

MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE
UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI TIZI-OUZOU
FACULTE DES SCIENCES
DEPARTEMENT DE PHYSIQUE



MEMOIRE DE MAGISTER

Spécialité : Physique.
Option : Science de la Matière.

Présenté par :
Kourat Djedjiga

Thème
Modélisation de la rupture diélectrique dans les céramiques à haute teneur en alumine soumises à des contraintes électriques

Soutenue le : 04/01/2012

Devant le Jury d'examen composé de :

M. Ziane Abdelhamid	Professeur	U.M.M.T.O	Président
MM. Lalam Fadila	Professeur	U.M.M.T.O	Rapporteur
M. Hellal Slimane	Professeur	U.M.M.T.O	Examineur
M. Tigrine Rachid	Professeur	U.M.M.T.O	Examineur

Remerciement

Ce travail a été effectué au laboratoire de Physique et Chimie Quantique (L.P.C.Q) de l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou sous la direction du professeur Fadila lalam.

Je tiens à remercier particulièrement Madame Fadila Lalam, professeur à l'université Mouloud Mammeri pour m'avoir assisté et dirigé tout au long de ces trois années. Sa disponibilité, son encouragement m'ont permis de mener à terme ce travail.

Je remercie également monsieur Abdelhamid Ziane professeur à l'université Mouloud Mammeri qui ma fait l'honneur de présider le jury.

Je suis également très reconnaissante envers Monsieur Slimane Hellal, professeur à l'université Mouloud Mammeri et Monsieur Rachid Tigrine, professeur à l'université Mouloud Mammeri d'avoir accepté d'examiner ce travail.

Je tiens à remercier particulièrement mon mari et mon fils (Said) ainsi que mes parents, ma famille, ma belle famille, mes amis qui m'ont toujours soutenu et encouragé et toute personne qui a contribué de loin ou de près à la réalisation de ce mémoire.

K.Djedjiga

SOMMAIRE

INTRODUCTION

CHAPITRE I : Céramiques et alumines

I.1. Définition	4
I.2. Les différents types de céramiques.....	5
I.2.1. Les céramiques traditionnelles.....	5
I.2.2. Les céramiques techniques.....	5
I.3. Les différents familles de céramiques techniques.....	6
I.4. Technologie de fabrication d'une céramique	10
I.4.1. Matières premières.....	11
I.4.1.a. Préparation par voie solide	12
I.4.1.b. Préparation des matériaux par voie chimique.....	12
I.4.2. Mise en forme	12
I.4.3. Frittage.....	13
I.4.4. Finitions.....	13
I. 5. Défauts dans les céramiques.....	13
I.5.1. Les défauts ponctuels.....	14
I.5. 2. Les défauts surfaciques.....	14
I.5.3. Les défauts volumiques.....	14
I.6. Les propriétés des céramiques.....	14
I.6.1. Propriétés mécaniques.....	14
I.6.2 Propriétés thermiques.....	15
I.6.3. Propriétés électriques.....	16
I.7. Alumine Al_2O_3	17
I.8. Structures et génération des différentes variétés d'alumine.....	19
I.9. conclusion.....	24

CHAPITRE II : Les différentes théories de claquage diélectrique

II –1 Principe et méthode d'évaluation de la rigidité diélectrique d'un isolant

solide.....	26
II – 1- 1 Présentation de la loi de Weibull.....	26
II – 1 - 2 Intervalle de confiance.....	27
II-2 Modèles de rupture diélectrique dans les isolants solides.....	28
II-2-1 Claquage d’origine thermique	28
II – 2 - 2 Mécanismes de rupture d’origine électronique	29
II- 2 -2- 1 Claquage intrinsèque	30
II-2-2-2 Claquage par avalanche	31
II -2- 3 Rupture d’origine électromécanique.....	32
II -2 -3-1 Modèle de Garton et Stark.....	32
II -2 -3-2 Modèles récents de la rupture électromécanique	35
II-2–3-2-1 Critère de Griffith.....	35
II-2–3-2-2 Modèle de l’électrofracture.....	37
II – 2-3.2.3 Rupture électromécanique filamentaire.....	39
II.3. Conclusion.....	42

CHAPITRE III : Résultats et discussion

III – 1 Procédure expérimentale.....	44
III – 2 Traitement statistique des données.....	46
III -2 -1 Procédure.....	46
III-2-2 Application aux données expérimentales.....	47
III – 3 Modélisation.....	50
III – 3 -1 Modèle de Garton et Stark.....	51
III -3-2 Le modèle de Fothergill	52
III–3–3 Le modèle de Zeller.....	52
III–4 Conclusion.....	54

CONCLUSION

La fabrication et l'utilisation des céramiques traditionnelles remontent à plus de 5000 ans : produites en façonnant de l'argile puis en la chauffant pour la figer, elles étaient essentiellement utilisées pour la construction (briques, tuiles,...). Actuellement, les propriétés électriques, magnétiques et optiques propres aux céramiques sont mises à profit, ensemble ou séparément pour la mise au point de nouvelles céramiques dites « céramiques de pointe ». C'est ainsi que ces nouveaux matériaux sont, à divers degrés, présents ou le seront bientôt, dans les domaines de l'électronique, l'aérospatiale, l'orthopédie et d'autres secteurs de développement technologique contemporain [1].

Dans notre étude, nous nous intéressons aux céramiques utilisées en électronique comme substrat assurant l'isolation électrique des puces des composants de puissance haute tension. Parmi les céramiques utilisables dans ce domaine (AlN , Si_3N_4 , BeO , etc...) les alumines polycristallines (Al_2O_3) sont très utilisées en raison de leurs bonnes qualités physiques (électrique, thermique et mécanique) leur stabilité chimique et leur coût relativement faible. Ces alumines peuvent subir en fonctionnement des fortes contraintes électrique et thermique, pouvant à terme conduire à la rupture diélectrique de ces matériaux (claquage) et donc à la défaillance du composant de puissance. C'est dans ce contexte qu'a été menée l'étude expérimentale [2] de la rupture diélectrique de l'alumine sous tension alternative à une fréquence de 50 Hz, à température ambiante et en faisant varier différents paramètres : épaisseur et pureté des échantillons ainsi que la vitesse de montée en tension. La suite logique, à cette étude expérimentale, est évidemment la compréhension des mécanismes et phénomènes responsables de la rupture diélectrique de l'alumine ; ce qui constitue l'objectif de notre travail.

Ce mémoire comporte trois chapitres :

Le chapitre I, s'intéresse aux céramiques en général et à l'alumine en particulier. En effet, il comprend d'abord la présentation des différentes étapes d'élaboration des céramiques puis de l'alumine. Les principaux aspects concernant ce matériau, à savoir sa structure, ses propriétés mécaniques, thermiques et électriques, sont donnés dans la dernière partie du chapitre.

Le chapitre II, commence par la présentation des principaux aspects de la statistique de Weibull qui constitue un outil d'analyse mathématique, indispensable à toute étude rigoureuse de rupture diélectrique dans les isolants solides. Ensuite, sont rappelés les principaux modèles théoriques de rupture diélectrique des isolants solides : ruptures

d'origines, thermique, électronique et électromécanique. Un intérêt particulier a été accordé aux récentes théories de rupture électromécanique : électrofracture et rupture filamentaire.

Le chapitre III est consacré aux résultats et leur discussion. Les résultats sont d'abord traités par la statistique de Weibull, afin d'avoir un champ de claquage « nominal », pour chaque matériau. Ensuite, afin de trouver le modèle adéquat à cette rupture, les champs de claquage donnés par la statistique de Weibull sont confrontés aux champs théoriques donnés par les différents modèles physiques ; s'ensuit alors une discussion basée sur les résultats de cette confrontation.

CHAPITRE I

Céramiques et alumines

Compte tenu de leurs excellentes propriétés mécaniques, diélectriques et optiques, les isolants de type céramique sont des matériaux largement utilisés en génie électrique. Les céramiques sont définies comme étant des matériaux inorganiques (c'est à dire non polymériques et non métalliques). L'homme les emploie depuis des millénaires, leur première utilisation comme brique, produite en façonnant de l'argile puis en la chauffant pour la figer. De nos jours les applications des céramiques ne se limitent plus au simple domaine de la construction (lavabos, briques, ciments...), mais elles s'étendent aux domaines techniques (fibres optiques, capteurs piézoélectriques...) en raison de leurs propriétés exceptionnelles (résistance à haute température et à l'usure, inertie chimique, ténacité, propriétés électriques...).

L'alumine est un composé très dur. A température ambiante, elle est inattaquée par les composés chimiques courants. Elle fond à plus de 2000 °C. L'alumine très pure peut être utilisée jusqu'à 1700°C. La combinaison d'un coefficient thermique élevé, d'une faible dilatation thermique et d'une résistance élevée à la compression permet une bonne tenue aux chocs thermiques. On l'utilise donc comme matériau réfractaire, par exemple pour le revêtement de fours, tubes et gaines de thermocouples soumis à des chocs thermiques. L'alumine offre également une bonne isolation électrique à température élevée et une bonne résistance à l'usure, ce qui permet de l'utiliser comme matériau d'outillage [3].

I.1. Définition

Le terme céramique signifie souvent des objets rustiques comme des poteries, des briques et des tuiles mais le terme de céramique signifie plus généralement un solide qui n'est ni un métal ni un polymère. Une céramique est un matériau solide de synthèse qui nécessite souvent des traitements thermiques pour son élaboration. La plupart des céramiques modernes sont préparées à partir de poudres consolidées (mise en forme) et sont densifiées par un traitement thermique (le frittage). La plupart des céramiques sont des matériaux polycristallins, c'est à dire comportant un grand nombre de microcristaux bien ordonnés (grains) reliés par des zones moins ordonnées (joins de grains) comme illustré en figure. I. 1.

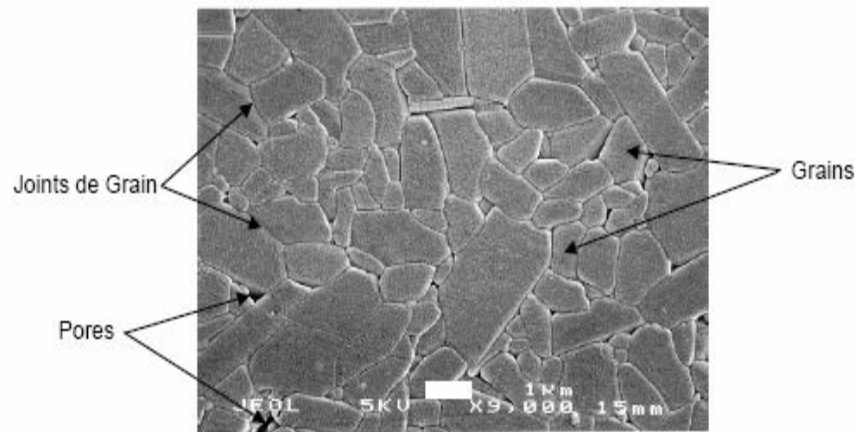


Figure. I.1. Microstructure typique d'une surface céramique polie qui illustre les grains monocristallins, joints de grains et pores [4].

I.2. Les différents types de céramiques

On distingue deux types des céramiques :

I.2.1. Les céramiques traditionnelles

Les céramiques traditionnelles sont issues de matières premières naturelles (argile, kaolin, quartz) et généralement mise en œuvre par coulée, exemples : la faïence, terres cuites (briques de construction), porcelaines (vaisselle, objets décoratifs).



Figure I.2 : Exemple des céramiques traditionnelles

I.2.2. Les céramiques techniques.

Les céramiques techniques regroupent les matériaux développés récemment dans les laboratoires de recherche en raison de leurs propriétés chimiques ou physiques exceptionnelles. Elles sont obtenues le plus souvent par frittage (traitement thermomécanique

dans des fours spéciaux, qui provoque la cohésion de granulés de poudre avec un aggloméré préparé à froid) ou par électrofusion (les oxydes sont coulés directement dans un moule).

I.3. Les différentes familles de céramiques techniques.

Les familles de céramiques les plus importantes sont les oxydes tel que le dioxyde de zirconium ZrO_2 , les nitrures tel le nitrure d'aluminium AlN , les carbures tel le carbure de silicium SiC , et tous les composés entre les métaux et les métalloïdes.

Les céramiques peuvent être aussi des matériaux à base d'un seul élément chimique, tel que le bore B ou le carbone C (forme graphite ou diamant).

Les céramiques techniques peuvent être classées en plusieurs familles que nous présentons sous forme de tableaux :

Les oxydes métalliques sont les plus importantes parmi les composés céramiques binaires. Cette première famille de céramiques est présente dans tous les domaines. Nous avons présenté dans le tableau ci-dessous les principaux oxydes.

Noms	Synonymes formules	Struct. cristal. couleurs	Utilisations
Oxyde d'aluminium	Alumine Al_2O_3	hexagonale incolore	mécanique, thermique, thermomécanique, électronique, biomédical, chimique, optique, nucléaire, militaire.
	α - Alumine (corindon)	rhombique incolore	
	γ - Alumine	cristalline microscopique blanc	
Oxyde de béryllium	(bromellite) BeO	hexagonale blanc	électronique
Oxyde de chrome	CrO_2	poudre brun - noir	thermomécanique, magnétique.

Oxyde de fer	(wuestite) FeO	cubique noir	magnétique
	(magnétite) Fe ₂ O ₃	cubique noir ou poudre rouge - noir	magnétique
	Fe ₃ O ₄	cubique noir ou poudre rouge - noir	magnétique
Oxyde de magnésium	Magnésie (périclase) MgO	cubique incolore	thermique
Oxyde de silicium	(quartz) SiO ₂	hexagonale incolore	électronique, mécanique
	(tridymite) SiO ₂	rhombique incolore	
	(cristobalite) SiO ₂	cubique ou tétraédrique incolore	
Oxyde de zirconium	Zircone ZrO ₂ (HfO ₂ <2%)	monoclinique en dessous de 1000°C et cubique au dessus blanc	thermomécanique, thermique, mécanique, électrique, électronique,

Tableau. I.1 : Famille Des Oxydes métalliques.

Les carbures ont un point de fusion élevé, une haute stabilité, une grande dureté et une très bonne conductivité thermique et électrique, mais ils sont très fragiles. De plus, de nombreux carbures réfractaires sont disposés à subir l'attaque de l'atmosphère. Les carbures métalliques, surtout WC, VC, TaC, et TiC sont souvent employés en tant qu'outils de coupe et pour la fabrication de composante haute température dans les domaines aéronautique et nucléaire. La haute section de capture des neutrons de B₄C a permis son emploi dans les écrans des réacteurs nucléaires.

Nous avons présenté dans le tableau suivant les principaux carbures.

Noms	Synonymes formules	Struct. cristal. couleurs	Utilisations
Carbone	C	amorphe noir	nucléaire
Carbure de bore	B ₄ C	rhomboédrique noir	mécanique, nucléaire
Carbure de silicium	SiC	hexagonale ou cubique incolore - noir	thermique, thermomécanique, mécanique, électrique, électronique,
Carbure de zirconium	ZrC	cubique	carbure d'insertion
Graphite	C	hexagonale noir	fibres réfractaires

Tableau. I.2 : Famille des carbures.

Les nitrures.

Les éléments de transition de troisième, quatrième et cinquième groupe de la classification périodique, les séries des actinides et des lanthanides, le bore, le silicium et l'aluminium forment des nitrures à haut point de fusion.

Dans la structure des nitrures, les atomes d'azote occupent des positions interstitielles du réseau métallique. Les nitrures réfractaires ont un point de fusion plus élevé que les oxydes et les sulfures correspondant mais tendent à se dissocier plus facilement. Pour cette raison, ils sont assez peu utilisés. Toutefois, le Si₃N₄ (nitrure de silicium) et le BN (nitrure de bore) connaissent un intérêt croissant. Ils sont stables dans l'air et résistent assez bien aux attaques chimiques. Le BN est appliqué comme abrasif ou composant en milieu oxydant à température élevée. Le Si₃N₄ est utilisé pour la fabrication de composants statiques et dynamiques pour des emplois jusqu'à 1200°C en milieux oxydants. Ce dernier est aussi utilisé en tant qu'accessoire des turbines à gaz.

Nous avons présenté dans le tableau suivant les principaux nitrures.

Noms	Synonymes formules	Struct. cristal. couleurs	Utilisations
Nitrure d'aluminium	AlN	hexagonale blanc	électronique
Nitrure de bore	BN	hexagonale blanc	mécanique, nucléaire
Nitrure de silicium	Si ₃ N ₄	poudre amorphe	mécanique, thermique, électronique
Nitrure zirconium	ZrN	hexagonale	mécanique

Tableau. I.3 : Famille des nitrures

Les borures ont un point de fusion très élevé, compris entre 1900 et 3000°C, et sont peu volatiles. De plus, ils ont une basse résistivité électrique, une haute stabilité et une dureté élevée. Mais ils sont très peu résistants à l'oxydation à des températures supérieures à 1200°C. L'application des borures la plus répandue est la fabrication de creusets pour les métallisations sous vide.

Nous avons présenté dans le tableau ci-dessous les principaux borures.

Noms	Synonymes formules	Struct. cristal. couleurs
Borure de barium	BaB ₆	cubique
Borure de titane	TiB ₂	hexagonale
Borure de zirconium	ZrB ₂	hexagonale

Tableau. I.4 : Famille des borures

Les sulfures métalliques appartiennent surtout aux groupes 3B, 4B, 5B, et 2A. Ils sont thermodynamiquement stables à haute température et possèdent un point de fusion élevé.

Noms	Synonymes formules
Sulfure de magnésium	MgS
Sulfure de thorium	ThS
	ThS ₂
	Th ₂ S ₃
	Th ₄ S ₇
Sulfure de titane	TiS

Tableau. I.5 : Famille des sulfures.

I.4. Technologie de fabrication d'une céramique

Le terme céramique ne recouvre pas un type de composition chimique, mais un matériau généralement polycristallin et très bien densifié obtenu suivant un mode de mise en œuvre particulier, il est souvent synonyme dans le public d'objets usuels : carrelages, sanitaires, vaisselle... Dans le cas des céramiques techniques notamment pour l'électronique, la maîtrise de l'élaboration permet d'obtenir des propriétés performantes et utiles pour des applications très diverses (tenue mécanique, propriétés électriques, diélectriques, magnétiques, etc.)

Les différentes étapes d'élaborations des céramiques sont résumées dans l'organigramme suivant :

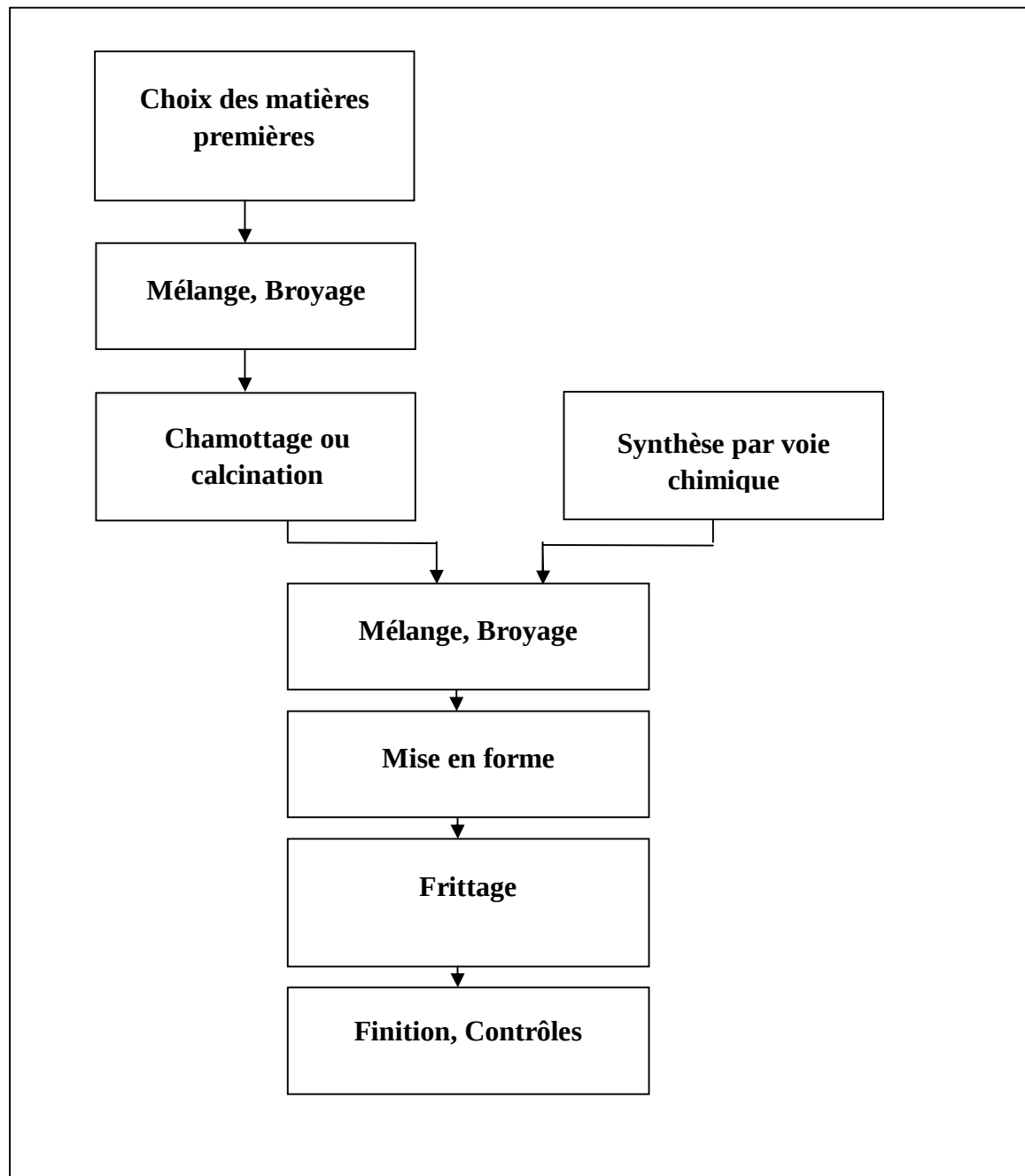


Tableau .I.6 : Différentes étapes d’élaboration des céramiques [5].

I.4.1. Matières premières

Le cycle de préparation des poudres pour céramiques électroniques consiste à mélanger des matières premières pulvérulentes, puis à les calciner (chamotter). Il existe deux méthodes de préparation de la matière première :

I.4.1.a. Préparation par voie solide :

Choix des matières premières de base pulvérulentes Elles sont constituées d'oxydes, de carbonates, de nitrates, etc. Une poudre idéale peut être décrite comme étant formée de grains de petite taille (de l'ordre de 1 μm), ne s'agglomérant pas, de forme régulière, avec une répartition de taille très étroite, et de pureté ainsi que de dopage contrôlés.

Mélange. Broyage.

Il s'agit d'une des phases essentielles du cycle de fabrication d'une céramique. Elle a pour effet de broyer les matières premières mais surtout de mélanger les divers constituants : matériaux de base, chamottes, liants organiques, ajouts divers. C'est également au cours de cette opération que sont dispersés les agglomérats de grains dont sont généralement formées les poudres minérales. Le broyage est effectué en milieu humide

Chamottage ou calcination.

Cette opération a pour but de transformer un mélange de poudres en un matériau de composition et de structure cristalline bien définies. Elle consiste à faire subir aux matériaux pulvérulents un cycle thermique, éventuellement sous atmosphère contrôlée, au cours duquel ils vont, par des phénomènes de diffusion en phase solide, réagir, et former la phase cristalline recherchée.

I.4.1.b. Préparation des matériaux par voies chimiques.

La méthode la plus utilisée de préparation de poudres par voie chimique est la préparation par voie chimique sous la pression atmosphérique normale. Elle regroupe un ensemble de techniques de synthèse dont l'idée consiste à former des précipités ou des gels à partir d'une solution homogène contenant les cations désirés, puis à calciner ces précipités pour former la phase et la microstructure recherchées.

Dans la majorité des cas ces méthodes de synthèse permettent d'obtenir des poudres dont les caractéristiques (finesse, pureté, frittabilité, reproductibilité...) sont nettement supérieures à celles obtenues par chamottage.

I.4.2. Mise en forme.

Le choix de la méthode de mise en forme (coulage ; extrusion ; pressage isostatique) dépend essentiellement de la structure géométrique du composant à réaliser. Par exemple :

L'extrusion permettant l'obtention de pièces longues à symétrie axiale (barreaux d'antennes par exemple) ou de plaques relativement peu épaisses (substrats pour circuits hybrides par exemple).

Le pressage isostatique pour obtenir des céramiques de microstructure très homogène et dense.

I.4.3. Frittage.

Le frittage consiste en la consolidation et la densification par action de la chaleur d'un agglomérat granulaire plus ou moins compact avec ou sans fusion d'un de ses constituants. La microstructure des poudres compactées varie pendant cette opération. Une densification est caractérisée par une diminution de la porosité et une croissance de la taille des grains. Les propriétés mécaniques et physiques sont profondément modifiées au cours du frittage. Plusieurs techniques de frittage existent ; la plus connue est celle du frittage naturel. Il est effectué par simple chauffage à haute température d'une poudre comprimée.

I.4.4. Finitions.

Pour que le produit issu du frittage soit prêt pour l'utilisation, il doit subir encore plusieurs transformations spécifiques à chaque cas, lui permettant de devenir un composant. Ces opérations peuvent consister en des usinages ; des poses d'électrodes, (par trempage, peinture ou sérigraphie suivie de cuisson), des poses de connexions, (par soudure électrique, soudure à la vague),...

I. 5. Défauts dans les céramiques.

Un défaut est une imperfection ou une irrégularité, de l'ordre du diamètre des atomes dans la structure cristalline. Les céramiques comme dans le cas des métaux comportent des défauts puisque les céramiques comprennent au moins deux types d'ions distincts [1], il s'ensuit que chacun d'eux peut présenter des défauts.

Les défauts qui souvent existent dans les céramiques sont :

- Les défauts ponctuels.
- Les défauts surfaciques.

- Les défauts volumiques.

I.5.1. Les défauts ponctuels.

Ce sont des perturbations du réseau à l'échelle atomique. Parmi les défauts atomiques dans les céramiques on trouve :

- Les lacunes (sites vacants sur le réseau).
- Les interstitiels (atomes situés entre les atomes du cristal), les atomes d'une espèce chimique différente en solution de substitution (dans le réseau) ou d'insertion (interstitiels).
- Les défauts électroniques on trouve les paires électron/trou.

Parmi les propriétés influencées par les défauts ponctuels on trouve le comportement mécanique à chaud, les propriétés de percolation et de transport (diffusion de matière, de chaleur), ainsi que la conductivité électrique.

I.5. 2. Les défauts surfaciques.

Ce sont par exemple les surfaces libres (perturbation du voisinage des atomes de surface qui ont perdu certains de leurs voisins) et les interfaces entre grains ou entre phases différentes. Elles peuvent être cohérentes, semi cohérentes (c'est-à-dire cohérentes « presque partout » moyennant un réseau de défauts) ou incohérentes interfaces incohérentes et les surfaces libres (forte perturbation du voisinage des atomes).

Cette énergie d'interface joue un rôle considérable dans la formation et l'évolution de la structure des matériaux.

I.5.3. Les défauts volumiques.

Les défauts dits « volumiques » sont essentiellement des cavités, des phases non désirées, des inclusions (morceaux de matière étrangère, provenant de l'élaboration, par exemple particules venant d'un creuset). Ils proviennent notamment de l'élaboration du matériau (frittage des céramiques) ou de l'endommagement de celui-ci lors de son utilisation.

I.6. Propriétés des céramiques.

I.6.1. Propriétés mécaniques.

La dureté des céramiques est très élevée ; la limite élastique est très faible leur module de Young à la température ambiante est compris entre 300 et 400 GPa et la résistance à la compression entre $2 \cdot 10^3$ et $30 \cdot 10^3$ Pa, La figure I.5 montre que le module de Young diminue avec la température

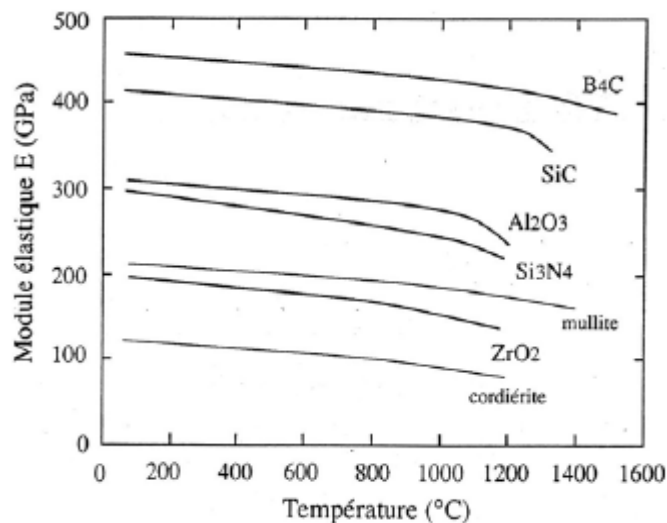


Figure. I.3 : Influence de la température sur le module d'Young de différentes céramiques [6].

I.6.2. Propriétés thermiques.

Les céramiques sont caractérisées par leur capacité à résister à haute température. La température de fusion des céramiques est très élevée $2050\text{ }^{\circ}\text{C}$. La chaleur spécifique ; la conductivité thermique et le coefficient de dilatation thermique augmentent avec la température. La figure I.3 illustre l'évolution de la conductibilité thermique des matériaux en fonction de la température.

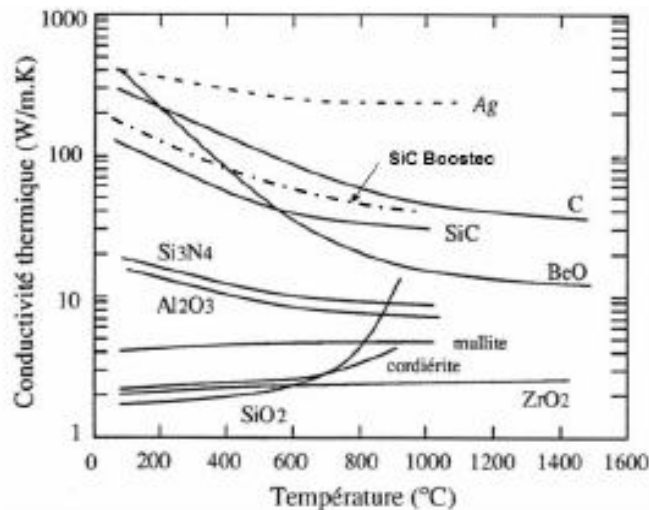


Figure. I.4: Conductivité thermique des matériaux en fonction de la température [6].

I.6.3. Propriétés électriques

La physique du solide permet de distinguer trois familles de matériaux en fonction de leur structure électronique, suivant comment sont organisées et remplies d'électrons leurs bandes de valence et de conduction [7] (Figure I.6). Il existe des céramiques dans chaque famille [8].

Les matériaux conducteurs sont caractérisés par une structure électronique où les électrons ne sont pas liés à un atome en particulier. Ils sont de bons conducteurs électriques. Le graphite, habituellement inclus dans les matériaux céramiques, ainsi que quelques carbures, se comportent, du point de vue électronique, comme des métaux.

Les matériaux semi-conducteurs caractérisés par l'existence d'un domaine d'énergies interdites entre les bandes de valence et de conduction. L'énergie minimale nécessaire à un électron excité pour passer de la bande de valence à la bande de conduction s'appelle l'énergie de « gap » E_g , ou largeur de bande interdite. Pour les semi-conducteurs, celle-ci est inférieure à 3 eV. A température nulle (0 K), la bande de valence est complètement remplie et la bande de conduction vide. A une température plus élevée, le gain d'énergie d'origine thermique permet aux électrons d'atteindre la bande de conduction. Le matériau devient alors conducteur.

La présence d'impuretés dans le matériau perturbe le réseau cristallin et peut introduire des niveaux d'énergie intermédiaires dans la bande interdite.

Un matériau isolant électrique peut-être considéré comme un semi-conducteur ayant une largeur de bande interdite d'au moins 3 eV. L'alumine est un matériau isolant : son énergie de gap est égale à 9,6 eV [8]. Les charges présentes dans le matériau sont alors des trous dans la bande de valence et des électrons dans la bande de conduction.

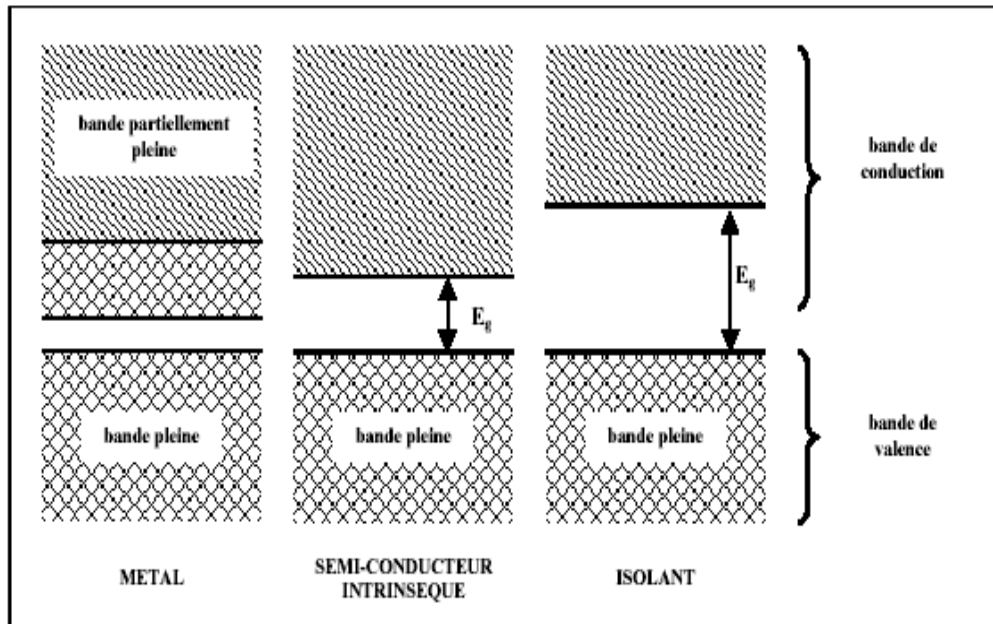


Figure. I.5 : Schéma des bandes d'énergie électronique de métaux, semi-conducteur et isolants [8].

I.7. Alumine Al_2O_3

L'alumine ou oxyde d'aluminium a pour formule Al_2O_3 , lorsqu'elle est sous la forme anhydre. Elle présente un polymorphisme structural remarquable avec les variétés α -, γ -, δ -, θ -, κ -, ε -, η -, χ - Al_2O_3 . Sa bonne tenue mécanique à haute température, sa dureté élevée, son excellente résistance à l'usure, sa grande résistivité électrique et son inertie chimique importante font de l'alumine un matériau utilisé dans des domaines très variés [3].

On la trouve à l'état naturel dans la bauxite, sous forme hydratée : monohydrate ($\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})$) et tryhydrate ($\text{Al}_2\text{O}_3(\text{H}_2\text{O})_3$). On la trouve aussi comme minéral sous forme de corindon ou alumine- α ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$).

L'alumine est un composé très dur : seul le diamant et quelques produits de synthèse ont une dureté supérieure. A température ambiante, elle est inattaquée par les composés

chimiques courants. Elle fond à plus de 2000 °C. L'alumine très pure peut être utilisée jusqu'à 1700°C. Elle est étanche aux gaz jusqu'à 1300°C. La combinaison d'un coefficient thermique élevé, d'une faible dilatation thermique et d'une résistance élevée à la compression permet une bonne tenue aux chocs thermiques. On l'utilise donc comme matériau réfractaire, par exemple pour le revêtement de fours ou comme creusets, tubes et gaines de thermocouples soumis à des chocs thermiques. L'alumine offre également une bonne isolation électrique à température élevée et une bonne résistance à l'usure, ce qui permet de l'utiliser comme matériau d'outillage. Le tableau ci-dessous présente quelques propriétés physique, mécaniques électriques et thermiques de l'alumine :

Propriétés	Valeurs
Propriétés physiques. - Masse volumique (g/cm ³) - Poids moléculaire (g/mole) - Température maximale d'utilisation sous air (°C)	 3,9 102 1700-1800
Propriétés mécaniques. - Module d'Young (GPa) - Coefficient de Poisson - Résistance à la flexion (MPa) - Ténacité (Mpa.m ^{1/2})	 300-400 0,25 380 2-3
Propriétés électriques. - Constante diélectrique - Résistivité électrique à 20 °C (Ohm.cm) - Résistance diélectrique (kV/mm)	 9-10 > 10 ¹⁴ 10-20
Propriétés thermiques.	

- Chaleur spécifique (J/K/kg)	900
- Conductivité thermique (W/m/K)	
• à 20°C	26-35
• à 500 °C	10-15
- Dilatation linéaire ($\times 10^{-6}$) de 20 à 1000 °C	8-9
- Point de fusion (°C)	2050

Tableau 1.7 : Quelques propriétés: mécaniques, physiques, thermiques, électriques pour l'alumine.

I.8. Structures et génération des différentes variétés d'alumine.

L'alumine cristallise sous différentes formes, l'une stable (α - Al_2O_3), les autres métastables (γ , δ , θ , κ , ϵ , η , χ - Al_2O_3). [9]. Elle existe aussi à l'état amorphe. Les phases métastables sont souvent considérées comme des alumines de transition (ou basse température). Les phases α , γ , δ , θ et κ sont observables sous forme d'alumine pure et les autres (ϵ , η , χ) ne le sont qu'en présence d'ajouts tels que ZrO_2 , des silicates et des alcalins.

La phase alpha a une structure rhomboédrique. Les ions O^{2-} forment un empilement hexagonal compact. Les cations Al^{3+} occupent 2/3 des sites octaédriques (figure .I.6, figure .I.7). Les paramètres de cette cellule hexagonale unité sont : $a_0=4,7589\text{\AA}$, $C_0=12,951\text{\AA}$, $\alpha=\beta=90^\circ$ et $\gamma=120^\circ$. Cette phase est stable au-delà de 1150°C . La transformation qui aboutit à sa formation est exothermique et irréversible.

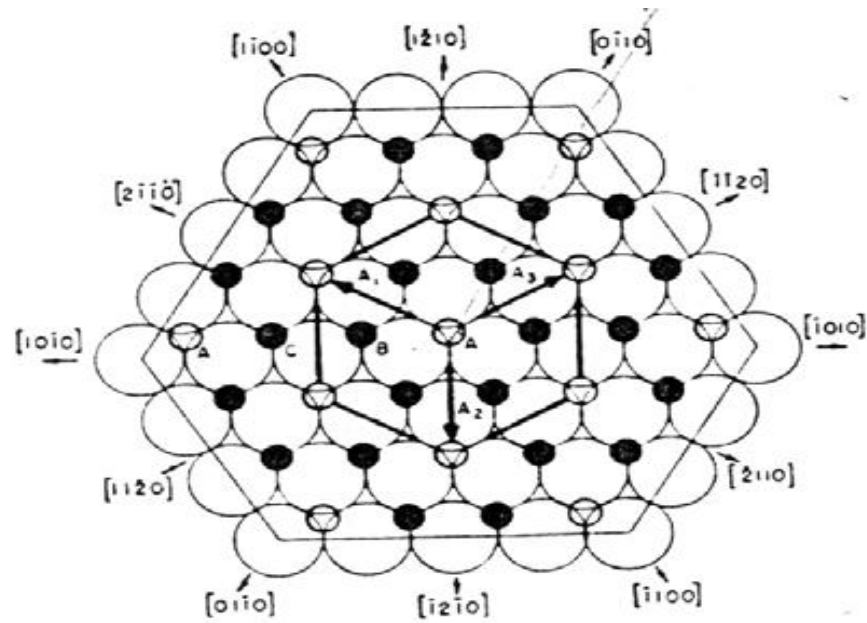


Figure -I-6 : Représentation du plan basal de l'alumine- α (réseau d'ions oxygène avec les ions aluminium en petits cercles pleins et les sites vides en petits cercles vides) et de ses directions cristallographiques principales [10].

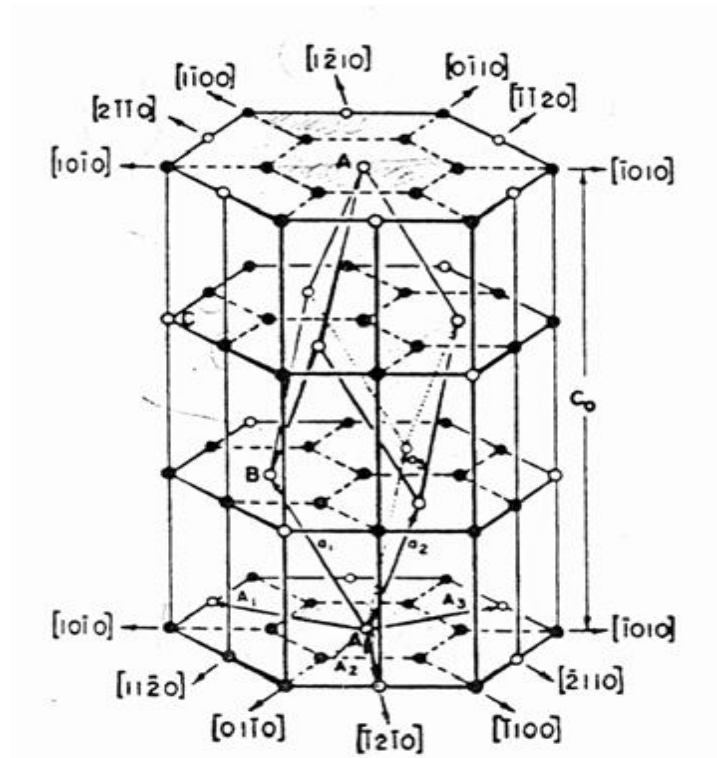


Figure I.7 : Représentation de la maille primitive rhomboédrique de l'alumine- α (vecteurs de base a_i) et de la maille hexagonale (vecteurs de base A_i) [10].

Le tableau suivant présente quelques propriétés de l'alumine - α .

Température de fusion	2053°
Conductivité thermique	35W/m.K
Coefficient de dilatation thermique (25-1000°C)	7,8-8,1.10 ⁻⁶
Densité	3,97g/cm ³
Module d'Young	380-410GPa
Ténacité	4MPa√m

Tableau .I.8 : Quelques propriétés de l'alumine- α poly-cristalline (>99.9%).

La phase gamma est de type spinelle AB_2O_4 lacunaire :

- 32 ions O^{2-} occupent tous les sites dédiés aux ions oxygènes de la structure type spinelle (empilement cubique compact),
- 21 $^{1/3}$ ions Al^{3+} sont répartis sur les 24 sites dédiés aux cations A et B et forment deux

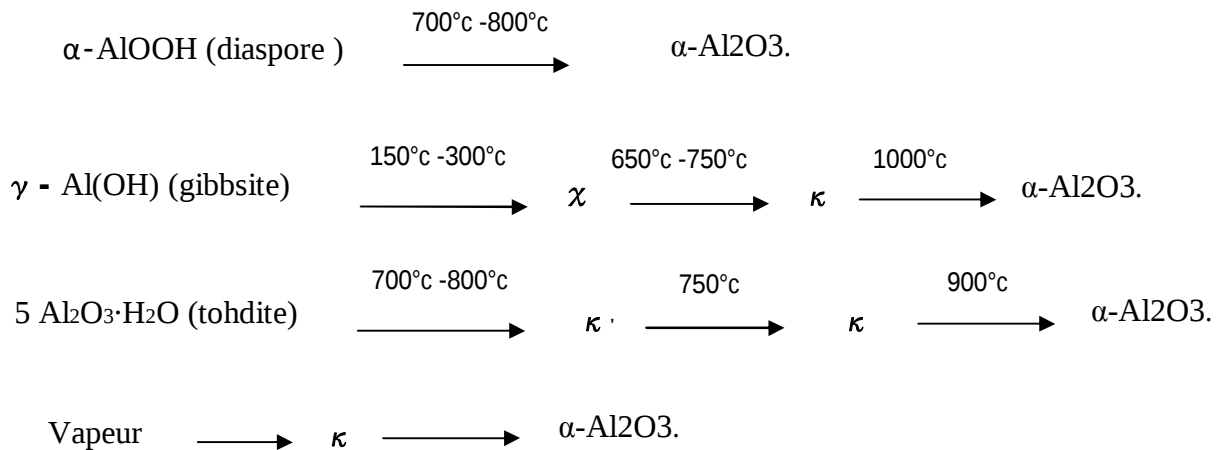
types de couche : sur une couche, l'ensemble des sites octaédriques est occupé tandis que sur la deuxième les ions Al^{3+} sont répartis dans les sites tétraédriques et octaédriques,

- $2^{2/3}$ lacunes sont distribuées aléatoirement sur les sites tétraédriques.

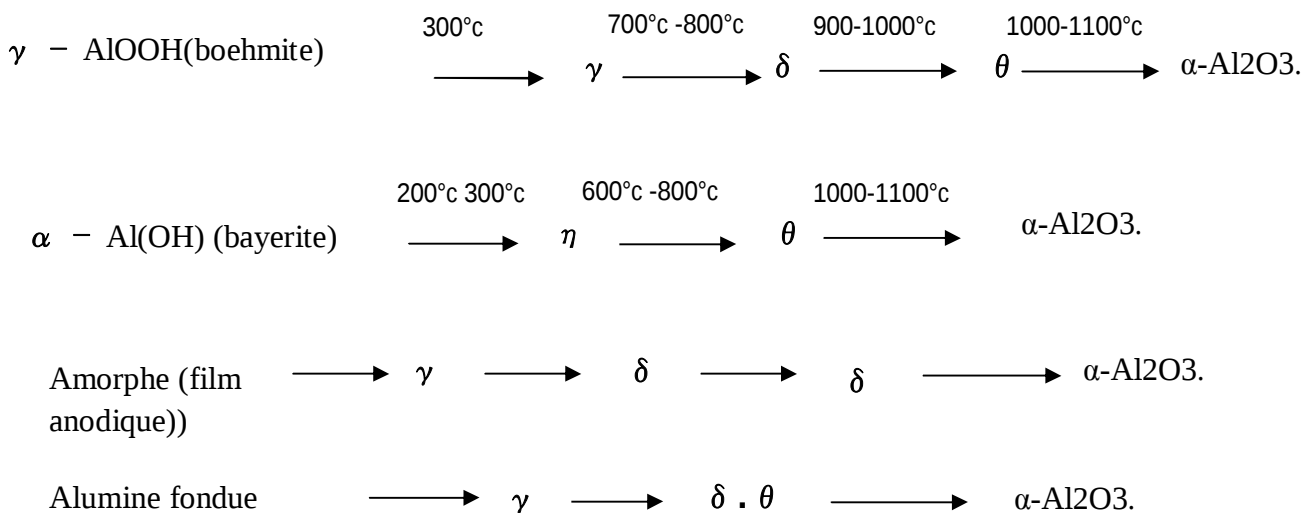
Les phases eta, delta et theta sont aussi composées d'un sous réseau d'oxygène en empilement cubique compact, avec des distributions différentes d'une phase à l'autre des ions Al^{3+} dans les sites interstitiels octaédriques et tétraédriques, qui s'ordonnent progressivement avant d'évoluer vers la phase alpha.

La phase kappa a une structure orthorhombique, avec des plans compacts d'ions O^{2-} , les ions Al^{3+} occupant des sites tétraédriques et octaédriques.

Ces phases peuvent être obtenues par déshydratation partielle des hydroxydes d'aluminium, γ - $\text{Al}(\text{OH})_3$ (gibbsite) ; α - $\text{Al}(\text{OH})_3$ (bayerite) ; γ - $\text{AlO}(\text{OH})$ (boehmite), α - $\text{AlO}(\text{OH})$ (diaspore), ou de l'oxyde hydraté $5\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (tohdite). Le Tableau I. 9 ce tableau résume les séquences de transformation d'une phase métastable à l'autre, vers la phase stable α lorsque l'on augmente la température.



Formes métastables à structure hexagonale compacte



Formes métastables à structure cubique compacte

Tableau 1.9 : Réactions de formation des différentes structures métastable Al_2O_3 à partir des hydroxydes et séquences de transformations de phase vers la phase stable $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$.

I.9. Conclusion.

Bien que l'effet de la structure, des matériaux céramiques, ou plus précisément de la microstructure sur la rupture diélectrique fait l'objet de nombreuses études [11], la relation exacte entre cette microstructure et la rupture diélectrique reste difficile à établir.

Dans ce chapitre, nous avons rappelé la structure, l'élaboration et les défauts de ces matériaux qui peuvent nous aider à comprendre les phénomènes et mécanismes de rupture diélectrique mis en jeu dans les alumines considérées.

CHAPITRE II

Les différentes théories de claquage diélectriques

La fonction principale d'un diélectrique est d'empêcher le passage du courant lorsqu'on le soumet à une tension électrique. Cependant ce diélectrique ne peut supporter des tensions croissantes indéfiniment, à une certaine tension il se produit un phénomène de claquage, ou la substance perd ses propriétés isolantes.

Le rapport de la tension de claquage à l'épaisseur de l'isolant s'appelle la rigidité diélectrique, elle est exprimée généralement en $\left(\frac{V}{m}\right)$.

II –1 Principe et méthode d'évaluation de la rigidité diélectrique d'un isolant solide

Le phénomène de claquage dans les isolants solides est un phénomène aléatoire ; en effet, la mesure de la rigidité diélectrique ne donne pas une seule et même valeur expérimentale, mais une distribution de valeurs. L'exploitation des données de cette mesure nécessite, par conséquent, l'utilisation d'une statistique. Cette dernière constitue un outil mathématique pour l'analyse des résultats mais ne peut en aucun cas se substituer à une analyse physique.

Le modèle statistique le plus simple et le plus adapté à la détermination du champ de claquage ou rigidité diélectrique est celui de Weibull [12]. Ce modèle a trouvé son origine en mécanique, il exprime la probabilité de rupture d'une chaîne en fonction de la probabilité de rupture d'un maillon quand le nombre de maillons est grand [13]. Ceci reflète bien l'image de la rupture d'un diélectrique solide, où le claquage, phénomène local à l'origine, entraîne la rupture totale de l'isolant.

II – 1- 1 Présentation de la loi de Weibull.

La distribution de Weibull est utilisée aussi bien pour l'exploitation des données de champs de claquage que pour celles des temps de claquage. Pour un volume donné, le modèle de Weibull à deux paramètres est donné par [14] :

$$F(x) = 1 - \exp\left\{-\left(\frac{x}{\alpha}\right)^{\beta}\right\} \quad \text{avec } x \geq 0 \quad (\text{II - 1})$$

où

x est la variable aléatoire qui peut être soit le temps soit le champ de claquage. Dans notre étude cette variable représentera le champ de claquage.

α est le paramètre d'échelle ;

β est le paramètre de forme ;

$F(x)$ est la fonction de probabilité cumulée de claquage ou de défaillance. Elle représente dans notre étude la probabilité de claquage pour un champ inférieur ou égal à x .

La probabilité de claquage $F(x)$ est nulle à $x = 0$. Elle augmente continuellement lorsque x croît. Lorsque x tend vers l'infini, la probabilité de claquage approche la certitude.

Le paramètre d'échelle α représente, dans notre étude, le champ de claquage pour lequel la probabilité de rupture vaut $(1 - e^{-1})$ ou 63,2 %.

Le paramètre de forme β est une mesure de la dispersion de x .

II – 1 - 2 Intervalle de confiance.

Si la même expérience, comportant l'essai de plusieurs échantillons, est effectuée plusieurs fois, les valeurs des estimations des paramètres α et β diffèrent dans chaque expérience. Cette variation de ces estimations est liée à la nature statistique de la rupture diélectrique et n'est pas nécessairement due aux précisions expérimentales. Par conséquent, toute estimation de paramètre diffère de la « vraie » valeur du paramètre obtenue à partir d'une expérience comprenant un nombre infiniment grand d'échantillons. Il est donc nécessaire de donner pour chaque estimation de paramètre un « intervalle de confiance » [15].

L'intervalle de confiance quantifie l'incertitude dans l'estimation d'un paramètre ; c'est un intervalle qui contient la vraie valeur du paramètre avec une forte probabilité. Cette probabilité appelée niveau de confiance ou de probabilité est donnée par $(1-p)$ où p est le risque d'erreur maximum accepté.

Le calcul des limites de l'intervalle de confiance des paramètres α et β de la statistique de Weibull est complexe. J.F.Lawless [16] a développé une méthode de calcul des limites des intervalles de confiance des paramètres de Weibull et des limites de tolérance à différentes probabilités de claquage. Un logiciel basé sur cette méthode a été développé par G.C.Stone [17].

II-II Modèles de rupture diélectrique dans les isolants solides.**II-II-1 Claquage d'origine thermique.**

Lorsqu' un courant traverse un matériau isolant, la conductivité augmente avec la température. Par suite la température s'élève, le courant augmente à son tour et ainsi de suite. Si la chaleur accumulée ne s'évacue pas suffisamment vite, le processus peut conduire à un emballement thermique, c'est ce qu'on appelle le claquage thermique. Wagner [18], introduit l'idée que ce genre de claquage peut être traité par le problème de l'équilibre entre la génération de la chaleur due à une conductivité électrique et la dissipation de la chaleur due à la conduction thermique.

Le champ électrique appliqué qui permet d'amener la température T d'un matériau jusqu'à sa valeur critique T_c est appelé le champ de claquage.

Le champ électrique de claquage se calcule en résolvant l'équation fondamentale traduisant le bilan énergétique [18] :

$$C_V \frac{\partial T}{\partial t} - \text{div}(K \text{grad} T) = \sigma E^2 \quad (\text{II} - 2)$$

où

C_V : chaleur spécifique par unité de volume ou la capacité thermique massique à volume constant

K : conductivité thermique de l'isolant

σ : Conductivité électrique de l'isolant

E : champ électrique appliqué

t : temps d'application du champ électrique

T : température

Le second membre de cette équation σE^2 représente la puissance dissipée par unité de volume au matériau grâce à la présence d'une conductivité électrique σ

Le premier terme du premier membre $C_V \frac{\partial T}{\partial t}$ traduit l'élévation de température de l'échantillon en fonction du temps, tandis que le second $\text{div}(\mathbf{K} \text{grad} T)$ exprime la dissipation thermique de l'échantillon.

La résolution de l'équation de la chaleur donne la température en fonction du temps et de chaque point de l'échantillon. Dans la plupart des cas, la conductivité σ est fonction du champ électrique E et de la température T d'où l'impossibilité d'obtenir une solution analytique de cette relation. Pour cela deux principales approches peuvent être faite d'où le claquage thermique peut prendre deux formes :

La première est obtenue par élévation de la température jusqu'à la température critique ce qui correspond à un claquage thermique en régime impulsionnel, dans ce cas l'équation d'équilibre thermique est un cas particulier de l'équation précédente ou le terme de l'élévation thermique est ignoré, l'équation fondamentale se réduit à [18] :

$$C_V \frac{\partial T}{\partial t} + \sigma E^2 = 0 \quad (\text{II} - 3)$$

La seconde forme correspond à une variation lente du champ électrique, par conséquent la température du réseau reste toujours stable et $\frac{\partial T}{\partial t} = 0$. Cela correspond à l'établissement du régime permanent, l'équation précédente devient alors :

$$\text{div}(\mathbf{K} \text{grad} T) + \sigma E^2 = 0 \quad (\text{II} - 4)$$

II – 2 - 2 Mécanismes de rupture d'origine électronique.

Pour qu'un claquage purement électronique puisse survenir, une condition nécessaire, mais non suffisante est qu'il existe dans le matériau des électrons de conduction pouvant être accélérés et acquérir ainsi dans le champ une énergie comparable à l'énergie d'ionisation des atomes constitutifs [19].

Ce type de claquage est dû aux électrons présents à l'application du champ électrique, le processus électronique peut être considéré d'un point de vue énergétique ou d'un point de vue multiplication électronique. On distingue deux grandes classes de théories : claquage intrinsèque et claquage par avalanche

II- 2 -2- 1 Claquage intrinsèque

Ce type de claquage est basé sur le concept de l'équilibre entre l'énergie fournie aux électrons par l'application d'un champ électrique et l'énergie transférée par ces mêmes électrons au réseau cristallin.

Sous l'effet d'un champ électrique E induisant un courant de densité j , l'énergie fournie aux électrons autrement dit la vitesse du gain en énergie (énergie gagnée par unité du temps) est :

$$A_f(E, W, T) = J.E \quad (\text{II - 5})$$

et

$$J = \frac{q^2}{m} \tau(W)$$

donc

$$A_f(E, W, T) = \frac{q^2}{m} \tau(W) E \quad (\text{II - 6})$$

Soit $B_c(W, T) = \frac{h\nu}{\tau(W)}$ l'énergie cédée par les électrons de conduction au réseau (vitesse de perte en énergie = l'énergie transférée par unité du temps), la condition d'équilibre énergétique s'écrit $A_f(E, W, T) = B_c(W, T)$

Le claquage intrinsèque survient lorsque l'équilibre entre l'énergie fournie $A_f(E, W, T)$ par le champ électrique aux électrons et l'énergie cédée $B_c(W, T)$ par ces derniers au réseau est rompu $A_f(E, W, T) > B_c(W, T)$

W : l'énergie d'un électron

E : champ électrique appliqué

T : la température

τ : Temps de relaxation (durée moyenne entre deux collisions)

q : charge élémentaire de l'électron

m : masse de l'électron

$h\nu$: énergie d'un photon

Selon la distribution en énergie des électrons et les mécanismes de son transfert au réseau, plusieurs interprétations de ce phénomène ont été proposées :

Modèle de Von Hippel : ce modèle conçoit qu'il existe un champ critique E_c où l'énergie gagnée par chaque électron dépasse le maximum de perte avec le réseau et cette condition s'opère à basse énergie. A ce champ critique E_c , l'électron est rapide, il subit encore des interactions, peut éventuellement « fuir » à travers les phonons sans interactions – échapper au piégeage vibrationnelle donc sans ralentir, plus rien ne peut alors limiter son accélération jusqu'à ce qu'il provoque une collision ionisante conduisant au claquage [19].

Modèle de Fröhlich : ce modèle ne tient pas compte de l'interaction électron-phonon et suggère que E_c est une condition nécessaire au claquage mais pas suffisante, car il faut qu'un nombre suffisant d'électrons acquiert l'énergie d'ionisation des atomes constitutifs du matériau, c'est le critère de haut énergie [19].

II-2-2-2 Claquage par avalanche.

Un électron initial (incident) issu par une injection cathodique (effet tunnel, effet Schottky) ou ionisation stimulée (effet Poole-Frenkel), acquiert suffisamment d'énergie avec le champ électrique appliqué puis rentre en collision ionisante avec un atome du matériau qui se charge positivement en libérant un nouvel électron, de sorte qu'on aura alors deux électrons libres qui peuvent acquérir dans le champ assez d'énergie pour provoquer une nouvelle collision ionisante donc deux électrons et ainsi de suite. Le concept de cette théorie est qu'un électron provenant de la cathode va déclencher une avalanche d'électrons par collision avant d'atteindre l'anode, le claquage se produit lorsque l'énergie totale de l'avalanche dépasse l'énergie nécessaire pour la destruction du matériau [19].

Après la i ème génération, on aura 2^i électrons entre la cathode et l'anode, d'après Seitz la destruction de matériau n'a lieu qu'après 40 générations, ce qui correspond à $2^{40} = 10^{12}$ électrons, c'est ce que l'on appelle la théorie des 40 générations.

II -2- 3 Rupture d'origine électromécanique

Bien que les premières théories de la rupture diélectrique des isolants solides remonte à 1939 [20], il existe peu de travaux sur la rupture diélectrique d'origine mécanique. Dans ce qui suit nous allons présenter le modèle de Garton et Stark et deux modèles plus récents : rupture par électrofracture et rupture filamentaire. Ces deux derniers modèles sont basés sur une analogie avec l'approche énergétique de Griffith pour la rupture mécanique des matériaux solides. C'est pour cette raison que nous avons introduit dans ce paragraphe, un rappel sur le critère de Griffith.

II -2 -3-1 Modèle de Garton et Stark.

L'existence d'une différence de potentiel aux bornes d'un échantillon provoque l'apparition de forces de compression sur le matériau dues à l'attraction mutuelle des deux électrodes [21]. Cette contrainte électromécanique provoque une diminution de l'épaisseur de cet échantillon et une augmentation de sa surface (figure II-1), tel que le volume v soit conservé en première approximation.

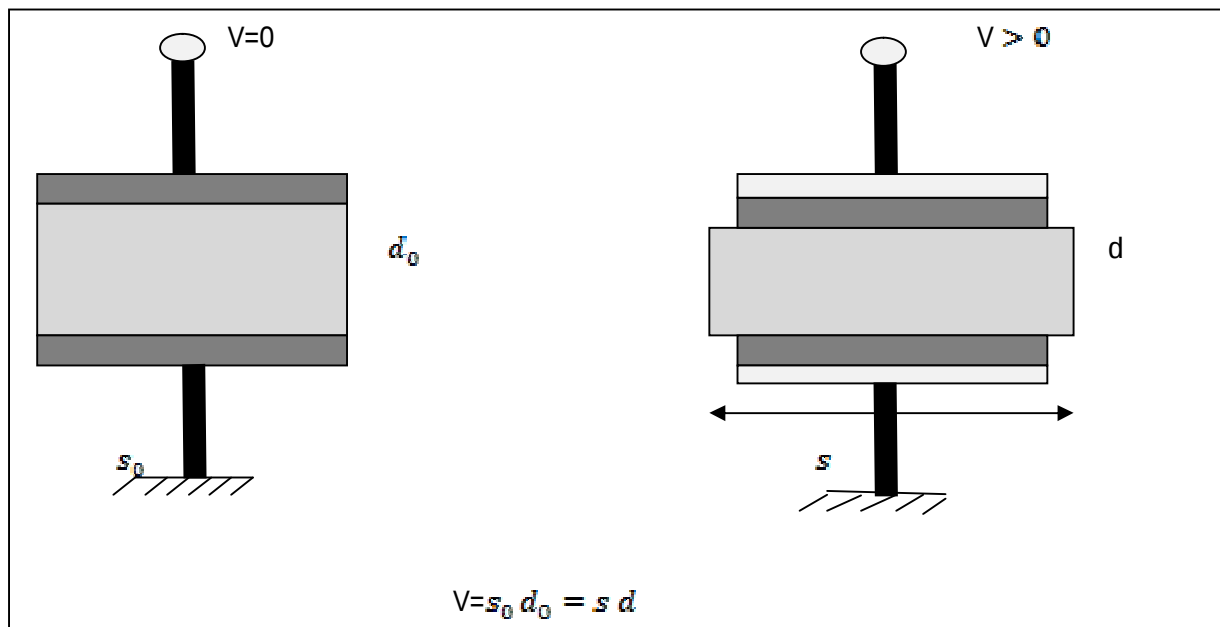


Figure II-1 : Déformation due à l'application de la tension V .

La force coulombienne d'attraction est donnée par :

$$F = \left(\frac{\partial W}{\partial d} \right)_{\text{vol}=\text{cste}} = \frac{\partial}{\partial d} \left(\frac{1}{2} C V^2 \right)_{\text{vol}=\text{cste}} \quad (\text{II} - 7)$$

où

W est l'énergie emmagasinée ;

C est la capacité de l'échantillon ;

d l'épaisseur de l'échantillon ;

V est la différence de potentiel appliquée à l'échantillon.

vol est le volume du diélectrique.

Avec

$$C = \frac{(\epsilon_0 \epsilon_r S_0)}{d} \quad (\text{II} - 8)$$

où

ϵ_0 : La permittivité du vide ;

ϵ_r : La permittivité relative de l'échantillon ;

S_0 : La surface initiale de l'échantillon.

La pression électromécanique s'écrit :

$$P_1 = \frac{F}{S_0} = \frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r \left(\frac{V}{d} \right)^2 \quad (\text{II} - 9)$$

A l'équilibre, cette compression d'origine électrique **P₁** est compensée par la compression élastique **P₂** ; ce qui donne : **||P₁|| = ||P₂||**. Deux cas sont alors à distinguer [22]:

1^{er} cas : la réduction d'épaisseur est inférieure à 10%. Dans ce cas la contrainte mécanique dans la zone élastique est donnée par la loi de Hooke :

$$P_2 = -Y \int_{L=d_0}^{L=d} \frac{\partial L}{L} = Y \ln \frac{d_0}{d} \quad (\text{II} - 10)$$

où d_0 est l'épaisseur initiale et Y le module de Young du matériau.

Pour une tension critique, il n'est plus possible d'obtenir l'équilibre et l'échantillon subit une rupture de nature mécanique. Cette valeur limite correspond au fait que les courbes traduisant respectivement les variations de P_1 et P_2 en fonction de d sont tangentes, c'est-à-dire que leurs dérivées sont égales, soit :

$$\frac{1}{2} \varepsilon_0 \varepsilon_r \left(\frac{V}{d} \right)^2 = Y \ln \frac{d_0}{d} \quad (\text{II} - 11)$$

Ce qui conduit à une valeur d'épaisseur critique $d_c = d_0 e^{-0,5} = 0,606 d_0$. Cette valeur ne peut être prise en considération, d'une part parce que la loi de Hooke n'est plus applicable et d'autre part parce que le champ de rupture correspondant n'est pas réaliste ; le champ réel de claquage est donc :

$$E_c = \frac{V}{d_c} = \left(\frac{Y}{\varepsilon_0 \varepsilon_r} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II} - 12)$$

Alors que le champ réel vaut :

$$E = \frac{V}{d_0} = E_c \frac{d_c}{d_0} = 0.606 E_c \quad (\text{II} - 13)$$

2^{ème} cas : la réduction d'épaisseur est supérieure à 10% ; le claquage se produit dans la zone plastique du matériau. A partir du seuil de plasticité P_c , un faible accroissement de la tension ΔV provoque une déformation importante Δd , provoquant à son tour une augmentation de la contrainte. Dans ce cas, il faut remplacer dans la formule (II – 12) le module de Young par le seuil de plasticité :

$$E_c = \left(\frac{2P_c}{\epsilon_0 \epsilon_r} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II} - 14)$$

où P_c est le seuil de plasticité du matériau.

II -2 -3-2 Modèles récents de la rupture électromécanique.

II-2-3-2-1 Critère de Griffith :

Les partisans du claquage d'origine mécanique fondent leur modèle sur la base de la comparaison entre les caractéristiques de rupture mécanique et la rupture diélectrique. Ils stipulent qu'à partir d'un défaut il y aura une augmentation de la contrainte d'où la rupture diélectrique.

Griffith a étudié la rupture mécanique dans les matériaux [23]. Il suppose l'existence de défaut sous forme d'ellipse dans le matériau, et quand ce dernier est soumis à une contrainte mécanique il y aura une augmentation (amplification) de cette contrainte dans le défaut ce qui conduit à l'évolution (la croissance) du défaut, par conséquence il y aura une propagation d'une fissure d'où la rupture mécanique du matériau. Ce critère est basé sur la création de nouvelles surfaces, tel que au cours de la propagation de la fissure des surfaces supplémentaires sont créées.

Selon Griffith, la création d'une nouvelle surface de la fissure exige une énergie qui est proportionnelle à l'aire créée :

$$dW_s = 2\pi \gamma ds \quad (\text{II} - 15)$$

γ : L'énergie superficielle caractéristique du matériau

ds : l'aire géométrique de la nouvelle fissure

Selon la théorie de l'élasticité un matériau soumis à une contrainte uni axiale, possède une densité d'énergie de déformation élastique W_{el}

$$W_{el} = \frac{1}{2} \sigma \epsilon \quad (\text{II} - 16)$$

où σ et ϵ sont respectivement la contrainte mécanique et la déformation.

Soit Y le module d'Young (module d'élasticité), tel que $Y = \frac{\sigma}{\epsilon}$

Donc la densité d'énergie de déformation peut aussi être écrite comme :

$$W_{el} = \frac{\sigma^2}{2Y} \quad (\text{II} - 17)$$

L'énergie de déformation élastique est :

$$dw_{el} = \frac{\sigma^2}{2Y} A ds \quad (\text{II} - 18)$$

où $A ds$ est le volume de la nouvelle fissure

Griffith stipule que la propagation d'une fissure se déclenche quand l'énergie élastique libérée au cours d'un avancement élémentaire ds de la surface est au moins égale à l'énergie de formation de surface de la fissure. Autrement dit, une fissure se propage si la perte infinitésimale de l'énergie élastique est suffisante pour l'accroissement d'une fissure, cela se traduit par l'équation :

$$\frac{dw_{el}}{da} \geq \frac{dw_s}{da} \quad (\text{II} - 19)$$

W_{el} : Énergie élastique de déformation.

W_s : Énergie de formation de la surface de la nouvelle fissure

Ce critère peut être utilisé pour déterminer la valeur de la contrainte mécanique critique σ_c en traction pour qu'une fissure(ou défaut) puisse se propager [24].

II-2-3-2-2 Modèle de l'électrofracture.

a) Présentation du modèle.

Zeller en analogie avec la théorie de Griffith a proposé un mécanisme de rupture diélectrique d'origine mécanique [25]. Ce modèle suppose l'existence de défauts dans le matériau sous forme d'un cylindre (tubulaire) de rayon r et de longueur l avec une extrémité hémisphérique qui émane d'une électrode, de sorte que l'axe longitudinal soit dans le sens du champ électrique.

A l'extrémité de cette cassure (tubulaire) le champ électrique est élevé ce qui induit une augmentation de la densité d'énergie électrostatique W_{es}

$$W_{es} = \frac{1}{2} DE \quad (\text{II} - 20)$$

Avec D le déplacement électrique, tel que $D = \epsilon E = \epsilon_0 \epsilon_r E$

donc

$$W_{es} = \frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r E^2 \quad (\text{II} - 21)$$

Sous l'application d'un champ électrique suffisamment élevé, les forces apparaissant et agissant sur une unité de surface définissent les contraintes à l'intérieur du diélectrique. La densité de l'énergie de déformation élastique due à ces contraintes s'exprime alors par :

$$W_{el} = \frac{\sigma^2}{2Y} \quad (\text{II} - 22)$$

Y : le module d'Young

σ : la contrainte de maxwell induite par l'application du champ électrique et dont la forme simplifiée est donnée par :

$$\sigma = \frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r E^2 \quad (\text{II} - 23)$$

En remplaçant l'équation (II - 23) dans l'équation (II - 22) on obtient :

$$W_{el} = \frac{1}{8Y} \epsilon_0^2 \epsilon_r^2 E^4 \quad (\text{II} - 24)$$

La densité totale sous l'effet d'un champ électrique appliqué est donnée par la somme :

$$W = W_{es} + W_{el} \quad (\text{II} - 25)$$

$$W = \frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r E^2 + \frac{1}{8Y} \epsilon_0^2 \epsilon_r^2 E^4 \quad (\text{II} - 26)$$

Par conséquent, l'énergie totale stockée au sein du matériau est constituée d'une composante électrostatique en plus d'une composante élastique, à une valeur critique du champ électrique cette énergie est libérée permettant ainsi la propagation de la fissure.

En assimilant le canal de rupture à une géométrie cylindrique de rayon r et de longueur l , la variation de l'énergie quand le canal de rupture progresse d'un élément dl est alors donnée par

$$dW = \left(\frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r E^2 + \frac{1}{8Y} \epsilon_0^2 \epsilon_r^2 E^4 \right) \pi r^2 dl \quad (\text{II} - 27)$$

tel que $\pi r^2 dl$ est le volume de la fissure déplacée.

D'après Zeller, en analogie avec Griffith l'initiation de la propagation du canal de rupture n'est possible que si l'énergie électrostatique est supérieure à l'énergie de formation de surface, cette condition est traduite par l'inégalité :

$$\frac{dW_{es}}{dl} \geq \frac{dW_s}{dl} \quad (\text{II} - 28)$$

b) Application du modèle aux céramiques

Dans le cas des céramiques où le module d'Young est très élevé, on peut négliger la composante élastique. Par conséquent pour les céramiques l'équation (II.27) est réduite à :

$$dW = \frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r E^2 \pi r^2 dl \quad (\text{II} - 29)$$

D'autre part on a l'énergie nécessaire pour la création d'une nouvelle surface ds c'est-à-dire pour la propagation du canal de rupture d'une longueur dl est :

$$dW_s = 2\pi \gamma ds = 2\pi \gamma r dl \quad (\text{II} - 30)$$

Le critère qui détermine le champ critique de rupture diélectrique, c'est le critère de Zeller basé sur l'équilibre entre l'énergie électrostatique et l'énergie de formation de nouvelles surface :

$$\frac{dW}{dl} = \frac{dW_s}{dl} \quad (\text{II} - 31)$$

en remplaçant les équations (II.29) et (II.30) dans l'équation (II.31) en obtient :

$$\frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r E^2 \pi r^2 = 2\pi \gamma r \quad (\text{II} - 32)$$

donc le champ critique est alors donné par la relation :

$$E_c = 2 \left(\frac{\gamma}{\epsilon_0 \epsilon_r r} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{II} - 33)$$

II – 2-3.2.3 Rupture électromécanique filamentaire.

Dans le modèle de rupture électromécanique, proposé par Fothergill [26], une fissure tubulaire (à une dimension) se propage par un mécanisme similaire à la fissuration mécanique à deux dimensions. Un cas simple s'obtient lorsque la fissure prend la forme d'un cylindre avec une fin hémisphérique ; cette fissure émane d'une électrode tel que l'axe longitudinal soit dans la direction du champ (figure I-2).

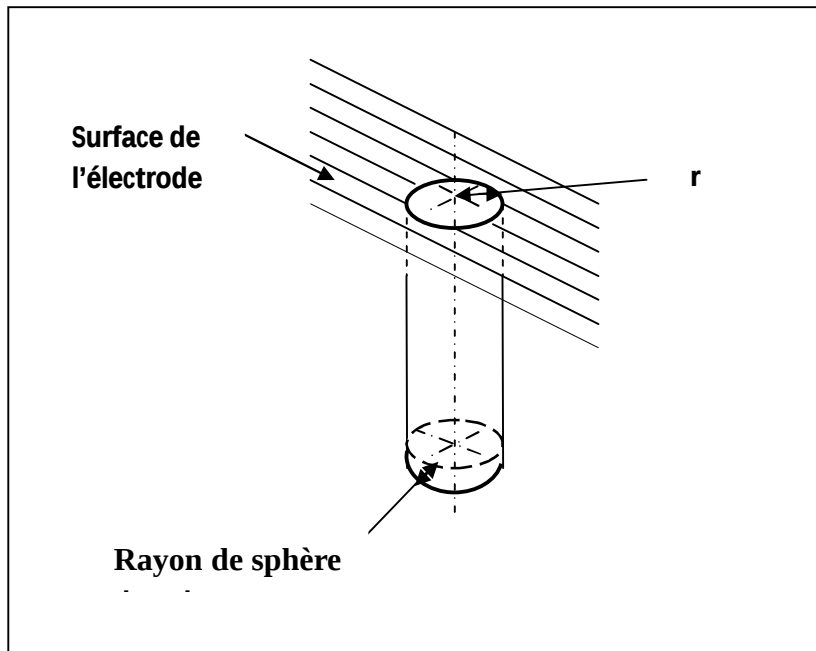


Figure II -2 : défaut sous forme tubulaire

A l'extrémité du filament, il y aura augmentation du champ électrostatique qui entraîne une augmentation de l'énergie électrostatique emmagasinée dans le diélectrique qui va augmenter significativement la contrainte mécanique si le champ est suffisamment élevé. L'augmentation du champ électrique E à l'extrémité de la fissure augmente la densité du flux électrique ($D = \epsilon_0 \epsilon_r E$) et par conséquent la densité d'énergie électrostatique ($\frac{1}{2} ED = \frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r E^2$).

Par conséquent, la densité d'énergie totale a une composante électrostatique (W_{es}) et une composante électromécanique (W_{em}). Si une fissure tubulaire de rayon r se propage d'une longueur dl alors le volume déplacé est $\pi r^2 dl$ et l'énergie libérée est :

$$dW = \left(\frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_r E^2 + \frac{1}{8Y} \epsilon_0^2 \epsilon_r^2 E^4 \right) \pi r^2 dl \quad (\text{II} - 34)$$

Ce modèle stipule que pour des champs électriques très élevés, c'est la composante électromécanique qui domine. Donc l'équation précédente devient

$$dW = W_{el} = \frac{1}{8Y} \varepsilon_0^2 \varepsilon_r^2 E^4 \pi r^2 dl \quad (\text{II - 35})$$

L'initiation de la propagation du filament de rupture d'un élément dl n'est possible que si l'énergie électromécanique W_{el} est supérieure à l'énergie de formation de la nouvelle surface de filament W_f cette condition est traduite par l'inégalité suivante :

$$\frac{dW_{el}}{dl} \geq \frac{dW_f}{dl} \quad (\text{II - 36})$$

Avec

$W_{el} = \frac{1}{8Y} \varepsilon_0^2 \varepsilon_r^2 E^4 \pi r^2 dl$: énergie électromécanique libérée quand une rupture de rayon r se propage d'une distance dl

$$dW_f = dW_{fs} + dW_{fp} \quad (\text{II - 37})$$

est l'énergie nécessaire pour créer la nouvelle surface

tel que :

dW_{fs} : l'énergie de la surface et dW_{fp} : l'énergie de déformation plastique

$$dW_{fs} = 2 \pi G r dl \quad \text{et} \quad dW_{fp} = \pi Y r^2 dl$$

où

G : représente la ténacité de matériau,

Y : le module d'Young

En remplaçant l'équation (II.37) l'équation (II.36) en obtient :

$$\frac{dW_{el}}{dl} \geq \frac{dW_{fs}}{dl} + \frac{dW_{fp}}{dl} \quad (\text{II - 38})$$

On obtient

$$\frac{1}{8Y} \varepsilon_0^2 \varepsilon_r^2 E^4 \pi r^2 \geq 2\pi G r + \pi Y r^2 \quad (\text{II} - 39)$$

Le champ électrique de rupture électromécanique filamenteuse E_{fem} , est alors défini par :

$$E_{\text{fem}} = \left[\frac{8Y(2G + Yr)}{\varepsilon_0^2 \varepsilon_r^2 r} \right]^{\frac{1}{4}} \quad (\text{II} - 40)$$

II- 3. Conclusion.

Dans ce chapitre, nous avons présenté le modèle statistique de Weibull qui est le modèle le plus adapté à la détermination du champ de claquage des diélectriques solides. Nous avons, également, présenté les principaux modèles de rupture diélectrique : rupture d'origine thermique, électronique, électromécanique. L'originalité, de ce chapitre, est dans l'intérêt accordé aux théories relativement récentes de claquage d'origine mécanique ; en effet les modèles d « électrofracture » et « filamenteuse » basés sur le critère de Griffith y ont été bien développés.

CHAPITRE III

Résultats et discussion

L'objectif de notre travail est d'identifier et de comprendre le ou les mécanismes entrant en jeu dans la rupture diélectrique des céramiques à forte teneur en alumine. Cet essai de modélisation est basé sur l'étude expérimentale de la rupture diélectrique de l'alumine [27]. Cette dernière a été faite sous tension alternative, à une fréquence de 50 Hz, à température ambiante et en faisant varier différents paramètres : épaisseur et pureté des échantillons ainsi que la vitesse de montée en tension.

Dans ce chapitre, nous présentons d'abord un bref aperçu sur le protocole expérimental utilisé pour obtenir les résultats que nous avons exploités. Nous donnons ensuite le traitement statistique de ces données pour pouvoir enfin les comparer aux résultats théoriques tirés des différents modèles physiques.

III – 1 Procédure expérimentale.

Le dispositif expérimental permettant la mesure du champ de claquage est représenté par le circuit électrique illustré sur la figure III-1. Il est composé d'un générateur haute tension (amplificateur haute tension), une cellule de mesure immergée dans une huile isolante (FC72) pour éviter la survenue des décharges partielles ou de tout contournement, d'un multimètre et d'un ensemble de résistances de protection.

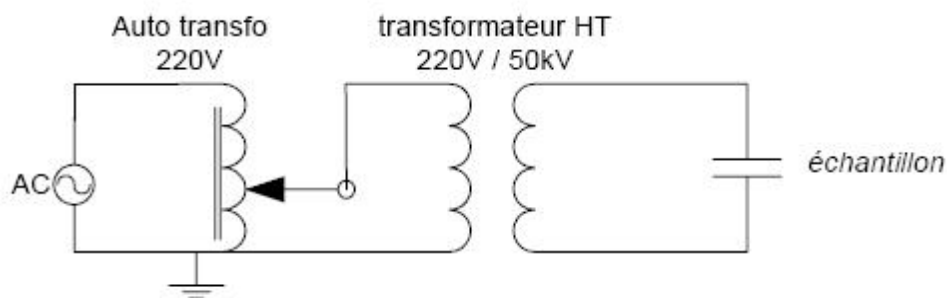


Figure III -1 : Schéma électrique du dispositif de rupture diélectrique.

La cellule de mesure dans laquelle est placé l'échantillon entre deux électrodes est représenté sur la figure III-2. Le système d'électrode utilisé est de configuration géométrique plan/sphère. Le diamètre de l'électrode plane est égale à 15 mm quant à l'électrode sphérique son rayon est égal à 0,6 mm. Ces électrodes sont en acier inoxydable.

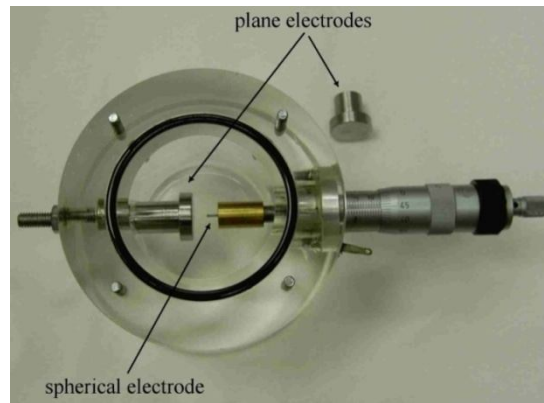


Figure III-2 : Cellule de mesure de la rupture diélectrique.

La mesure de la rigidité diélectrique consiste à appliquer une tension en forme de rampe à l'échantillon jusqu'au claquage. Le générateur haute tension est équipé d'un système de montée en tension linéaire, la vitesse de montée peut être réglée et fixée à des valeurs comprises entre 0,5V/s et 20 kV/s. Les tests de rupture se sont déroulés sous une rampe de tension de forme sinusoïdale de fréquence 50Hz.

Les échantillons sont coupés à partir de plaques des différentes alumines à l'aide d'une pointe diamantée sous forme de carré de 3 cm de côté. Les principales caractéristiques de ces échantillons d'alumine sont données dans le tableau III-1.

Densité (g/cm ³)	3,72 – 3,90
Taille des grains (μm)	6
Température de fusion (°C)	2050
Module élastique (GPa)	303 – 370
Résistance en compression (MPa)	300-377
Conductivité thermique (W/m K)	24,7 - 30
Constante diélectrique (1 MHz)	9 – 9,7
Résistivité volumique (Ωcm)	10 ¹⁴

Tableau III-1 Principales caractéristiques des échantillons d'alumine étudiée [2].

III – 2 Traitement statistique des données.

III -2 -1 Procédure.

Dans cette étude nous avons eu recours à la statistique de Weibull pour analyser les données de rupture diélectrique de l'alumine. Bien que les principaux aspects concernant cette statistique aient été discutés au chapitre II, il nous paraît nécessaire de décrire comment nous l'avons exploité afin de tracer les diagrammes de Weibull.

Le traitement statistique des données basées sur la fonction, de distribution à deux paramètres, donnée par la relation (I-1) et réécrite ici en fonction du champ E (équation III-1)

$$F(E) = 1 - \exp \left\{ - \left(\frac{E}{\alpha} \right)^\beta \right\} \quad \text{avec } x \geq 0 \quad (\text{III} - 1)$$

a été fait en suivant ces étapes :

- (i) Après avoir classé les champs de claquage par ordre croissant, on attribue au champ E_i , $i = 1 \dots n$ (n étant le nombre total d'échantillons) la probabilité P_i donnée par :

$$P_i = F(E_i) = \left(\frac{i}{n+1} \right) \quad \text{cas ou } n > 10 \quad (\text{III} - 2)$$

$$P_i = \left(\frac{0.69}{n} + (i-1) \left(\frac{1}{n-1} - \frac{1.38}{n(n-1)} \right) \right) \quad \text{cas ou } n \text{ est de l'ordre de la dizaine} \quad (\text{III} - 3)$$

- (ii) Les points expérimentaux (E_i , $\ln 1/(1-P_i)$) sont portés sur une échelle logarithmique.
- (iii) On trace alors sur ce même graphe la droite qui ajuste au mieux ces points expérimentaux appelée « meilleur droite de Weibull ». Cette droite est

déterminée à partir des estimations de α et β calculées par un programme de G.C.Stone [17], basé sur la méthode du maximum de vraisemblance.

- (iv) La dernière étape consiste à porter sur ce graphe les limites des intervalles de confiance à différentes probabilités de claquage. Ces limites sont également calculées par le programme de G.C.Stone.

III-2-2 Application aux données expérimentales.

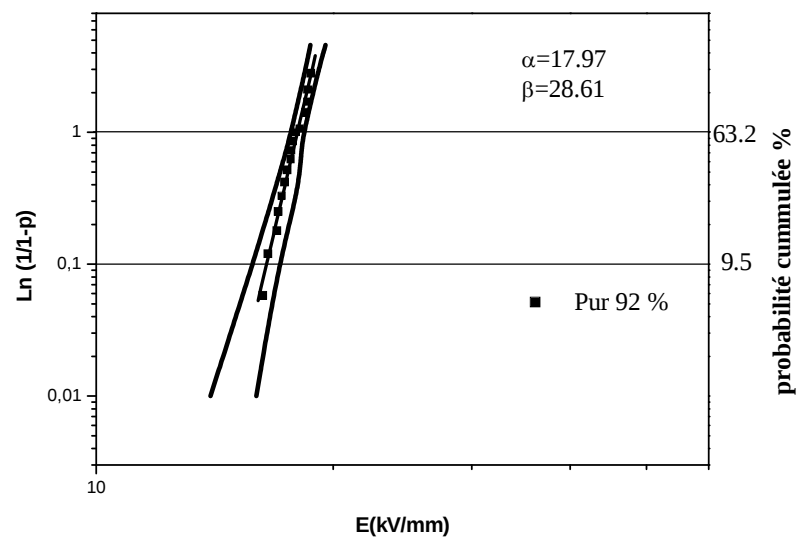


Figure III-3: Représentation de Weibull des données, de la rupture diélectrique, obtenues avec des échantillons de Al_2O_3 de $635\mu\text{m}$ d'épaisseur et de 92 % de pureté.

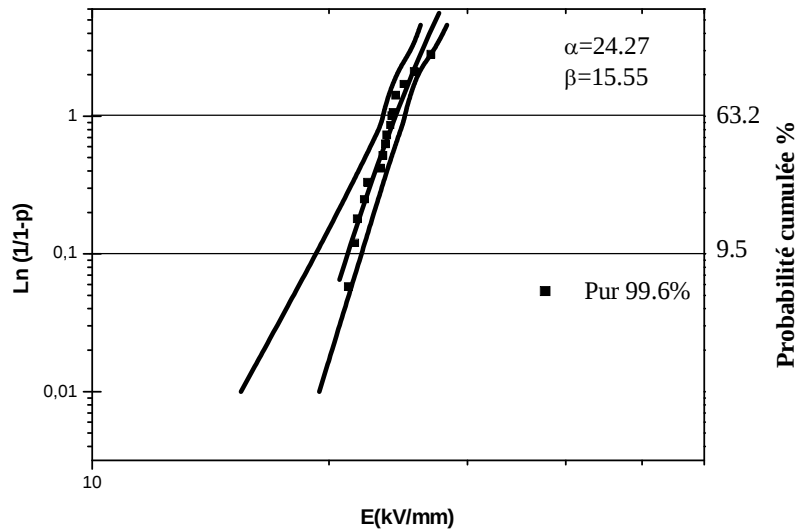


Figure III-4 : Représentation de Weibull des données, de la rupture diélectrique, obtenues avec des échantillons de Al_2O_3 de $635\mu\text{m}$ d'épaisseur et de 99.6% de pureté.

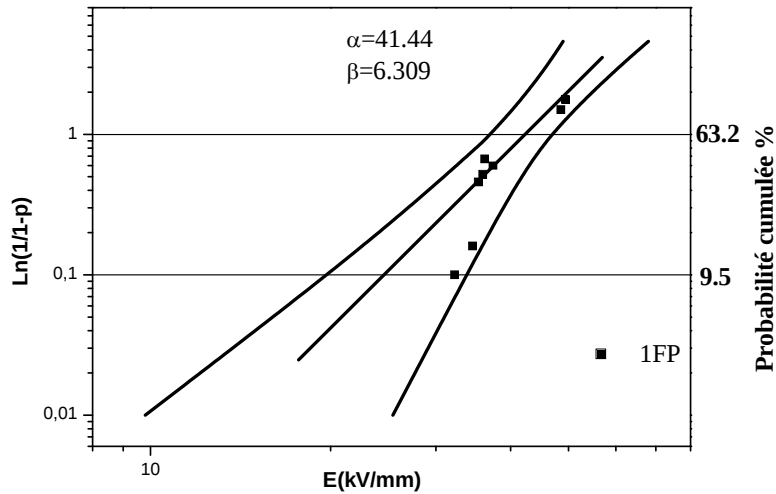


Figure III-5 : Représentation de Weibull des données, de la rupture diélectrique, obtenues avec des échantillons d' Al_2O_3 ($254\mu\text{m}$ d'épaisseur et de 96% de pureté) ayant une face polie.

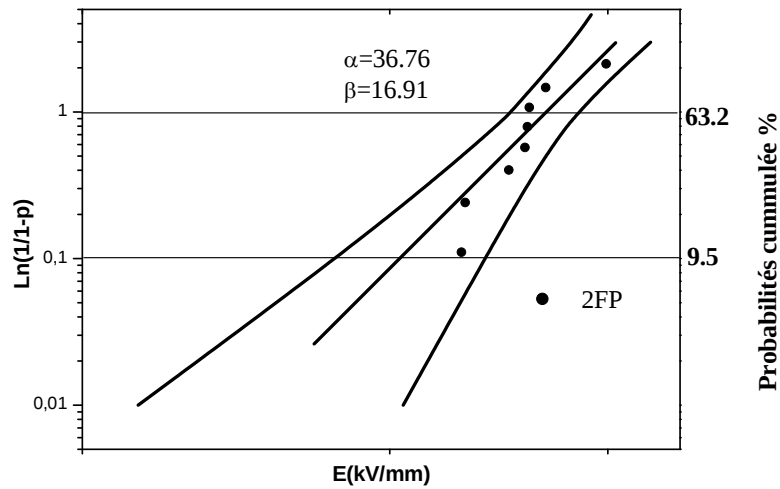


Figure III-6 : Représentation de Weibull des données, de la rupture diélectrique, obtenues avec des échantillons de Al_2O_3 (254 μm d'épaisseur et de 96% de pureté) ayant deux faces polies.

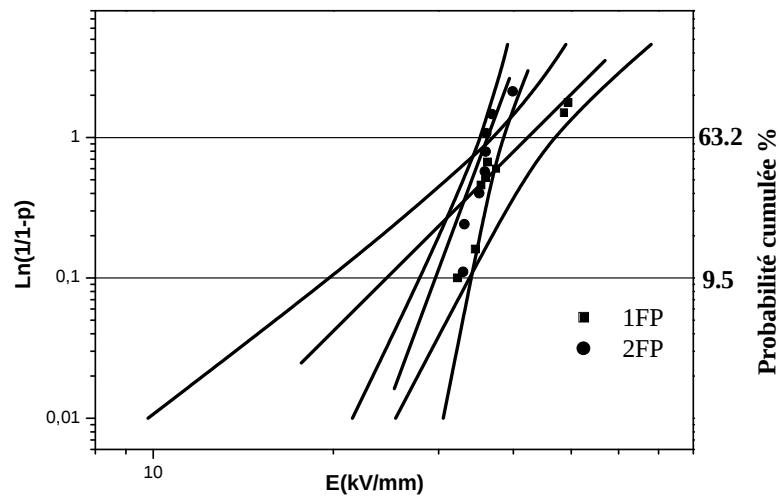


Figure III-7 : Représentation de Weibull des données, de la rupture diélectrique, obtenues avec des échantillons de Al_2O_3 (254 μm d'épaisseur et de 96% de pureté) avec une ou deux faces polies.

Tableau III-1. Les valeurs du champ de claquage déterminé avec la statistique de Weibull, à $P = 63,2\%$ et les limites supérieure inférieure des intervalles de confiance à 90%.

Pureté	92%	96%	99,6%
Epaisseur (mm)	0,635	0,254	0,635
Champ électrique (kV/mm)	17,97	36,76	24,27
Limites des intervalles de confiance	17,68----18,28	35,20 ----38,48	23,55---25,04

III-2-3 Discussion

Le traitement statistique des données expérimentales, par la statistique de Weibull permet de :

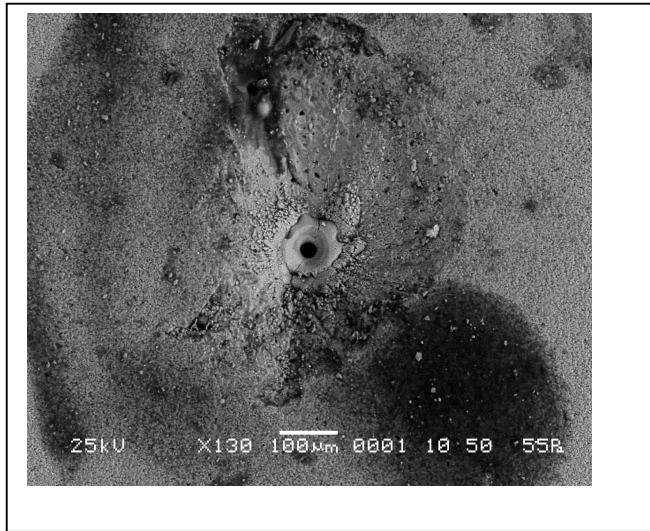
- déterminer du champ de claquage à 63,2%, avec un intervalle de confiance de 90 % (tableau III-2) ; c'est cette valeur de champ qui est considérée comme valeur de la rigidité diélectrique et c'est cette valeur qui est confronté aux champs théoriques donnés par les différents modèles.
- constater que la rigidité diélectrique augmente avec la pureté.
- voir que le polissage n'a pas d'effet sur la valeur du champ de claquage, puisque les intervalles de confiance se chevauchent (figure III-7)

III – 3 Modélisation.

D'une part, le traitement statistique de nos données a montré que la rigidité diélectrique augmente avec la pureté, qu'il diminue avec l'épaisseur (pour le domaine considéré 254 μ m- 635 μ m) et qu'il ne varie presque pas avec le polissage des surfaces de l'échantillon. D'autre part, les observations microscopiques faites dans des travaux antérieurs [2] ont révélé la présence d'un cratère sur l'une des surfaces de chaque échantillon ; ce cratère est relié à la surface opposée par un canal irrégulier. Ce qui nous amène à émettre l'hypothèse que la rupture diélectrique dans ce matériau est

d'origine électromécanique. En partant de cette hypothèse, nous avons confronté nos résultats aux modèles théoriques de rupture d'origine mécanique.

A)



B)

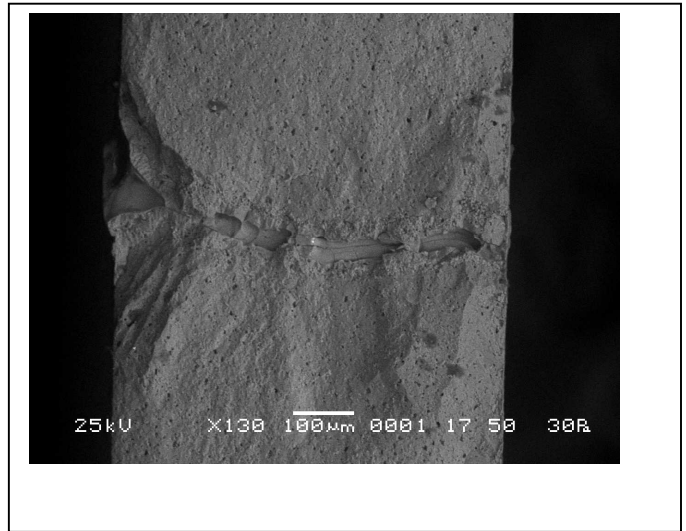


Photo III – 1 Observations au MEB [2] A) En surface sous forme d'un cratère. B) En volume sous forme d'un canal

III – 3 -1 Modèle électromécanique de Garton et Stark

a) Application du modèle

Rappelons que le champ de rupture E_c donné par ce modèle est :

$$E_c = 0.606 \left(\frac{Y}{\epsilon} \right)^{\frac{1}{2}} = 0.606 \left(\frac{Y}{\epsilon_0 \epsilon_r} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{III} - 4)$$

où

ϵ_0 : est la permittivité du vide ;

ϵ_r : la permittivité relative de l'échantillon ;

Y : le module de Young

b) Conclusion.

L'application de ce modèle aux échantillons considéré donne un champ de claquage très élevé.

III-3-2 Modèle filamenteux de Fothergill :**a) Application du modèle**

Selon ce modèle, le champ de rupture diélectrique est :

$$E_c = \left[\frac{8Y(2G + Yr)}{\epsilon_0^2 \epsilon_r^2 r} \right]^{\frac{1}{4}} \quad (\text{III} - 5)$$

b) Conclusion

Ce modèle donne des valeurs de champ très éloignées des valeurs expérimentales.

III -3-3 Modèle de Zeller**a) Application du modèle.**

La rigidité diélectrique donnée par ce modèle est :

$$E_c = 2 \left(\frac{\gamma}{\epsilon_0 \epsilon_r r} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (\text{III} - 6)$$

Où

γ : L'énergie superficielle caractéristique du matériau

ϵ_0 : Permittivité du vide

ϵ_r : Permittivité relative

r : rayon de défaut

Tableau III-1. Valeurs de la rigidité expérimentale et théorique (selon le modèle de Zeller pour un rayon de défaut de 1,15 μ m) de l'alumine pour différentes puretés.

Pureté de l' Al_2O_3	92%	96%	99.6%
$\delta(\text{mJ/m}^2)$ [2]	22,3	55	40
Champ théorique (kV/mm)	30,33	47,70	40,68
Champ expérimental déterminé à 63.2% de probabilité de claquage (kV/mm)	17,97	36,76	24,27

b) Conclusion

Ce modèle donne des champs de claquage théoriques du même ordre de grandeur que les champs expérimentaux, en prenant comme rayon du défaut $r = 1,15 \mu\text{m}$; ce rayon de défaut a été observé [2]. Nous avons également essayé ce modèle pour un défaut ayant un diamètre de 6 μm ce qui correspond à la taille d'un grain (figure III-7).

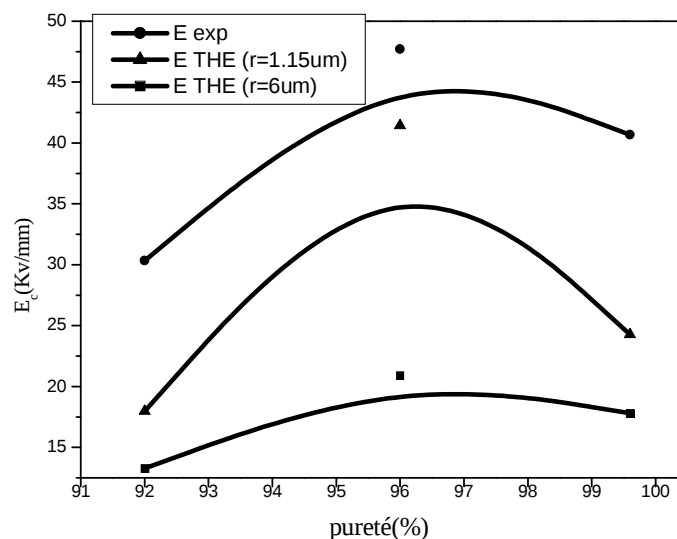


Figure III-7 : Champs de claquage expérimentaux et théoriques pour différents rayons de défauts ($r=1.15 \mu\text{m}$, $r=6 \mu\text{m}$) et différentes puretés.

Conclusion

En se basant sur l'augmentation de la rigidité diélectrique avec la pureté et sur les observations microscopiques [2] montrant un cratère sur les échantillons claqués, nous avons émis l'hypothèse selon laquelle cette rupture est d'origine mécanique. Le modèle de Zeller semble donner un accord ; ce modèle est basé sur le fait que la présence d'un défaut peut être à l'origine de l'intensification du champ qui entraîne une rupture diélectrique.

CONCLUSION

Le travail que nous présentons s'inscrit dans la thématique de l'étude des phénomènes de conduction et rupture diélectrique dans les isolants solides. Notre objectif principal est de comprendre les mécanismes et phénomènes qui régissent la rupture diélectrique de l' Al_2O_3 sous contrainte électrique alternative.

Dans un premier temps, nous avons étudié les principaux aspects concernant les céramiques en général et les alumines en particulier, à savoir leur structure et leurs propriétés physiques.

Nous nous sommes intéressés dans la deuxième partie, de ce travail, à la méthode d'évaluation de la rigidité diélectrique des isolants solides par la statistique de Weibull et aux modèles physiques existant dans la littérature. Ces derniers ont été présentés avec toutes les étapes de développement de ces théories.

Dans la dernière partie, nous avons présenté l'exploitation des résultats expérimentaux, de la rupture diélectrique de l' Al_2O_3 sous un champ alternatif, que nous avons utilisés et leur discussion. Nous pouvons tirer les conclusions suivantes :

- l'évaluation de la rigidité diélectrique avec la statistique de Weibull a montré une augmentation de cette dernière avec la pureté du matériau et que le polissage des échantillons n'avait pas d'effet sur elle.

- les observations microscopiques d'échantillons claqués semblent suggérer un mécanisme de rupture d'origine mécanique.

- la confrontation de la rigidité diélectrique expérimentale avec celle donnée par les différentes théories a montré un accord numérique avec le modèle d'électro-fracture.

Malgré, le relatif accord numérique entre les données expérimentales et les champs théoriques déterminés à partir du modèle d'électro-fracture, nous ne pouvons pas affirmer avec certitude que c'est ce type de rupture qui régit la rupture diélectrique des alumines considérées.

En effet, l'étude de la rupture diélectrique est très complexe puisqu'elle fait appel à des lois fondamentales sur la matière. Une rupture diélectrique n'est jamais la conséquence directe du champ électrique appliqué au matériau isolant. Par conséquent, même si la littérature présente plusieurs modèles de claquage dans les diélectriques solides, dont les principaux sont cités dans ce mémoire, la distinction entre un modèle et un autre n'est pas

forcément évidente ; par exemple, un claquage électronique conduit toujours à une destruction locale du matériau par fusion thermique et inversement un claquage thermique est principalement la conséquence d'un phénomène de conduction électronique.

Références.

- [1] William D. Callister, Jr, Science et Génie des matériaux, éditeur Modulo, 2001.
- [2] F. Talbi, « Etudes des phénomènes de conduction et rupture diélectriques dans les matériaux à haute teneur en alumine » Thèse de Doctorat UMMTO, 2010
- [3].F. Jean-Marie Haussonne«Céramiques pour composants électroniques »Technique de l'ingénieur ;Traité Electronique ; E1820.
- [4].I. Levin and D. Brandon, « Metastable alumina polymorphs: crystal structures and transition sequences», J. Am. Ceram. Soc., vol.81(8), p. 1995-2012, 1998
- [5]. J.L. Chermant, «Les céramiques thermomécaniques, » Presses du CNRS, ISBN 2-87682-021-8, (1989).
- [6]. W. Kingery, « Introduction to ceramics », John Wiley and Sons éd, New York, 1960.
- [7].G. Aliprandi, « Matériaux Réfractaires et Céramiques Techniques, Eléments de Céramurgie et de Technologie » (éd.) Septime, Paris, 1979.
- [8]. W.H. Strehlow and E. L. Cook; « Compilation of energy band gaps in elemental and binary compound semiconductors and insulators»; J. Phys. Chem. Ref. Data; Vol. 2 ;No. 1; 1973.
- [9].Maria Magdalena Şovar ; «du tri-isopropoxyde aux oxydes d'aluminium par dépôt chimique en phase vapeur : procédé, composition et propriétés des revêtements obtenus » ; thèse de Doctorat, institut national polytechnique de Toulouse.2006.
- [10].Michaël. Decup ; «Impact des procédés industriels de traitement sur les propriétés diélectriques des substrats d'Alumine utilisés dans les modules de commutation haute tension » ; thèse de Doctorat de l'Université Toulouse .2010.
- [11].M. Touzin ; D. Goeuriot ; H. J. Fitting ; C. Guerret-Piecourt;D . Tréheux «Relationships between dielectric breakdown resistance and charge transport in alumina materials-effects of the microstructure»; J. Eur. Ceram. Soc. 2007.

- [12] E.Tuncer, D.Randy James, I.Sauers, A.R.Ellis, M. O Pace « On dielectric breakdown statistics» J.Phys.D : Appl.Phys.39, pp 4257-4268, 2006.
- [13] F. Benlizidia Lalam, « Etude des phénomènes de rupture à long terme des isolants pour câbles d'énergie sous pression », Thèse de doctorat de l'université Paul Sabatier, Toulouse, 1992.
- [14] « IEEE Guide for the Stastical Analysis of Electrical Voltage Endurance Data »; an American National Standard/IEEE Std 930-1987
- [15] G.C. Stone and J.F.Lawless « The application of Weibull Statistics to insulation aging tests », IEEE Trans on Elect Insul, vol n°5, pp 233-239,1979.
- [16] J.F.Lawless, «Construction of tolerance bounds for the extreme value and Weibull Distributions», Technometrics, vol n°17, pp 255-261, 1975.
- [17] G.C.Stone, «Personal computer software to analyse extreme-value and Weibull statistical data», Ontario hydro research division, mai 1986.
- [18] H.J.Winttle,Electrothermal breakdown analytic solutions for currents and fields, J.Appl, Physics, vol 52, n°6, pp 4181-4185, 1985.
- [19] D.Dissado, and J.C. Fothergill «Electrical degradation and breakdown in polymer».Edition .G-C-Stevens,1992.
- [20] D.Tommasini «Dielectric insulation and high-voltage issues», CERN-2010-004, pp335-355.
- [21] N.Zebouchi, M.Bendaoud, R.Essolbi, D.Malec, Bui Ai, Hoang The Giam « Electrical breakdown theories applied to polyethylene terephthalate films under the combined effects of pressure and temperature», J.Appl.Phys. vol 79, n°5, pp 2497-2501.
- [22] D.Malec, « Contribution à l'étude de la rigidité diélectrique des polyéthylènes d'isolation des cables haute tension », Habilitation à Diriger des Recherches, Université Paul Sabatier, Toulouse, 2002
- [23] B. Lawn, Fracture of Brittle Solids, Cambridge University Press, 1993.
- [24] J.Lemaitre, J-L .chaboche,A.Benallal,R. Desmorat ; «Mécanique des matériaux solides» ;Edition Dunod ,2009.

- [25] H.R.Zeller, W.R.Schneider, « Electrofracture mechanics of dielectric aging », J. Appl. Phys. 56 (2), pp 455-459, 2002
- [26] J.C.Forthergill, « Filamentary Electromechanical Breakdown »,IEEE Transactions on Electrical Insulation, vol 26 N°6,December 1991
- [27] F.Lalam, F.Talbi et D.Malec « Etude de la rupture diélectrique en alternatif dans les céramiques : Al_2O_3 » CNPA 2008, Béjaia