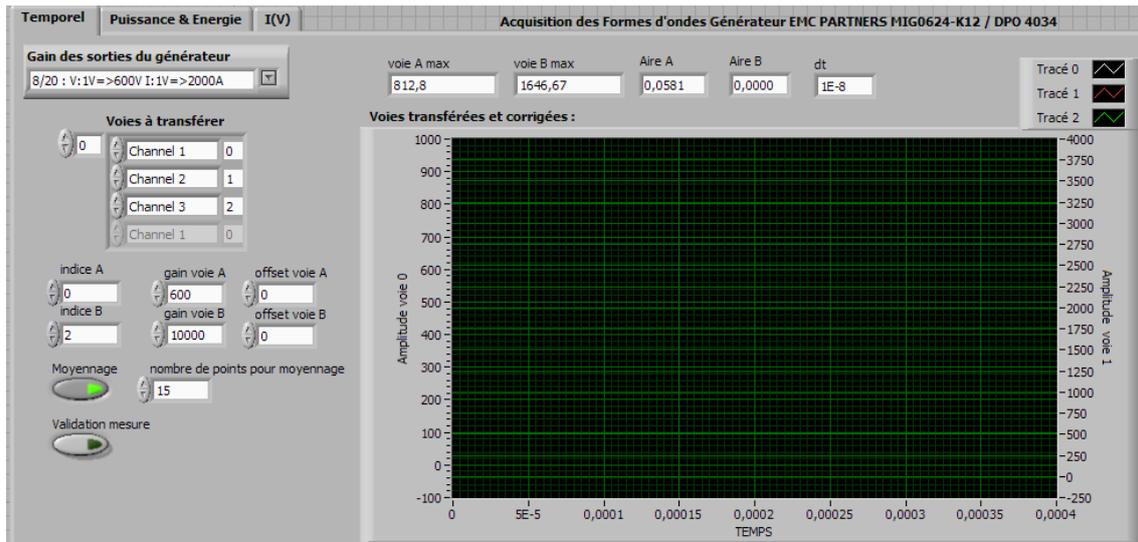


Figure III-18 : Interface réalisée sous Labview pour le transfert des données

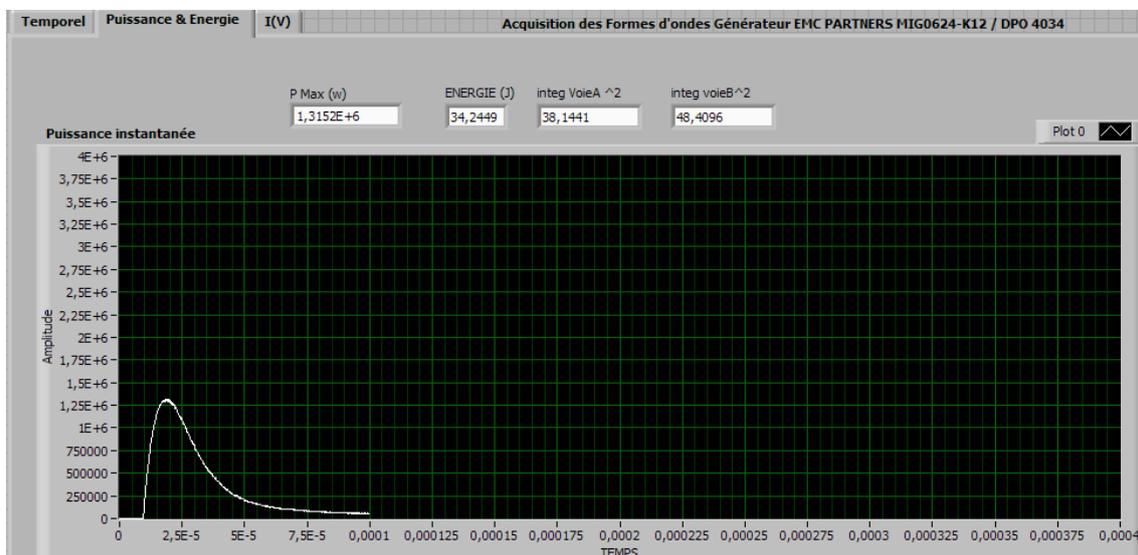


Figure III-19 : Interface Labview pour les calculs associés

Remarque : Pour certains points intermédiaires, nous avons utilisé un générateur de type VELONEX modèle 360 qui fournit des impulsions rectangulaires réglables en durée et en amplitude jusqu'à 2500V-13A

### III-2) Comparatif des caractéristiques expérimentales et données constructeur

L'objectif de cette partie est de comparer la caractéristique établie par le fabricant avec celle obtenue par nos méthodes de caractérisation. Deux parties nous intéressent particulièrement dans la caractéristique I(V) : la caractéristique bas niveau ( $I \leq 10\text{mA}$ ) et la zone de saturation afin d'établir le courant maximal supporté par le composant. Entre ces deux zones, nous extrapolerons la caractéristique à partir de la valeur du coefficient de non-linéarité. Les caractéristiques I(V) complète du fabricant et celle mesurée par notre méthode

de caractérisation à température ambiante sont présentées dans la Figure III-20. La bande de tolérance de 10% est représentée en pointillée.

Peu de fabricants précisent la caractéristique des varistances pour des courants inférieurs à  $10^{-5}$  A. Notre protocole de caractérisation se situe bien dans la bande tolérance définie par le fabricant. De plus, on remarque pour cet échantillon que la valeur maximale du courant est légèrement sur-estimée par le fabricant mais reste cependant dans la bande de tolérance. En dessous de la tension de seuil et dans la zone de coude on peut observer un écart. N'ayant pas de précision quant à l'obtention de la caractéristique constructeur nous supposons que celui-ci ne tient pas compte du temps de polarisation et par conséquent préfère sur-estimer le courant de conduction (pire cas).

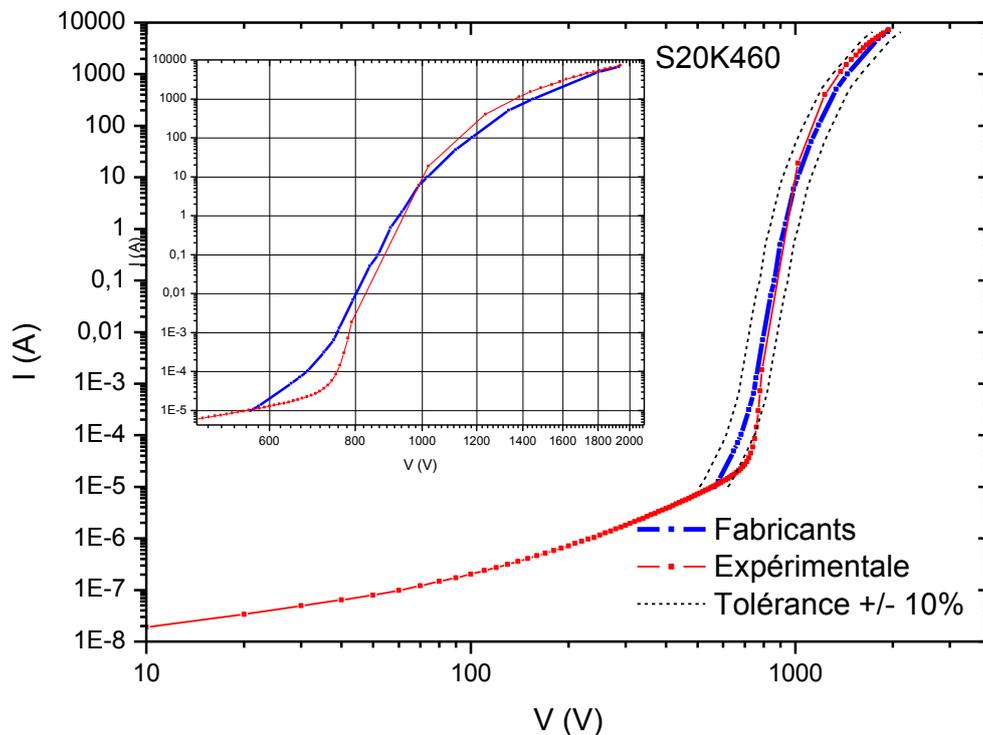


Figure III-20 : Comparaison des caractéristiques I(V) constructeur et expérimentale pour une varistance commerciale (réf. S20K460)

Notre analyse comparative des caractéristiques I(V) fournies par les fabricants de varistances avec celles obtenues par la mise en œuvre d'un protocole expérimental rigoureux nous amène aux conclusions suivantes :

- Par soucis de gain de temps et pour préserver les varistances, les courants relevés aux temps courts (10s) sous la tension de seuil sont surestimés de 40% (à température ambiante) par rapport aux courants de conduction.
- Le courant mesuré dans les premières dixièmes de secondes est fortement dépendant du comportement dynamique du générateur de tension utilisée, ce qui est une source d'erreur difficilement quantifiable.

- Les mesures effectuées au-dessus de la tension de seuil sous courants impulsionnels normalisés sont quant à elles moins sujettes à controverses.

## IV ) MODELISATION

La modélisation du comportement électrique des varistances à base d'oxyde de zinc s'effectue principalement suivant deux voies. La première consiste à une modélisation comportementale de type circuit ou mathématique. La seconde voie est une modélisation physique fondée sur les diagrammes de bandes d'énergie comme évoquée dans le CHAPITRE II -IV ).

### IV-1) Modèles comportementaux

Les modèles comportementaux permettent de prédire le comportement d'une varistance indépendamment des considérations physiques. De nombreux modèles sont utilisés mais leurs domaines de validité dépendent généralement d'un mode de fonctionnement particulier : en continu, en alternatif, dans une bande de fréquences données, en régime d'impulsions, ...

Le modèle circuit le plus répandu est celui de la Figure III-21. Il présente l'avantage d'être relativement proche de la représentation physique de la varistance. Seule la résistance non linéaire traduisant la variation de la résistance en fonction de la tension est définie par une relation mathématique.

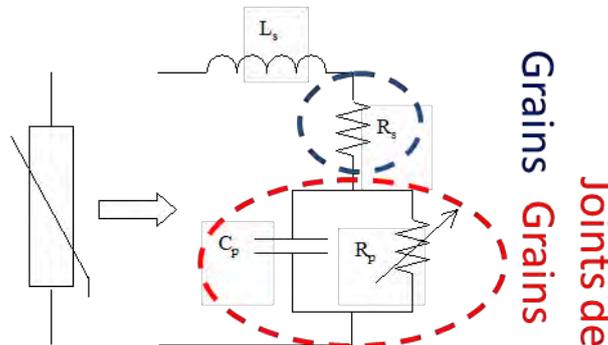


Figure III-21 : Symbole et modèle circuit d'une varistance

L'inductance série  $L_s$  traduit l'inductance des connexions de la varistance. La résistance  $R_s$ , représente la résistance des grains de ZnO, responsable de la saturation à fort courant. Le condensateur  $C_p$  rend compte de la capacité de l'ensemble des joints de grains, tandis que la résistance non linéaire représente la variation de la résistance en fonction de la tension.

La plupart des fabricants mettent à disposition ce type de modèle circuit avec les paramètres associés de la gamme de varistance (généralement il s'agit d'un modèle SPICE).

Le comportement non linéaire le plus courant de la résistance  $R_p$  a été développé par l'université de Graz [117]. Il est approché par la fonction mathématique suivante ( $I > 0$ ) :

$$\log V = b_1 + b_2 \log I + b_3 e^{-\log I} + b_4 e^{\log I} \quad (\text{Eq. III-10})$$

Les différents coefficients sont déterminés à partir des relevés expérimentaux de la caractéristique  $I(V)$  en utilisant un algorithme d'optimisation permettant d'adapter les coefficients de l'équation à la caractéristique expérimentale.

Intéressons-nous maintenant à la validité et précision de ce modèle en s'appuyant sur la caractéristique expérimentale.

A partir de l'équation (Eq. III-10), la fonction mathématique dont les paramètres doivent être optimisés est :

$$V = 10^{b_1 + b_2 \log I + b_3 e^{-\log I} + b_4 e^{\log I}} \quad (\text{Eq. III-11})$$

De cette manière, la caractéristique électrique d'une varistance est modélisée par 6 paramètres. Les 4 coefficients  $b_i$  permettent de caractériser la variation de la résistance en fonction de la tension,  $C_p$  et  $L_s$  fixent respectivement les valeurs de la capacité et l'inductance du composant.

Nous proposons dans un exemple de vérifier la validité d'un modèle fourni par un constructeur pour une varistance que nous avons caractérisée expérimentalement. La Figure III-22 fait apparaître la caractéristique expérimentale (noir) et la caractéristique donnée par le modèle du constructeur issue de la simulation (rouge). Le modèle du constructeur a tendance à majorer les courants faibles. En revanche, pour des courants très élevés le modèle s'avère beaucoup plus précis que pour la zone des courants faibles.

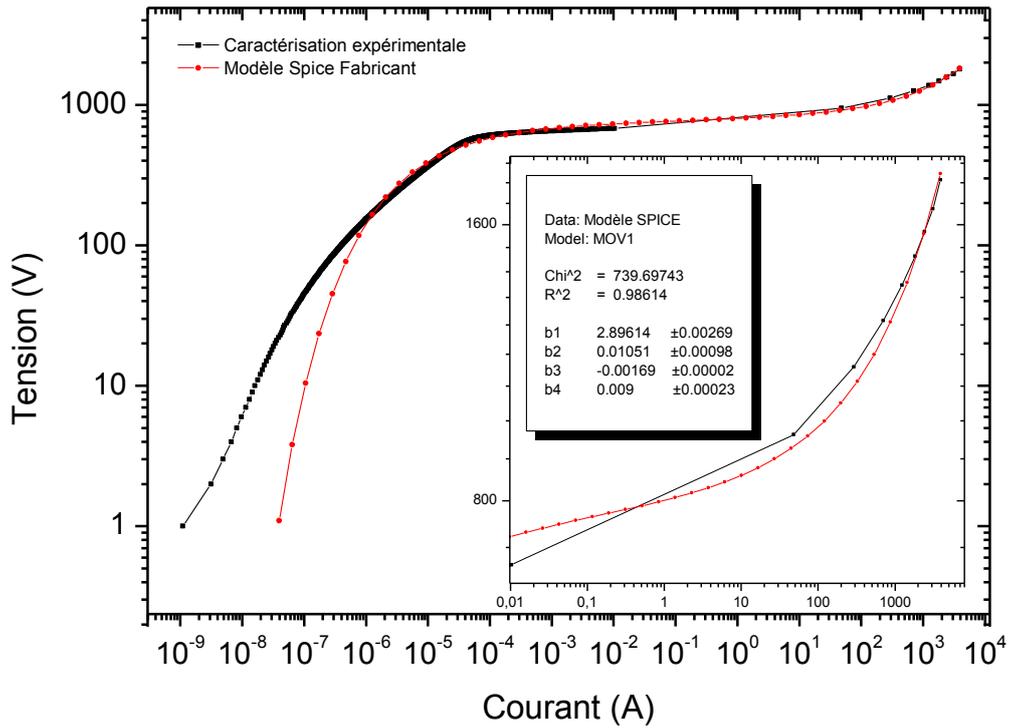


Figure III-22 : Caractérisation expérimentale et modèle Spice associé à une varistance commerciale – S20K420

On s'intéresse ici à la zone des courants élevés de manière à minimiser l'erreur entre le modèle Spice et la caractéristique réelle. La méthodologie consiste ensuite à réduire l'erreur de la fonction d'approximation (fonction objectif) dans la zone des courants élevés (Figure III-23).

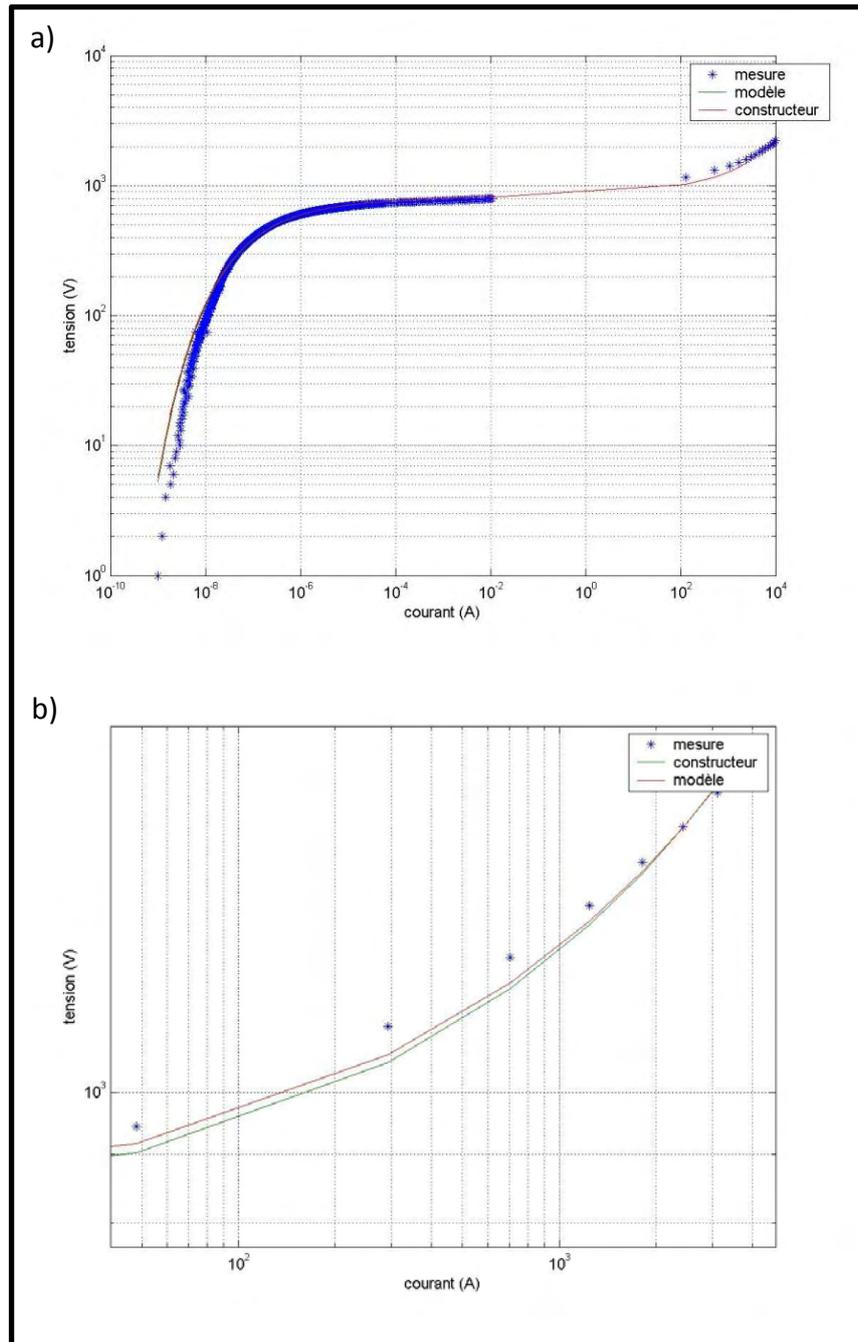


Figure III-23 : a) : Caractéristique  $V(I)$  mesuré, constructeur (modèle SPICE) et modèle proposé par fonction d'approximation ;  
 b) : »zoom« sur la zone des courants élevés

## IV-2) Modèles physiques : l'effet Schottky

Comme nous l'avons présenté dans le CHAPITRE II - IV ), depuis la découverte de la caractéristique non-linéaire des varistances à base d'oxyde de zinc, de nombreux chercheurs ont consacré leurs efforts à étudier les mécanismes de conceptions dans les joints de grains de ces matériaux. Ces mécanismes sont basés sur la conduction dans les diélectriques et la théorie des bandes d'énergie à l'interface électrode/diélectrique (conducteur/isolant). Dans le cas de varistances, l'analogie consiste à considérer l'interface grain/joints de grain.

L'effet Schottky, appelé également effet thermo-électronique, est le mécanisme le plus couramment utilisé dans la littérature pour expliquer l'effondrement des barrières de potentiel formées aux joints de grains et la dépendance du courant avec la température (CHAPITRE II - IV-1). Dans cette partie nous présentons succinctement ce mécanisme que nous utiliserons afin d'obtenir la variation de la hauteur de barrière avec le champ appliqué.

Pour pénétrer dans le volume d'un isolant, les porteurs de charges doivent être injectés à partir du niveau de Fermi  $W_F$  de l'électrode vers la bande de conduction de l'isolant ( $W > W_c$  ou dans des états localisés).

Un schéma idéalisé de l'interface grain/joints de grain basé sur le schéma de bande à l'interface électrode métallique/diélectrique est représenté sur la Figure III-24. Sans champ électrique appliqué, la hauteur de barrière est représentée par la grandeur  $\Phi_0$ . Cette hauteur de barrière dépend de l'énergie du niveau de Fermi du métal (ou grain) constituant l'électrode ou de la céramique conductrice.

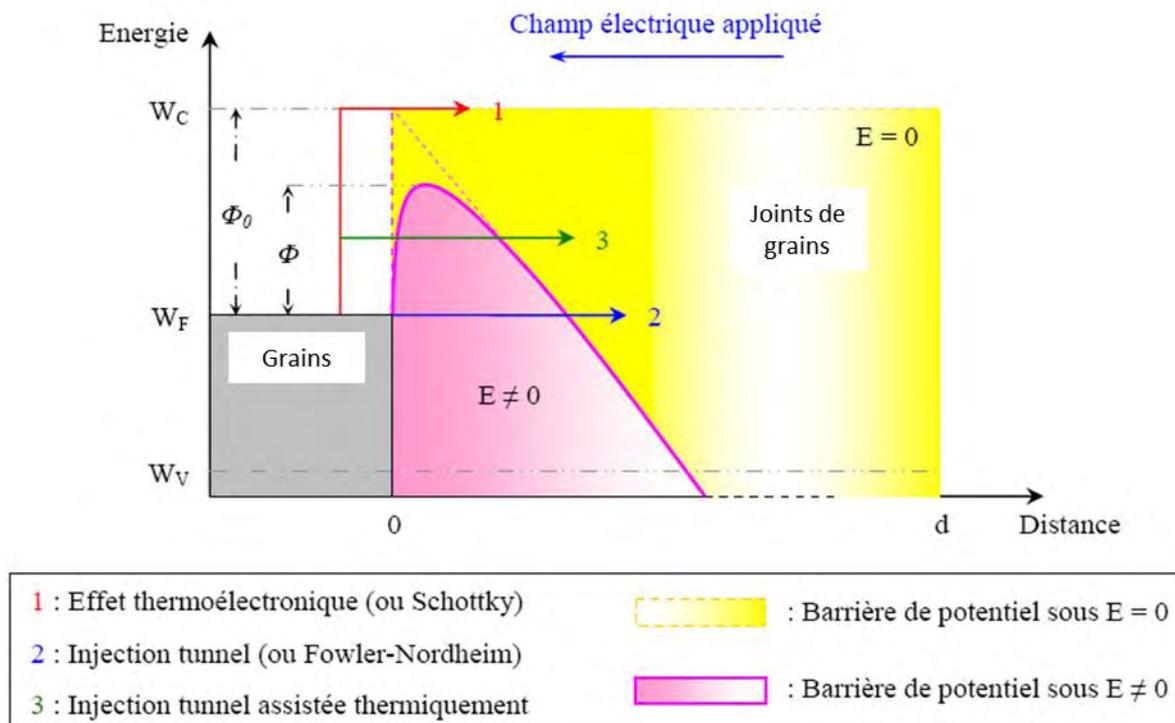


Figure III-24 : Diagramme des bandes énergétiques à l'interface grain-joint de grain (adapté de [118])

Lorsqu'un champ électrique est appliqué à l'isolant, une énergie supplémentaire est fournie aux charges injectées en plus de l'énergie thermique. Cet apport d'énergie conduit à un abaissement de la hauteur de barrière. Les charges possèdent alors essentiellement trois voies pour être injectées dans la bande de conduction de l'isolant :

- **Voie 1** : Passage au-dessus de la barrière : effet thermoélectronique ou effet Schottky
- **Voie 2** : Passage au travers de la barrière avec une énergie constante

- **Voie 3** : Passage au travers de la barrière après gain d'énergie (thermique par exemple).

L'effet Schottky concerne les porteurs qui, ayant acquis assez d'énergie sous l'action combinée du champ et de la température, peuvent passer au-dessus de la barrière de potentiel à l'interface. Ce type d'injection thermoionique, stimulée par le champ, dépend fortement de la température.

La hauteur de barrière  $\phi$  que doit franchir un porteur issu d'un grain est déterminée par trois facteurs :

- La hauteur de barrière, en l'absence de champ appliqué :  $\phi_0 = W_c - W_f$
- Le champ électrique extérieur, supposé uniforme dans l'isolant :  $F = V / e$
- L'énergie liée à la force image, un électron extrait d'un grain induit une charge  $+q$  à la surface du métal :  $F_i = q^2 / (16 \cdot \pi \cdot \epsilon_r \cdot \epsilon_0 \cdot x^2)$ .

L'application d'un champ électrique permet d'abaisser la hauteur de barrière et donc de favoriser ce type d'injection. La hauteur de barrière  $\phi$  (ou  $V_b(E)$ ) s'exprime alors par :

$$\phi = \phi_0 - \beta_S \sqrt{E} \quad (\text{Eq. III-12})$$

où  $\beta_S$  est la constante de Schottky donnée par :

$$\beta_S = \sqrt{\frac{q^3}{4\pi\epsilon_0\epsilon_r}} \quad (\text{Eq. III-13})$$

La densité du courant émise par un tel mécanisme s'exprime alors par :

$$J = AT^2 \exp \left[ - \frac{\phi_0 - \beta_S \sqrt{E}}{k_B T} \right] \quad (\text{Eq. III-14})$$

Où  $A = 120 \text{ A/cm}^2$  est la constante de Richardson-Dushman et  $k_B = 8,617 \cdot 10^{-5} \text{ eV/K}$  est la constante de Boltzmann.

La présence d'un tel mécanisme est représentée par une évolution linéaire sur un système d'axe  $\ln J f(\sqrt{E})$ . La pente de cette droite est alors  $\beta_S / k_B T$  (Figure III-25). L'extrapolation à champ nul donne accès à la hauteur de barrière  $\phi_0$  à l'interface électrode/isolant ou grain/joint de grain.

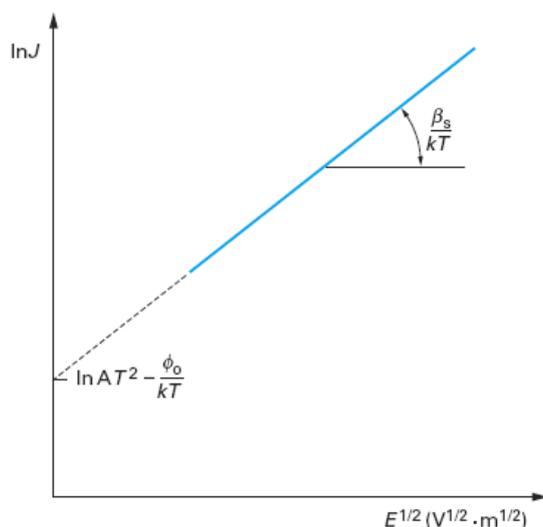


Figure III-25 : Représentation  $\ln J=f(E^{1/2})$  pour un mécanisme de type Schottky

L'Annexe D rappelle succinctement les différents modes de conduction identifiés dans les matériaux diélectriques. Nos résultats de mesures sont comparés aux différentes équations de chaque type de conduction. Dans le but de vérifier que le mécanisme prédominant à faible champ est bien un mécanisme de type Schottky, comme il est communément proposé, nous avons confronté nos résultats de mesures à ce type de conduction. Pour une étude approfondie, nous conseillons de se reporter aux références [119] [120] [121] qui traitent plus amplement de ce sujet.

La Figure III-26 montre les droites obtenues pour une représentation en  $\ln J=f(E^{1/2})$  conformément aux équations correspondantes aux effets Schottky (Eq. III-14) et Poole-Frenkel.

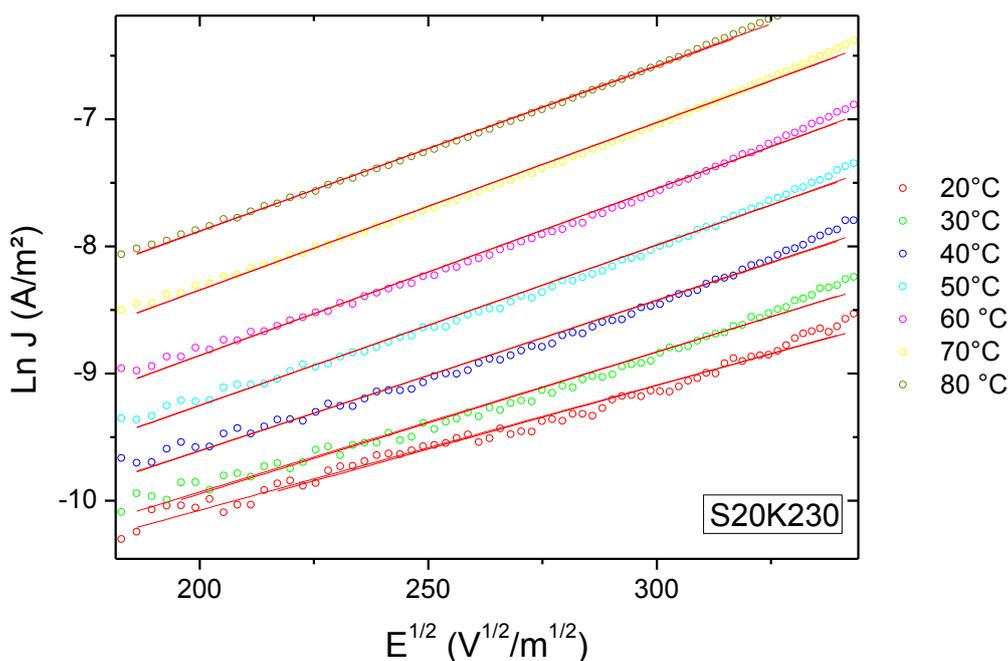


Figure III-26 : Représentation  $\ln J (E^{1/2})$  à différentes températures – S20K230

Les deux types de conduction (Schottky et Poole-Frenkel) peuvent être tous les deux thermiquement activés. En revanche, le mécanisme de type Schottky est beaucoup plus sensible à la température (d'un facteur  $T^2$ ). Si la conduction est contrôlée par les interfaces, (dans notre cas il s'agit des interfaces grains/joints de grain), le tracé de  $\ln(J/T^2) = f(1/T)$  devrait donner une droite. La représentation de la Figure III-27 laisse apparaître une droite dans ce système d'axe, ce qui semble appuyer l'hypothèse d'une conduction de type Schottky.

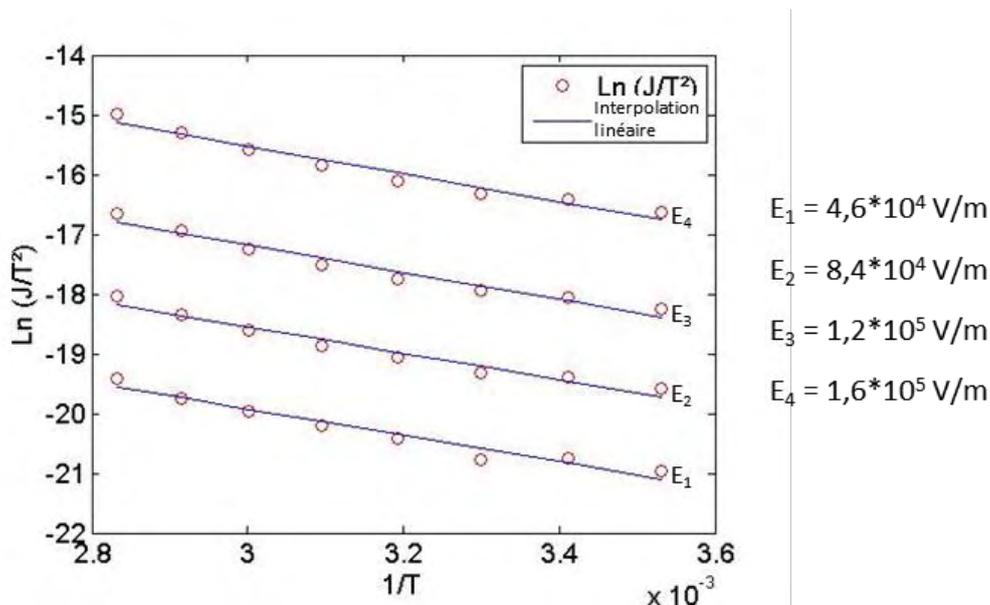


Figure III-27 : Représentation  $\ln J/T^2 = f(1/T)$  -S20K230

Néanmoins un autre moyen permettant de vérifier si la conduction est bien contrôlée par un mécanisme de type Schottky consiste à calculer la permittivité relative du matériau à partir du coefficient  $\beta_S$ . A partir des droites présentées dans la Figure III-26 on peut extraire les pentes qui ont pour valeurs  $\frac{\beta_S}{k_B T}$  et obtenir la permittivité à partir de la relation  $\beta_S = \left(\frac{q^3}{4\pi\epsilon_0\epsilon_r}\right)^{1/2}$ . Cependant la valeur de la permittivité calculée est  $\ll 1$  ce qui n'est physiquement pas conforme. Dans le cas de varistances, les interfaces à considérer sont les interfaces grains/joints de grains alors que nous étudions le composant dans son ensemble. Par conséquent le nombre d'interface à considérer est difficilement quantifiable, et nous utilisons les dimensions réelles de notre échantillon (épaisseur, surface de métallisation). Pour un mécanisme de type Schottky, la valeur de l'épaisseur à prendre en compte est l'épaisseur effective associée à la zone de déplétion qui se forme aux interfaces de contact des grains/joint de grains et non l'épaisseur totale.

Une autre manière de vérifier le mécanisme de type Schottky est de changer la nature des interfaces, ce qui provoquera une variation de  $\phi_0$ . Intervenant dans l'exponentielle, un changement dans la nature de l'interface peut entraîner des variations importantes de la densité de courant traversant l'échantillon.

En frittant des échantillons par deux procédés différents, nous pouvons considérer que la nature des interfaces grains/joint de grains est différente et observer dans ce cas une variation de  $\phi_0$ , conduisant à une variation du courant de fuite. La Figure III-28 représente la densité de courant en fonction du champ à température ambiante pour des échantillons frittés par méthode conventionnelle et par SPS possédant des tailles de grains très proches. Elle montre bien une différence ( $> 1$  décade à 1kV/cm) entre les deux varistances, ce qui constitue également un argument pour ne pas rejeter le modèle de conduction de type Schottky.

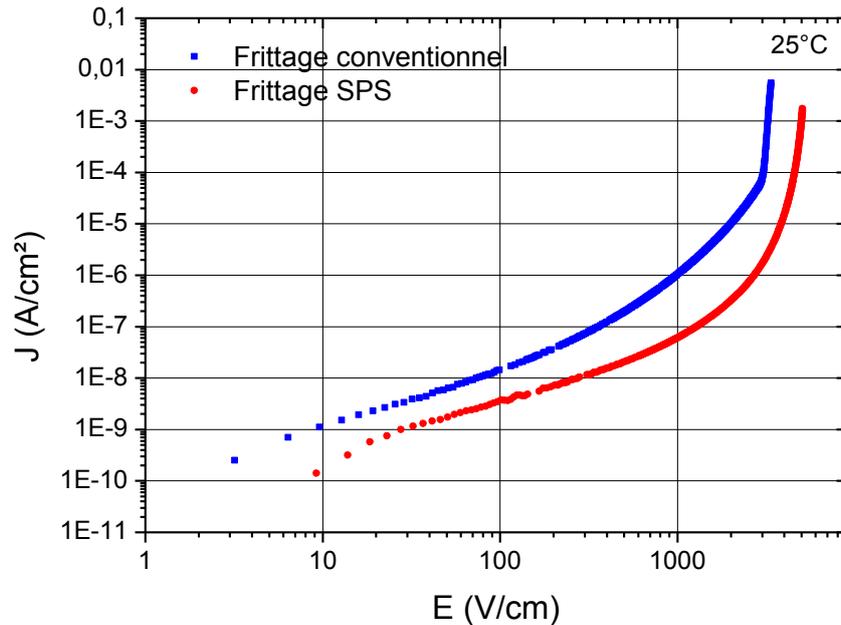


Figure III-28 : Caractéristique  $J(E)$  de varistances frittées par méthode conventionnelle et SPS

La représentation dans un système d'axes  $\left[ \ln \frac{J}{A.T^2}, f(\sqrt{E}) \right]$  permet d'obtenir la valeur de  $\phi_0$  à partir de la détermination de l'ordonnée à l'origine à différentes températures (Figure III-29).

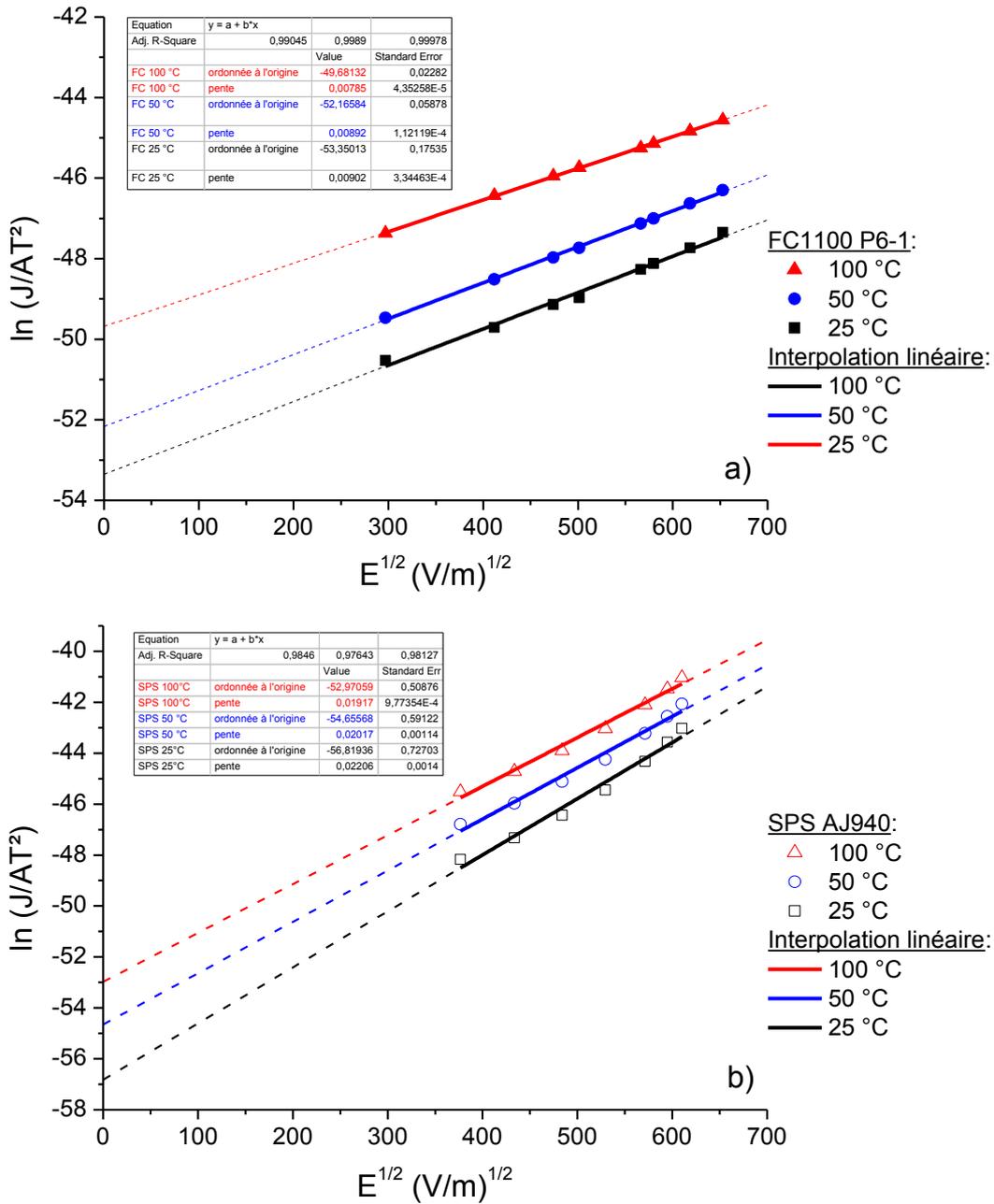


Figure III-29 : Représentation  $\ln \frac{J}{A.T^2} = f(\sqrt{E})$  en vue de la détermination de  $\phi_0$  (a : frittage conventionnel ; b : frittage SPS)

Les hauteurs de barrière à champ nul, extrapolées pour une varistance frittée par méthode conventionnelle et SPS, sont données dans le Tableau III-4.

Il est possible de retrouver la valeur de l'ordonnée à l'origine ( $\ln \frac{J}{A.T^2} = -\frac{\phi_0}{kT}$ ) à partir de la valeur de  $\phi_0$ , cette dernière étant supposée constante. L'ordonnée à l'origine estimée est déduite à partir de la hauteur de barrière calculée à 50 °C pour les deux échantillons (1,45 eV pour l'échantillon fritté conventionnellement et 1,52 eV pour l'échantillon fritté par SPS), puis calculée pour 25 et 100 °C.

	Température (°C)	Ordonnée à l'origine mesurée $-\Phi_0/kT$	Ordonnée à l'origine estimée $-\Phi_0/kT$
<b>Frittage conventionnel</b>	25	-53,3	-56,5
	50	-52,1	-52,1
	100	-49,6	-45,1
<b>Frittage SPS</b>	25	-56,8	-59,2
	50	-54,6	-54,6
	100	-52,9	-47,3

Tableau III-4 : Hauteur de barrière  $\Phi_0$  et pente à 25 °C

L'évolution en fonction de la température des valeurs estimées à partir de la mesure à 50 °C est en bon accord avec l'expérience. Ceci permet à nouveau d'appuyer l'hypothèse d'un mécanisme de conduction de type Schottky.

Cependant, ce type de tracé est effectué en considérant que la constante de Richardson  $A$  est indépendante du champ et de la température conformément au mécanisme de conduction de type Schottky. Or, d'après la littérature (CHAPITRE II - IV-1) les valeurs de  $\phi_0$  extrapolées à partir de la Figure III-29 paraissent élevées. En utilisant un système d'axes en  $\ln (J/T^2) f(1/T)$  il est possible, à partir de l'ordonnée à l'origine, de déterminer la variation de la constante de Richardson en fonction du champ. L'ordonnée à l'origine dans un tel système d'axes est alors donnée par  $\ln A$ .

La Figure III-30 montre clairement la dépendance de la constante de Richardson avec le champ appliqué.

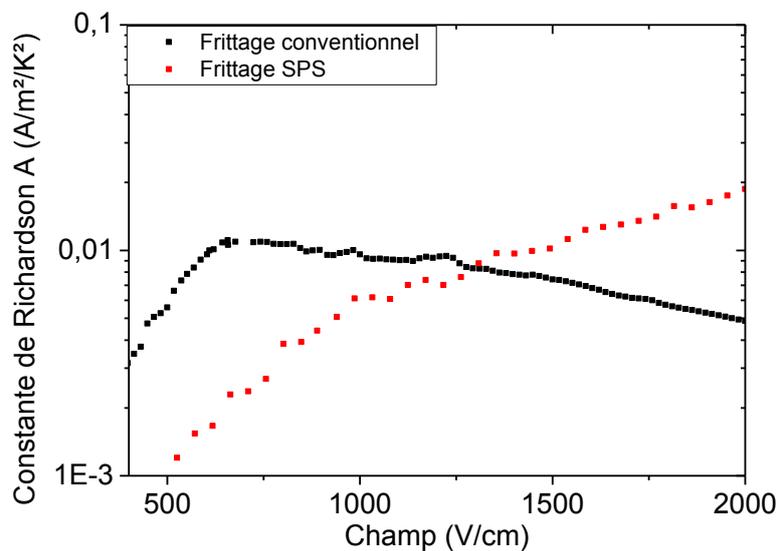


Figure III-30 : Variation de la constante de Richardson en fonction du champ électrique

Ce chapitre met en évidence le fait que, malgré les nombreuses publications et les différents travaux portant sur les varistances à base de ZnO, aucun protocole de caractérisation n'est établi de manière précise. Pourtant, à partir de quelques mesures effectuées sur des varistances commerciales, nous avons quantifié les erreurs d'appréciations du courant de conduction. Ceci nous a permis d'établir un protocole de caractérisation plus proche des conditions réelles de fonctionnement des varistances permettant un meilleur dimensionnement, notamment d'un point de vue thermique.

Nous avons ensuite exploité les résultats expérimentaux de conduction en vue d'une modélisation. L'analyse de ces résultats nous a amené à conclure que le modèle de Schottky, classiquement proposé, ne pouvait être écarté. Ces analyses ne constituent en rien une véritable validation du modèle de Schottky, ce qui nécessiterait de nombreuses investigations complémentaires, mais viennent appuyer son emploi pour la modélisation des varistances.

**CHAPITRE IV :**  
**PROPRIETES ELECTRIQUES DES**  
**VARISTANCES A BASE DE  $Z_{N}O$  ELABOREES**  
**PAR SPARK PLASMA SINTERING (SPS)**



## Préambule

Ce chapitre sera consacré à l'étude des propriétés électriques des varistances à base de ZnO élaborées par SPS. Pour étudier ces varistances frittées par ce nouveau procédé, il est impératif de pouvoir avoir des éléments de comparaison judicieux. C'est pourquoi des varistances frittées de manière conventionnelle et par SPS à partir de la même poudre de base ont été élaborées. La première étape consiste à obtenir des échantillons dont l'analyse par diffraction des rayons X (DRX) présente les mêmes phases après frittage, ce qui fait l'objet de notre première partie. Dans notre cas, nous verrons qu'un recuit s'avère nécessaire afin de réoxyder le bismuth qui est présent sous forme métallique à l'issue du frittage SPS.

L'objet de notre deuxième partie portera sur la comparaison des propriétés structurales et électriques d'échantillons possédant sensiblement la même taille de grains et frittés par méthode conventionnelle et SPS.

Les mesures effectuées sous impulsions de courant et les disparités observées dans les résultats nous amèneront à nous interroger sur l'influence du matériau d'encapsulation. De plus, nous verrons que le critère de comparaison, consistant à comparer des échantillons de dimensions géométriques différentes par une normalisation en  $J(E)$ , doit être soumis à quelques critiques.

Enfin, la dernière partie de ce chapitre sera consacrée à l'étude de l'influence de la taille des grains de ZnO sur les paramètres maximaux du composant tels que le courant maximum et l'énergie maximale admissible.



## I ) ELABORATION DES VARISTANCES ET MESURES PRELIMINAIRES

L'élaboration des varistances a consisté à la mise en forme d'une poudre commerciale fournie par la société TRIDELTA PARAFODRES S.A., partenaire du projet PREFACE. La mise en forme du matériau est effectuée au Centre Inter universitaire de Recherche et d'Ingénierie des MATériaux (CIRIMAT). Dans ce qui suit les mesures de densification, de diffraction des rayons X (Annexe E) sont réalisées par le CIRIMAT. Des varistances sont frittées par une méthode conventionnelle et par Spark Plasma Sintering (ou frittage flash) en vue d'effectuer une comparaison entre ces deux procédés de frittage à partir d'une même poudre. Cette poudre, dont la formulation est optimisée, est utilisée pour la réalisation de parafoudres utilisés dans la protection des réseaux électriques de distribution moyenne et haute tension.

### I-1) Poudre de base et mise en forme

#### I-1-1) Poudre initiale

La poudre commerciale est composée d'oxyde de zinc et de divers dopants dont le pourcentage en masse des éléments principaux est donné Tableau IV-1.

Eléments	ZnO	Sb <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Bi <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	NiO	Mn <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
% massique	91.6	3.1	1.9	1.8	1.2	0.4

Tableau IV-1 : Formulation de la poudre de base

La diffraction des rayons X (DRX) de la poudre (Figure IV-1) met en évidence l'oxyde de zinc et les dopants à l'exception du Mn<sub>2</sub>O<sub>3</sub> qui n'est pas observable car sa quantité est inférieure à la limite de détection de l'appareil (inférieure à 1 % en masse).

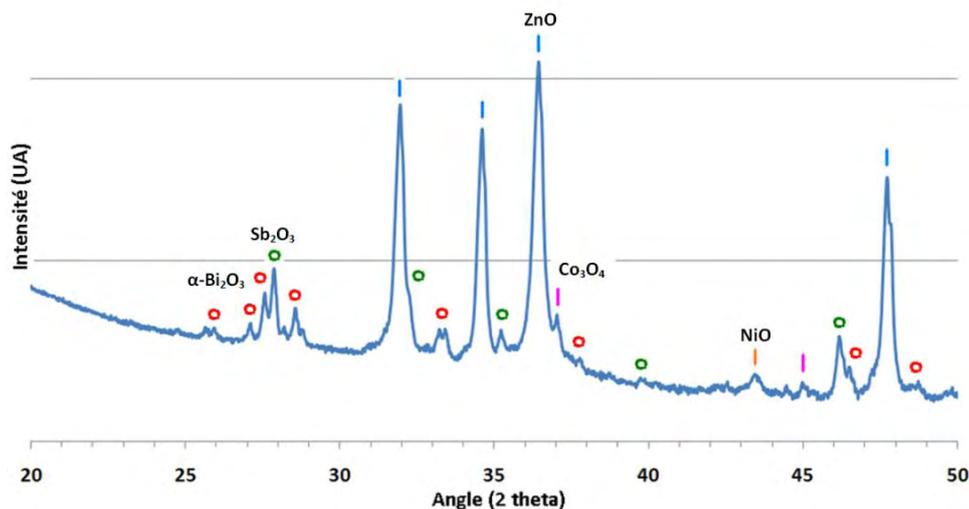
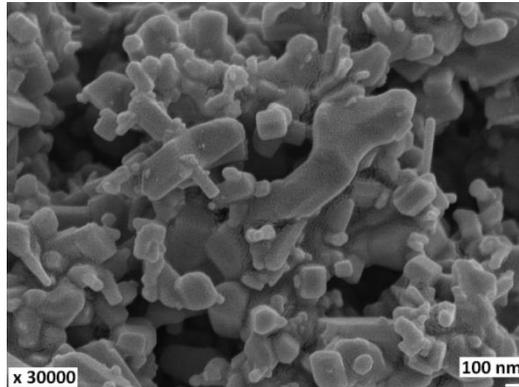


Figure IV-1 : Diffractogramme des rayons X (échelle log) de la poudre initiale

La micrographie de la poudre initiale met en évidence une granulométrie inhomogène. La dispersion de la taille des grains qui varie de 0.3 à 1 µm est liée au mélange des différents composés.



*Figure IV-2 : Micrographie de la poudre initiale fournie par TRIDELTA S.A.*

### **I-1-2) Caractéristique structural du composant commercial issu de la poudre de base**

Le composant commercial TRIDELTA PARAFODRES S.A (diamètre : 30 mm, épaisseur : 6 mm) est fritté suivant une méthode propre à l'entreprise (1150 °C pendant 2 heures) dont la poudre initiale correspond à celle présentée dans le paragraphe précédent (Figure IV-3).



*Figure IV-3 : Composant fritté par TRIDELTA PARAFODRES S.A.*

L'analyse par diffraction des rayons X (DRX) effectuée à la surface de la céramique met en évidence l'existence de 3 phases : une phase majoritaire ZnO, une phase  $\gamma$ -Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et une phase Zn<sub>7</sub>Sb<sub>2</sub>O<sub>12</sub> (Figure IV-4).

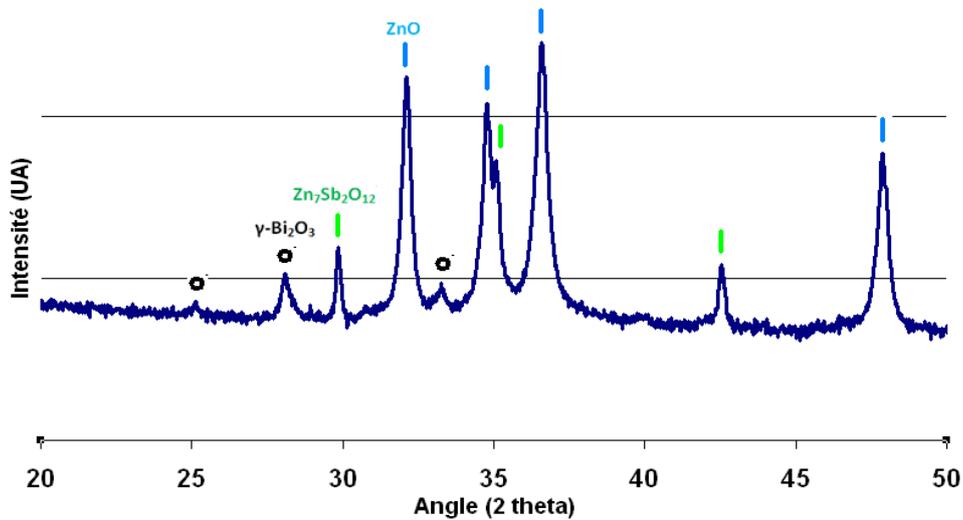


Figure IV-4 : Diffractogramme des rayons X (échelle log) de la varistance frittée suivant le cycle de la société TRIDELTA PARAFODRE S.A

L’observation par image MEB (Microscopie Electronique à Balayage) d’une fracture de la varistance (Figure IV-5) met en évidence les 3 phases composées des grains principaux, des grains de taille plus petite (grains de phase secondaire) et une phase localisée aux joints de grains (en blanc). La taille des grains principaux est comprise entre 10 et 20  $\mu\text{m}$ , celle des grains plus petit est comprise entre 1 et 3  $\mu\text{m}$ . On notera la présence d’une légère porosité fermée. La densité relative (mesurée par poussée d’Archimède) est de 98 %.

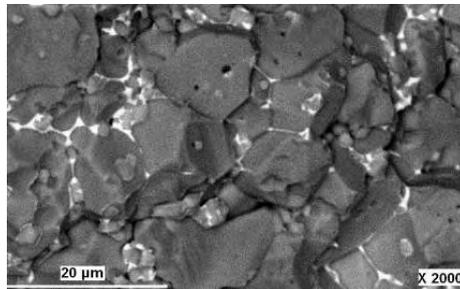


Figure IV-5 : Image MEB d’une fracture de la varistance frittée suivant le cycle de la société TRIDELTA PARAFODRES S.A.

L’analyse de l’échantillon par dispersion d’énergie (EDS) montre une forte présence de l’élément Zinc dans les grains principaux, une forte présence des éléments Zinc et Antimoine dans les grains plus petits ainsi qu’une forte présence de l’élément Bismuth aux joints de grains (Figure IV-6).

En corrélation avec l’analyse par diffraction des rayons X, les grains principaux correspondent donc à la phase ZnO, les grains plus petits (grains de phase secondaire) correspondent à la phase  $\text{Zn}_7\text{Sb}_2\text{O}_{12}$  et la phase localisée aux joints de grains correspond à  $\gamma\text{-Bi}_2\text{O}_3$ .

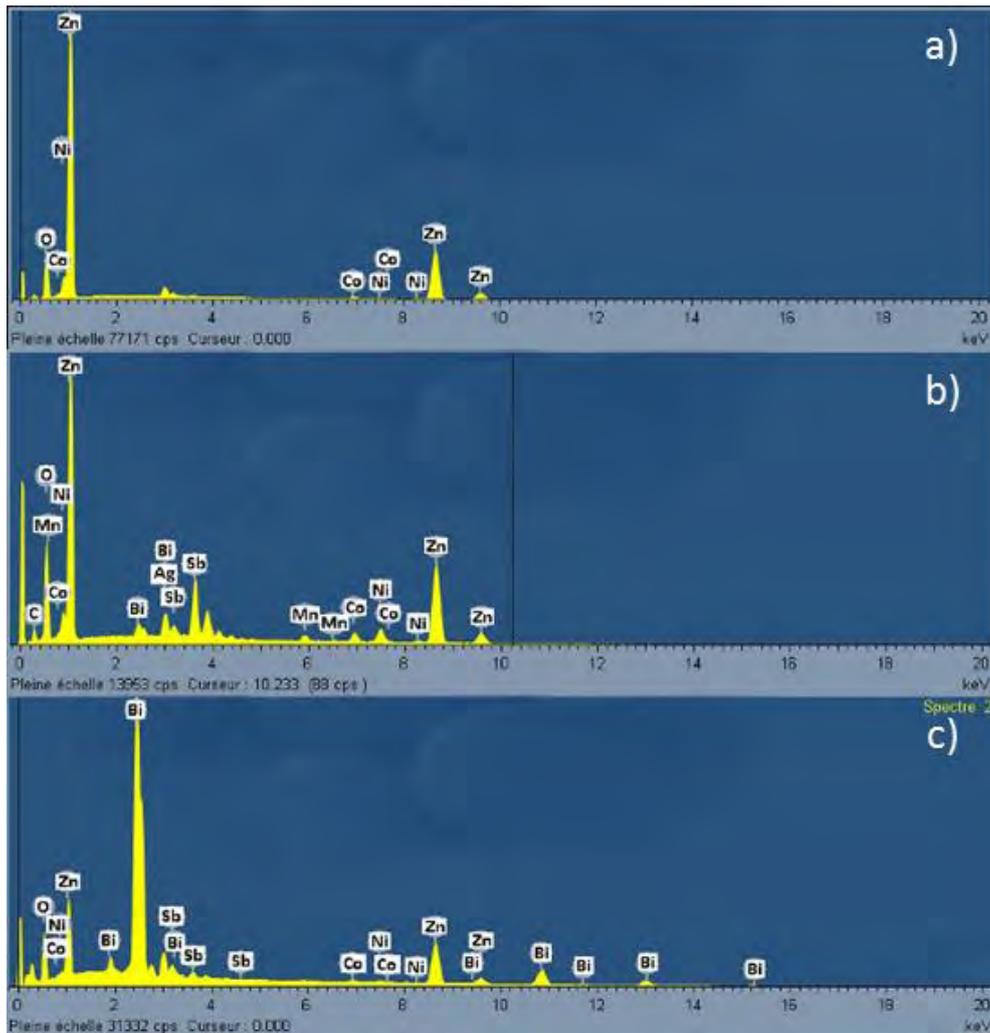


Figure IV-6 : Analyse EDS de la varistance frittée par la société TRIDELTA PARAFODRES S.A.  
(a) : Grain principal, (b) : Petit grain, (c) : joint de grain

### I-1-3) Elaboration par frittage conventionnel

Afin de pouvoir comparer les propriétés de varistances frittées par Spark Plasma Sintering, le cycle de frittage par voie conventionnelle a été optimisé. Les céramiques réalisées servent ainsi de références.

Les crus sont préparés à l'aide d'un liant organique, le Rhodoviol, dont le rôle est d'apporter une tenue mécanique aux pastilles lors de leur manipulation. La pâte ainsi obtenue est séchée à l'étuve à 80 °C. Le mélange obtenu (poudre + liant) est compacté à température ambiante sous une pression uniaxiale de 280 MPa dans une matrice en acier. Les crus obtenus sont ensuite frittés sous air statique dans un four à moufle. Les cycles de frittage conventionnel réalisés contiennent tous un palier de 2 heures à 450 °C permettant l'élimination du liant organique.

Des travaux antérieurs [122] ont montré l'intérêt de recouvrir les pastilles d'un lit de poudre initiale afin de limiter la vaporisation de  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ . Dans un premier temps, c'est donc en vérifiant cet aspect que les paramètres du frittage conventionnel ont été optimisés

(température, temps de palier). En effet, différents cycles de frittage (Figure IV-7) ont montré que même en présence d'un lit de poudre, la phase  $\text{Bi}_2\text{O}_3$  était absente ou en quantité trop faible. C'est donc en se basant sur deux critères principaux que l'influence de la température de frittage et du temps de palier ont été étudiés :

- Une densification maximale
- Une composition de varistance frittée à partir de la poudre de base par le procédé industriel correspondant à  $\text{ZnO} + \text{Zn}_7\text{Sb}_2\text{O}_{12} + \gamma\text{-Bi}_2\text{O}_3$ .

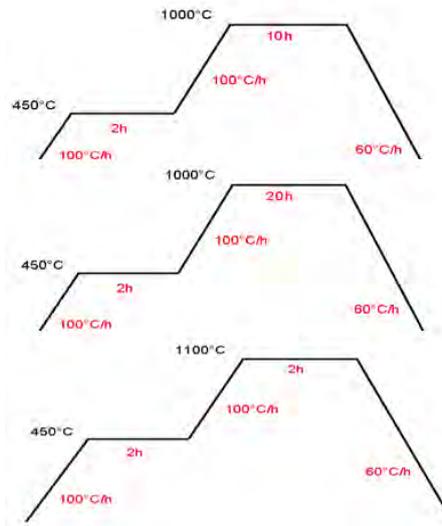


Figure IV-7 : Exemple de cycles de frittage conventionnels réalisés

Les diffractogrammes de pastilles frittés à des températures allant de 900 à 1100 °C, sans palier, avec une vitesse de montée en température de 100 °C/h ainsi que les taux de densification associés sont donnés dans la Figure IV-8.

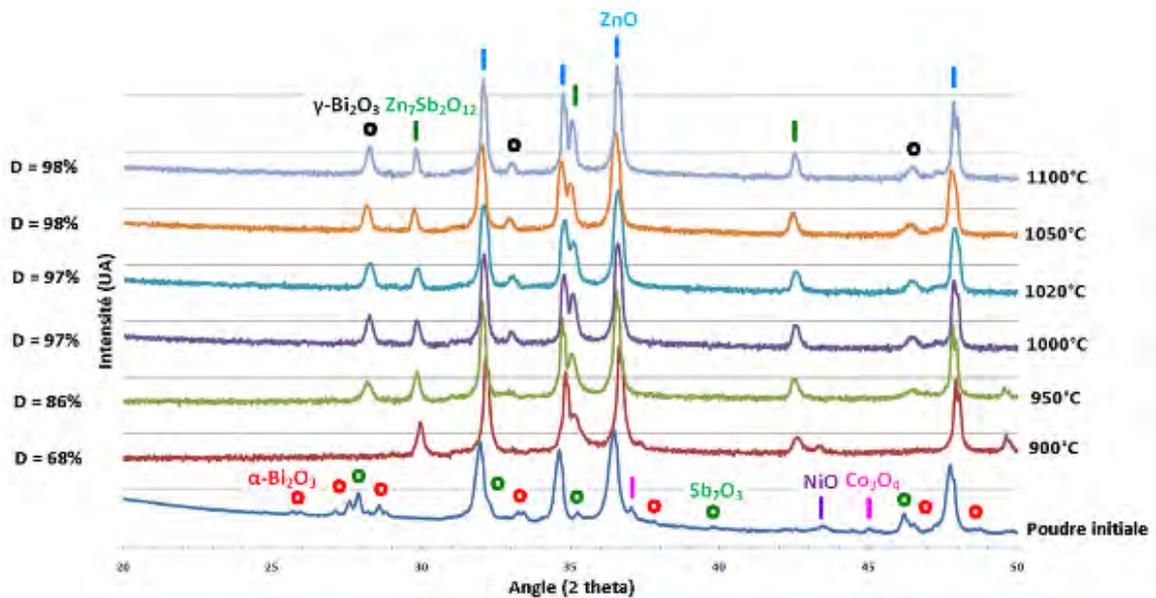


Figure IV-8 : Diffractogramme des rayons X (échelle log) de la poudre initiale ainsi que des céramiques frittées à différentes températures sans palier et taux de densification

La température de 900 °C ne permet pas d'obtenir une diffusion totale du cobalt et du nickel, ce n'est qu'à partir de 950 °C que celle-ci se produit mais avec une densification de 86 % seulement. En revanche, à partir d'une température de frittage de 1000 °C, la céramique présente la composition recherchée ( $\text{ZnO} + \text{Zn}_7\text{Sb}_2\text{O}_{12} + \gamma\text{-Bi}_2\text{O}_3$ ) et une densification de 97 %. Les oxydes ne sont plus visibles en DRX car ils ont totalement diffusé dans les grains et joints de grain.

#### **I-1-4) Elaboration par frittage flash (SPS)**

Le frittage par SPS des céramiques a été effectué à la Plateforme Nationale de Frittage Flash (PNF2) du CNRS à Toulouse.

Dans le cas du frittage flash, la poudre est directement placée dans une matrice en graphite conductrice électriquement. En effet, dans le cas de varistances ZnO, la poudre présente un caractère isolant ce qui implique un frittage flash par effet Joule à travers la matrice qui devra supporter des températures élevées. Afin d'assurer un meilleur démoulage de l'échantillon après le cycle de frittage, des feuilles de papyex (graphite) entourent l'échantillon.

Un des atouts du frittage flash est de pouvoir fritter à des températures plus basses que le frittage conventionnel afin de limiter la croissance des grains. De plus, une meilleure densification est espérée. Le CIRIMAT a donc réalisé une cartographie de frittage en faisant varier les conditions expérimentales suivantes :

- Température de frittage de 700 à 1100 °C
- Palier de 0 à 15 minutes
- Pression de compactage de 50 à 130 MPa
- Compactage à froid ou à chaud
- Frittage sous vide ou atmosphère d'Argon
- Vitesse de montée en température : 100 ou 200 °C/min.

Nous avons mesuré la densification des céramiques en fonction de la température de frittage. Les résultats sont donnés dans la Figure IV-9.

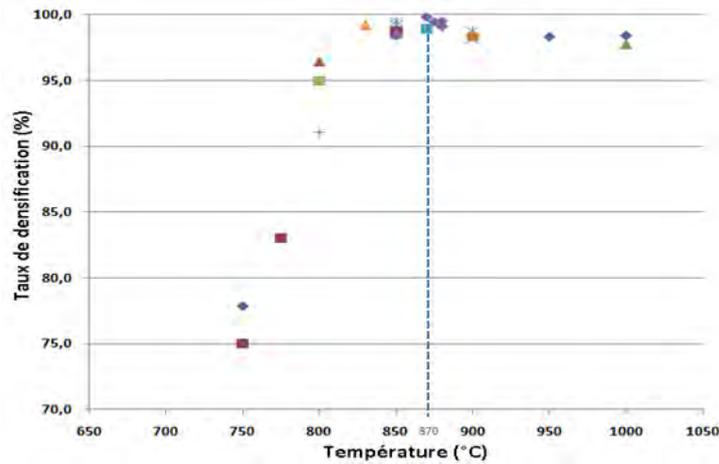


Figure IV-9 : Evolution du taux de densification des céramiques frittées par frittage flash avec la température de frittage

Les meilleures densifications (de l'ordre de 99-100 %) sont atteintes pour une température de frittage se situant à 870 °C.

L'analyse par diffraction des rayons X d'un échantillon fritté à 870 °C sous vide, sans palier avec une vitesse de montée en température de 100 °C/min et une pression de 100 MPa est présentée Figure IV-10. La présence de 4 phases est relevée : ZnO,  $Zn_7Sb_2O_{12}$ , NiO et du Bismuth sous forme métallique. Toutes les pastilles issues du frittage SPS présentent le même type de diffractogramme.

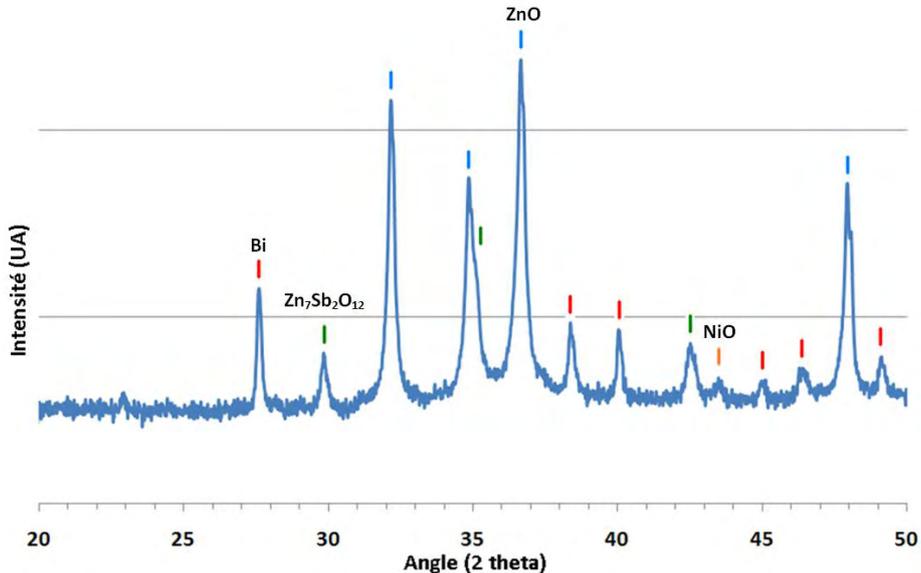


Figure IV-10 : Diffractogramme de diffraction des rayons X (échelle log) d'une céramique frittée par SPS à 870 °C sous vide sans palier avec une pente de 100 °C/min et une pression de 100 MPa appliquée à froid

L'utilisation des matrices conductrices en graphite impose de travailler à faible pression partielle d'oxygène (sous vide ou atmosphère neutre) afin d'éviter leur dégradation à haute température. Ces conditions ont pour effet d'entraîner la réduction de  $Bi_2O_3$  en bismuth métallique dont la présence n'est pas souhaitable dans la formulation, et a pour effet de rendre la céramique conductrice (Figure IV-11).

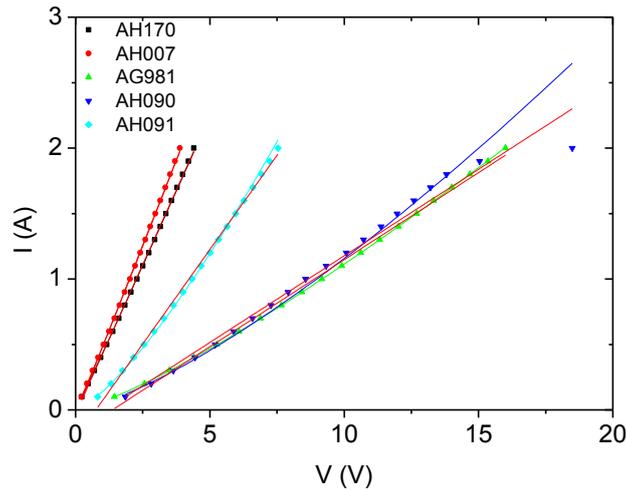


Figure IV-11 : Caractéristique I(V) (échelle log) de 5 céramiques frittées par SPS entre 800 et 1000 °C

Afin de réoxyder le bismuth métallique en  $\text{Bi}_2\text{O}_3$ , il est nécessaire de réaliser un traitement de recuit sous air ne faisant pas varier les propriétés structurales du composant fritté par frittage flash.

La céramique frittée à 870°C sous vide sans palier avec une pente de 100°C/min et une pression de 100 MPa appliquée à froid présente une taille de grains d'oxyde de zinc d'environ 2  $\mu\text{m}$  (Figure IV-12). Aucune porosité n'est observée sur cette varistance contrairement à celle frittée par le procédé industriel.

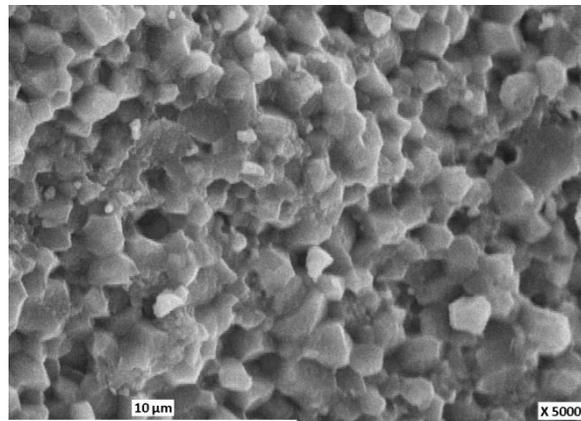


Figure IV-12 : Image MEB d'une fracture de céramique frittée à 870 °C sous vide sans palier avec une pente de 100°C/min et une pression de 100 MPa appliquée à froid

## I-2) Caractéristiques I(V) préliminaires d'échantillons frittés par SPS

### I-2-1) Influence du recuit

Les recuits sous air réalisés sur les échantillons frittés par SPS sont effectués à une température de 650 °C (inférieure à la température de frittage) avec une vitesse de montée en température de 100 °C/h. L'échantillon est maintenu à cette température pendant un palier de 10 h afin de permettre une complète réoxydation de la céramique (Figure IV-13).

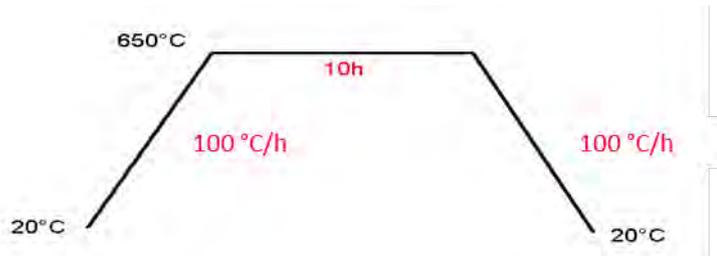


Figure IV-13 : Cycle de recuit sous air

Après un recuit à 650 °C sous balayage d’air dans un four tubulaire, l’analyse par diffraction des RX (Figure IV-14) ne fait plus apparaître la phase de Bismuth métallique et les phases présentes sont : ZnO, Zn<sub>7</sub>Sb<sub>2</sub>O<sub>12</sub> et γ-Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (et quelques traces de NiO).

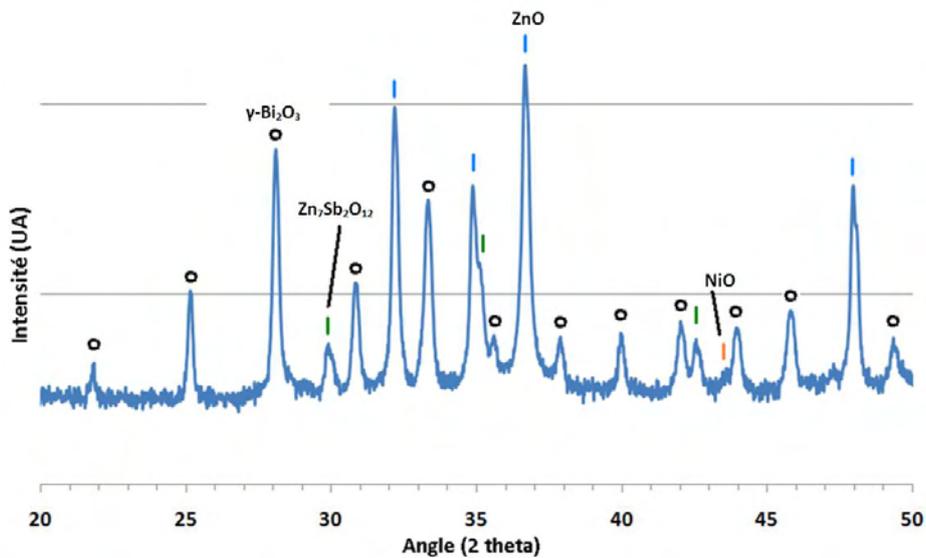


Figure IV-14 : Diffractogramme de diffraction des rayons X (échelle log) de la céramique frittée par SPS à 870 °C et recuite à 650 °C sous air.

Le cycle de recuit n’a pas d’influence sur la taille des grains observée : la céramique recuite sous air balayé à 650 °C présente en effet une taille de grains de ZnO d’environ 2 μm, identique à celle estimée avant recuit.

### **I-2-2) Type et durée de recuit**

Nous avons réalisé un recuit sous air statique sur un échantillon fritté par SPS à 870 °C avec un temps de palier de 2 minutes, puis nous avons procédé à sa caractérisation I(V) bas niveau. Ce même échantillon a ensuite été recuit une nouvelle fois mais cette fois sous balayage d’air. Les deux recuits sont effectués à la même température pendant le même temps soit 750 °C et 20 heures. Les caractéristiques I(V) en échelle linéaire et logarithmique sont représentées sur la Figure IV-15 et les paramètres électriques associés dans le Tableau IV-2.

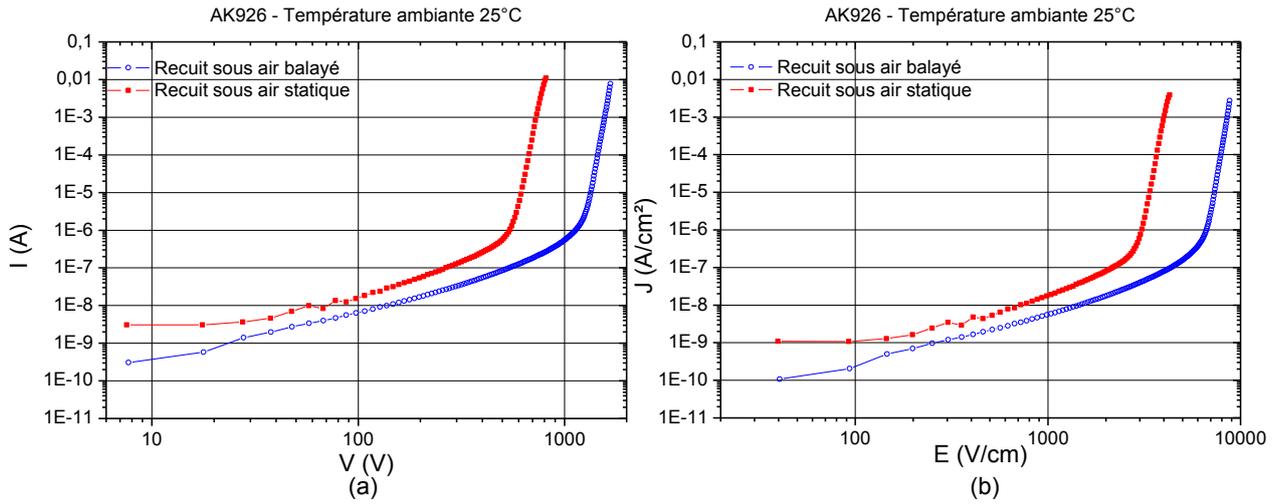


Figure IV-15 : Caractéristique  $I(V)$  (a) et  $J(E)$  (b) (échelle log) d'un échantillon fritté par SPS recuit sous air statique et balayé

<b>AK 926 - 25°C</b>	Recuit sous air statique	Recuit sous air balayé
Tension de seuil (V)	735	1640
Champ de seuil (V/cm)	3340	8631
$\alpha_{1-10mA}$	22.5	32
$I_f$ (A)	$2.07 \cdot 10^{-7}$	$2.68 \cdot 10^{-7}$

Tableau IV-2 : Tension, champ de seuil, coefficient de non-linéarité et courant de fuite à température ambiante pour un échantillon fritté par SPS recuit sous air statique et sous air balayé

Le recuit sous air balayé semble permettre une meilleure réoxydation du bismuth, ce phénomène est particulièrement sensible à la concentration en oxygène à la surface de la céramique durant le recuit. En effet, même si le composant présente un comportement « varistance », le courant est supérieur d'une demi-décade environ lors du recuit sous air statique dans la zone de pré-avalanche pour atteindre 3,5 décades à 1 mA. Le champ de seuil est plus de deux fois supérieur et le coefficient de non-linéarité plus élevé avec un recuit sous air balayé.

Un temps de recuit de 10 heures est suffisant afin de réoxyder de manière maximale les résidus de bismuth métallique et obtenir un comportement varistance comme le montre la Figure IV-16. L'échantillon caractérisé sur cette courbe a été recuit 10 heures sous air balayé à 750 °C dans un premier temps. Après relevé de sa caractéristique courant-tension, un deuxième recuit de 10 heures a été réalisé dans les mêmes conditions sans variation significative de la caractéristique.

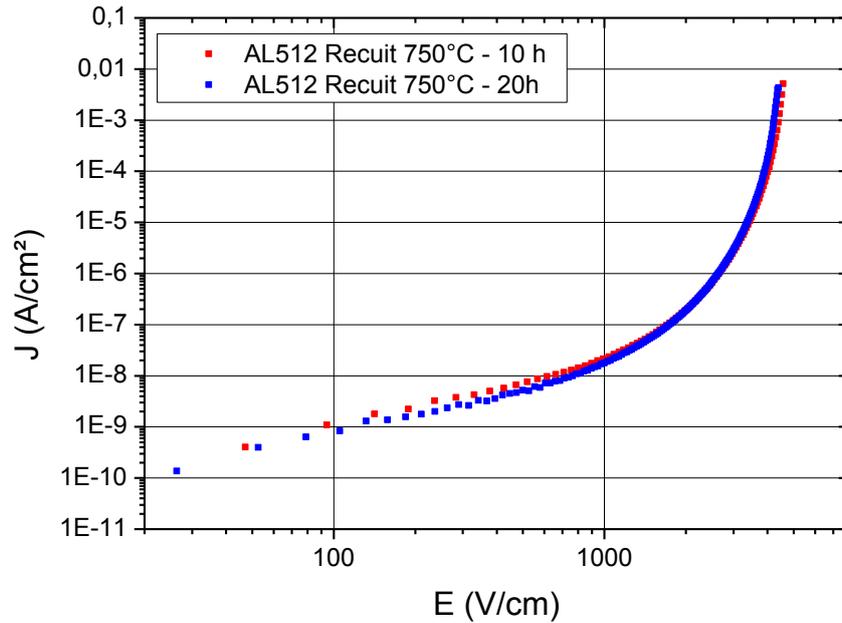


Figure IV-16 : Caractéristique  $J(E)$  à température d'un échantillon fritté par SPS recuit 10 heures puis 20 heures

## II ) COMPARAISON DES CERAMIQUES OBTENUES PAR FRITTAGE CONVENTIONNEL ET PAR SPS POSSEDANT UNE TAILLE DE GRAINS DE $Z_{N}O$ IDENTIQUE

L'objectif de cette partie est d'étudier les propriétés de varistances possédant des tailles de grains similaires mais frittées par méthode conventionnelle (FC1100P6-1) et par frittage flash (AJ940). Le Tableau IV-3 présente les paramètres de frittage utilisés et les caractéristiques géométriques des échantillons.

	Température de frittage (°C)	Vitesse de montée en température	Temps de palier (min)	Température de recuit - Temps	Diamètre (mm)	Epaisseur (mm)
<b>FC1100 P6-1</b>	1000	100 °C/h	6		17.35	3.27
<b>AJ940</b>	870	100 °C/min	1	750°C-10h	20.2	2.17

Tableau IV-3 : Paramètres de frittage et dimensions des échantillons possédant la même taille de grains

### II-1) Comparaison des microstructures

Les images MEB (Figure IV-17 et Figure IV-18) mettent en évidence des tailles de grains de ZnO de 2 à 4  $\mu\text{m}$  pour les 2 céramiques. On note la présence d'une petite porosité fermée pour la céramique frittée conventionnellement. Les densifications sont de 97% pour celle frittée classiquement et de 99% pour celle frittée par SPS.

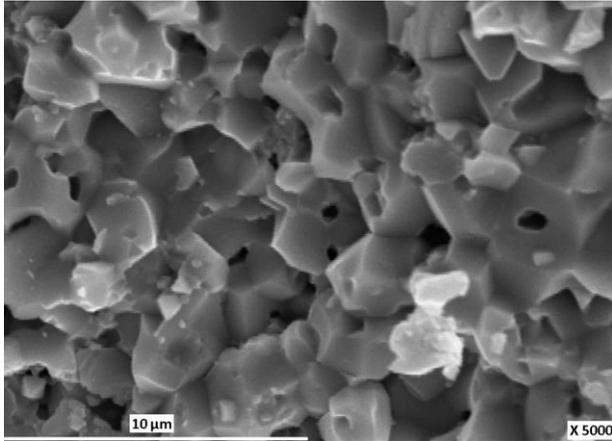


Figure IV-17 : Image MEB d'une fracture de la céramique frittée par la méthode conventionnelle

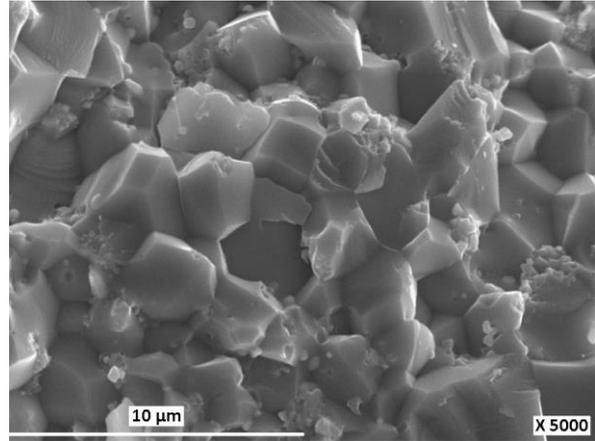


Figure IV-18 : Image MEB d'une fracture de la céramique frittée par SPS

Pour ces 2 céramiques (Figure IV-19), la diffraction des rayons X met en évidence la présence des 3 mêmes phases : ZnO,  $\gamma$ -Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> et Zn<sub>7</sub>Sb<sub>2</sub>O<sub>12</sub>. Il s'agit également des 3 mêmes phases que celles observées pour la varistance élaborée par TRIDELTA Parafoudres S.A.

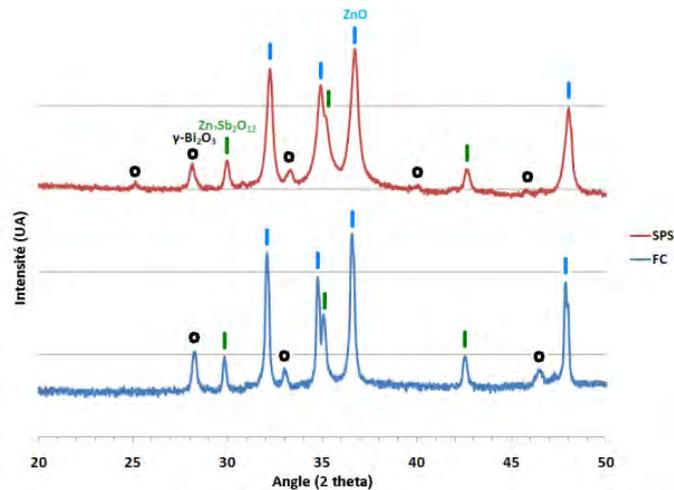


Figure IV-19 : Diffractogramme des rayons X (échelle log) de la céramique frittée par la méthode conventionnelle (FC en bleu) et par frittage flash (SPS en rouge)

## II-2) Comparaison des mesures de spectroscopie d'impédance

### II-2-1) Impédance et phase

La Figure IV-20 représente la réponse en impédance et phase des deux échantillons.

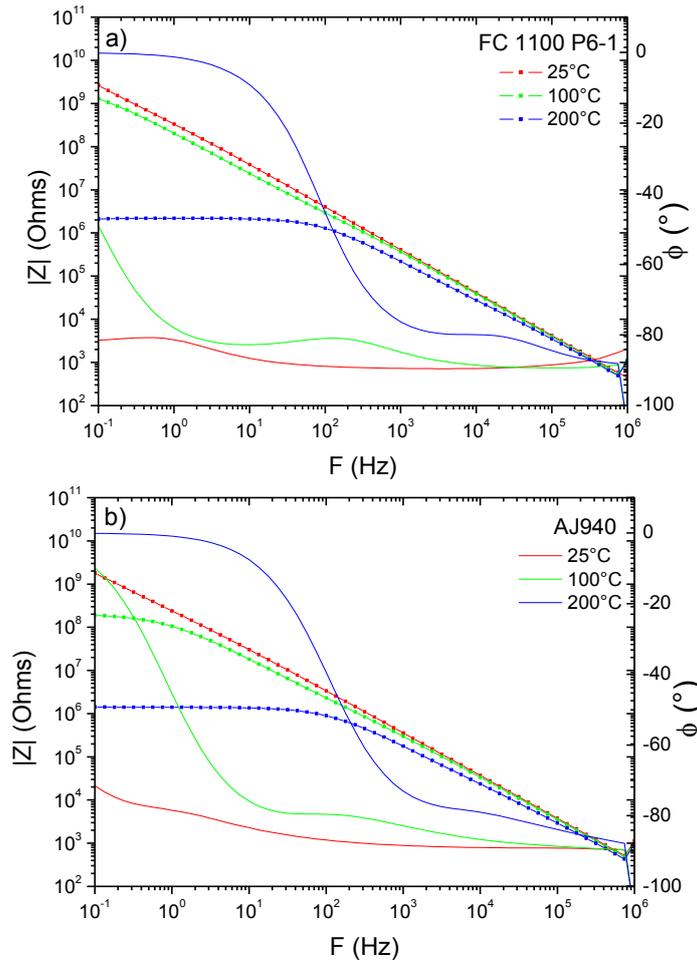


Figure IV-20 : Impédance et phase à différentes températures en fonction de la fréquence pour des échantillons possédant la même taille de grains frittés par méthode conventionnelle (a) et par SPS (b)

Ce tracé nous permet dans un premier temps de constater que les deux échantillons ont sensiblement le même comportement fréquentiel. Les deux structures présentent un comportement quasi-capacitif (pente d'environ -20 dB/décade et phase  $\approx -90^\circ$ ) à 25 °C de 0,1 Hz à 1 MHz. En revanche, pour une température de 100 °C, ce comportement n'est observable qu'à partir de 10 Hz seulement et est surtout observable pour l'échantillon fritté par SPS. Lorsque la température est de 200 °C le comportement quasi-capacitif n'est observé qu'à partir de 1 kHz. En effet, pour les deux échantillons à 200 °C, on distingue nettement le mécanisme de conduction présent jusqu'à 100 Hz. De manière classique, ce phénomène de conduction se décale vers les fréquences élevées avec l'augmentation de la température.

## II-2-2) Permittivité et pertes diélectriques en fonction de la fréquence

Les courbes de la permittivité et des pertes diélectriques en fonction de la fréquence à différentes températures pour les deux échantillons possédant la même taille de grains et frittés différemment sont représentées dans la Figure IV-21.

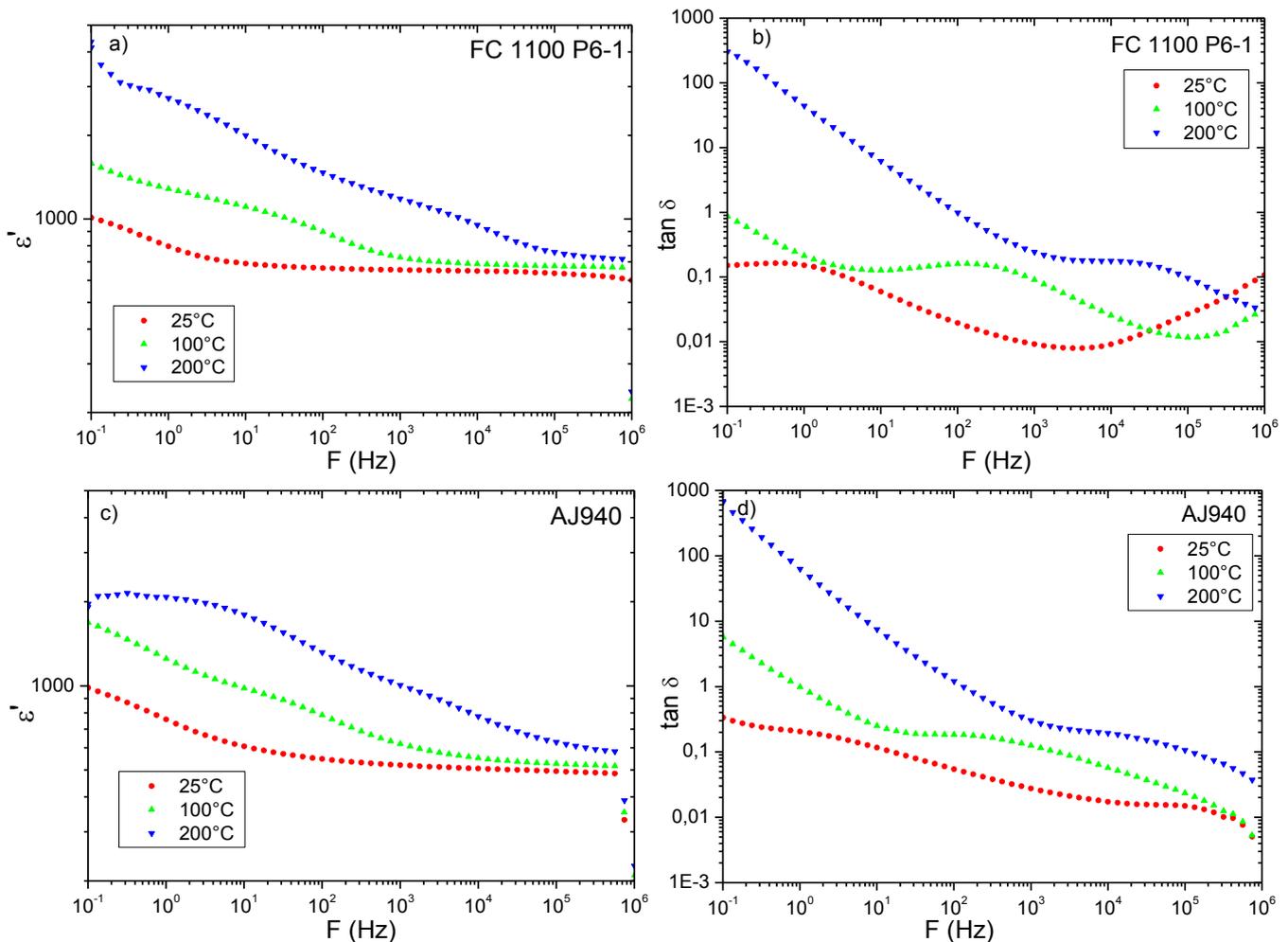


Figure IV-21 : Permittivité et pertes diélectriques en fonction de la fréquence pour respectivement les échantillons frittés par méthode conventionnelle (a, b) et par SPS (c, d)

On remarque que le mode de frittage n'influence globalement pas la permittivité du matériau et par conséquent la valeur de sa capacité. Concernant les pertes diélectriques, le comportement et les valeurs mesurées en fonction de la fréquence et de la température sont assez proches. On peut noter cependant un moins bon comportement en très basse fréquence (comportement proche de la conduction), et ceci d'autant plus que la température est élevée, des varistances frittées par SPS. Le mode de frittage n'impacte donc pas directement les propriétés diélectriques des joints de grains. Ces courbes confirment l'hypothèse que nous avons émise au CHAPITRE III.

## II-3) Comparaison des caractéristiques électriques DC aux courants faibles

### II-3-1) Caractéristiques J(E) à température ambiante

Le relevé des caractéristiques J(E) à température ambiante pour les deux échantillons est représenté Figure IV-22, et les paramètres électriques aux courants faibles en sont extraits dans le Tableau IV-4.

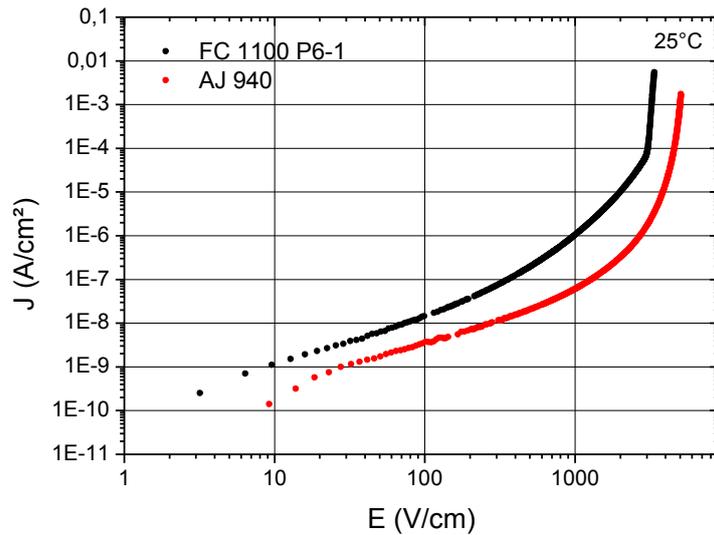


Figure IV-22 : Caractéristique  $J(E)$  à température ambiante d'une varistance frittée conventionnellement (noir) et par SPS (rouge) possédant la même taille de grains de ZnO

Echantillon	$E_s$ (kV/cm) [ $J=1mA/cm^2$ ]	$\alpha_1$ (1-10mA)	$I_f$ ( $\mu A$ ) [ $E_s/2$ ]
FC1100 P6-1	3.2	50	9.37
AJ940	5	50	1.42

Tableau IV-4 : Paramètres électriques à température ambiante d'une varistance frittée conventionnellement et par SPS possédant la même taille de grains de ZnO

Les deux échantillons possèdent tous les deux un coefficient de non-linéarité relativement élevé et similaire. En revanche, l'échantillon fritté par SPS possède un champ de seuil de l'ordre de 50% plus élevé que l'échantillon fritté par voie conventionnelle. Il est cependant nécessaire de rappeler que les échantillons possèdent une épaisseur différente, l'échantillon fritté par SPS ayant une épaisseur équivalente à 66% de celle de l'échantillon fritté conventionnellement. Pour des échantillons frittés à partir de la même poudre de base et possédant une taille de grains de ZnO sensiblement identique, l'écart observé concernant leurs champs de seuil s'avère relativement important.

Une des hypothèses pour expliquer cet écart est de considérer une hétérogénéité importante de la distribution de la hauteur de barrière dans les varistances comme évoqué dans le CHAPITRE II - III-5). Le courant choisira alors le chemin le plus facile énergétiquement à traverser, c'est-à-dire qu'il traversera les barrières les plus basses. Ce chemin préférentiel n'étant pas une droite, le nombre réel de joints que le courant doit traverser s'avère important et pourrait expliquer la différence de champ de seuil observé. Cet effet peut également être renforcé du fait que les phases riches en élément Bismuth peuvent engendrer des contraintes mécaniques qui accroissent la courbure de la bande d'énergie aux joints de grains [123]. Ceci entraînant une augmentation de la hauteur des barrières aux joints multiples, où la présence des phases riches en Bismuth est importante. Il a été démontré que la coexistence de spinelle avec ces phases dans l'échantillon fortement dopé par  $Sb_2O$  peut intensifier cet effet [124].

### II-3-2) Caractéristiques J(E) en température

Les deux échantillons ont été caractérisés sur une gamme de température allant de -50 °C à 200 °C (Figure IV-23).

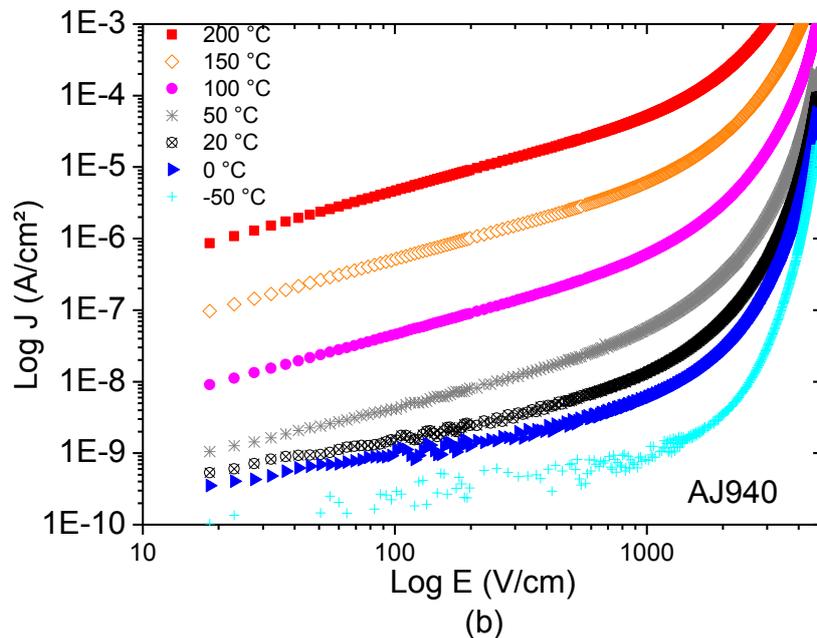
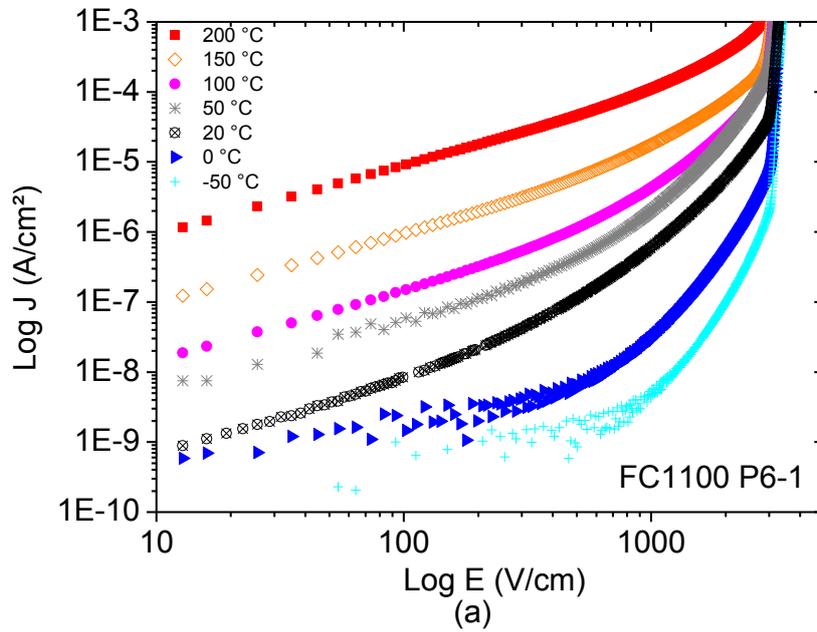


Figure IV-23 : Caractéristique J(E) à différentes températures (échelle log) pour l'échantillon fritté conventionnellement-(a) et par SPS (b)

La variation du champ de seuil, du coefficient de non-linéarité et du courant de fuite en fonction de la température sont représentés dans la Figure IV-24. Les valeurs exprimées en pourcentage sont calculées par rapport à leurs valeurs à température ambiante. Les paramètres de l'échantillon fritté par SPS s'avèrent beaucoup plus sensibles à la température que l'échantillon fritté de manière conventionnelle. En effet, concernant ce

dernier sa tension de seuil chute de moins de 10 % pour une température de 200 °C. Son coefficient de non-linéarité atteint moins de 10 % de variation jusqu'à une température de 150 °C et perd 40 % de sa valeur à température ambiante à une température de 200 °C. Ces plages de variations se situent dans ce que nous pouvons observer sur certaines varistances commerciales, bien que leurs préconisations d'utilisation dépassent rarement les 85 °C. Cette limite en température est essentiellement due au fait que les électrodes, les brasures des connectiques ainsi que leurs encapsulations ne supportent pas ces contraintes.

Concernant l'échantillon fritté par SPS, ses paramètres électriques s'avèrent très sensibles à la température et se dégradent rapidement à partir de 50 °C. A 200 °C, son champ de seuil a diminué de 50 % et son coefficient de non-linéarité est de 5 et perd alors 90 % de sa valeur à 25 °C.

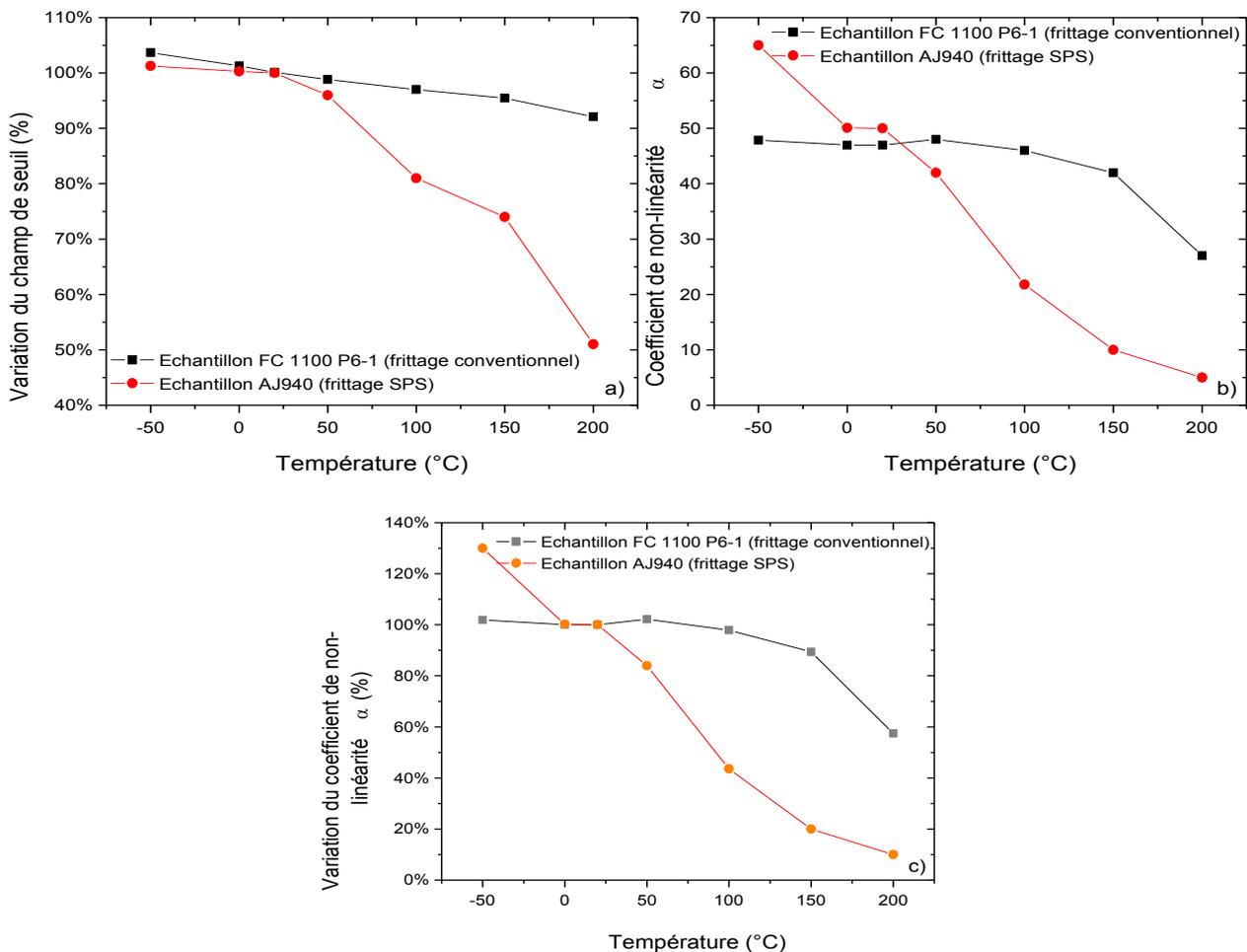


Figure IV-24 : Variation des paramètres électriques sous faible champ DC pour deux échantillons avec une taille de grain similaire (a) : champ de seuil ; (b) : coefficient de non-linéarité ; (c) : coefficient de non-linéarité en %

Bien que partant de la même poudre de base, l'influence du procédé de frittage est importante sur les paramètres électriques à faible champ DC notamment lorsque la température dépasse 50 °C. La température de frittage est un paramètre essentiel dans la réalisation de varistances ZnO, or un des intérêts du frittage SPS et de fritter à des températures plus faibles qu'une méthode conventionnelle tout en obtenant des

densifications élevées. Un abaissement de cette température peut toutefois induire de multiples changements notamment dans la répartition et la migration des dopants. D'après la bibliographie, leurs concentrations jouent un rôle sur la hauteur de la barrière de potentiel ; une augmentation de celle-ci étant associée à l'effet des charges de surface ( $N_s$ ) plutôt que par les charges dans les grains de ZnO ( $N_d$ ) [69] [51] [125] [126] [127].

Dans notre cas, les mêmes taux de concentrations des dopants (initiaux) sont utilisés puisque nous utilisons la même poudre de base. Cependant, nous avons montré dans le CHAPITRE III que nous obtenions deux valeurs différentes pour la hauteur de barrière à champ nul ( $\phi_{0\text{ FC}}=1,45\text{ eV}$  et  $\phi_{0\text{ SPS}}=1,52\text{ eV}$ ). La température de frittage plus faible par SPS (870 °C) et la rapidité de la montée en température (100 °C/min) ainsi qu'un palier court (1min) induisent une différence dans la répartition et la migration des dopants par rapport à un frittage conventionnel plus lent. Dans une prochaine partie, des échantillons SPS élaborés avec différents temps de paliers seront présentés. (voir Partie IV ) *Influence de la taille des grains sur l'énergie maximale admissible*

#### **II-4) Caractéristique I(V) sous impulsions de courant**

Afin de pouvoir caractériser les échantillons sous régime impulsionnel 8/20  $\mu\text{s}$ , il est nécessaire de déposer une électrode où sera brassée la connectique du composant (Annexe F-1/2). Nous avons vérifié que ces deux étapes n'apportent pas de modification sur la caractéristique sous champ faible J(E) de la varistance. Ceux-ci sont également encapsulés avec de la résine EPOXY (Annexe F-3.a). L'encapsulation a pour objectif de protéger et offrir une résistance au contournement afin de procéder à des mesures sous impulsions et ceci sans faire varier ou détériorer les propriétés du composant obtenu.

Le courant de décharge en court-circuit est incrémenté progressivement jusqu'à la destruction de la varistance. Afin d'observer l'évolution de la tension (champ) de seuil, courant (densité) et coefficient de non-linéarité, des mesures sous faibles champs continus seront effectuées entre certaines impulsions de courant.

Les caractéristiques I(V) et J(E) complètes (DC + impulsion) pour les deux échantillons sont représentées sur la Figure IV-25.

Les paramètres maximaux obtenus sous régime impulsionnel 8/20  $\mu\text{s}$  sont résumés dans le Tableau IV-5. L'échantillon fritté par méthode conventionnelle supporte une densité de courant un peu plus importante que l'échantillon fritté par SPS, respectivement 1160 A/cm<sup>2</sup> et 980 A/cm<sup>2</sup>. En revanche, les densités d'énergies maximales admissibles sont identiques pour les deux échantillons (120 J/cm<sup>3</sup>).

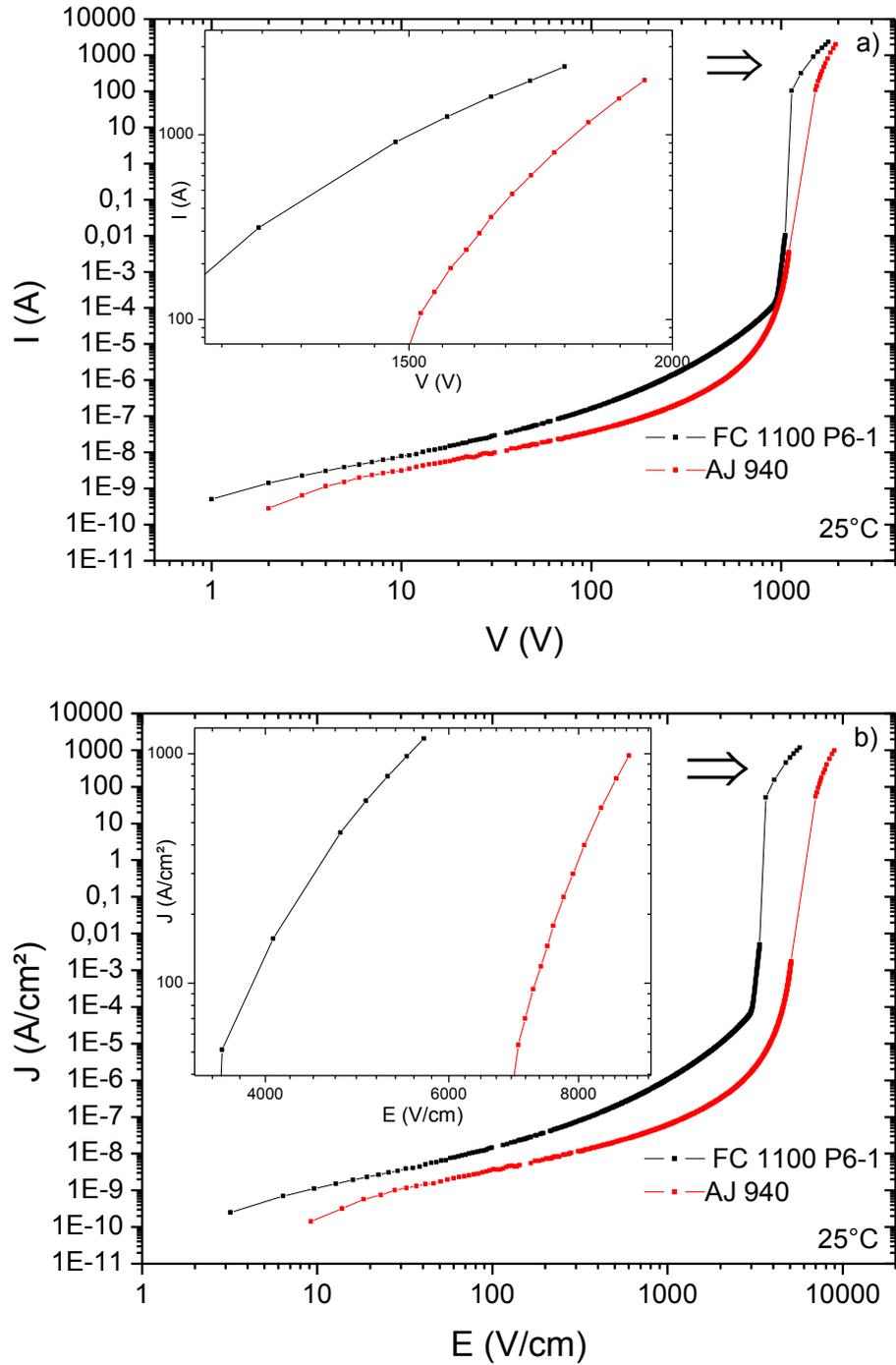


Figure IV-25 : Caractéristiques complètes  $I(V)$  (a) et  $J(E)$  (b) des échantillons avec la même taille de grains frittés par méthode conventionnelle (courbe noir) et par SPS (courbe rouge).

	$U_{\max}$ (V)	$E_{\max}$ (V/cm)	$I_{\max}$ (A)	$J_{\max}$ (A/cm <sup>2</sup> )	Energie Max. (J)	Densité d'énergie Max. (J/cm <sup>3</sup> )
FC 1100 P6-1	1780	5680	2340	1160	92	120
AJ940	1940	8940	1969	980	99	120

Tableau IV-5 : Relevé des paramètres maximaux sous régime d'impulsions avant dégradation des varistances

## II-5) Reproductibilité

Afin de s'assurer de la reproductibilité du procédé d'élaboration des varistances et des résultats obtenus, 2 échantillons frittés par voie conventionnelle et 3 échantillons frittés par SPS sont élaborés avec le même procédé (voir Tableau IV-3). Le procédé d'encapsulation reste identique à celui effectué précédemment.

**Remarques :** Lors des mesures sous faibles champs continus à une température de 200 °C, un des échantillons frittés par la méthode conventionnelle a présenté des signes d'échauffement conséquent. De plus, sa brasure n'étant pas suffisamment recouverte de résine époxy, cette dernière se trouve à la surface du composant. Les résultats de ce composant seront présentés uniquement pour les mesures sous faibles champs continus. Lorsque les composants sont encapsulés, les mesures en température sont la plupart du temps limitées à 80 °C. En effet, nous cherchons à déterminer les paramètres maximaux que peuvent supporter les varistances sous régime impulsif. De ce fait, les mesures intermédiaires (variation du champ de seuil, courant de fuite, coefficient de non-linéarité et comportement de la hauteur de barrière) éventuelles entre des impulsions de courant, doivent apporter une indication sur la dégradation des varistances sans participer elles-mêmes à une éventuelle dégradation.

Les caractéristiques complètes concernant ces varistances sont représentées dans la Figure IV-26.

Pour un champ inférieur à 1 kV/cm, l'écart de la densité de courant entre les échantillons est inférieur à une demi-décade. Les champs de seuil et coefficient de non-linéarité sont plus élevés pour les échantillons frittés par SPS avec un courant de fuite quasi-identique aux échantillons frittés par la méthode conventionnelle.

Concernant les essais sous onde 8/20  $\mu$ s, les résultats montrent de grandes disparités dans le Tableau IV-6. L'échantillon AL437 fritté par SPS est détruit lors de la première impulsion. Les courants maximaux admissibles sous onde de courant 8/20  $\mu$ s par les varistances frittés par la méthode conventionnelle s'étendent de 368 A à 2340 A (leurs dimensions étant sensiblement identiques), leurs tensions maximales étant voisines. Un facteur d'environ 2 est obtenu concernant leurs densités d'énergie maximale admissible.

Les disparités sont également importantes concernant les échantillons frittés par SPS. La première hypothèse pour expliquer la disparité de ces résultats serait de considérer une microstructure de varistances qui ne serait pas homogène et présentant des défauts

localisés. Sous faible champ, ces défauts n'auraient pas d'influence sur les paramètres électriques et ne serait pas détectables par une simple mesure  $I(V)$ . La deuxième hypothèse est que l'encapsulation pourrait jouer un rôle sur le comportement du composant aux impulsions de courant. L'étude de l'influence de l'encapsulation fait l'objet de notre prochaine partie.

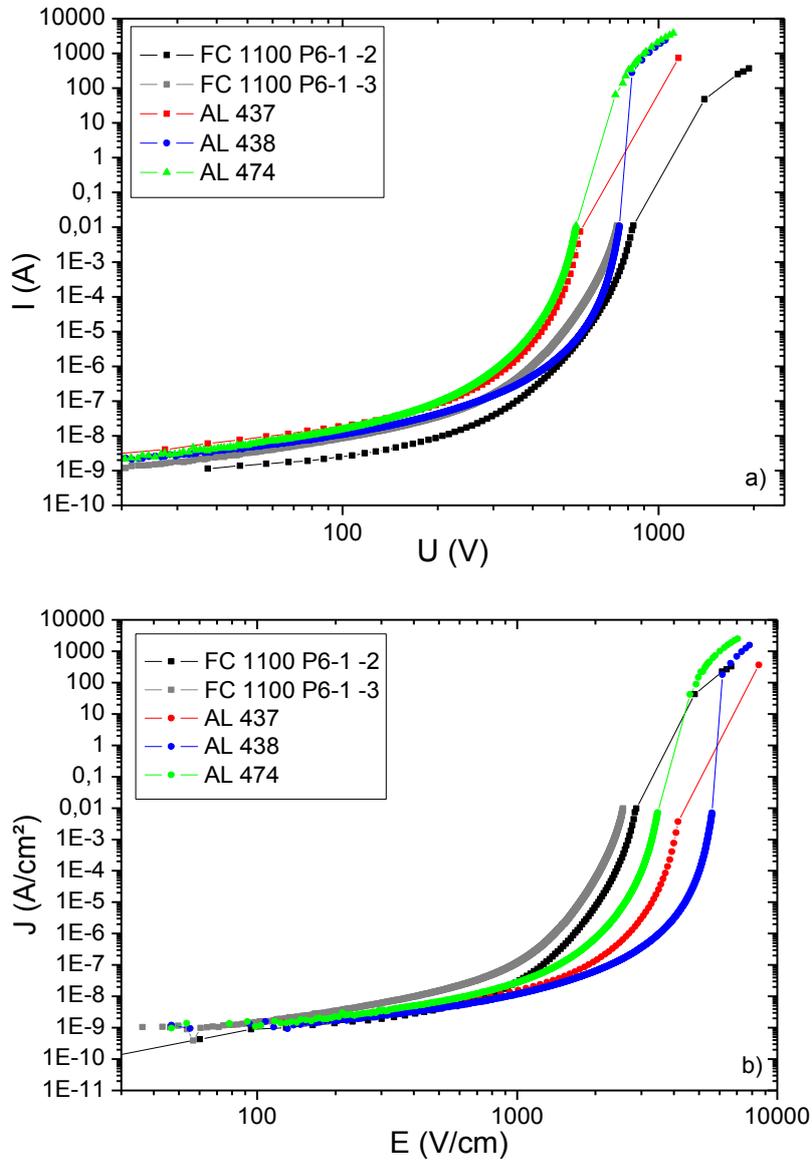


Figure IV-26 : Caractéristique  $I(V)$  (a) et  $J(E)$  (b) d'échantillons frittés par frittage conventionnelle (noir, gris) et SPS (rouge, bleu, vert)

Echantillons	Champ Faible continu				Impulsions de courant 8/20 $\mu$ s					
	$V_s$ (V)	$E_s$ (V/cm)	$\alpha_1$ (1-10mA)	$I_f$ (nA)	$I_{max}$ (A)	$U_{max}$ (V)	Energie Max. (J)	$J_{max}$ (A/cm <sup>2</sup> )	$E_{max}$ (V/cm)	Densité d'énergie Max. (J/cm <sup>3</sup> )
FC1100 P6-1-2	761	2630	37	250	368	1930	37	325	6655	60
FC1100 P6-1-3	680	2340	30	322						
AL 437	540	3880	42	245	730	1160	5	360	8500	11
AL 438	710	5218	42	300	2376	1050	37	1540	7830	85.3
AL 474	510	3220	37	255	4000	1300	85	2500	8220	166

Tableau IV-6 : Résumé des principaux paramètres électriques sous faible champ et sous impulsions de courant

### III ) INFLUENCE DU TYPE D'ENCAPSULATION

Cette partie traitera du rôle que peut avoir l'encapsulation sur la caractéristique d'une varistance. Dans un premier temps, nous présenterons des essais de vieillissement réalisés par TRIDELTA PARAFoudre S.A. sur deux composants frittés par SPS, l'un encapsulé avec de la résine époxy, l'autre sans encapsulation. Ces composants sont frittés avec les mêmes paramètres de frittage que précédemment. Puis, les résultats de mesures sur différents types d'encapsulations réalisés sur des varistances commerciales seront présentés. Les varistances commerciales présentent l'avantage d'avoir des résultats très reproductibles et ainsi de s'affranchir des problèmes de microstructure pouvant être liés au procédé de fabrication.

#### III-1) Essai de vieillissement sur des composants frittés par SPS

Les essais en vieillissement ont pour objectif d'accélérer le vieillissement de l'échantillon en le maintenant sous une contrainte électrique continue (généralement  $0,9 \cdot V_s$ ) à une température de 85 °C. Dans notre cas, cette tension sera adaptée.

##### III-1-1) Vieillissement avec encapsulation EPOXY

La varistance frittée par SPS encapsulée époxy (réf AL 475) à une tension de seuil de 700 V. Il a été observé une augmentation du courant (emballement thermique) sous une contrainte de  $0,8 \cdot V_s$  après une vingtaine d'heures (Figure IV-27).

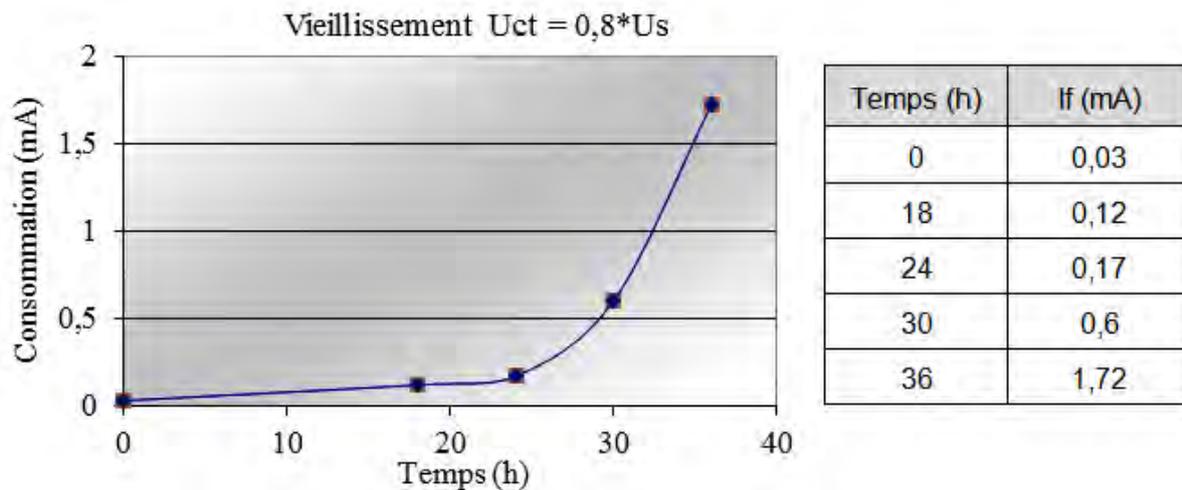


Figure IV-27 : Relevé du courant traversant la varistance à 85 °C sous une contrainte de  $0,8 \cdot V_s$ , pour la varistance AL475 encapsulé Epoxy (TRIDELTA PARAFODRES S.A.)

Devant le phénomène d’emballement thermique relativement précoce observé, des mesures sous contraintes inférieures à  $0,75 \cdot V_s$  ont été réalisées (Figure IV-28).

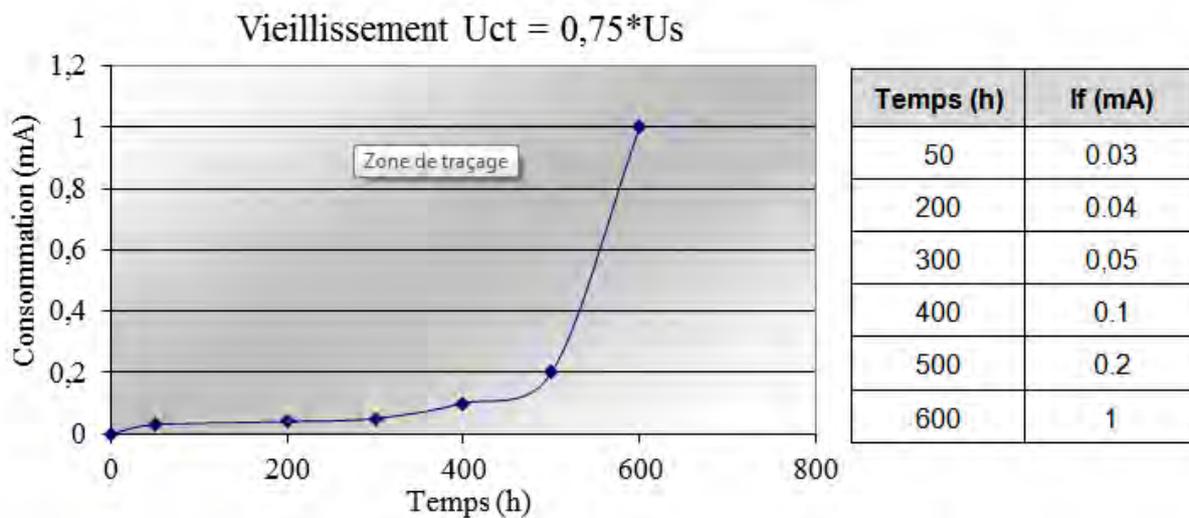


Figure IV-28 : Relevé du courant traversant la varistance à 85 °C sous une contrainte de  $0,75 \cdot V_s$ , pour la varistance AL475 encapsulé Epoxy (TRIDELTA PARAFODRES S.A.)

Le phénomène d’emballement thermique apparaît pour un temps beaucoup plus long. Des essais à  $0,5 \cdot V_s$ ,  $0,6 \cdot V_s$  et  $0,7 \cdot V_s$  n’ont pas montré de phénomène d’emballement thermique. La limite de cette varistance semble être comprise entre  $0,7$  et  $0,75 \cdot V_s$ .

### III-1-2) Vieillessement sans encapsulation

Afin de statuer sur l’influence de l’enrobage, un nouvel essai de vieillissement a été mené sur un échantillon brasé avec connectiques seules (sans enrobage) (AL517, tension de seuil de 740V).

Les mesures effectuées sont les suivantes :

- $0.75 \cdot V_s = 560 \text{ V}$
- $0.8 \cdot V_s = 590 \text{ V}$
- $0.85 \cdot V_s = 630 \text{ V}$
- $0.9 \cdot V_s = 670 \text{ V}$

Pour toutes ces mesures, les consommations relevées se sont avérées inférieures à  $10 \mu\text{A}$  (limite de mesure de l'appareillage TRIDELTA), confirmant ainsi l'hypothèse que l'encapsulation époxy participe à l'effet d'emballage thermique.

Le choix d'une autre méthode d'encapsulation s'avère donc nécessaire afin de pouvoir répondre à des critères de vieillissement du composant acceptable mais également que le matériau d'encapsulation ne participe pas à sa dégradation.

### **III-2) Caractérisations de varistances commerciales sous divers matériaux d'encapsulation**

Afin d'étudier l'influence de l'encapsulation sur les varistances, nous avons caractérisé des échantillons commerciaux dont l'encapsulation d'origine a été remplacée par 3 matériaux d'encapsulation que nous avons choisis. Les varistances commerciales présentent l'avantage d'avoir une très grande reproductibilité de leurs caractéristiques aussi bien à champs faibles qu'à des champs élevés. La destruction des varistances commerciales s'effectue de manière reproductible autour de la valeur du courant maximum spécifié pour une onde  $8/20 \mu\text{s}$  (légèrement au-dessus dans la plupart des cas que nous avons observés). Les composants choisis sont des varistances courantes de marque EPCOS et de référence S20K230.

#### **III-2-1) Présentation des varistances S20K230 et choix d'encapsulation**

Les données constructeur des varistances S20K230 sont données dans le Tableau IV-7. Ces varistances supportent un courant maximum sous onde  $8/20 \mu\text{s}$  de  $8 \text{ kA}$ . Leurs capacités d'absorption d'énergie sont données pour une onde de type rectangulaire de  $2 \text{ ms}$ .

Réf.	Maximum Rating (85°C)					Characteristics (25°C)				
	Continous		Transient			Varistor Voltage at 1mA DC		Max clamp voltage (8-20μs)		Typical capacitance
	V RMS (V)	V DC (V)	I <sub>max</sub> (8/20μs)	W <sub>max</sub> (2ms) [J]	P <sub>max</sub>	V <sub>v</sub> (1mA) (V)	ΔV <sub>v</sub> (1mA)	V <sub>c, max</sub> (I <sub>c</sub> ) [V]	I <sub>c</sub> [A]	C <sub>typ</sub> (f=1kHz) [pF]
S20K230	230	300	8000	130	1	360	10%	595	100	760

Tableau IV-7 : Caractéristiques des varistances commerciales S20K230

L'énergie maximale admissible sous onde 8/20  $\mu\text{s}$  est calculée suivant l'Annexe C. D'après les courbes du constructeur, sous un courant maximum de 8 kA la tension maximale aux bornes de la varistance sera de 1000 V soit :

$$E_{(8-20\mu\text{s})} = V_c \cdot I_p \cdot K_1 \cdot \tau_{8\mu\text{s}} + V_c \cdot I_p \cdot K_2 \cdot \tau_{20-8\mu\text{s}} \quad (\text{Eq. IV-1})$$

$$E_{(8-20\mu\text{s})} = 1000 * 8000 * 0.5 * 8 * 10^{-6} + 1000 * 8000 * 1.4 * (20 - 8) * 10^{-6}$$

$$E_{(8-20\mu\text{s})} = 166.4 \text{ Joules}$$

Les varistances commerciales ont été polies afin de pouvoir procéder à nos solutions d'encapsulation. Les désignations, caractéristiques géométriques, et types d'encapsulation des échantillons sont reportés dans le Tableau IV-8. L'échantillon S20K230\_0 correspond à notre échantillon de référence avec son matériau d'encapsulation d'origine.

Désignation	Diamètre échantillon $\varnothing_{\text{éch}}$ (mm)	Epaisseur e (mm)	Diamètre métallisation $\varnothing_{\text{met}}$ (mm)	Type d'encapsulation	Annexes
S20K230_0	20	1.614	16	« EPCOS »	
S20K230_1	18	1,329	14	Résine Epoxy Polytec	Annexe F-3.b
S20K230_2	18	1,310	14	Epoxy Araldite 2011	Annexe F-3.c
S20K230_3	18	1,3	14	Résine Epoxy Polytec	Annexe F-3.b
S20K230_4	17,7	1,28	14	Epoxy Araldite 2011	Annexe F-3.c
S20K230_5	17.8	1.12	14	Gel Silicone Wacker	Annexe F-3.d
S20K230_6	18	1.15	14	Gel Silicone Wacker	
S20K230_7	17.7	1	14	Gel Silicone Wacker	

Tableau IV-8 : Caractéristiques géométriques et types d'encapsulations des varistances commerciales étudiées

Par précaution nous avons vérifié que les caractéristiques J(E) sous faibles champs continus obtenues avant et après encapsulation sont bien identiques.

### III-2-2) Caractéristiques complètes I(V) et J(E)

Les caractéristiques complètes (sous faible champ continu à température ambiante et sous impulsions de courant 8-20 $\mu\text{s}$ ) sont présentées sur la Figure IV-29.

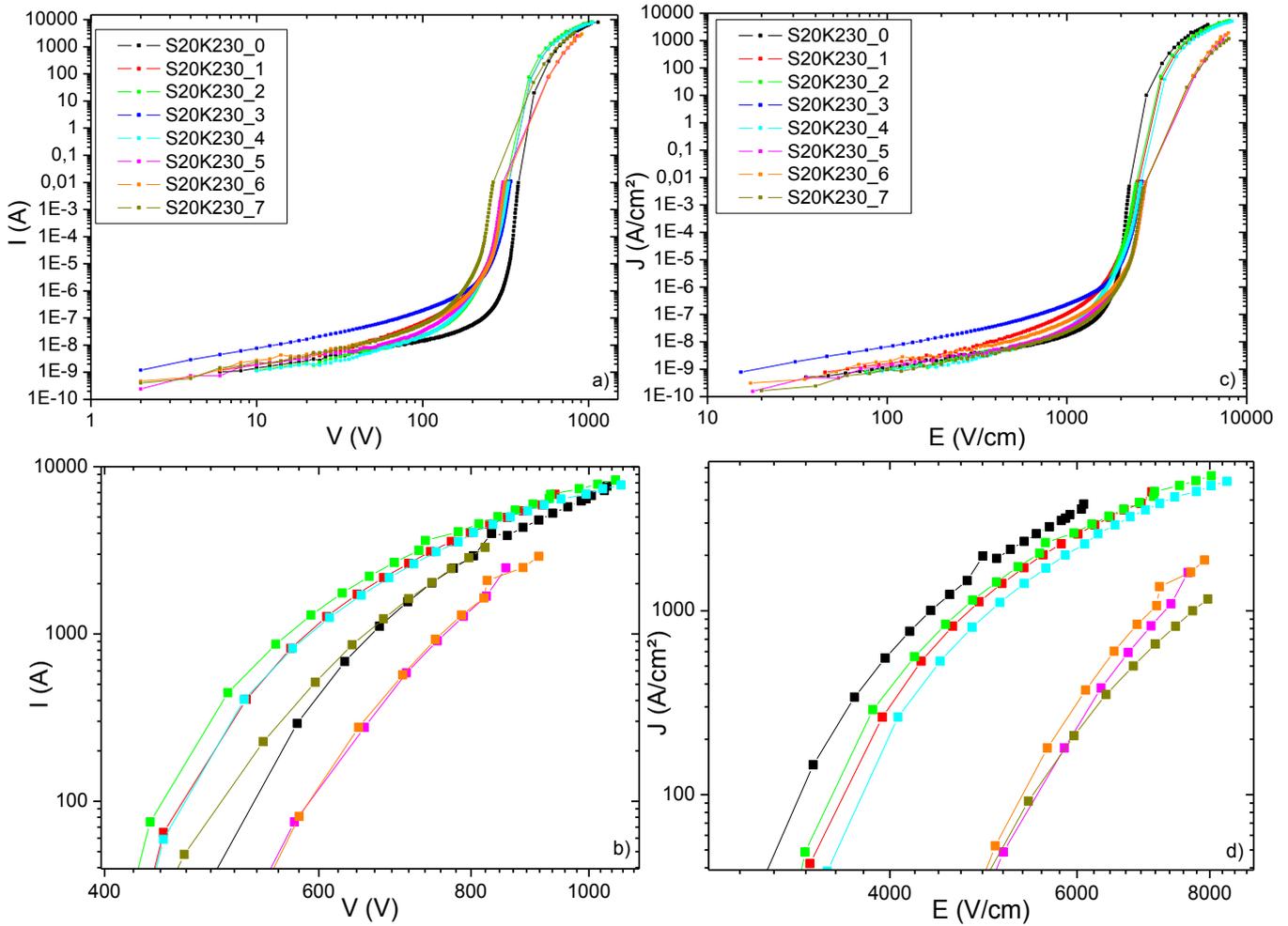


Figure IV-29 : Relevé des caractéristiques  $I(V)$  et  $J(E)$  complètes (a) et (c) pour des échantillons commerciaux avec différents types d'encapsulations (zoom sur les mesures sous impulsions de courant  $I(V)$  (b) et  $J(E)$  (d))

D'après ces courbes, on remarque que la normalisation traditionnellement utilisée et qui consiste à comparer des échantillons de tailles différentes en observant les densités de courant et champ ne peut s'avérer être un critère objectif. Bien qu'à faible champ le rôle de l'épaisseur peut être négligé en regard de la tolérance du fabricant de 10% (Tableau IV-9), ce qui n'est plus le cas à des champs élevés.

Echantillons	Champ de seuil
	[ $J=1\text{mA/cm}^2$ ] (kV/cm)
S20K230_0	2,16
S20K230_1	2,34
S20K230_2	2,32
S20K230_3	2,47
S20K230_4	2,46
S20K230_5	2,62
S20K230_6	2,62
S20K230_7	2,58

Tableau IV-9 : Champs de seuil pour des échantillons commerciaux de différentes épaisseurs

En effet, pour un champ élevé constant, la densité de courant traversant l'échantillon augmente avec son épaisseur. Ainsi, une différence pouvant atteindre une décade peut être observé. Cette observation rejoint une hypothèse que nous avons déjà effectuée dans la partie II-3-1). Plus l'épaisseur de l'échantillon sera importante et plus le courant aura la possibilité de trouver des chemins préférentiels les moins résistifs.

De plus si on observe les paramètres électriques maximaux sous impulsions de courant, les échantillons possédant la plus faible épaisseur sont ceux qui possèdent les paramètres maximaux nettement inférieurs à ceux dont l'épaisseur est la plus élevée. Le calcul de la densité d'énergie maximale admissible, pourtant ramenée au volume du matériau, montre clairement cette tendance (Tableau IV-10).

Dans ces conditions, il paraît toutefois difficile de faire un choix du matériau d'encapsulation idéal. Cependant, les échantillons 1 à 4 possèdent des épaisseurs relativement proches, et pour deux d'entre eux la densité de courant maximal ainsi que la densité d'énergie maximale admissible s'avèrent plus importants que pour l'échantillon de référence.

Impulsions de courant 8/20 $\mu$ s							
	$I_{\max}$ (A)	$U_{\max}$ (kV)	Energie Max. (J)	$J_{\max}$ (kA/cm <sup>2</sup> )	$E_{\max}$ (kV/cm)	Densité d'énergie Max. (J/cm <sup>3</sup> )	Mode de dégradation
S20K230_0	7,6	1,03	117.6	3,8	6,1	232	Fracture
S20K230_1	6,8	0,94	80.98	4,4	7,1	239	Fracture
S20K230_2	8,3	1,05	117.17	5,4	8	351	Perforation
S20K230_3	6,8	1,01	98.44	4,4	7,8	298	Fracture
S20K230_4	7,7	1,06	111.77	5,0	8,3	355	Perforation
S20K230_5	2,5	0,8	46.5	1,6	7,6	167	Fracture
S20K230_6	2,9	0,9	53.6	1,9	7,9	183	Perforation
S20K230_7	3,3	0,8	44.64	1,3	8,2	181	Perforation

Tableau IV-10 : Bilan des paramètres électriques maximaux sous impulsions de courant pour des échantillons commerciaux

Notre choix se porte donc sur l'encapsulation avec l'époxy Araldite 2011. Les échantillons frittés par SPS présentés dans la suite de ce manuscrit seront encapsulés avec ce matériau.

Les dimensions géométriques des échantillons ont donc une influence sur la tenue aux impulsions de courant. Nos premières mesures sous impulsions de courant sur des échantillons frittés par SPS étaient consacrées à des échantillons possédant une très faible taille de grains de ZnO (de l'ordre de 2  $\mu$ m). Nous avons émis l'hypothèse que le matériau d'encapsulation pouvait participer à la dégradation de la varistance en regard des dispersions observées. Notre choix de matériau d'encapsulation étant effectué, l'hypothèse d'une disparité dans les différentes mesures inhérentes au procédé de frittage n'est tout de même pas à négliger.

## **IV ) INFLUENCE DE LA TAILLE DES GRAINS SUR L'ENERGIE MAXIMALE ADMISSIBLE**

Dans cette partie, des échantillons frittés par SPS avec des temps de paliers différents sont élaborés. L'intérêt est de déterminer l'influence de la taille de grains sur les paramètres maximaux admissibles par les varistances.

### **IV-1)Echantillons et microstructures**

Les paramètres de frittages sont identiques à ceux utilisés précédemment seul le temps de palier varie (1, 15 ou 60 minutes). Le Tableau IV-11 présente les temps de palier, caractéristiques géométriques et taille de grains estimés de chaque échantillon.

	<u>Temps de palier (min)</u>	<u>Diamètre (mm)</u>	<u>Epaisseur (mm)</u>	<u>Taille de grains estimée (µm)</u>
<b>AL530</b>	1	20.3	2.1	2
<b>AL531</b>	1	20.4	2.05	2
<b>AL532</b>	1	20.3	2.09	2
<b>AL533</b>	1	20.3	2.1	2
<b>AL963</b>	15	20.28	2.07	5
<b>AL964</b>	15	20.2	2.08	5
<b>AL959</b>	60	20.1	2.04	20
<b>AL960</b>	60	20.2	2.12	20

*Tableau IV-11 : Caractéristiques géométriques, temps de paliers et taille de grains associées*

Les images MEB d'échantillons réalisés avec ces trois temps de palier différents sont présentées dans la Figure IV-30.

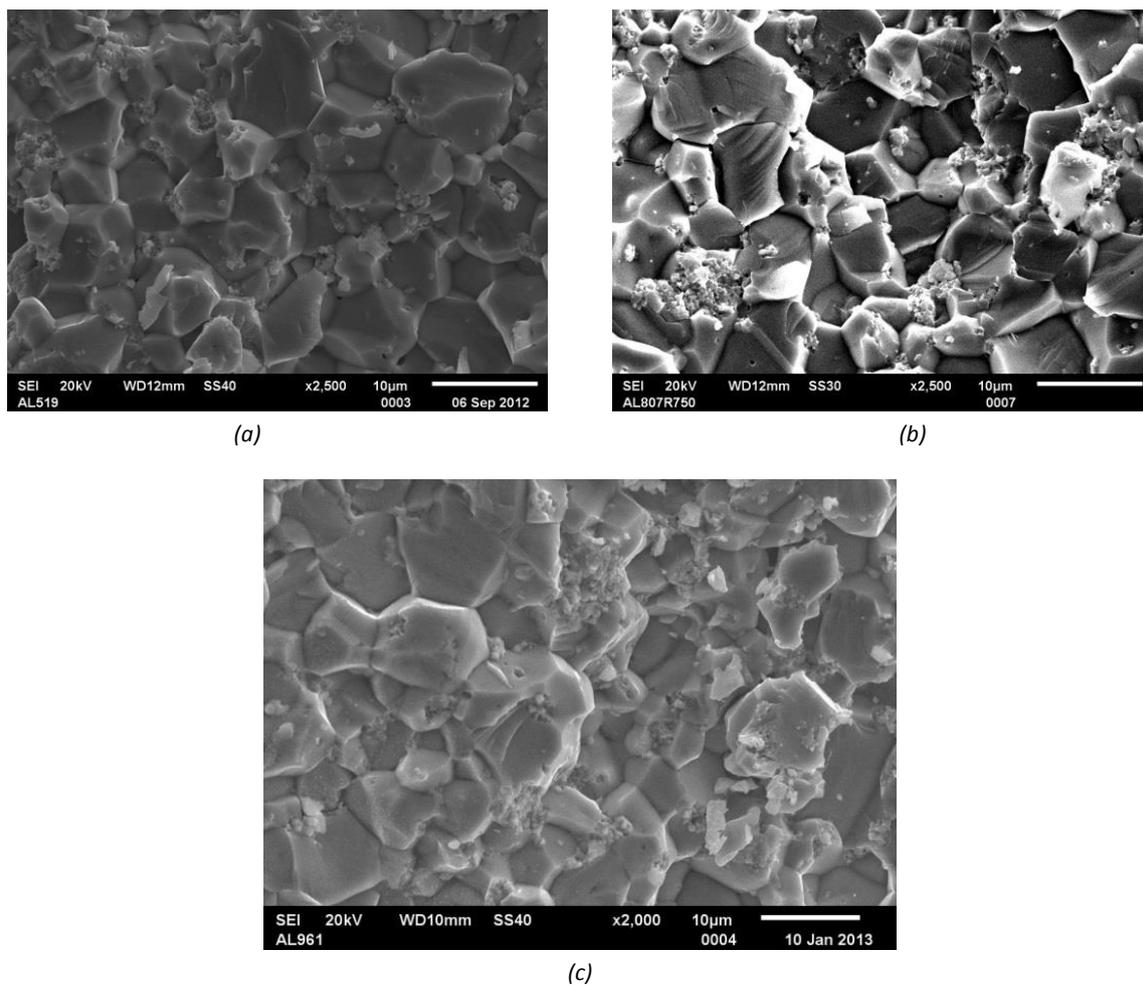


Figure IV-30 : Image MEB de trois échantillons SPS avec temps de palier de 1 minute (a), 15 minutes (b) et 60 minutes (c)

## IV-2) Caractéristiques et paramètres électriques

Le relevé des caractéristiques complètes sous faibles champs continus et sous impulsion de courant pour les échantillons frittés par SPS avec des temps de paliers différents est présenté dans la Figure IV-31.

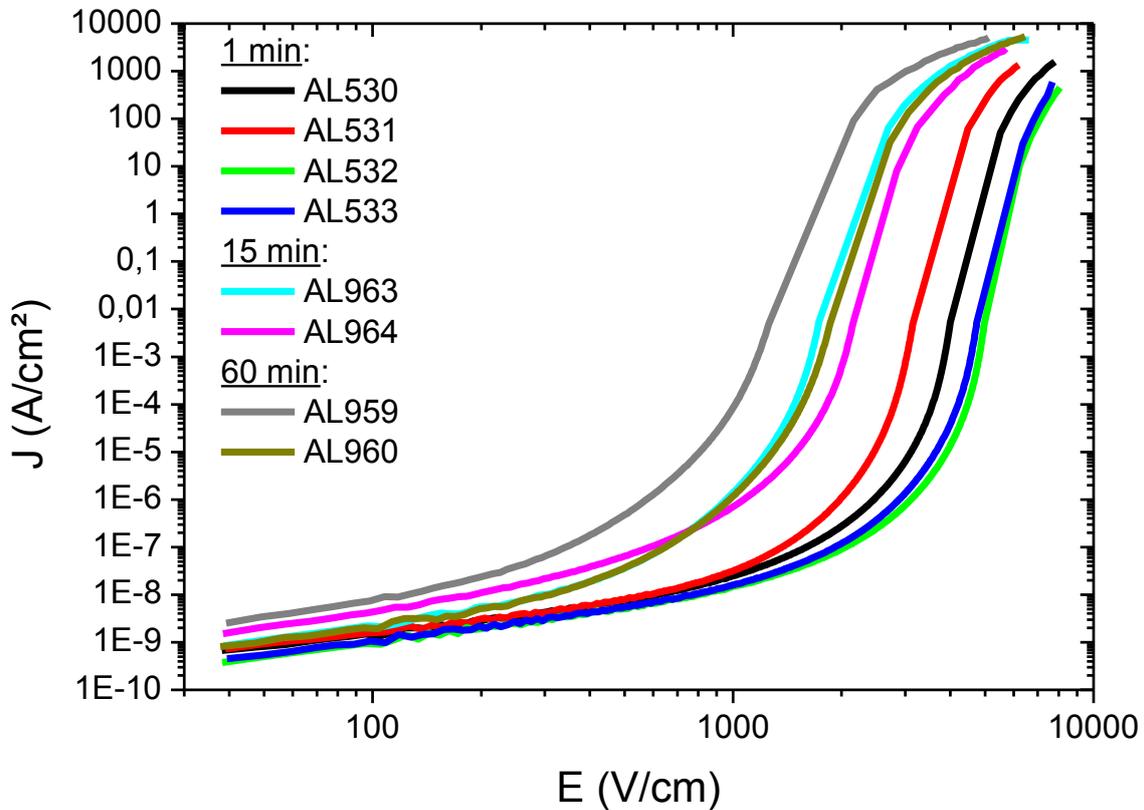


Figure IV-31 : Caractéristiques  $J(E)$  complètes d'échantillons frittés par SPS avec temps de palier différents

Les échantillons frittés avec des temps de paliers de 1 minute possèdent des caractéristiques similaires pour des champs inférieurs à 1 kV/cm. Au-dessus de cette valeur seulement deux échantillons possèdent une caractéristique semblable (AL532 et AL533). Concernant les échantillons frittés avec un temps de palier de 15 minutes, les caractéristiques peuvent être considérées comme assez proches. Cependant sous forts champs le décalage des deux courbes atteint une décade. Quant aux échantillons frittés avec un temps de palier de 60 minutes, leurs caractéristiques sont décalées de l'ordre d'une décade au maximum jusqu'à 500 V/cm, puis atteint 2 décades jusqu'à 2kV/cm.

D'une manière générale les échantillons possédant des temps de paliers court d'une minute (donc des tailles de grains plus petites) présentent un champ de seuil plus important. Par conséquent les échantillons possédant un temps de palier plus long devraient voir leurs champs de seuils diminuer. Globalement, on retrouve ce comportement, hormis pour l'échantillon AL960, fritté avec un temps de palier de 60 minutes, qui possède un champ de seuil proche des varistances frittés avec un temps de palier de 15 minutes.

Les paramètres électriques sous faibles champs continus pour chacune des varistances sont présentés dans le Tableau IV-12.

<b>Paramètres électriques sous champs faibles continus</b>				
<b>Echantillons</b>	<b>V<sub>s</sub> (V)</b>	<b>E<sub>s</sub> (kV/cm)</b>	<b>α<sub>1</sub> (1-10mA)</b>	<b>I<sub>f</sub> (nA)</b>
AL530	812	3,8	43	466
AL531	622	3	39	342
AL532	1000	4,8	43	410
AL533	928	4,5	41	450
AL963	342	1,6	30	770
AL964	426	2	30	1635
AL959	240	1,2	21	2279
AL960	372	1,7	26	991

Tableau IV-12 : Paramètres électriques sous faibles champs continus

Concernant les paramètres électriques maximaux sous impulsion d'onde 8/20 μs, les varistances possédant des tailles de grains de l'ordre de 2 μm supportent un courant très inférieur à celles ayant une taille de grains plus élevée. La tendance va clairement dans le sens d'une taille de grains plus élevée, ou comme le montre le Tableau IV-13, une densité d'énergie maximale admissible de 327 J/cm<sup>3</sup> est obtenue pour la varistance AL960 possédant une taille de grains de ZnO de l'ordre de 20 μm.

<b>Impulsions de courant 8/20 μs</b>						
	<b>I<sub>max</sub> (kA)</b>	<b>U<sub>max</sub> (V)</b>	<b>Energie Max. (J)</b>	<b>J<sub>max</sub> (kA/cm<sup>2</sup>)</b>	<b>E<sub>max</sub> (kV/cm)</b>	<b>Densité d'énergie Max. (J/cm<sup>3</sup>)</b>
AL530	3,2	1,6	118	1,6	7,8	174
AL531	2,7	1,2	76	1,3	6,2	113
AL532	2,7	1,7	61	1,3	8,2	90
AL533	1,2	1,5	44	0,5	7,6	64
AL963	9	1,3	177	4,5	6,6	265
AL964	5,9	1,2	111	3	5,7	166
AL959	10,1	1	210	5	5,1	320
AL960	10	1,3	222	5,3	6,4	327

Tableau IV-13 : Paramètres électriques sous impulsions de courant

Certains auteurs ont émis l'hypothèse que la diminution de la taille des grains de ZnO, nécessaire pour obtenir des champs de seuil élevés, entraînait un plus grand nombre de barrières qui pouvait supporter plus d'énergie apportée par les chocs [83], ce qui ne semble pas être le cas. Nous ne pouvons cependant pas affirmer que la tenue en énergie de ces varistances soit étroitement liée à la taille des grains de ZnO. En effet, les temps de palier plus longs ont peut être assuré une meilleure répartition et migration des différents dopants.

Les caractéristiques J(E) des échantillons frittés par SPS possédant le même temps de palier présentent des disparités bien que le procédé de frittage soit strictement identique. Il faut cependant faire remarquer que la détermination de la taille des grains de ZnO s'effectue sur un échantillon vierge de toute mesure et fracturé avant d'être observé sous MEB. Ainsi, l'estimation de la taille des grains de ZnO peut être faussée par rapport à l'échantillon réel que nous caractérisons. C'est d'ailleurs ce que montre la courbe de la permittivité effective relative en fonction de la fréquence (Figure IV-32) réalisée avant les mesures courant-tension.

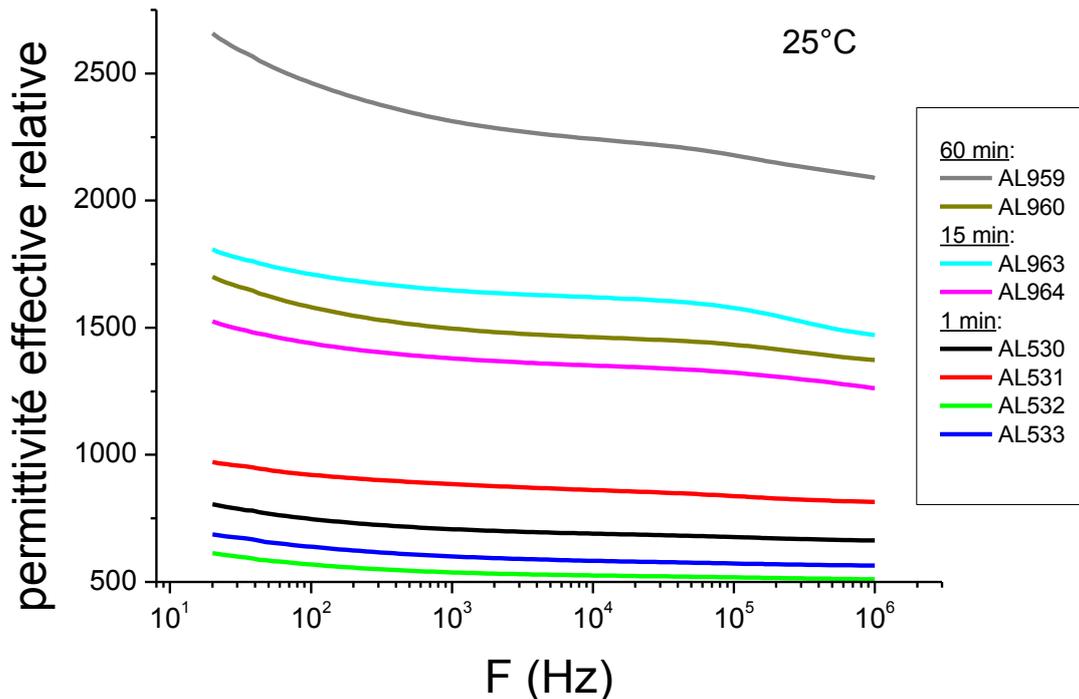


Figure IV-32 : Courbe permittivité effective relative en fonction de la fréquences pour des varistances SPS frittées avec différents temps de palier

La permittivité effective relative tracée est liée à la capacité, directement en lien avec la taille des grains et par conséquent au champ de seuil. Cette permittivité effective relative suit la même évolution que celle des tensions de seuils observées dans la Figure IV-31 et le Tableau IV-12 laissent penser à une disparité dans la taille des grains de ZnO

## V ) BILAN

Nous avons montré qu'en partant d'une même poudre de base, le frittage SPS permettait d'obtenir des varistances possédant des champs de seuil beaucoup plus importants. Le frittage de ces varistances doit cependant être suivi d'un cycle de recuit (n'ayant pas d'influence sur la taille des grains de ZnO), afin de réoxyder le bismuth métallique formé par l'atmosphère réductrice du frittage SPS.

Le choix du matériau d'encapsulation doit s'effectuer avec certaines précautions puisqu'il est capable de provoquer un échauffement de l'échantillon pouvant conduire à un

emballement thermique. De plus, sur certains matériaux que nous n'avons pas présenté dans ce manuscrit, l'encapsulation a entraîné un changement de la caractéristique courant-tension, certainement lié à un phénomène de conduction au sein même de celui-ci. Aux vues des différentes observations il est également possible que celui-ci conditionne en partie le mode de dégradation des varistances (perforation ou fracture).

Dans la continuité du chapitre 3 concernant la caractérisation des varistances, nous avons prêté une attention particulière au procédé de comparaison consistant à utiliser la densité de courant et le champ afin de s'affranchir des conditions géométriques des échantillons et fait remarquer qu'elle n'était pas judicieuse pour des varistances. Cependant, elle nous permet toutefois d'affirmer que pour des varistances commerciales d'une même gamme possédant une même taille de grains, les caractéristiques géométriques sont liées aux paramètres électriques maximaux qu'elles pourront admettre sans toutefois pouvoir les quantifier. Ce constat ne peut s'affirmer avec certitude concernant les varistances frittées par SPS pour le moment.

Cependant, la taille des grains de ZnO influe fortement sur les propriétés d'absorption de l'énergie des varistances frittées par SPS. Les disparités concernant les échantillons frittés par SPS avec le même procédé amène à considérer que la poudre de base utilisée dans notre étude n'est pas adaptée pour un frittage rapide.



# CONCLUSION ET PERSPECTIVES

Les travaux de thèse synthétisés dans ce mémoire traitent des propriétés électriques de varistances issues d'un procédé de frittage rapide : le frittage SPS. S'inscrivant dans le cadre du projet PREFACE (PROjet d'Etude Foudre sur Avion Composite Plus Electrique), les travaux présentés reposent plus particulièrement sur une collaboration entre le Centre Inter universitaire de Recherche et d'Ingénierie des Matériaux (CIRIMAT), la société TRIDELTA PARAFODRES S.A. et le Laboratoire Plasma et Conversion d'Énergie (LAPLACE).

La première partie du mémoire présente le contexte dans lequel se situent ces travaux. Les varistances étant largement utilisées comme moyen de protection contre les surtensions ayant pour origine la foudre, c'est donc naturellement que nous nous sommes intéressés à ce phénomène. Tout d'abord, nous avons effectué un rappel historique portant sur la foudre qui nous a permis d'aboutir aux connaissances actuelles. Puis nous avons abordé ce phénomène dans un contexte aéronautique, où nous avons montré que le foudroiement d'un avion n'est pas exceptionnel. Nous avons finalement présenté la réglementation internationale en vigueur.

L'avènement des matériaux composites couplés à l'orientation des avionneurs vers le « plus électrique » induisent de nouvelles contraintes face au besoin incontournable de robustesse à la foudre. Les solutions actuelles à base de silicium limitent les perspectives d'évolution notamment en terme de densité d'absorption énergétique. En revanche, le composant varistance présente l'avantage de posséder une densité d'absorption énergétique bien meilleure. Couplé aux perspectives que laisse présager une méthode de fabrication par frittage SPS, qui permet très probablement d'accroître les cinétiques de densifications des matériaux, ce composant laisse envisager des performances électriques optimisées pour une compacité maximale.

La deuxième partie de ce manuscrit, a porté sur les généralités concernant les varistances à base de ZnO et dans un premier temps sur les différentes grandeurs électriques qui leurs sont associées. De leurs constitutions à leurs structures, une description de ce composant multi-matériau est effectuée avant une revue des différentes théories qui se sont succédées afin d'expliquer leur mécanismes de conduction. Bien que dans notre étude la composition de la poudre, issue des applications TRIDELTA PARAFODRES S.A., ne sera pas modifiée, le rôle des différents constituants est nécessaire à la compréhension des propriétés et du comportement des varistances. Enfin, nous avons présenté la méthode de frittage SPS mise en œuvre dans le projet et ses potentialités.

La plupart des travaux étudiant les mécanismes de conduction dans les varistances reposent sur la théorie des bandes d'énergies que l'on retrouve traditionnellement pour des

matériaux isolants ou diélectriques. Dans ce cas l'interface électrode/isolant devient par analogie une interface grain/joint de grain. Par ailleurs, il faut noter que nous avons étudié le composant dans son ensemble de grains et joints de grain sans se focaliser sur une interface unique peu représentative. Cependant, malgré les nombreux travaux effectués depuis la découverte des varistances à base de ZnO, aucun protocole strict de caractérisation ne ressort et ce particulièrement dans la zone des champs faibles. Bien que cette zone de fonctionnement ne soit souvent que partiellement représentée pour des varistances commerciales, son obtention se doit d'être soumise à plusieurs commentaires. En effet, nous avons quantifié les erreurs d'appréciations du courant de conduction et de ce fait montrer l'importance du choix du temps de polarisation. Ce paramètre dont l'influence a été démontrée n'est que trop rarement précisé dans la littérature et se doit d'être choisi de manière judicieuse afin de pouvoir analyser les mécanismes de conduction en toute rigueur. Nous avons vérifié par ailleurs que le modèle de conduction de type Schottky ne pouvait être écarté. L'originalité de cette démonstration réside en la comparaison d'échantillons frittés de manière conventionnelle et par SPS possédant la même taille de grain et obtenus à partir d'une même poudre.

Cette comparaison à taille de grains identique montre également les avantages que nous pouvons obtenir par ce procédé. En effet, pour un échantillon fritté par SPS, un champ de seuil de l'ordre de 50% plus élevé et un courant de fuite 5 à 7 fois plus faible ont été obtenus, pour une épaisseur moindre par rapport à une varistance frittée de manière conventionnelle. Ceci présente l'avantage d'un gain en volume ainsi qu'un vieillissement moindre puisque lié à la circulation d'un courant de fuite plus faible. Un autre avantage du frittage par SPS est la possibilité de fritter des échantillons possédant de faibles taille de grains ce que permet de limiter la valeur de la capacité maximale autorisée dans certaines applications et notamment dans l'aéronautique.

Dans la continuité de notre revue critique sur la caractérisation des varistances ZnO, nous avons montré que normaliser les caractéristiques en densité de courant et en champ afin de s'affranchir des différences géométriques des échantillons, n'était pas approprié. Sans entrer dans une étude complète sur les matériaux d'encapsulation, nos travaux mettent en évidence l'importance et l'influence que celui-ci peut avoir, tant sur la caractérisation que sur sa dégradation et son vieillissement.

L'augmentation du temps de palier de frittage SPS (donc de la taille des grains) permet d'augmenter considérablement la tenue aux impulsions de courant. Des courants de 10 kA maximum sont obtenus pour des varistances possédant une taille de grains de 20  $\mu\text{m}$  contre des valeurs entre 1,2 kA et 3,2 kA pour des varistances avec une taille moyenne de grains de 2  $\mu\text{m}$  (avec un même matériau d'encapsulation). Ainsi, les densités d'énergies maximales admises pour des varistances frittées par SPS avec une taille de grains de 20  $\mu\text{m}$  atteint les 320 J/cm<sup>3</sup>.

Les potentialités offertes par les différents paramètres de réglage (température, pression, vitesse de montée/descente en température, temps de palier) du procédé de frittage par SPS permettent notamment l'obtention de composants plus fins pour des performances électriques identiques voire supérieures aux composants frittés conventionnellement. Les travaux passés et en cours sur le frittage SPS permettent petit à petit de mieux appréhender les mécanismes liés au mode de frittage. Dans notre cas, et grâce aux travaux effectués par le CIRIMAT, une température de frittage permettant d'obtenir une densification optimum a été identifiée. Cependant nos travaux amènent à différentes questions et perspectives concernant ce procédé :

- Notre poudre de base est issue d'applications dont les composants sont frittés de manière conventionnelle, on peut donc naturellement s'interroger si sa composition est optimisée pour réaliser des composants issus de cycle de frittage rapide
- La répartition et la migration des dopants ne s'effectue peut-être pas correctement notamment pour des vitesses de montée en température rapide (100 °C/min) et un temps de palier très court (1min). Ceci expliquerait l'importante disparité que nous avons obtenue pour des échantillons frittés par SPS avec les mêmes paramètres de frittage. Ainsi, des essais avec différentes vitesses de montée (et descente) en température permettrait d'éclairer la relation entre cinétique de densification, diffusion et propriétés électriques
- D'un point de vue industriel, ce procédé de frittage offre la possibilité de fritter une varistance en une dizaine de minutes contre une dizaine d'heures pour un frittage conventionnel si l'on s'affranchi du problème de recuit lié à l'utilisation de matrice en graphite. En effet, l'utilisation de ce matériau nécessite de travailler sous vide ou sous atmosphère neutre car en présence d'oxygène la matrice se dégraderait à haute température. S'affranchir de ce recuit est donc une perspective intéressante dans un contexte industriel (frittage SPS sous air)
- L'élaboration de barreau par frittage SPS serait également intéressante pour l'industrie. En effet, elle permettrait d'obtenir une série de pastilles identiques après découpe en un seul cycle de frittage. Néanmoins des travaux supplémentaires devront s'assurer de l'homogénéité structurale, microstructurale et physique dans tout le volume du matériau.

Concernant les varistances élaborées par SPS, les mesures sous impulsions de courant ont toujours été effectuées de manière progressive en incrémentant le courant de charge. Cependant, d'autres essais sont nécessaires afin de mieux appréhender leurs phénomènes de vieillissement et de dégradation : série d'impulsions, tenue énergétique liée à l'application d'ondes de formes différentes (plus longues et donc plus contraignantes), vieillissement sous champ constant en température, durée de vie, mode de destruction privilégié et influence (circuit ouvert/fermé), ...

Pour les varistances en général, une étude sur le matériau d'encapsulation devrait permettre de déterminer le rôle que celui-ci peut avoir sur les phénomènes de vieillissement et de dégradation. On peut ainsi imaginer qu'une encapsulation optimisée puisse permettre de réduire la contrainte thermique lors d'une impulsion de courant.

Enfin une étude plus précise des courants transitoires dans les varistances notamment des courants de polarisation et de dépolarisation pour des champs inférieurs à la tension de basculement d'un joint de grain à son champ de seuil pourrait nous renseigner sur son origine. Idéalement étudiée sur un nombre de grains et de joints de grain connu, celle-ci pourrait montrer l'influence du réseau (série-parallèle) d'interfaces grain/joints de grain formant une varistance.

# ANNEXES



## Annexe A

### Le phénomène foudre

---

#### I ) TYPES D'ORAGES ET REPARTITION

Bien que l'on observe parfois des éclairs dans les tempêtes de sable, de neige ou dans les nuées des éruptions volcaniques, le principal générateur d'orage est le cumulo-nimbus. Il diffère des autres nuages d'averses de par son échelle d'extension tant verticale qu'horizontale mais surtout par son aptitude à donner naissance à des phénomènes électriques. Ce nuage orageux possède une base plate, qui se situe généralement à une altitude comprise entre 500 et 2000 m, tandis que son sommet, à la forme d'une enclume, peut se situer à une altitude variant entre 6 et 18 km.

##### I-1) Types d'orages

Il existe plusieurs types d'orages que l'on classe suivant leurs origines. On distingue notamment les orages de types frontaux, les orages orographiques et les orages thermiques ou de chaleur (Figure A-1).

###### a) Les orages frontaux

Ces types d'orages sont issus de la rencontre de deux masses d'air dont les températures et les taux d'humidité présentent des différences plus ou moins importantes.

###### b) Les orages orographiques

Ces types d'orage sont généralement causés par un écoulement instable d'air chaud et humide vers le haut, généralement dû à la topographie de la région (montagne en général). Ils éclatent souvent sur les reliefs, notamment pendant les périodes chaudes et sont susceptibles de rester au même endroit.

###### c) Les orages thermiques

Ces orages apparaissent lorsque les sols sont surchauffés, comme aux tropiques par exemple, où la chaleur au sol atteint des valeurs importantes.

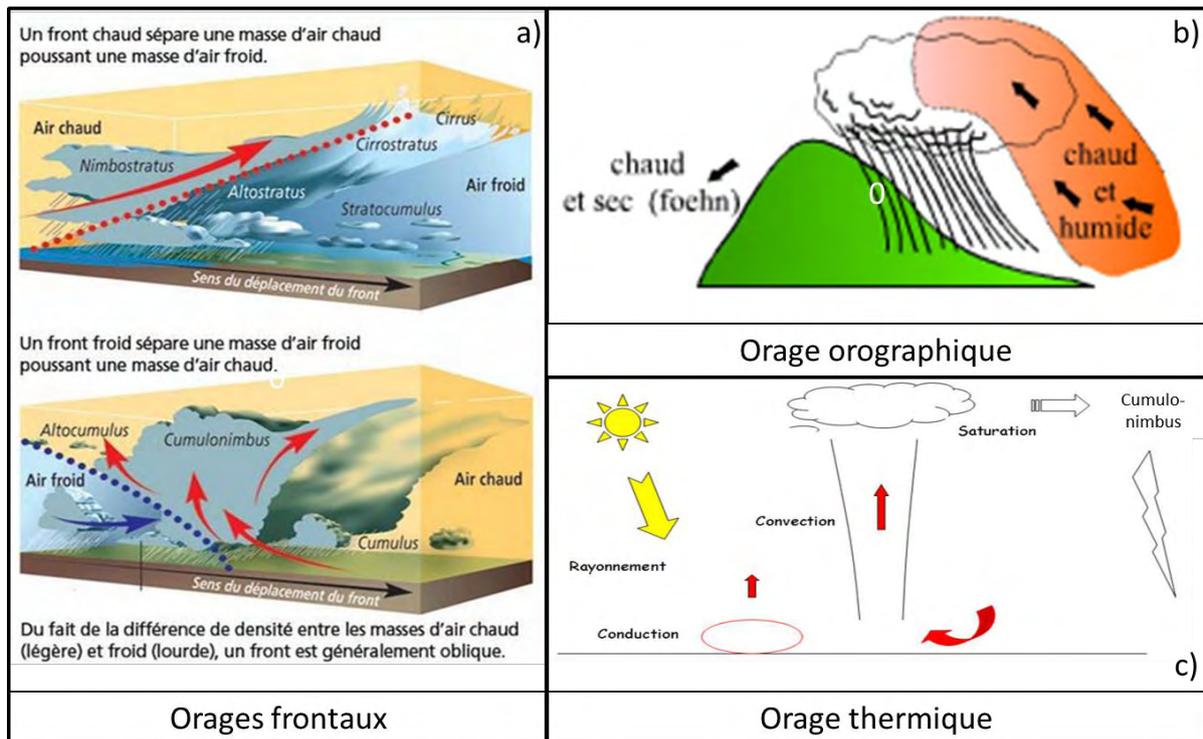


Figure A-1 : Principaux types d'orages

## I-2) Répartition des orages

La répartition des orages et leur sévérité nécessite de comptabiliser le nombre de jours d'orage en un lieu et sur une période donnée : c'est ce que l'on appelle le niveau kéraunique. Les météorologues considèrent que lorsque le tonnerre a retenti au moins une fois, il s'agit d'un jour d'orage. Par définition, le niveau kéraunique correspond au nombre de jours par an où le tonnerre a été entendu au moins une fois. Cette donnée ne donne aucune indication quant à la densité de foudroiement d'un lieu mais permet néanmoins l'établissement de statistiques [128] [129].

En France, le niveau kéraunique moyen est de 20. Ce niveau dépend de la morphologie du terrain : il peut être supérieur à 30 dans certaines régions montagneuses ou compris entre 10 et 20 dans les régions côtières de la Manche et de l'Atlantique. Une carte de niveau kéraunique a été réalisée pour la France sans que la source du document soit précisée, elle est cependant utilisée dans le cadre de norme de protection contre la foudre (Figure A-2).



$$N_s = \frac{N_k}{10} \quad (\text{Eq. A-1})$$

Avec cette formule, pour un niveau kéraunique de 20, on obtient une densité de foudroiement d'environ 2 coups de foudre par an et par kilomètre carré. Cependant, il faut noter que cette valeur ne représente qu'une moyenne, qui ne prend pas en compte les particularités topographiques.

## **II ) LA NAISSANCE D'UN ORAGE**

L'atmosphère est toujours proche d'un équilibre global. Comme nous l'avons abordé dans le paragraphe CHAPITRE II-2), la formation de cumulo-nimbus est toujours liée à la présence d'air instable, humide et chaud, avec, par conséquent, d'importants gradients de température sur de grandes épaisseurs.

Le processus d'électrification du nuage, la répartition et la séparation des charges résultent de phénomènes complexes. De multiples hypothèses ont été avancées pour tenter d'expliquer ces phénomènes. Les mesures pour étayer les différentes hypothèses sont difficiles à réaliser voir irréalisable à l'heure actuelle. Cependant, les théories reposant sur les principes fondamentaux de la gravitation ou de la convection, semblent aujourd'hui admis par la majorité de la communauté scientifique [1] [2] [3].

Les vents forts et violents, ascendants et descendants, présents au sein d'un nuage orageux typique provoquent la collision de particules de différents types d'hydrométéores (grêlons, eau surfondue, neige, cristaux de glace,...). C'est le frottement entre ces particules qui entraîne l'électrification du nuage et la séparation des charges. Les particules les plus lourdes (gouttes d'eau) chargées négativement se retrouvent dans le bas du nuage par des effets gravitationnels, alors que les particules les plus légères (cristaux de glace) chargées positivement sont attirées vers le haut du nuage par des effets convectifs. Souvent, un flot de charges positives est inséré dans la masse négative, phénomène certainement dû aux recombinaisons possibles « ions-gouttelettes ». Cette distribution de charge dans un orage est représentée sur la Figure A-3.

Ce nuage orageux possède donc une structure électrostatique proche d'un dipôle formé de deux poches de charges de signes opposés évalués à plusieurs dizaines de Coulombs et pouvant atteindre plusieurs centaines de Coulombs.

Le nuage fait apparaître sur la terre, par influence électrique, une charge de signe opposé et crée ainsi deux véritables dipôles électriques :

- Un dipôle interne généré entre les pôles positif et négatif du nuage,
- Un dipôle externe, entre la base du nuage et la surface de la terre.

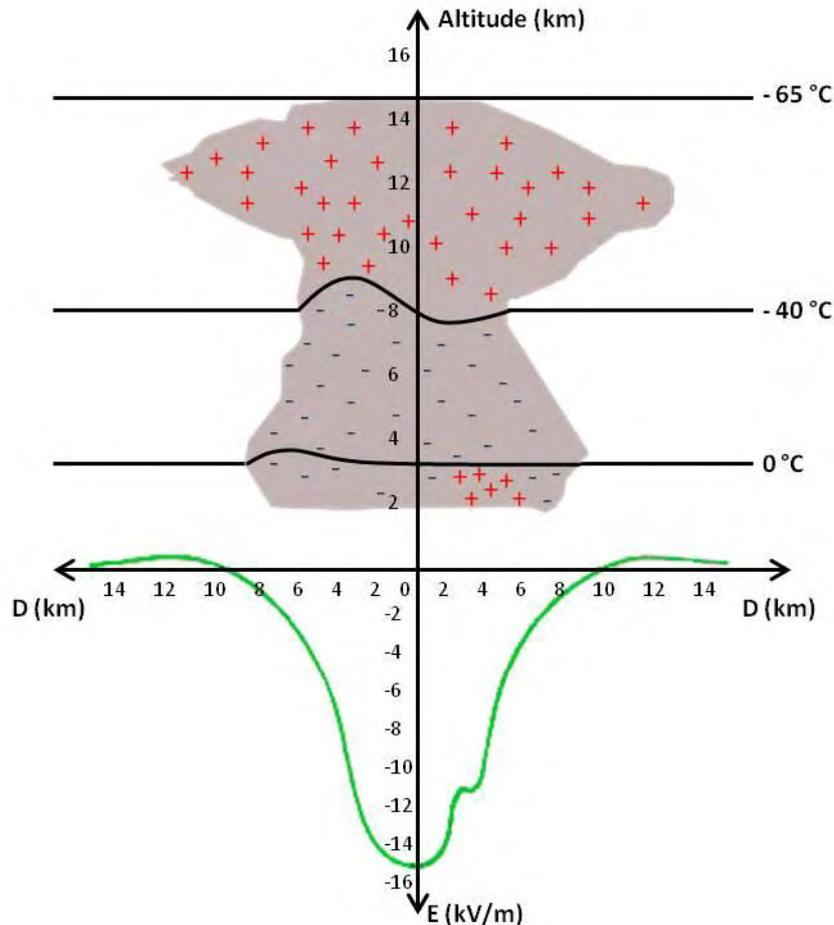
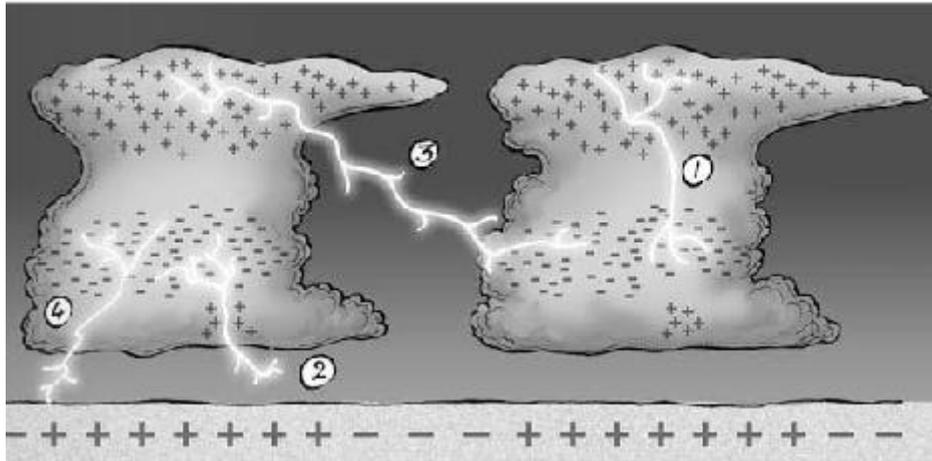


Figure A-3 : Répartition des charges à l'intérieur d'un nuage orageux et variation du champ électrique (adapté de[2])

Lorsque le champ électrique de claquage dans l'air est atteint, une décharge électrique peut apparaître soit entre deux zones du nuage (éclair), soit entre le nuage et le sol (foudre). Le type de décharge la plus fréquente est la décharge intranuage (elle se produit à l'intérieur du nuage). Plus rarement, des décharges peuvent se prolonger dans l'air, à l'extérieur du nuage, mais elles s'interrompent. Parfois, une décharge initiée d'un premier nuage peut atteindre la charge opposée d'un second nuage, on parle alors de décharge internuageuses. La décharge au sol s'initie dans la partie inférieure du nuage où s'accumulent les charges positives. Cependant, elle peut avoir pour origine la charge négative médiane, et plus rarement, par la charge positive supérieure du nuage. La Figure A-4 illustre ces différents types de décharges de foudre.



*Figure A-4 : Différents types de décharges de foudre (1: décharge intranuage; 2: décharge dans l'air; 3: décharge internuage; 4: décharge au sol [2])*

Au niveau du sol, le champ électrique par beau temps et sur sol plat est de l'ordre de 100V/m et dirigé vers la terre (par convention, le champ est négatif lorsque le sol est positif par rapport à l'atmosphère). Au moment de la formation ou de l'approche des nuages fortement chargés négativement à leurs bases, le champ électrique au sol commence à s'inverser puis croître pour atteindre des valeurs de l'ordre de -10 à -15 kV/m. On peut alors dire qu'une décharge au sol est imminente.

Les valeurs de champs électriques indiquées précédemment supposent un sol horizontal plat (champ uniforme). Les reliefs ou aspérités modifient fortement cette situation et par un effet de concentration des lignes de champ électrique, vont renforcer considérablement le champ local à leurs surfaces : c'est l'effet de pointe (Figure A-5). On peut calculer qu'au sommet d'une demi-sphère posée sur un plan, le champ est le triple du champ de référence. Mais pour une demi-ellipsoïde pointue, cet effet s'accroît encore et le champ peut être multiplié par 300 [131]. Le seuil d'ionisation de l'air atmosphérique étant de l'ordre de 30 kV/cm, il suffit d'un champ ambiant d'une dizaine de kilovolts par mètre dans ces conditions pour atteindre les conditions d'apparition d'une décharge. Ce phénomène appelé effet couronne peut se manifester sous forme d'effluves bleutées et de crépitements. Bien connu des marins et des alpinistes sous le nom de feu de Saint-Elme, ce phénomène est signe de danger immédiat et il convient de s'éloigner rapidement des cimes. Ceci rend compte du risque majeur en milieu accidenté et explique pourquoi la foudre frappe en général les endroits et installations les plus pointus (tours, montagnes, arbres, pylônes ...).

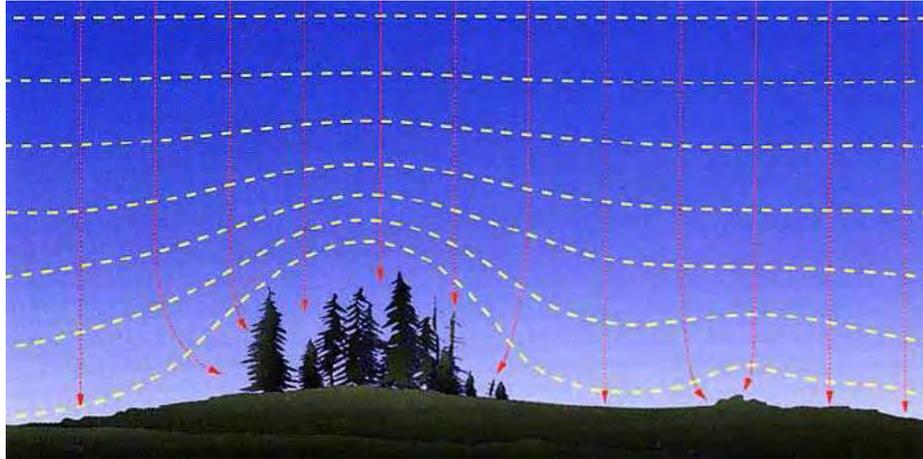


Figure A-5 : Illustration de l'effet de pointe, renforcement du champ électrique en présence d'aspérité [131]

### **III ) MECANISMES ET DEROULEMENT D'UN COUP DE Foudre**

La différence de potentiel entre le nuage et le sol, bien que très élevée, ne permet pas d'emblée la formation d'un arc électrique. Elle va créer une ionisation progressive de l'atmosphère. Cette prédécharge appelée traceur par bond (stepped leader) se déplace par bonds avec une vitesse proche de  $10^5$  m/s. La distance parcourue entre chaque bond est en moyenne d'une dizaine de mètres. Le traceur est une décharge préliminaire peu lumineuse qui se produit entre la terre et le nuage, préparant le chemin au canal de foudre. Les coups de foudre sont classifiés selon le sens du développement du traceur, ainsi on distingue :

- Les coups de foudre descendants : développement du traceur à partir du nuage
- Les coups de foudre ascendants : développement du traceur à partir du sol.

De plus, on classe les coups de foudre selon le sens d'écoulement du courant principal. Par convention on définit :

- Le coup de foudre négatif : la partie négative du nuage se décharge
- Le coup de foudre positif : la partie positive du nuage se décharge.

L'illustration de la classification des courants de foudre est donnée Figure A-6.

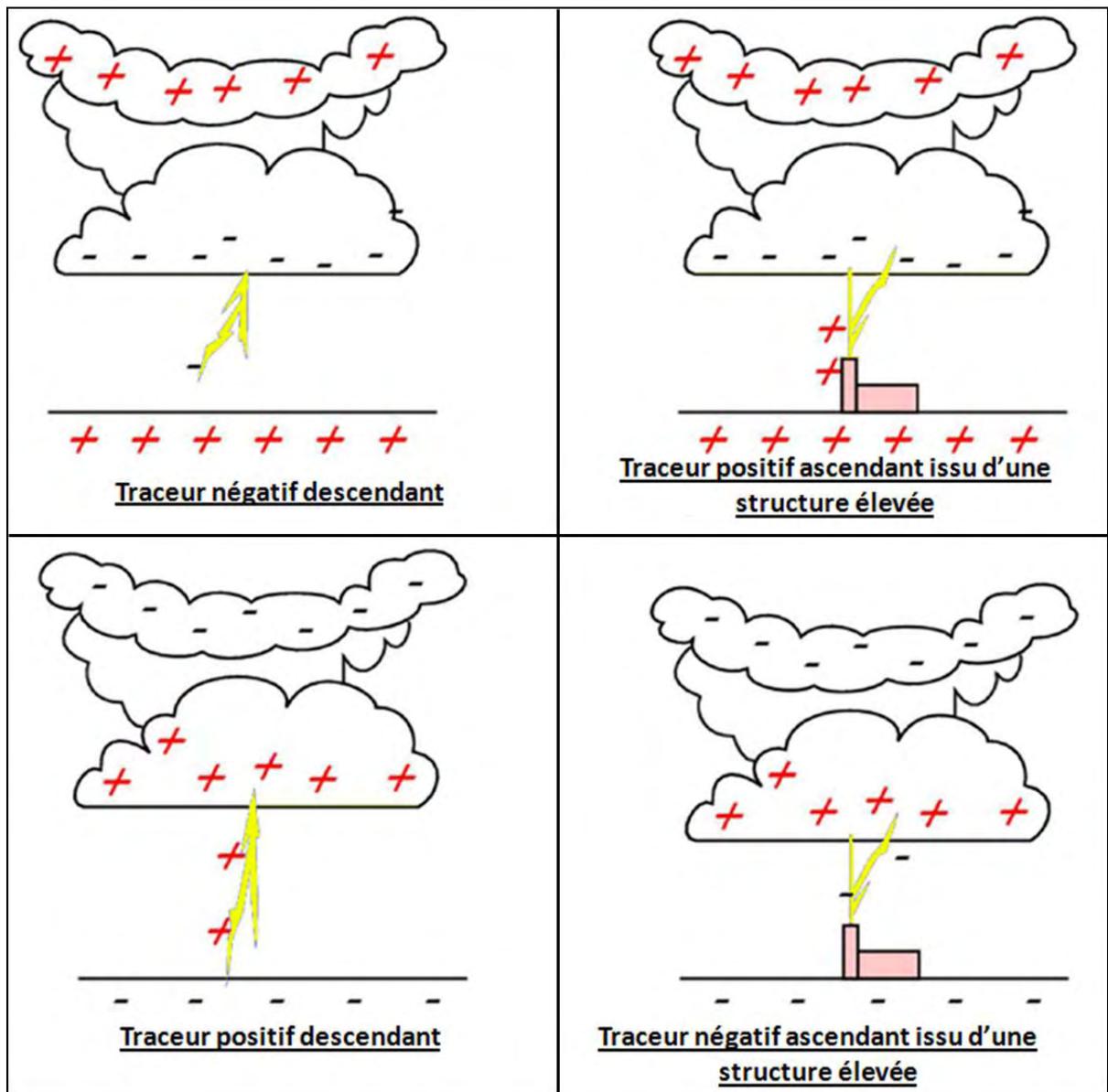


Figure A-6 : Classification des décharges de foudre au sol [132]

Les coups de foudre positifs (ascendant ou descendant) représentent environ 10 % seulement des foudroiements. Pour qu'un coup de foudre ascendant se produise, il doit y avoir la présence d'une aspérité importante telle qu'une tour, un immeuble ou une montagne. Ce type de coup de foudre se produit généralement en région montagneuse. Dans les régions à climat tempéré, il a été observé que 80 à 90 % des coups de foudre sont de type négatif descendant. Dans l'étude qui suit nous nous intéresseront plus particulièrement au coup de foudre négatif descendant, et plus succinctement aux autres types de coup de foudre, ceux-ci étant plus rares.

Rappelons également que le terme "coup de foudre" caractérise uniquement les décharges de type nuage-sol.

### III-1) Mécanisme du coup de foudre négatif descendant

La première phase d'un coup de foudre négatif descendant est la naissance d'un traceur (négatif) qui progresse du nuage vers le sol par bonds successifs (traceur par bonds ou stepped leader). Les temps d'arrêts de chaque bonds sont estimés entre 40 et 100  $\mu\text{s}$ , donnant une vitesse moyenne de propagation de l'ordre de 0.15 à 0.50 m/ $\mu\text{s}$ . Lors de la phase de propagation du traceur (Figure A-7), on observe des ramifications ainsi qu'une augmentation de sa luminosité. Dès que le traceur descendant s'approche suffisamment du sol, il favorise les effets de pointe sur les aspérités, qui vont donner naissance à des traceurs ascendants : c'est le processus d'attachement. Ces derniers vont progresser jusqu'au traceur descendant pour le rejoindre, formant ainsi un canal conducteur entre le nuage et le sol permettant le passage d'un courant de forte intensité, l'arc en retour. Ce courant produit une forte intensité lumineuse, et progresse du sol vers le nuage à une vitesse estimée à  $10^8$  m/s. Ce courant est constitué de charges positives du sol, qui en remontant le canal ionisé formé par la rencontre des deux traceurs, vont neutraliser les charges négatives du traceur descendant. Cette onde produit un courant dont la valeur crête est en général autour d'une dizaine de kA mais peut atteindre parfois jusqu'à plusieurs centaines de kA. Durant la propagation du premier arc en retour, la température très élevée dans le canal (autour de 30 000 °C) crée une dilatation de l'air du canal de foudre et une élévation de la pression dans le canal. La disparition brutale de cette surpression (quand l'éclair s'éteint) provoque une onde de choc qui se propage sous forme d'onde acoustique : le tonnerre.

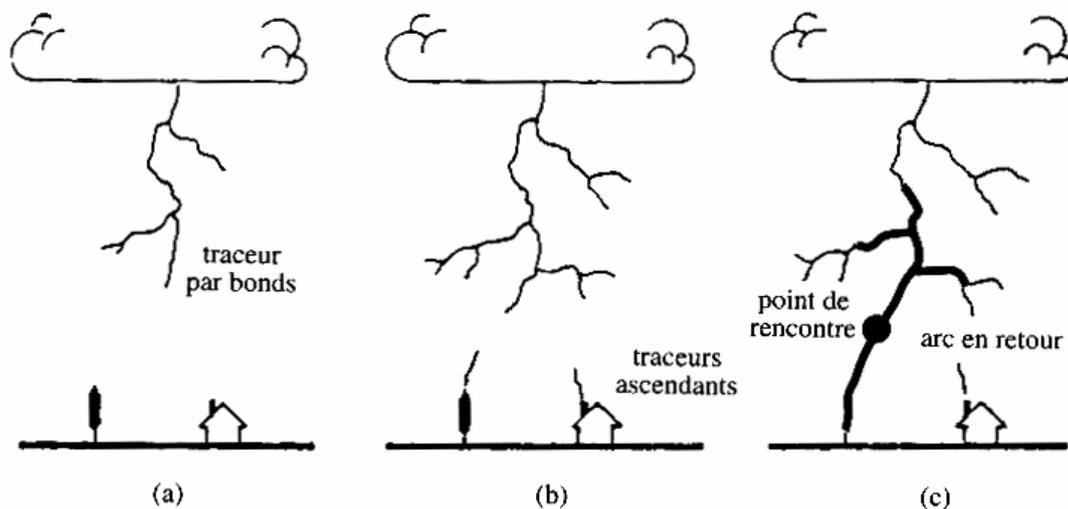


Figure A-7: Processus caractéristique d'un coup de foudre négatif descendant [132]

Dans la majorité des cas, après cette décharge principale, le nuage n'est pas complètement déchargé et donne naissance à des arcs subséquents. Il se forme alors au sein du même canal fortement ionisé (donc conducteur) un nouveau traceur continu (dark leader), beaucoup plus rapide qu'un traceur par bonds. A son tour, il va donner naissance à un arc en retour. En moyenne un coup de foudre dure entre 0.2 et 2 s et comporte 4 arcs en

retour. Notons que ces arcs en retour subséquents n'empruntent pas nécessairement à l'identique la trajectoire de la décharge principale. Environ la moitié des coups de foudre négatifs engendrent plus d'un impact au sol, deux impacts pouvant être séparés d'une dizaine de kilomètres. L'amplitude des courants des arcs subséquents est souvent inférieure à celle du premier arc en retour, alors que leurs temps de montée sont beaucoup plus courts. Il existe cependant un faible courant qui continue à s'écouler dans le canal ionisé entre deux décharges subséquentes : c'est le courant persistant d'une valeur d'une centaine d'ampères écoulant une partie non négligeable de la charge totale d'un coup de foudre (Figure A-8).

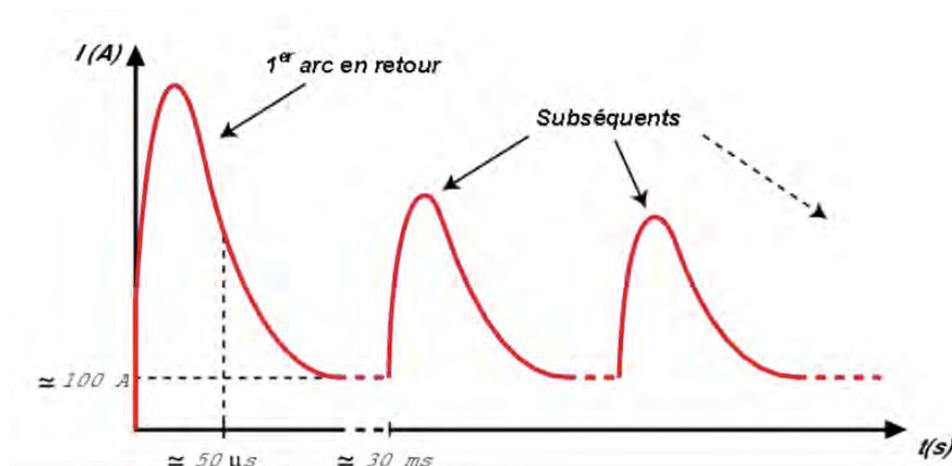


Figure A-8: Allure du courant au sein du canal ionisé

### **III-2) Coup de foudre descendant positif**

Il se déroule de manière identique à un coup de foudre descendant négatif mais n'est constitué que d'un seul arc en retour, d'une durée plus longue. Ce type de coup de foudre ne représente que 10 % des décharges se produisant au sol. Il aurait tendance à se produire l'hiver dans les zones tempérées ou toute l'année dans les régions de latitudes élevées telles que les régions polaires ou la partie positive du nuage est plus proche du sol. Dans ces conditions, les statistiques des décharges aux sols montrent que les décharges positives ont autant de chance de se produire que les décharges négatives.

### **III-3) Coup de foudre ascendant positif et négatif**

Comme nous l'avons évoqué précédemment, la présence de toute aspérité au niveau du sol provoque une augmentation du champ électrique superficiel local, pouvant créer un effet de couronne en son sommet. Dans certains cas, favorisé par les dimensions de l'aspérité (tour élevée par exemple), la décharge peut se développer suffisamment loin pour atteindre le nuage. Les phénomènes sont identiques à un coup de foudre descendant négatif, sauf que le premier traceur se développe à partir de l'aspérité avant d'intercepter le traceur descendant issu du nuage orageux. Ce mécanisme reste le plus probable en

décharge positive, c'est-à-dire quand les charges induites par le nuage orageux sont positives aux sommets des aspérités.

### **III-4) Décharges inter et intra-nuageuses**

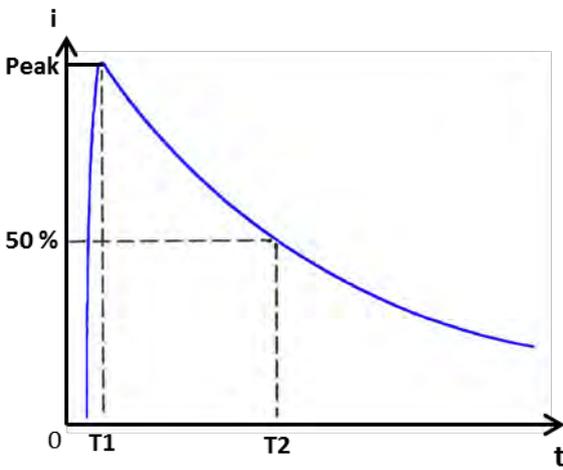
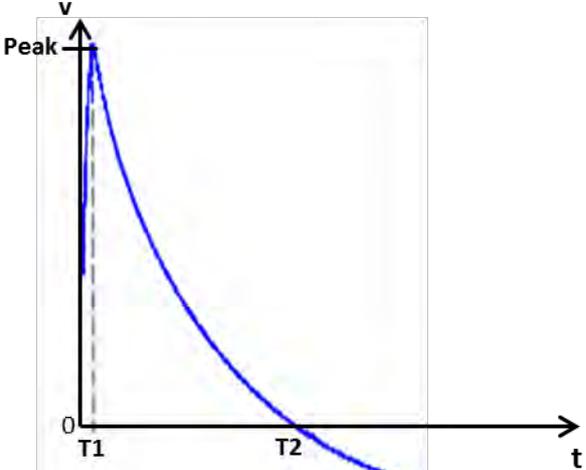
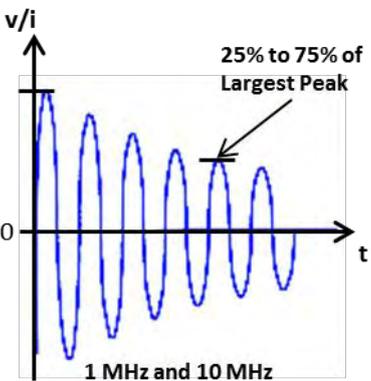
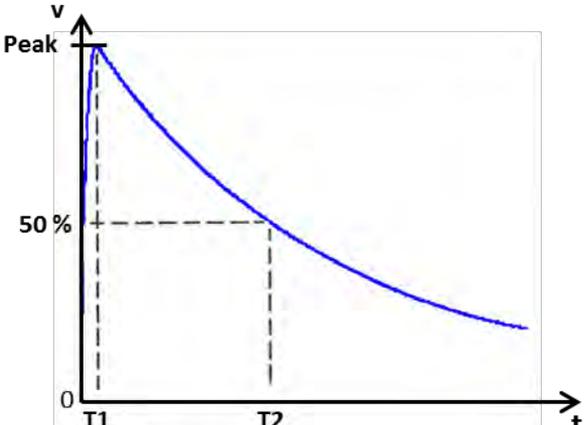
Ces deux autres types de décharges ne sont pas classifiés dans la catégorie des coups de foudre. Elles représentent environ deux tiers des décharges foudres produites sur terre. Leur caractérisation est délicate et met en jeu des zones chargées positivement et négativement éloignées de plusieurs kilomètres. C'est entre ces zones que va se développer le traceur, engendrant les mêmes phénomènes que ceux décrits précédemment : l'arc électrique se propage d'une zone à l'autre créant un courant important et provoquant ainsi des variations du champ électromagnétique.

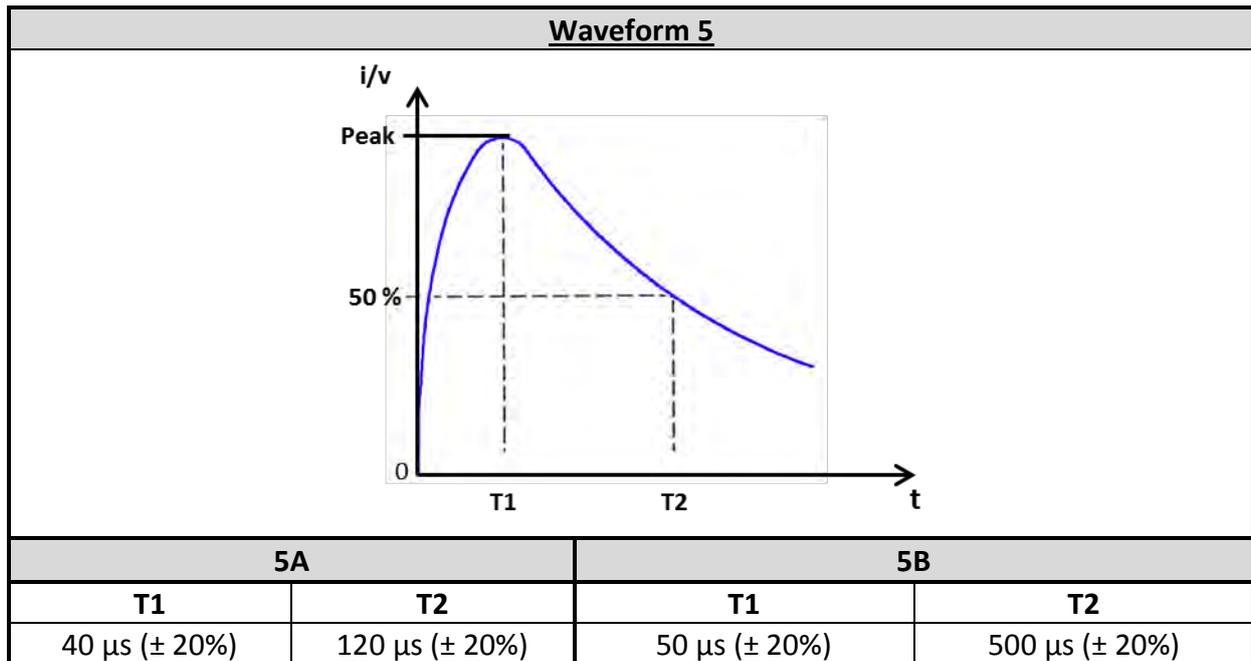


## Annexe B

### Formes d'ondes test à appliquer en entrée d'équipement (effet indirect)

Dans le cadre de ces tests, les transitoires sont appliqués au niveau de l'entrée de l'équipement ou bien au niveau des câblages associés à l'équipement. Les agressions de type groupe de forme d'onde à décharges multiples et à trains d'impulsions sont également prises en compte au niveau des tests sur équipements (non représentés).

<u>Waveform 1</u>		<u>Waveform 2</u>	
			
<b>T1</b>	<b>T2</b>	<b>T1</b>	<b>T2</b>
6.4 $\mu\text{s}$ ( $\pm 20\%$ )	69 $\mu\text{s}$ ( $\pm 20\%$ )	100 $\mu\text{s}$ (max)	6.4 $\mu\text{s}$ ( $\pm 20\%$ )
<u>Waveform 3</u>		<u>Waveform 4</u>	
			
		<b>T1</b>	<b>T2</b>
		6.4 $\mu\text{s}$ ( $\pm 20\%$ )	69 $\mu\text{s}$ ( $\pm 20\%$ )



Outre la forme d'onde et le type de test, le niveau de sévérité de l'agression à appliquer est défini dans les normes comme suit :

- **Niveau 1** : équipement et câblages d'interconnexion placés dans un environnement bien protégé.
- **Niveau 2** : équipement et câblage d'interconnexion placés dans un environnement partiellement protégé.
- **Niveau 3** : équipement et câblage d'interconnexion placés dans un environnement modérément exposé.
- **Niveau 4 et niveau 5** : équipement et câblage d'interconnexion placés dans un environnement électromagnétique sévère.

Le tableau suivant montre les formes d'onde et leurs différents niveaux à appliquer :

Niveau	Waveform		
	3	4	5
	$V_{CO}/I_{CC}$	$V_{CO}/I_{CC}$	$V_{CO}/I_{CC}$
1	100/4	50/10	50/50
2	250/10	125/25	125/125
3	600/24	300/60	300/300
4	1500/60	750/150	750/750
5	3200/128	1600/320	1600/1600

$V_{CO}$  : Tension de circuit ouvert ;  $I_{CC}$  : Courant de court-circuit.

## Annexe C

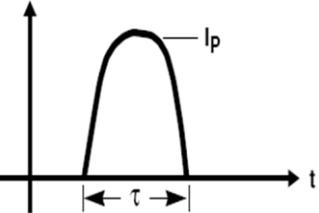
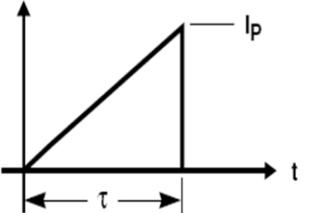
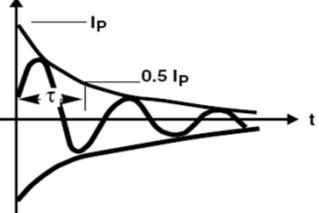
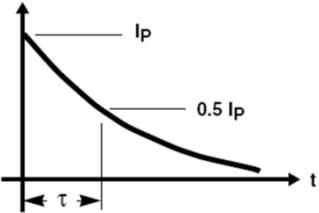
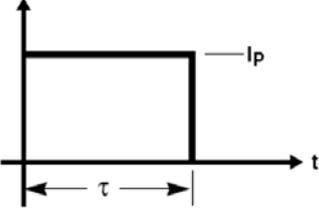
### Evaluation de l'énergie dissipée dans une varistance au cours d'un choc de courant

D'une manière générale l'énergie est donnée par la relation :  $E = \int_0^t v(t) \cdot i(t) \cdot dt$

En fonction de l'onde de courant appliquée cette relation devient :

$$E = \int_0^t V_c(t) \cdot I_p(t) \cdot K \cdot dt = V_c \cdot I_p \cdot K \cdot \tau$$

avec  $V_c$  tension maximale d'écrêtage,  $I_p$  courant maximum dépendant de la forme d'onde,  $K$  coefficient fonction du type d'onde et  $\tau$  durée de l'impulsion.

<b>Forme d'onde</b>	<b>Equation</b>	<b>K</b>
	$I_p \sin\left(\frac{\pi}{\tau} t\right)$	0,637
	$I_p \left(\frac{t}{\tau}\right)$	0,5
	$I_p \sin(\pi t) e^{-t/\tau}$	0,86
	$I_p e^{-t/1,44 \cdot \tau}$	1,4
	$I_p$	1



## Annexe D

### Synthèse des différents mécanismes de conduction

---

Les différents mécanismes de conduction vérifiés durant cette étude sont détaillés ci-dessous.

#### ➤ Mécanisme de conduction contrôlé par le volume

- Conduction ohmique :

Sous faible champ (quelques kV/mm), les matériaux isolants obéissent à la loi d'Ohm. La densité de courant circulant dans les matériaux s'exprime par :

$$J = \sigma E$$

$J$  étant la densité de courant (A/m<sup>2</sup>),  $E$  est le champ électrique (V/m) et  $\sigma$  représente la conductivité du matériau (S/m), indépendante du champ électrique dans ce cas.

- Conduction ionique :

Sous l'effet d'un fort champ électrique et/ou de la température, le mouvement vibrationnel des ions voisins est suffisamment grand pour permettre un saut de l'ion d'un site à un autre. Il consiste donc en une série de sauts au-dessus des barrières de potentiel, ce qui permet aux ions de se déplacer d'un état énergétique à un autre. La densité du courant est donnée par :

$$J = J_0 \sinh \left[ \frac{q l_i E}{k_B T} \right]$$

Où  $l_i$ , représente la distance de saut ionique.

Deux cas sont alors à considérer :

- $q l_i E \ll k_B T$ , le courant est alors proportionnel au champ et on a un comportement ohmique
- Cas de champs forts (10<sup>7</sup>V/m)-

$$J = J_0 \exp \left[ - \frac{\phi - q l_i E}{k_B T} \right]$$

Ce type de conduction se reconnaît par l'obtention d'une droite de pente  $\frac{q l_i E}{k_B T}$  sur un tracé  $\ln J = f(E)$ .

- **Courant limité par charge d'espace :**

Les charges injectées de l'électrode traversent le matériau jusqu'à atteindre l'électrode opposée. Si le taux d'injection est égal au taux de mobilité, les charges ne s'accumulent pas dans les régions proches des interfaces et le contact est dit ohmique. Si la mobilité est faible les charges ont tendance à s'accumuler dans le matériau et le champ électrique dû aux charges accumulées va influencer le courant de conduction. La relation linéaire entre le champ et le courant ne s'applique plus qu'à très faibles champs. Dans le cas d'un diélectrique contenant des pièges, sous fort champ, le courant augmente plus rapidement qu'une fonction linéaire et peut dépendre du carré ou du cube du champ électrique. La relation courant-tension va dépendre de la répartition énergétique et de la densité des pièges. En pratique, ce régime d'injection est souvent simplifié par une approximation avec la loi de Mott-Gurney :

$$J = \frac{9}{8} \varepsilon_0 \varepsilon_r \vartheta \mu \frac{V^2}{d^3}$$

Où  $\vartheta$  est le rapport du nombre des porteurs libres/porteurs piégés ; le produit  $\vartheta\mu$  est la mobilité effective,  $d$  l'épaisseur de l'échantillon et  $V$  la tension appliquée. Différentes tensions de transitions de cette caractéristique sont définies.

- **Effet Poole-Frenkel :**

Le mécanisme de Poole-Frenkel dans le volume est l'analogue de l'injection de Schottky à l'interface métal/isolant (grain/joint de grain). Ce mécanisme tient compte du possible piégeage et dépiégeage des porteurs de charges par activation thermique. Contrairement au phénomène Schottky, où la barrière d'injection est diminuée par la charge présente dans le diélectrique, le mécanisme de Poole-Frenkel est basé sur la diminution de la hauteur de barrière à franchir grâce à l'application d'un champ électrique. L'expression de la densité de courant résultant de ce phénomène est :

$$J_{PF} = J_0 \exp\left(-\frac{\phi_0 - \beta_{PF}\sqrt{E}}{k_B T}\right)$$

Où  $J_{PF}$  est la densité du courant,  $A$  la constante de Richardson-Dushman,  $\phi_0$  le travail de sortie,  $k$  la constante de Boltzmann,  $e$  la charge électronique,  $\varepsilon_0$  la permittivité du vide et  $\varepsilon_s$  la constante diélectrique.

➤ **Mécanisme de conduction contrôlé par l'interface**

• **Effet Fowler-Nordheim (tunnel) :**

Ce mécanisme traduit le passage des charges directement à travers la barrière de potentiel, et est quasiment indépendant de la température. La densité de courant peut donc s'exprimer seulement en fonction du champ appliqué et de la hauteur de barrière de potentiel par l'équation :

$$J = AE^2 \exp\left(-\frac{B}{E}\right)$$

Avec  $A = \frac{e^3}{8\pi\hbar\phi_0}$ , et  $B = \frac{8[\sqrt{2m}\phi_0^{3/2}]}{3\hbar k}$

Si la conduction est contrôlée par ce mécanisme, alors une représentation de  $\ln\left(\frac{J}{E^2}\right)$  en fonction de  $\frac{1}{E}$  donne une droite. C'est le seul mécanisme qui varie en  $\exp\left(-\frac{1}{E}\right)$ .

• **Effet Schottky :**

Voir CHAPITRE III - IV-2)

Les résultats des mesures I(V) sont confrontés aux différentes équations d'évolution de la densité du courant pour chaque type de conduction. Les figures associées aux différentes manières de mettre en évidence ces mécanismes sont présentées dans le Tableau D-1. Les relevés sont effectués sur le même échantillon que celui utilisé dans le CHAPITRE III - IV-2) (varistance commerciale S20K230) à 20 °C.

Type de conduction	Mécanisme de conduction	Equation	Figure associée
Contrôlée par le volume	Conduction ohmique	$J = \sigma E$	
	Conduction ionique	$J = J_0 \sinh \left[ \frac{q l_i E}{k_B T} \right]$	
	Courant limité par charge d'espace	$J = \frac{9}{8} \epsilon_0 \epsilon_r \theta \mu \frac{V^2}{d^3}$	
	Effet Poole-Frenkel	$J_{PF} = J_0 \exp \left( - \frac{\phi_0 - \beta_{PF} \sqrt{E}}{k_B T} \right)$	Voir CHAPITRE III - IV-2)
Contrôlée par l'interface	Effet Fowler-Nordheim (Tunnel)	$J = A E^2 \exp \left( - \frac{B}{E} \right)$	
	Effet Schottky	$J_s = A T^2 \exp \left( - \frac{\phi_0 - \beta_s \sqrt{E}}{k_B T} \right)$	Voir CHAPITRE III - IV-2)

Tableau D-1 : Les différents mécanismes de conduction électrique et figure associées

Les mécanismes de conduction ohmique, ionique, Fowler-Nordheim et courant limité par charge d'espace ne sont pas en accord avec les résultats obtenus.

## Annexe E

### Méthodes de caractérisation structurale

#### 1. Diffraction des rayons X

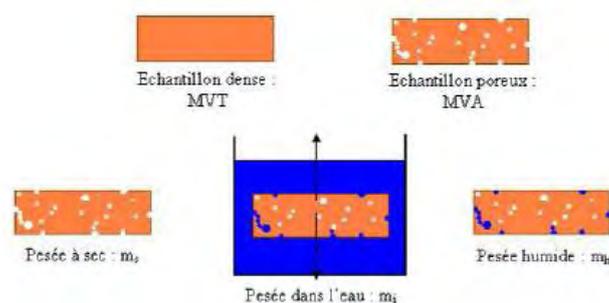
L'analyse de la diffraction des rayons X (DRX) permet de caractériser qualitativement la (les) phase(s) présente(s) au sein d'un échantillon plan (poudre compactée ou solide plan). Un faisceau de rayons X de longueur d'onde définie irradie l'échantillon à analyser. Si celui-ci est cristallisé, les atomes arrangés périodiquement vont faire diffracter les rayons X incidents. Ce phénomène se produit pour certains angles, caractéristiques de la phase cristalline observée. La DRX est également utilisée pour l'analyse quantitative des phases cristallisées mais aussi pour l'analyse de structure (paramètres de maille, dimensions des cristallites).

La DRX a été réalisée par le laboratoire CIRIMAT.

#### 2. Mesure de la densité des échantillons frittés par la méthode d'Archimède

La densité des échantillons frittés a été mesurée par la méthode d'Archimède, appelée également MVA-PO (masse volumique apparente-porosité ouverte). Elle s'avère relativement précise pour des échantillons denses. Tout comme son nom l'indique elle repose sur le principe de la poussée d'Archimède.

La mesure de densité relative a été effectuée sur les échantillons polis et après frittage. Les échantillons sont d'abord séchés (étuve à 80 °C) puis pesés (soit  $m_s$  leur masse sèche). Les échantillons sont ensuite insérés dans une cloche à vide où celui-ci est maintenu pendant 30 minutes. A l'issue de cette durée, de l'eau distillée est envoyée dans la cloche à vide afin de recouvrir totalement les échantillons pendant 30 minutes également. Puis le vide est coupé et les échantillons trempent dans l'eau distillée, sous air, pendant 30 minutes. Finalement, la pastille est pesée dans l'eau distillée (masse immergée,  $m_i$ ), puis après absorption rapide de l'eau stagnant en surface, la masse humide,  $m_h$ , est mesurée. Le principe est illustré sur la figure ci-dessous.



*Figure E-1 : Principe de mesure de la densité apparente par la méthode d'Archimède.*

La MVA (en  $\text{g}\cdot\text{cm}^{-3}$ ) du matériau est calculée à l'aide de la formule :

$$MVA = \frac{m_{total}}{V_{total}} = \frac{m_s}{m_h - m_i} \rho_{eau}$$

Avec :

- $m_s$ , masse à sec
- $m_i$ , masse immergée dans l'eau distillée
- $m_h$ , masse humide
- $\rho_{eau}$ , masse volumique de l'eau ( $1 \text{ g/cm}^3$ )

Pour obtenir la densité relative du matériau étudié, cette MVA devra être divisée par la masse volumique théorique (MVT, calculée pour un échantillon totalement dense).

### **3. Mesure de la taille de grains**

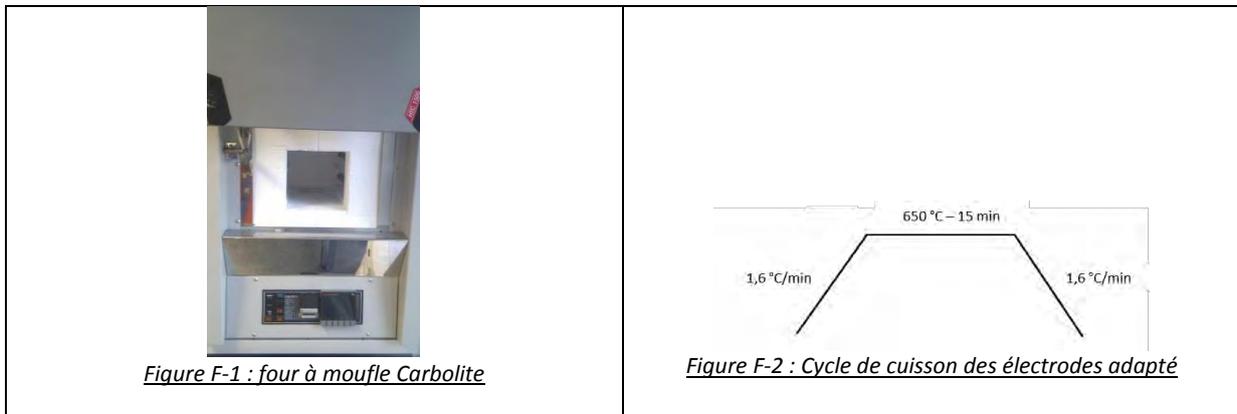
La mesure de la taille des grains de ZnO se fait par le comptage de grains interceptés par une ligne droite sur une micrographie. Une ligne mesure  $X \mu\text{m}$  et comporte  $Z$  grains de ZnO. La taille moyenne d'un grain sur la ligne est égale à  $X/Z$ . Si la ligne intercepte des pores, ou des phases différentes, il faut retrancher la largeur des pores à la ligne totale. Un grain ne doit pas être compté deux fois.

## Annexe F

### Procédure de préparation des échantillons pour mesures sous impulsions de courant

#### 1. Dépôt des électrodes

- Sérigraphie « directe » encre ESL 9912 MB.
- Séchage 10 à 15 minutes à 125 °C.
- Cuisson des électrodes dans un four à moufle Carbolite HTC1500 (Figure F-1). Le cycle de cuisson est adapté, et similaire au cycle de recuit utilisé afin de ne pas perdre l'intérêt de celui-ci (Figure F-2).



- Désoxydation de l'électrode à l'issue de la cuisson.



*Figure F-3 : Composant avec électrode obtenue par sérigraphie directe*

#### 2. Brasage connectiques

Les connectiques utilisées sont des fils de cuivre émaillés. Le brasage des connectiques est réalisé de façon « manuelle » (fer à souder) dans un premier temps, puis à l'aide d'un four de refusion ROBOTHERM (Figure F-4) dont le cycle a été optimisé.

- Brasage manuel :
  - alliage S<sub>n</sub>:95,5% ; A<sub>g</sub>: 3,8% ; C<sub>u</sub>: 0,7% - T<sub>f</sub>: 217°C.
- Brasage four à refusion (sous N<sub>2</sub>) :
  - Crème à braser Microprint P2006 S<sub>n</sub>62.



Figure F-4 : Four à passage Robotherm utilisé pour le brasage des connectiques.



Figure F-5 : Connectiques brasées

### 3. Types d'encapsulations

a	<p><b>Résine EPOXY</b> <b>Epofix</b></p>	<p>Durcisseur, débullant (1% wt), démoussant (0.66% wt) <u>Polymérisation</u> : 12h, 40 °C</p>	 <p>Figure F-6 : varistance SPS encapsulée « Epofix »</p>
b	<p><b>Résine Epoxy</b> <b>Polytec</b></p>	<p>Durcisseur (10%wt) <u>Polymérisation</u> : 30 min, 120 °C</p>	 <p>Figure F-7 : varistance SPS dégradée encapsulée « Epoxy Polytec »</p>
c	<p><b>Epoxy Araldite</b> <b>2011</b></p>	<p>Démoussant <u>Polymérisation</u> : 12h, 40 °C</p>	 <p>Figure F-8 : varistance SPS encapsulée « Epoxy Araldite »</p>
d	<p><b>Gel Silicone</b> <b>Wacker</b></p>	<p>Ratio catalyseur/agent de réticulation : 1/1 <u>Polymérisation</u> : 12h, 40 °C</p>	 <p>Figure F-9 : varistance SPS encapsulée « gel silicone »</p>

# BIBLIOGRAPHIE

- [1] A. Hermant et C. Lesage, *L'électricité atmosphérique et la foudre*. Paris: Presses universitaires de France, 1997.
- [2] C. Bouqueneau, *Doit-on craindre la foudre?*. EDP Sciences, 2006.
- [3] C. Gary, *La foudre: des mythologies antiques à la recherche moderne*. Paris: Masson, 1994.
- [4] B. Franklin, *Experiments and Observations on Electricity, Made at Philadelphia*, 5ème éd. London: F. Newberry, 1774.
- [5] K. B. McEachron, *Lightning to the Empire State Building*, vol. 227, n° J. Franklin Inst., p. 149-217, 1939.
- [6] K. Berger, « Novel observations on lightning discharges: Results of research on Mount San Salvatore », *Journal of the Franklin Institute*, vol. 283, n° 6, p. 478-525, 1967.
- [7] M. A. Uman, *Lightning*. New York: McGraw-Hill, 1969.
- [8] F. A. Fisher, J. A. Plumer, et R. A. Perala, « Lightning Technologies Inc. », *Lightning protection of aircraft*, 2004.
- [9] J. A. Plumer, *Data from the airlines lightning strike reporting project: pilot reports and lightning effects*, Pittsfield, Massachusetts, 2001.
- [10] M. A. Uman et V. A. Rakov, « Progress in Aerospace Sciences », *The interaction of lightning with airborne vehicles*, vol. 39, n° 1, p. 61-81, 2003.
- [11] E. Perrin, « Modélisation des effets indirects de la foudre sur avion composite », Thèse de doctorat : Électronique des Hautes Fréquences et Optoélectronique. Limoges : Université de Limoges, 2010.
- [12] K. Berger et R. B. Anderson, *Parameters of lightning flashes*, p. 23-37, 1975.
- [13] M. A. Uman, *The lightning Discharges*, n° Academic, San Diego, Calif., p. 376, 1987.
- [14] F. A. Fisher, J. A. Plumer, et R. A. Perala, « NASA Reference Publication 1008, NASA Lewis Research Center », *Lightning protection of aircraft*, 1977.
- [15] RTCA/DO160, « Environmental conditions and test procedures for airborne equipment. RTCA Inc. » 2004.
- [16] O. Langlois, E. Foch, X. Roboam, et H. Piquet, « De l'avion plus électrique à l'avion tout électrique : état de l'art et prospective sur les réseaux de bord », *J3eA*, vol. 4, n° HORS SÉRIE 1, 2005.
- [17] *Classe affaire n°31, Editions du 4eme trimestre*, 2005.
- [18] S. C. Jensen, G. D. Jenney, et D. Dawson, « Flight test experience with an electromechanical actuator on the F-18 systems research aircraft », in *Digital Avionics Systems Conference, 2000. Proceedings. DASC. The 19th*, 2000, vol. 1, p. 2E3-1.

- [19] F. Koliatene, « Contribution à l'étude de l'existence des décharges dans les systèmes de l'avionique », Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse, 2009.
- [20] « Science et vie », 2005 l'année de tous les espoirs, janv. 2005.
- [21] J. Genoulaz, « Contribution à l'étude du rayonnement des câbles soumis aux signaux de l'électronique de puissance dans un environnement aéronautique », Thèse de doctorat de l'Université des Sciences et Technologies de Lille, 2008.
- [22] E. Sili, « Etude de l'impact de l'environnement aéronautique sur la courbe de Paschen et sur le vieillissement du Polyimide sous décharge partielle », Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse, 2012.
- [23] L. Gornet, « Généralités sur les matériaux composites ». ECN Centrale Nantes, 2010.
- [24] « Chapitre 2:Les éléments constitutants d'un matériau composite, Chapitre 3:Mise en oeuvre et architecture des matériaux composites ». [En ligne]. Disponible sur: [http://www.compomechasia.com/IMG/pdf/Chapitre\\_02-2010.pdf](http://www.compomechasia.com/IMG/pdf/Chapitre_02-2010.pdf). [Consulté le: 11-févr-2013].
- [25] CARMA Centre d'animation régional en matériaux avancés, « Glossaire des matériaux composites ». 2006.
- [26] J. Cinquin, « Les composites en aérospatiale », n° am5645, 2009.
- [27] C. Holloway, M. S. Sarto, et M. Johansson, *Analyzing carbon-fiber composite materials with equivalent-layer models*, n° IEEE Transactions on Electromagnetic Compatibility, 47 No 4:833-844, 2005.
- [28] T. Hammi, « Etude foudre sur avion plus composite et plus électrique », *Approche 2D et modélisation circuit de parties composites d'avion, document interne PREFACE*, févr-2008.
- [29] « document interne : Annexe technique PREFACE ».
- [30] C. Estournes, *Mise en forme de matériaux par frittage flash*. Ed. Techniques Ingénieur, IN-56-1, 2006.
- [31] K. S. Valayev, V. A. Knayazev, et N. Drozdov, « Electrichestro », p. 72, 1964.
- [32] M. S. Kosman et E. G. Pettsold, *Uch.Zap. leningr. Gos. Pedagog Inst. Im A.I. Gertsena*, p. 191, 1961.
- [33] M. Matsuoka, « Nonohmic Properties of Zinc Oxide Ceramics », *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 10, p. 736-746, 1971.
- [34] A. Lagrange, « Une nouvelle génération d'éléments de protection à l'état solide : les varistances à base d'oxyde de zinc », *Journée d'Etudes SEE - Varistances à base d'oxyde de zinc - Gif-sur-Yvette, 6 Mars 1986*.
- [35] K. Mukae, K. Tsuda, et I. Nagasawa, « Non-Ohmic Properties of ZnO-Rare Earth Metal Oxide-Co<sub>3</sub>O<sub>4</sub> Ceramics », *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 16, n° 8, p. 1361-1368, août 1977.
- [36] T. Minami, H. Sato, H. Nanto, et S. Takata, *Jpn. J. Appl. Phys.* 25/9,L776-779, 1986.
- [37] T. Minami, H. Sato, H. Nanto, et S. Takata, *Jpn. J. Appl. Phys.* 24/10,L781-784, 1985.

- [38] J. Hu et R. G. Gordon, « Textured fluorine-doped ZnO films by atmospheric pressure chemical vapor deposition and their use in amorphous silicon solar cells », 1991.
- [39] A. B. Alles, R. Puskas, G. Callahan, et V. L. Burdick, « Compositional Effects on the Liquid-Phase Sintering of Praseodymium Oxide-Based Zinc Oxide Varistors », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 76, n° 8, p. 2098-2102, août 1993.
- [40] D. Bernache-Assollant et J.-P. Bonnet, « Frittage: aspects physico-chimiques Partie 2: frittage en phase liquide », *Techniques de l'ingénieur. Sciences fondamentales*, n° AF6621, 2005.
- [41] D. Dey et R. C. Bradt, « Grain Growth of ZnO during Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Liquid-Phase Sintering », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 75, n° 9, p. 2529-2534, sept. 1992.
- [42] A. B. Alles et V. L. Burdick, « The effect of liquid-phase sintering on the properties of Pr<sub>6</sub>O<sub>11</sub>-based ZnO varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 70, n° 11, p. 6883, 1991.
- [43] Y. S. Lee, K. S. Liao, et T. Y. Tseng, « Microstructure and Crystal Phases of Praseodymium Oxides in Zinc Oxide Varistor Ceramics », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 79, n° 9, p. 2379-2384, 1996.
- [44] « Microstructure and Crystal Phases of Praseodymium Oxides in Zinc Oxide Varistor Ceramics - Lee - 2005 - Journal of the American Ceramic Society - Wiley Online Library ». [En ligne]. Disponible sur: <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1151-2916.1996.tb08986.x/abstract>. [Consulté le: 18-mai-2014].
- [45] A. C. Caballero, F. J. Valle, M. Villegas, C. Moure, P. Durán, et J. F. Fernández, « Improved chemical stability of ZnO–BaO based varistors », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 20, n° 16, p. 2767–2772, 2000.
- [46] J. Fan et R. Freer, « Varistor properties and microstructure of ZnO–BaO ceramics », *Journal of Materials Science*, vol. 32, n° 2, p. 415-419, janv. 1997.
- [47] H. H. Hng et K. M. Knowles, « Characterisation of Zn<sub>3</sub>(VO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> phases in V<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-doped ZnO varistors », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 19, n° 6-7, p. 721-726, juin 1999.
- [48] L. Saint-Macary, « Synthèse, mise en forme et caractérisation de matériaux à base de nanoparticules d'oxyde de zinc pour la réalisation de varistances intégrées », Thèse de doctorat de l'Université de Toulouse, 2008.
- [49] M. Peiteado, M. A. de la Rubia, M. J. Velasco, F. J. Valle, et A. C. Caballero, « Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> vaporization from ZnO-based varistors », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 25, n° 9, p. 1675-1680, juin 2005.
- [50] M. Tao, B. Ai, O. Dorlance, et A. Loubiere, « Different "single grain junctions" within a ZnO varistor », *Journal of Applied Physics*, vol. 61, n° 4, p. 1562, 1987.
- [51] H.-T. Sun, L.-Y. Zhang, et X. Yao, « Electrical Nonuniformity of Grain Boundaries within ZnO Varistors », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 76, n° 5, p. 1150-1155, mai 1993.
- [52] T. K. Gupta, « Application of Zinc Oxide Varistors », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 73, n° 7, p. 1817-1840, juill. 1990.

- [53] G. D. Mahan, L. M. Levinson, et H. R. Philipp, « Single grain junction studies of ZnO varistors—Theory and experiment », *Applied Physics Letters*, vol. 33, n° 9, p. 830, 1978.
- [54] J. Wong, « Barrier voltage measurement in metal oxide varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 47, n° 11, p. 4971, 1976.
- [55] E. Olsson et G. L. Dunlop, « The effect of Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub> content on the microstructure and electrical properties of ZnO varistor materials », *Journal of Applied Physics*, vol. 66, n° 9, p. 4317, 1989.
- [56] E. Olsson et G. L. Dunlop, « Characterization of individual interfacial barriers in a ZnO varistor material », *Journal of Applied Physics*, vol. 66, n° 8, p. 3666, 1989.
- [57] Jinliang He, Rong Zeng, Qingheng Chen, Shuiming Chen, Zhicheng Guan, Se-Won Han, et Han-Goo Cho, « Nonuniformity of electrical Characteristics in microstructures of ZnO surge varistors », *Power Delivery, IEEE Transactions on*, vol. 19, n° 1, p. 138-144, janv. 2004.
- [58] P. R. Emtage, « The physics of zinc oxide varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 48, n° 10, p. 4372, 1977.
- [59] W. G. Morris, « Physical properties of the electrical barriers in varistors », *Journal of Vacuum Science and Technology*, vol. 13, n° 4, p. 926, juill. 1976.
- [60] D. R. Clarke, « The microstructural location of the intergranular metal-oxide phase in a zinc oxide varistor », *Journal of Applied Physics*, vol. 49, n° 4, p. 2407, 1978.
- [61] E. Sonder, M. M. Austin, et D. L. Kinser, « Effect of oxidizing and reducing atmospheres at elevated temperatures on the electrical properties of zinc oxide varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 54, n° 6, p. 3566, 1983.
- [62] A. M. R. Senos et J. L. Baptista, « Atmosphere effects in the grain boundary region of ZnO varistors », *Journal of materials science letters*, vol. 3, n° 3, p. 213–216, 1984.
- [63] F. Stucki et F. Greuter, « Key role of oxygen at zinc oxide varistor grain boundaries », *Applied Physics Letters*, vol. 57, n° 5, p. 446, 1990.
- [64] D. M. Duffy et P. W. Tasker, « Space-charge regions around dipolar grain boundaries », *Journal of Applied Physics*, vol. 56, n° 4, p. 971, 1984.
- [65] T. Chabane, « Thèse, “Contribution à l’étude du dimensionnement d’un parafoudre à base d’oxyde de zinc : Application aux lignes à courant continu” », Université de Annaba, 1995.
- [66] J. L. Baptista et P. Q. Mantas, « High Temperature Characterization of Electrical Barriers in ZnO Varistors », *Journal of electroceramics*, vol. 4, n° 1, p. 215–224, 2000.
- [67] P. R. Bueno, E. R. Leite, M. M. Oliveira, M. O. Orlandi, et E. Longo, « Role of oxygen at the grain boundary of metal oxide varistors: A potential barrier formation mechanism », *Applied Physics Letters*, vol. 79, n° 1, p. 48, 2001.
- [68] M. S. Castro et C. M. Aldao, « Effects of the sintering temperature on the oxygen adsorption in ZnO ceramics », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 19, n° 4, p. 511–515, 1999.

- [69] N. Raghu et T. R. N. Kutty, « Relationship between nonlinear resistivity and the varistor forming mechanism in ZnO ceramics », *Applied Physics Letters*, vol. 60, n° 1, p. 100, 1992.
- [70] J. D. Levine, « Theory of varistor electronic properties », *C R C Critical Reviews in Solid State Sciences*, vol. 5, n° 4, p. 597-608, nov. 1975.
- [71] H. T. Nguyen, « Varistance à base d'oxyde de zinc à champ de seuil élevé », Thèse de Docteur de l'université Paul Sabatier, 1995.
- [72] L. M. Levinson et H. R. Philipp, « The physics of metal oxide varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 46, n° 3, p. 1332, 1975.
- [73] L. . Levinson et H. . Philipp, « Zinc oxide varistors - A review », *Am. Ceram. Soc. Bull*, vol. 65, p. 639-46, 1986.
- [74] G. D. Mahan, L. M. Levinson, et H. R. Philipp, « Theory of conduction in ZnO varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 50, n° 4, p. 2799, 1979.
- [75] G. E. Pike et C. H. Seager, « The dc voltage dependence of semiconductor grain-boundary resistance », *Journal of Applied Physics*, vol. 50, n° 5, p. 3414, 1979.
- [76] O. Dorlanne, « Contribution à l'étude du joint de grains dans les céramiques électriques : Application aux varistances à base d'oxyde de zinc », Paul SABATIER, Toulouse, 1986.
- [77] O. Dorlanne, « Quantité de charges d'espace associées à un joint de grains dans une varistance à base d'oxyde de zinc. Effets des porteurs minoritaires. », *C.R. Acad. Sc. Paris, t. 303, Série II*, n° 10, 1986.
- [78] M. Bartkowiak, M. G. Comber, et G. D. Mahan, « Failure modes and energy absorption capability of ZnO varistors », *IEEE Transactions on Power Delivery*, vol. 14, n° 1, p. 152-162, janv. 1999.
- [79] M. A. Ramírez, W. Bassi, P. R. Bueno, E. Longo, et J. A. Varela, « Comparative degradation of ZnO- and SnO<sub>2</sub>-based polycrystalline non-ohmic devices by current pulse stress », *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 41, n° 12, p. 122002, juin 2008.
- [80] G. Pike, « Breakdown in ZnO varistors by high power electrical pulses », *Sandia National Laboratory SAND 2001-2160*, 2001.
- [81] O. Mokhtari, « Contribution à l'étude de la stabilisation des varistances à base d'oxyde de Zinc sous contraintes électriques », Thèse de docteur 3ème cycle UPS de Toulouse, 1986.
- [82] E. Le Queau, « Contribution à l'étude de paramètres favorisant la dégradation et le vieillissement des varistances à base d'oxyde de zinc », Mémoire CNAM, 1989.
- [83] N. H. Tri, B. Ai, et A. Loubière, « Pulse withstandability of the high-field ZnO varistors », *Journal of Physics D: Applied Physics*, vol. 28, n° 8, p. 1723, 1995.
- [84] M. Kachi et M. Houabes, « Capacité d'absorption de l'énergie des varistances ZnO pour parafoudres HT ».
- [85] J.-M. Laffargue, « Caractérisation de la dégradation des varistances à base d'oxyde de zinc par la spectroscopie d'impédance », Thèse de doctorat de l'Université Paul SABATIER de Toulouse, 1995.

- [86] C.-W. Nahm, « The nonlinear properties and stability of ZnO-Pr6O11-CoO-Cr2O3-Er2O3 ceramic varistors », *Materials Letters*, vol. 47, n° 3, p. 182-187, janv. 2001.
- [87] C.-W. Nahm, B.-C. Shin, et B.-H. Min, « Microstructure and electrical properties of Y2O3-doped ZnO-Pr6O11-based varistor ceramics », *Materials Chemistry and Physics*, vol. 82, n° 1, p. 157-164, sept. 2003.
- [88] C.-W. Nahm et C.-H. Park, « Microstructure, electrical properties, and degradation behavior of praseodymium oxides-based zinc oxide varistors doped with Y2O3 », *Journal of Materials Science*, vol. 35, n° 12, p. 3037-3042, 2000.
- [89] C.-W. Nahm, « The electrical properties and d.c. degradation characteristics of Dy2O3 doped Pr6O11-based ZnO varistors », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 21, n° 4, p. 545-553, avr. 2001.
- [90] H. R. Philipp et L. M. Levinson, « Degradation phenomena in zinc oxide varistors : A review », *Am. Ceram. Soc.*, vol. 7, n° Additives and Interfaces in Electronic Ceramics, p. 1-21, 1983.
- [91] K. Eda, « Zinc oxide varistors », *Electrical Insulation Magazine, IEEE*, vol. 5, n° 6, p. 28-30, déc. 1989.
- [92] Y.-M. Chiang, « Compositional changes adjacent to grain boundaries during electrical degradation of a ZnO varistor », *Journal of Applied Physics*, vol. 53, n° 3, p. 1765, 1982.
- [93] P. L. Hower et T. K. Gupta, « A barrier model for ZnO varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 50, n° 7, p. 4847, 1979.
- [94] T. K. Gupta, « Current instability phenomena in ZnO varistors under a continuous ac stress », *Journal of Applied Physics*, vol. 52, n° 6, p. 4104, 1981.
- [95] C. G. Shirley et W. M. Paulson, « The pulse-degradation characteristic of ZnO varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 50, n° 9, p. 5782, 1979.
- [96] K. Sato, « A mechanism of degradation in leakage currents through ZnO varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 53, n° 12, p. 8819, 1982.
- [97] G. Xie, O. Ohashi, K. Chiba, N. Yamaguchi, M. Song, K. Furuya, et T. Noda, « Frequency effect on pulse electric current sintering process of pure aluminum powder », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 359, n° 1-2, p. 384-390, oct. 2003.
- [98] R. S. Mishra, J. A. Schneider, J. F. Shackelford, et A. K. Mukherjee, « Plasma activated sintering of nanocrystalline  $\gamma$ -Al2O3 », *Nanostructured materials*, vol. 5, n° 5, p. 525-544, 1995.
- [99] R. Orrù, R. Licheri, A. M. Locci, A. Cincotti, et G. Cao, « Consolidation/synthesis of materials by electric current activated/assisted sintering », *Materials Science and Engineering: R: Reports*, vol. 63, n° 4-6, p. 127-287, févr. 2009.
- [100] R. S. Mishra et A. K. Mukherjee, « Electric pulse assisted rapid consolidation of ultrafine grained alumina matrix composites », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 287, n° 2, p. 178-182, 2000.
- [101] M. Tokita, « Mechanism of spark plasma sintering and its application to ceramics », *Nyu Seramikkusu (New Ceram.)*, (& Sumitomo Coal Mining Company, Ltd. Kanagawa, Japan), 10, p. 43-53, 1997.

- [102] M. Omori, « Sintering, consolidation, reaction and crystal growth by the spark plasma system (SPS) », *Materials Science and Engineering: A*, vol. 287, n° 2, p. 183–188, 2000.
- [103] Aldica G., Khodash V., Badica P., et Groza J. R., « Electrical conduction in initial field assisted sintering stages », *Journal of optoelectronics and advanced materials*, vol. 9, n° 12, p. 3863-3870, 2007.
- [104] « Neck Formation and Self-Adjusting Mechanism of Neck Growth of Conducting Powders in Spark Plasma Sintering - Song - 2005 - Journal of the American Ceramic Society - Wiley Online Library ». [En ligne]. Disponible sur: <http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1111/j.1551-2916.2005.00777.x/pdf>. [Consulté le: 22-avr-2013].
- [105] D. M. Hulbert, A. Anders, J. Andersson, E. J. Lavernia, et A. K. Mukherjee, « A discussion on the absence of plasma in spark plasma sintering », *Scripta Materialia*, vol. 60, n° 10, p. 835-838, mai 2009.
- [106] E. Olevsky et L. Froyen, « Constitutive modeling of spark-plasma sintering of conductive materials », *Scripta Materialia*, vol. 55, n° 12, p. 1175-1178, déc. 2006.
- [107] Z. A. Munir, U. Anselmi-Tamburini, et M. Ohyanagi, « The effect of electric field and pressure on the synthesis and consolidation of materials: A review of the spark plasma sintering method », *Journal of Materials Science*, vol. 41, n° 3, p. 763-777, févr. 2006.
- [108] D. M. Hulbert, A. Anders, D. V. Dudina, J. Andersson, D. Jiang, C. Unuvar, U. Anselmi-Tamburini, E. J. Lavernia, et A. K. Mukherjee, « The absence of plasma in “spark plasma sintering” », *Journal of Applied Physics*, 104, 033305, 2008.
- [109] J. Langer, M. J. Hoffmann, et O. Guillon, « Direct comparison between hot pressing and electric field-assisted sintering of submicron alumina », *Acta Materialia*, vol. 57, n° 18, p. 5454-5465, oct. 2009.
- [110] G. Bernard-Granger, A. Addad, G. Fantozzi, G. Bonnefont, C. Guizard, et D. Vernat, « Spark plasma sintering of a commercially available granulated zirconia powder: Comparison with hot-pressing », *Acta Materialia*, vol. 58, n° 9, p. 3390-3399, mai 2010.
- [111] G. Jouan, « Le frittage flash (SPS) : de la réactivité à l’assemblage de batteries “tout solide” », Université de Toulouse, 2012.
- [112] M. Nygren et Z. Shen, « On the preparation of bio-, nano- and structural ceramics and composites by spark plasma sintering », *Solid State Sciences*, vol. 5, n° 1, p. 125-131, janv. 2003.
- [113] « Site de la Plateforme Nationale de Frittage Flash > index ». [En ligne]. Disponible sur: <http://pnf2.dr14.cnrs.fr/index.htm>.
- [114] « La varistance : utilisation des courbes ». [En ligne]. Disponible sur: <http://www.astuces-pratiques.fr/electronique/la-varistance-utilisation-des-courbes>. [Consulté le: 28-avr-2014].
- [115] H. R. Philipp et L. M. Levinson, « Long-time polarization currents in metal-oxide varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 47, n° 7, p. 3177, 1976.
- [116] F. A. Modine, R. W. Major, S. I. Choi, L. B. Bergman, et M. N. Silver, « Polarization currents in varistors », *Journal of Applied Physics*, vol. 68, n° 1, p. 339, 1990.

- [117] P. Kronberger, « SIOV.lib Version 4.0 1 Janvier 1995, Institut fur Hochspannungstechnhnik der Technishen Universitat Graz / Siemens Matsushita Components OHG, Deutschlandsberg. »
- [118] S. Diahm, « Etude du comportement sous haute température de Matériaux Polyimides en vue de la passivation de composants de puissance à semi-conducteur grand gap », Université Toulouse III - Paul Sabatier, 2007.
- [119] Y. Segui, R. Fournie, et R. Coelho, *Dielectriques*. Ed. Techniques Ingénieur, 2000.
- [120] R. Coelho et B. Aladenize, *Les diélectriques propriétés diélectriques des matériaux isolants*. Paris: Hermes, 1993.
- [121] J. J. O'Dwyer, *The theory of electrical conduction and breakdown in solid dielectrics*. Clarendon Press, 1973.
- [122] D. Xu, L. Shi, Z. Wu, Q. Zhong, et X. Wu, « Microstructure and electrical properties of ZnO–Bi<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-based varistor ceramics by different sintering processes », *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 29, n° 9, p. 1789-1794, juin 2009.
- [123] T. Takemura, M. Kobayashi, Y. Takada, et K. Sato, « Effects of Bismuth Sesquioxide on the Characteristics of ZnO Varistors », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 69, n° 5, p. 430-436, 1986.
- [124] C.-Y. Shen, Y.-C. Chen, et L. Wu, « The Effect of Antimony oxide on the Electrical Properties and Stability of ZnO Varistors », *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 32, n° 3A, p. 1147-1153, 1993.
- [125] P. Q. Mantas, A. M. R. Senos, et J. L. Baptista, « Varistor-capacitor characteristics of ZnO ceramics », *Journal of materials science*, vol. 21, n° 2, p. 679–686, 1986.
- [126] B.-S. Chiou et M.-C. Chung, « Effect of Copper Additive on the Microstructure and Electrical Properties of Polycrystalline Zinc Oxide », *Journal of the American Ceramic Society*, vol. 75, n° 12, p. 3363-3368, 1992.
- [127] B.-S. Chiou, T.-C. Chen, J.-J. Li, et J.-G. Duh, « Thermal and electrical stability of ZnO varistors with glass additives », *Journal of electronic materials*, vol. 19, n° 12, p. 1339–1344, 1990.
- [128] S. Pedebuy, *Détection des orages*, n° Congrès SEE-Foudre 2001 Montpellier, 2001.
- [129] METEORAGE, *Introduction à la détection de la foudre (annexe b, 40116REV9904); phénomène foudre; foudre: effets et conséquences; foudre: phénomène physique; Evolutions des mesures du foudroiement (Bonnet M.)*.
- [130] A. Rousseau, C. Gary, et G. Berger, *Foudre et protection des bâtiments*, vol. Techniques de l'ingénieur, 2000.
- [131] A. Tilmatine, *La Foudre. Chapitre V*. [En ligne]. Disponible sur: [http://.univ-sba.dz/fsi/downloads/ETL437-Chapitre\\_5.pdf](http://.univ-sba.dz/fsi/downloads/ETL437-Chapitre_5.pdf).
- [132] J. Ribeiro, « Etude des risques de défaillances d'un réseau de télécommunications soumis aux effets directs ou indirects de la foudre », Université Blaise Pascal-Clermont-Ferrand II, 2005.

**AUTEUR :** Thomas PEREL

**DIRECTEUR DE THESE :** David MALEC

**CO-DIRECTEUR DE THESE :** Vincent BLEY

**LIEU ET DATE DE SOUTENANCE :** Toulouse, le 2 septembre 2014

**Discipline administrative :** Génie Electrique

---

**TITRE :** Protection des circuits électriques des avions plus composites et plus électriques : Propriétés électriques des varistances élaborées par « Spark Plasma Sintering ».

## **RESUME :**

Depuis plusieurs années, les avionneurs s'intéressent aux matériaux composites pour la fabrication de leurs avions ainsi qu'à l'électrification de fonctions en zones déportées, liée au concept de l'avion « plus électrique ». Les critères de performances de ces mutations technologiques sont nombreux (gains de masse, volume, coût d'exploitation, d'efficacité...) mais sont source de problématiques nouvelles notamment en cas d'agression foudre.

La protection des équipements suite à un choc de foudre sur la structure de l'avion doit donc s'effectuer par un composant ou système possédant une caractéristique courant-tension fortement non-linéaire et capable d'absorber de fortes densités énergétiques. Les varistances à base d'oxyde de zinc réunissent des propriétés qui en font de bonnes candidates.

La technique de Frittage Flash ou « Spark Plasma Sintering » s'avère particulièrement intéressante pour la réalisation de celles-ci. En effet, cette technique de frittage est connue pour accroître les cinétiques de densification des matériaux. Ainsi un meilleur contrôle de leur microstructure laisse envisager des performances électriques maximisées pour une compacité maximale.

Les objectifs de ce travail sont d'étudier l'influence de cette méthode de frittage sur les propriétés électriques du matériau ainsi que de montrer les avantages et inconvénients par rapport à une méthode de frittage conventionnel. Pour ce faire, une modélisation électrothermique basée sur la variation de la hauteur de barrière est proposée. D'autre part, les différentes voies d'encapsulation testées permettront d'effectuer quelques préconisations quant aux choix de celles-ci. Enfin, la diminution de la taille de grains du composant entraînant inévitablement une baisse de sa densité d'énergie maximale admissible, nous montrerons les limites des caractéristiques électriques obtenues sur des échantillons frittés par Spark Plasma Sintering.

**Mots-clés :** Varistance, Foudre, Frittage SPS, ZnO, Aéronautique, Protection contre les surtensions

**TITLE:** Electric circuit protection for more composite and more electrical aircraft: Electrical properties of varistors obtained by « Spark Plasma Sintering ».

## **ABSTRACT:**

Since several years, manufacturers are interested in composite materials for the fabrication of their aircrafts as well as the electrification on departed equipments related to the concept of "more electric" aircraft. The performance criteria of these technological changes are significant (weight gains, volume, operating cost, efficiency ...), but are sources of new problems especially in case of lightning strike.

The protection of the equipments after a lightning strike on the aircraft structure must be performed by a system or a component having a highly non-linear current voltage characteristic and able to absorb high energy density. Thanks to their properties, Zinc oxide based varistors seems to be good candidates.

Flash Sintering technique or "Spark Plasma Sintering" is a particularly interesting production technique. Indeed, this sintering technique is known to increase the kinetics of densification of materials. Thus, a better control of their microstructure suggests maximized electrical performances for a maximum compactness.

The objectives of this work are to study the influence of the sintering method on the electrical properties of the material and to show the advantages and disadvantages compared to a conventional sintering method. For this, an electrothermal model based on the barrier height variation is proposed. On the other hand, different encapsulation ways are tested and some recommendations are proposed concerning their choice. Finally, as the decrease of the component grain inevitably leads to a decrease on the maximum permissible energy density, we show the limits of the electrical characteristics obtained on samples sintered by Spark Plasma Sintering.

**Keywords:** Varistor, Lightning, Spark Plasma Sintering, ZnO, Aeronautical, Surge protection