Nº D'ORDRE 145

50376 1966 33

THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LILLE

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS-SCIENCES PHYSIQUES

PAR



PREMIÈRE THÈSE

Étude expérimentale et théorique du phénomène de cohération dans les milieux métalliques à l'état pulvérulent

DEUXIÈME THÈSE

Propositions données par la Faculté

1193111UI nAUIUILUIIMAUL 60, Rue Geuthieroe.Châtillom

Soutenues le 11 Juillet devant la Commission d'Examen MM. R. GABILLARD Président FACULTE des SCIENCES de LILLE A. LEBRUN E. CONSTANT M. MORIAMEZ Président FACULTE des CARDITE COMPANY Examinateurs



UNIVERSITE DE LILLE

FACULTE DES SCIENCES

DOYENS HONORAIRES :

MM. PRUVOST, LEFEBVRE, PARREAU

PROFESSEURS HONORAIRES :

MM. ARNOULT, BEGHIN, CAU, CHAPELON, CHAUDRON, CORDONNIER, DEHEUVELS, DEHORNE, DOLLE, FLEURY, GERMAIN, KOURGANOFF, LAMOTTE, LELONG, Mme LELONG, MM.MAZET, MICHEL, NORMANT, PARISELLE, PASCAL, PAUTHENIER, ROIG, ROSEAU, ROUBINE, WIEMANN, ZAMANSKY, KAMPE de FERIET.

DOYEN :

Monsieur TILLIEU, Professeur de Physique

ASSESSEURS :

MM.	DURCHON HEUBEL	Professeur de Zoologie Professeur de Chimie Minérale
PROFI	ESSEURS :	
PROFI	ESSEURS : BACCHUS BECART BERKER BLOCH BONNEMAN BEMIA BONTE BOUGHON BOUISSET BOURIQUET CELET CORSIN DECUYPER DEDEKER DEFRETIN DEHORS DELATTRE DELEAU DELHAYE DESCOMBES GABILLARD GERMAIN GLACET	Astronomie, Calcul Numérique Physique Mécanique des Fluides Psychophysiologie Chimie et Physico-Chimie Industrielles Géologie Appliquée Mathématiques Physiologie animale Botanique Géologie Paléobotanique Mathématiques Professeur associé de Mathématiques Biologie Marine Physique Industrielle Géologie Géologie Chimie Minérale Calcul différentiel et intégral Radioèlectricité et Electronique Chimie Générale et Chimie Organique Chimie
	GONTIER HEIM de BALZAC	Mécanique des Fluides Zoologie Botanique Cénérale et Appliquée
	1100%012111	Doramidue Generate et vhhirdnee

MM. Mme MM. Melle MM.	LEBEGUE LEBEGUE LEBRUN LENOBLE LIEBAERT LINDER LUCQUIN MARION	Botanique Physique Radioélectricité et Electronique Physique Radioélectricité Botanique Chimie Minérale Chimie				
Melle	MARQUET	Mathématiques				
MM.	MARTINOT LAGARDI	E Mécanique de s Fluides				
	MAUREL	Chimie				
	MENESSIER	Géologie				
	MONTREUIL	Chimie Biologie				
	PARREAU	Mathématiques				
	PEREZ	Physique Experimentale				
	PHAN MAU QUAN	Mécanique rationnelle et experimentale				
	POUZET	Calcul Numérique				
	PROUVOST	Géologie				
	SAVARD	Chimie Générale				
	SCHALLER	Zoologie				
	SCHILTZ	Physique				
Mme	SCHWARTZ	Analyse supérieure				
MM.	TRIDOT	Chimie				
	VIVIER	Biologie animale				
	WATERLOT	Géologie et Minéralogie				
	WERTHEIMER	Physique				
MAITE	MAITRES DE CONFERENCES :					
RARA	BEATIETTS	Chimie Appliquée				

MM.	BEAUFILS	Chimie Appliquee			
	BLANCHARD	Chimie Générale			
	BOILLET	Physique			
	BUI TRONG LIEU	Mathématiques			
	CHASTRETTE	Chimie générale			
	COMBET	Mathématiques			
	CONSTANT	Physique			
	DERCOURT	Géologie et Minéralogie			
	DEVRAINNE	Chimie Minerale			
Mme	DRAN	Chimie Appliquée			
MM.	FOATA	Mathématiques			
	FOURET	Physique			
	GAVORET	Physique			
	HERZ	Mathématiques			
	HUARD de la MARRE	Calcul numérique			
	LACOMBE	Mathématiques			
	MAES	Physique			

MM. MONTARIOL Chimie Physique MORIAMEZ Chimie MOUVIER NGUYEN PHONG CHAU Physique Electromécanique PANET RAUZY Mathematiques Physique SAADA Chimie Biologique SEGARD Chimie Minérale Appliquée TUDO Botanique VAZART Mathématiques VAILLANT VIDAL Physique Industrielle

SECRETAIRE GENERAL, ATTACHE PRINCIPAL :

Monsieur LEGROS

ATTACHES D'ADMINISTRATION :

Messieurs COLLIGNON FACON JANS LEROY - -----

A FRANCOISE

A MA FAMILLE

-

Ce travail a été effectué au Laboratoire de Radioélectricité et Electronique de la Faculté des Sciences de Lille, sous la direction de Monsieur le Professeur GABILLARD, qui m'a accueilli au Laboratoire. Qu'il me soit permis de lui exprimer mes sentiments de profonde gratitude, pour m'avoir confié ce sujet et guidé dans cette étude, par ses précieux conseils et ses nombreux encouragements.

Je tiens à remercier Monsieur le Professeur LEBRUN pour l'intérêt qu'il a porté à mon travail et pour la vaste expérience dont il m'a fait bénéficier, notamment dans le domaine des techniques de mesure hyperfréquences.

J'ai bénéficié largement des connaissances théoriques et expérimentales de Monsieur CONSTANT, Maitre de Conférences. Qu'il trouve ici l'expression de toute ma gratitude pour son aide amicale et fructueuse.

Monsieur MORIAMEZ, Maitre de Conférences, m'a fait l'honneur de juger mon travail et je lui en suis vivement reconnaissant.

Je remercie les membres de l'équipe de recherche, en particulier Monsieur LEFEBVRE, qui m'ont apporté leur précieux concours durant la préparation de cette thése.

Que tous mes camarades et le personnel du Laboratoire, pour l'aide; constante qu'ils m'ont apportée, veuillent bien trouver ici l'expres∞ sion de ma reconnaissance.



and the second sec

INTRODUCTION

Le phénomène de cohération est une propriété importante des milieux métalliques à l'état pulvérulent. Sous l'effet d'un champ électrique, la résistance d'un massif de poudre métallique diminue considérablement d'une manière "brutale" et quasi irréversible. Ce phénomène a été découvert en 1890 par E. Branly (6~7) et cette découverte devait permettre la naissance de la télégraphie sans fil.

Edouard Branly utilisa ce phénomène pour réaliser un détecteur d'ondes électromagnétiques que Lodge (59) appela "cohéreur". Marconi et d'autres chercheurs perfectionnerent cette invention et améliorerent considérablement la sensibilité de ce détecteur. Celui-ci permit bientôt de réaliser les premières liaisons radioélectriques à très longue distance. Pourtant, ce détecteur fut très vite remplacé par des éléments plus pratiques tels que le détecteur à galène et la lampe diode.

De nombreux chercheurs, et en particulier E. Branly, ont tenté de fournir une interprétation physique de ce phénomène. Il semble qu'aucune des théories proposées à cette époque ne soit ni pleinement satisfaisante, ni définitive. D'une part, les auteurs ne disposaient pas des moyens d'investigation modernes, et des connaissances théoriques actuelles dans le domaine de la physique du solide, en particulier. D'autre part, ils se sont heurtés, non pas à un phénomène unique, mais à une série de phénomènes étroitement dépendants et intervenant d'une manière complexe. Parmi ces physiciens, il faut citer les noms de Lodge, Fromme (20), Van Gulik (87), et Tommasina (86). Plus récemment, Fisch (24), Blanc (2-3), et Holm (36), mirent en évidence une propriété similaire dans le cas d'un contact unique. Ils proposérent une interprétation assez satisfaisante de ce phénomène particulier. L'étude du phénomène de cohération a été reprise en 1960 au Laboratoire de Radioélectricité et Electronique de la Faculté des Sciences de LILLE, avec des moyens d'investigation modernes. Un début d'interprétation théorique a été proposée en 1961, par le Professeur R. Gabillard et L. Raczy (21), faisant notamment intervenir l'influence des forces d'attraction moléculaire.

Dans le cadre de cette étude, nous proposons une théorie plus compléte du phénomène de cohération dans les poudres métalliques et en particulier, dans la poudre d'aluminium. Cette interprétation s'appuie sur un certain nombre d'expériences nouvelles réalisées depuis cette époque.

Dans une première partie, nous décrivons le phénomène de cohération dans les métaux pulvérulents et faisons ensuite l'historique des théories proposées par les auteurs antérieurs. Nous donnons les aspects fondamentaux de l'interprétation que nous développons tout au long de notre étude. Cette théorie fait intervenir de nombreux phénomènes physiques, que nous rappelons, et sur lesquels l'étude du mécanisme de cohération peut apporter des informations importantes.

Dans la seconde partie, nous décrivons les méthodes expérimentales utilisées dans notre étude. Nous nous attachons à décrire les aspects nouveaux et particuliers de ces techniques, tout en rappelant briévement les éléments déjà connus. Nous donnons également les principaux résultats expérimentaux obtenus.

Dans une troisième partie, nous proposons une théorie simplifiée du phénomène de cohération ; nous limitons notre étude à une seule dimension de l'espace et donc, à une file unique d'élèments de poudre. Cette première interprétation conduit à des résultats importants puisqu'elle fait apparaître un processus d'avalanche.

a 10 m

Dans la quatrième partie, nous donnons une théorie statistique plus compléte, qui se développe suivant les trois dimensions de l'espace. L'état global du milieu pulvérulent intervient dans cette théorie qui nous permet de mieux rendre compte des résultats expérimentaux obtenus.

Dans une cinquième partie, nous étudions la nature des liaisons existant, après cohération, entre les éléments conducteurs du massif. Cette étude expérimentale et théorique fait notamment intervenir les forces d'attraction moléculaire de Lifshitz.

En conclusion, nous donnons un exposé synthétique de notre théorie du phénomène de cohération dans les milieux métalliques à l'état pulvérulent.

I LE PHENOMENE DE COHERATION

1-1 DESCRIPTION

Ce phénomène se produit dans la plupart des milieux métalliques à l'état pulvérulent. Il peut être mis en évidence par une expérience fondamentale très simple.

Nous plaçons une certaine quantité de poudre métallique entre deux électrodes conductrices A et B, à l'intérieur d'un tube isolant (figure I). Cette poudre sera, par exemple, de la poudre d'aluminium.



Les deux électrodes exercent une légère pression sur la poudre. La résistance présentée par le massif est alors très grande, de l'ordre de IO¹²ohms, pour le dispositif représenté figure I. Nous soumettons le massif à un champ électrique croissant, continu ou

alternatif, par l'intermédiaire des électrodes A et B.

Pour une certaine valeur de la tension V_{AB} , dite" tension de seuil", la résistance électrique présentée par le massif décroit brutalement. La tension de seuil peut varier de quelques centaines à quelques dizaines de volts, pour le massif considéré, et dépend fortement de la pression mécanique exercée par les électrodes. La résistance électrique atteint alors une valeur de l'ordre du millier ou de la centaine d'ohms. Elle obéit alors sensiblement à la loi d'ohm.

- 12 -

Une diminution du champ électrique appliqué n'entraine pas le retour du système à son état initial. La résistance électrique reste faible. Seul un choc mécanique permet de rétablir la valeur très élevée de la résistance présentée par le massif.

Ce phénomène, en apparence très simple, est en réalité très complexe. La plupart des grandeurs mesurables n'ont pas une valeur définie, mais donnent lieu à des résultats expérimentaux très dispersés. C'est le cas notamment des tensions de seuil, des résistances avant et après cohération, etc ... Il est nécessaire de faire un grand nombre de mesures pour obtenir la valeur moyenne significative d'une grandeur expérimentale. De plus, le rétablissement de la valeur initiale de la résistance électrique, au moyen d'un choc mécanique, provoque une modification de l'état du système. Le retour à l'état initial n'est donc pas réalisé.

De nombreux phénomènes interviennent, d'autre part, au cours du processus de cohération. Nous pouvons citer, à titre d'exemple les mouvements de grains sous l'influence des forces électrostatiques, le claquage des couches isolantes et la formation de "ponts métalliques" entre grains. Ces phénomènes dépendent étroitement de nombreux paramètres tels que l'état de surface des élèments de poudre, le degré de l'oxydation superficielle, les répartitions spatiales liées à la pression mécanique exercée.

Il apparait très difficile de sélectionner les paramètres importants et de découvrir leurs influences respectives. L'analyse de cette propriété des métaux à l'état pulvérulent est donc très complexe et il n'est pas étonnant que des interprétations très différentes aient été données à ce phénomène.

- 13 -

I-2 INTERPRETATIONS THEORIQUES ANTERIEURES

Les premiers chercheurs ont proposé des interprétations très diverses du phénomène de cohération, dès sa mise en évidence par E. Branly (6-7). Celui-ci l'attribuait à une propriété fondamentale de la couche dièlectrique séparant les élèments de poudre. Sous l'effet d'un champ électrique élevé, la conductivité intrinséque de cette couche devenait très importante et conservait ensuite cette propriété. A cette époque, les connaissances des chercheurs dans le domaine de la physique du solide ne permettaient pas d'infirmer ou de confirmer une telle interprétation, qui de nos jours, paraît assez erronée.

Une autre théorie a été proposée par le physicien anglais Lodge (59). La différence de potentiel entre les grains provoquait l'apparition d'étincelles microscopiques. Ce phénomène avait pour effet de souder les grains entre eux. Cette hypothèse a été confirmée expérimentalement par Arons (1), Van Gulik (87) et Tommasina (86). Cependant ces chercheurs opéraient avec des champs électriques trop importants, ce qui devait modifier considérablement la nature du phénomène.

Une hypothése quelque peu différente a été avancée par Fromme (20). Les étincelles, qui éclataient entre les grains, crevaient le dièlectrique solide formé d'oxyde métallique qui recouvrait les élèments de poudre. A la lumière des expériences que nous avons réalisées il semble que cette hypothése soit partiellement valable, quoiqu'elle limite par trop le phénomène à un de ses aspects particuliers. Si la théerie proposée paraît bien expliquer le claquage de la couche isolante qui recouvre les élèments de poudre, elle ne rend pas compte de la permanence de l'état "cohéré." Celle-ci est pourtant un élèment important du phénomène de cohération. D'autres théories sont basées sur l'effet de la force d'attraction de type électrostatique qui s'exerce entre les grains. Celle-ci provoque un mouvement des éléments de poudre, qui favorise leur association en chaine. Cette théorie s'appuie sur une expérience très caractéristique ; on peut tirer d'une masse de poudre après cohération des filaments formés de grains collés les uns aux autres. Cette expérience semble avoir été faite pour la première fois par Tommasina; Arons (1) et Righi (73) la signalent à l'appui de leur théorie. Redécouverte par Vassik (88) en 1924, elle a été utilisée pour appuyer l'interprétation de R. Gabillard et L. Raczy en 1961 (21) ; dans la même ligne de pensée, Sundorph (84) observa des alignements de grains dans la poudre soumise au champ électrique.

Ces théories sont relativement bien vérifiées par les diverses études expérimentales entreprises. Cependant, elles nous semblent par trop incomplétes ; en effet, elles n'expliquent pas comment la couche isolante qui recouvre les éléments de poudre peut être détruite. Elles ne peuvent donc s'appliquer qu'à des métaux pulvérulents dont les grains ne sont pas recouverts de couche protectrice isolante.

Les interprétations théoriques précédentes ne rendent pas compte également de la rémanence de l'état électrique de la poudre après cohération. R. Gabillard et L. Raczy (11) proposent une explication très intéressante à ce phénomène capital dans le processus de cohération. Les grains de poudre réunis en chaîne sous l'effet de l'attraction électrostatique demeureraient en contact étroit même après disparition du champ électrique, sous l'influence des forces d'attraction moléculaire. Ces forces ont le caractére de force d'échange et peuvent s 'exercer entre deux solides macroscopiques séparés par un intervalle très faible.

- 15 -

Elles ont été calculées récemment par Lifschitz (55) et mesurées directement par Derjaguin, Abrikossova et Lifschitz (12).

D'après ces auteurs, la force attractive est inversement proportionnelle à la puissance troisième de la distance (loi en r^{-3}), pour des distances inférieures à 100Ű. Au delà, elle obéit à une loi se rapprochant de r^{-4} et elle a donc, une portée plus faible que la force d'attraction électrostatique. L'hypothése proposée nous semble valable dans la mesure où les élèments de poudre sont séparés par des distances suffisamment faibles, de l'ordre de quelques dizaines d'Angstroms, par exemple. Cela suppose une destruction de la couche protectrice, et un rapprochement important des grains. Pour des distances plus grandes ces forces nous paraissent insuffisantes pour assurer la permanence de la cohération dans le massif de poudre.

Une autre théorie faisait appel à une soudure des élèments de poudre, provoquée par une fusion locale du métal. Celle-ci serait due à l'élévation de température qui résulte du passage du courant d'étincelle. Le contact entre les grains se fait par des surfaces très faibles et la densité du courant y est énorme. Il peut provoquer un échauffement local important. Cette hypothése a été émise par Tissot (85), Tommasina (86) et Poisson (69). Nous verrons qu'elle est très proche de l'hypothése formulée récemment par les auteurs qui ont étudié les propriétés d'un contact unique.

Plusieurs chercheurs ont en effet, concentré leurs efforts sur l'étude d'un contact unique et ont mis en évidence, dans ce cas, un phénomène de cohération beaucoup plus simple à étudier. Nous citerons principalement Guthe et Trowbridge (28), Fish (14) et Blanc (2).

- 16 -

Plus récemment, Holm et ses collaborateurs (36,40) ont étudié ce phénomène dans de meilleures conditions expérimentales. Ils ont utilisé des contacts entre métaux contaminés par une oxydation métallique contrôlée et ont pu réaliser une série d'expériences relativement reproductibles. De plus, ces auteurs bénéficiaient d'une connaissance très approfondie de la théorie des contacts.

Holm propose deux interprétations différentes du phénomène suivant l'épaisseur de la couche d'oxyde qui recouvre le contact. Dans les deux cas, la cohération est due au claquage du diélectrique isolant. Si la couche est épaisse, le claquage se produit pour une tension supérieure au potentiel de fusion du contact (40). La rupture de la couche isolante et le passage de l'étincelle provoquent un échauffement local, entraînant la formation d'un canal à l'intérieur de cette couche. Le métal en fusion y est attiré par des forces électrostatiques et crée une jonction conductrice entre les deux parties du contact. La tension mesurée aux bornes du contact immédiatement après la cohération se situe toujours entre O, 3 et O, 6V, c'est-à-dire au voisinage du potentiel de fusion.

D'après la théorie de Holm, les couches isolantes d'épaisseur beaucoup plus faible ne sont pas continues et des points de contact quasi métalliques peuvent exister. Leur surface est très faible et la résistance de contact est donc relativement grande. Dans ce cas, la tension de claquage de l'isolant est inférieure au potentiel de fusion. Le phénomène de cohération résulterait alors d'une augmentation de la surface des points de contact.

Dans l'ensemble, l'hypothèse de Holm semble assez satis. faisante et rend bien compte des phénomènes observés au niveau d'un contact unique.

- 17 -

Dans les poudres métalliques, nous avons pu vérifier l'existence de ces fines jonctions conductrices. Cet élément permet d'ailleurs d'expliquer la rémanence du phénomène de cohération. Cependant, cette théorie ne concerne qu'un seul des nombreux phénomènes qui se produisent au cours d'un processus de cohération dans les métaux pulvérulents.

I-3 ASPECTS FONDAMENTAUX DE NOTRE INTERPRETATION DU PHENOMENE DE COHERATION

La plupart des théories proposées par les auteurs précédents rendent compte de phénomènes qui, à notre avis, interviennent dans le processus de cohération. La principale critique que nous pouvons formuler à leur égard réside dans la vue trop limitée ou trop partielle qu'elles donnent du phénomène fondamental. Certaines d'entre elles paraissent complétement erronées, à la lumière des recherches expérimentales et des connaissances théoriques récentes.

Nous devrons donc, d'une part regrouper et ordonner les théories valables mais trop partielles émises par les auteurs antérieurs, en les rendant beaucoup plus quantitatives. D'autre part, nous devrons proposer des interprétations pour les phénomènes qui restent inexpliqués. Parmi ces derniers, nous pouvons citer la très grande rapidité du processus et l'influence des divers paramètres sur la tension de seuil.

Pour une meilleure compréhension de l'ensemble de notre étude, nous précisons d'abord les aspects fondamentaux de notre interprétation. Nous pensons que le processus de cohération peut se décomposer en plusieurs phases successives : - Attraction électrostatique des grains de poudre sous l'effet du champ électrique appliqué.

-"Claquage"des zones isolantes qui séparent les éléments de poudre. Ce phénomène localisé peut se généraliser dans le massif par l'intermédiaire d'un processus d'avalanche.

- Etablissement de liaisons faiblement résistives entre les grains, au moyen de fines jonctions métalliques ou de couches isolantes minces, que le courant traverse par effet tunnel.

- Rémanence de l'état électrique du système assuré par les jonctions métalliques et par les forces d'attraction moléculaire de Lifschitz.

Ces différents aspects font partie de l'interprétation d'ensemble, que nous proposons, du phénomène de cohération dans les métaux à l'état pulvérulent. Elle fait intervenir de nombreux phénomènes physiques souvent mal connus que nous devons rappeler brièvement.

I-4 PHENOMENES PHYSIQUES MIS EN JEU PAR LE PROCESSUS DE COHERATION.

Une étude systématique de la cohération peut nous fournir des éléments importants en vue d'une connaissance plus approfondie des phénomènes qui se produisent au cours de ce processus.

Le potentiel disrupteur entre deux élèments de poudre dépend de leur état de surface et de leur oxydation superficielle. Ces deux propriétés sont encore mal connues et les relations qui existent entre elles restent encore très qualitatives. Bien que l'utilisation de la poudre d'aluminium tende à minimiser cette difficulté, les connaissances actuelles sur l'épaisseur et l'homogénéité de la couche d'alumine sont encore limitées (68). Certains points particuliers de notre étude peuvent apporter quelques éléments nouveaux sur ces propriétés.

De même, le claquage des isolants solides est une propriété très importante qui a donné lieu à de nombreuses recherches expérimentales et théoriques. Plusieurs théories ont été proposées, que nous citerons dans la suite de notre étude. Si ce phénomène est assez bien expliqué pour des couches isolantes d'épaisseur assez importante, par exemple supérieure à 1 000A°, il est très mal connu pour des dimensions plus faibles. Dans le cadre de notre étude, nous devons préciser le potentiel de rupture entre grains d'aluminium séparés par une couche d'alumine isolante, dont l'épaisseur est inférieure à 100A°. Les résultats expérimentaux obtenus doivent permettre d'en préciser les ordres de grandeur.

Nous avons rencontré la même difficulté pour évaluer le potentiel disrupteur d'une couche d'air comprise entre les deux éléments de poudre recouverte d'alumine isolante. La théorie du claquage dans l'air pour des épaisseurs inférieures au micron, n'a pas encore été faite d'une manière satisfaisante et les résultats expérimentaux obtenus par divers auteurs sont très dispersés. Une étude systématique du phénomène de cohération pourrait donc fournir des indications importantes sur cette question.

La formation de fines jonctions métalliques entre les grains de poudre est un élément capital dans le processus de cohération. A partir des études antérieures réalisées par Holm et ses collaborateurs et des mesures expérimentales que nous avons réalisées, nous pouvons en préciser certains aspects, notamment les dimensions des jonctions obtenues.

- 20 -

L'existence de couches minces qui livrent passage au courant par effet tunnel nous a conduit a étudier ce phénomène et à mettre en évidence ses caractéristiques fondamentales. La rémanence de l'état électrique du milieu après cohération peut être assurée par les forces d'attraction moléculaire, si les élèments de poudre sont séparés par des distances faibles. Le calcul des forces d'attraction entre solides macroscopiques séparés par un intervalle donné à été réalisé dans le cas général par Lifshitz (55). La vérification expérimentale a été effectuée dans le cas du quartz pour des distances importantes (12). Dans le cadre de notre étude, nous avons repris ce calcul pour deux solides métalliques. Les résultats expérimentaux obtenus nous donnent un ordre de grandeur des forces nécessaires à la rémanence de l'état du massif. Celles-ci semblent en bon accord avec les résultats obtenus à partir de la théorie des forces de Lifshitz.

Cette étude a donc un double intérêt. D'une part, nous proposons une interprétation globale du phénomène de cohération dans les métaux pulvérulents. D'autre part, nous pouvons préciser certains aspects de phénomènes physiques importants et assez mal connus qui interviennent dans la cohération.

CHAPITRE II

DESCRIPTION DES METHODES EXPERIMENTALES UTILISEES

Avant de développer notre interprétation, il nous semble important de donner une description rapide des méthodes expérimentales utilisées. Nous nous proposons de décrire surtout les aspects nouveaux de ces techniques, et d'en rappeler brièvement les caractéristiques essentielles. Nous passons en revue les méthodes expérimentales qui nous ont permis l'étude de la tension de seuil et du temps de cohération et la mesure des propriétés électriques et diélectriques du massif de poudre avant et après cohération.

- Produits utilisés

Nos mesures expérimentales ont été effectuées essentiellement sur la poudre d'aluminium et quelques expériences ont été réalisées avec des poudres de cuivre et d'or.

Nous avons utilisé de la poudre d'aluminium calibrée, les dimensions maximales des élèments de poudre étant comprises soit entre 40μ et 50μ , soit entre 50μ et 80μ . La plupart des propriétés étudiées ne dépendent pas sensiblement des dimensions des grains, mais toutefois, nous avons cherché à obtenir un milieu aussi homogène que possible. Les faibles dimensions permettent de disposer d'un très grand nombre de grains de poudre dans un volume restreint, et donc d'obtenir un comportement global plus proche de la moyenne statistique. Enfin, les poudres métalliques sont séchées au four avant leur utilisation.

II-1 ETUDE DU SEUIL DE COHERATION

II-1-1 Définition - Parametres fondamentaux

Si nous soumettons un massif de poudre métallique à un champ électrique croissant, au moyen de deux électrodes conductrices placées au contact de la poudre, la résistance électrique du massif, d'abord très grande, décroît brutalement pour une valeur V_s de la différence de potentiel entre les deux électrodes. V_s est la tension de seuil dont nous nous proposons d'étudier les variations en fonction de divers paramètres.

La pression mécanique exercée sur le massif de poudre constitue le paramètre le plus important : il détermine les variations les plus caractéristiques de la tension de seuil. Nous avons aussi réalisé des mesures en fonction de la fréquence de la tension électrique appliquée et des dimensions du massif.

II-1-2 Dispositif experimental

La poudre métallique est contenue dans un cylindre isolant en plexiglass (fig. 2). Une électrode est fixée au cylindre isolant.



On exerce une pression déterminée sur le massif de poudre, par l'inter« médiaire d'une autre électrode qui coulisse dans le cylindre isolant. Dans ce but, on exerce une force connue sur cette électrode.

fig. 2

- 23 -

Le dispositif de mesure proprement dit est relativement simple dans son principe (fig. 3). La tension appliquée aux deux électro-



des est obtenue à partir d'un générateur de tension variable à travers une résistance de protection R et un élèment de mesure de courant I.

Elle est mesurée au moyen d'un voltmètre électronique. Sur ce principe différents dispositifs ont été conçus pour réaliser des mesures en courant alternatif jusqu'à 10MHz.

fig. 3

Le phénomène de cohération produit une augmentation brutale du courant I qui traverse le circuit ; si la résistance R est suffisamment grande, on observe également une diminution de la tension V.

II-1-3 <u>Dispersion des résultats expérimentaux</u>. Aspect statistique de l'étude.

Les résultats expérimentaux obtenus dans la mesure de la tension de seuil manquent de reproductibilité. Si l'on refait plusieurs fois l'expérience, pour une valeur déterminée de la pression mécanique appliquée au massif et pour un dispositif expérimental donné, on peut obtenir des valeurs de tension de seuil très diverses. Ceci ne peut être imputé au dispositif de mesure, mais semble caractéristique du phénomène étudié.



La figure 4 fournit un exemple de la dispersion des résultats expérimentaux. Nous portons en ordonnée le nombre d'expériences qui donnent une tension de seuil comprise dans un intervalle de tensions déterminées, celui-ci étant porté en abcisse. Pour obtenir cette courbe, nous avons dû réaliser 670 expériences. Si la valeur moyenne est de 26V, les tensions de seuil observées sont comprises entre 4V et 68V.

Pourtant, nous remarquons que les valeurs se groupent relativement bien autour d'une valeur moyenne à condition de réaliser un nombre suffisant d'expériences. Cette tension de seuil moyenne semble donc bien constituer une grandeur caractéristique du phénomène de cohération. Nous constatons notamment qu'elle présente des variations importantes en fonction des conditions expérimentales, et dépend fortement de la pression appliquée au massif. Une étude systématique des variations de la tension de seuil moyenne en fonction de la pression est donc nécessaire pour élaborer une interprétation du phénomène de cohération.

Cependant, le nombre d'expériences nécessaires pour obtenir une valeur moyenne significative peut constituer un obstacle important dans la poursuite d'une telle étude. Il est donc nécessaire de réduire ce nombre le plus possible, tout en conservant une précision suffisante sur la détermination moyenne. Pour cette étude, nous avons fait appel à divers procédés statistiques.

Nous considérons les tensions de seuil comme les élèments d'une population statistique. D'après la loi de distribution obtenue sur un échantillon important (fig. 4), on peut montrer que la population considérée n'obéit pas à une loi normale ou gaussienne, en appliquant le test du χ^2 de Pearson aux points de la fig. 4. En conséquence, pour calculer la précision avec laquelle est connue la moyenne \overline{x} sur un échantillon réduit, il faut considérer une population statistique de distribution quelconque.

On sait que dans ce cas, la valeur moyenne observée \overline{x} suit une loi de distribution normale d'écart type $\frac{S}{\sqrt{n}}$; S est l'écart type de la distribution relative à l'échantillon constitué de n éléments. Si m est la moyenne effective de la population totale, il y a 99% de chances pour que m soit donné par :

- 26 -

$$\overline{\mathbf{x}}$$
 = 2,58 $\frac{\mathbf{S}}{\sqrt{\mathbf{n}}}$ $\left\langle \mathbf{m} \left\langle \overline{\mathbf{x}} \right\rangle + 2,58 \frac{\mathbf{S}}{\sqrt{\mathbf{n}}} \right\rangle$

Dans le cas de la figure 4, la moyenne observée est $\overline{x} = 26V$ et l'écart type S = 10 V. La valeur moyenne est donc obtenue avec une imprécision maximale égale à : $\Delta x \swarrow IV$ soit $\frac{\Delta x}{x} \swarrow 0,04$

Avec une centaine d'expériences, on connaîtra la moyenne à + 2,5V près, ce qui donne une précision de l'ordre de 10%.

Dans la plupart des cas, nous avons réalisé plus d'une centaine d'expériences pour déterminer la tension de seuil moyenne. L'étendue des distributions nous permet d'obtenir ce résultat avec une précision de 5% environ.

II-1-4 Résultats expérimentaux obtenus

Nous donnons dans le tableau l les principaux résultats expérimentaux obtenus. Nous n'avons retenu que les mesures les plus caractéristiques, qui permettent de connaître l'évolution de la tension de seuil moyenne en fonction des paramètres importants :

Définissons les notations introduites dans ce tableau :

p = poids de poudre utilisée s = section du cylindre contenant la poudre h_0 = hauteur de poudre au début de l'expérience h_s = hauteur de poudre à la fin de l'expérience f = fréquence de la tension de mesure P = pression appliquée au massif V_s = tension de seuil moyenne

N = Nombres d'expériences réalisées.

- 27 -

Produit	P _{mg}	^s mm ²	ho mm	^h l mm	f	Pkg/m ²	s v	N Nombre de Mesures
Aluminium (40-50µ)	15	7,1	1,5		l MHz 5 MHz 10 MHz	0,7 0,7 0,7	2 2,05 2,1	550 600 580
Aluminium (40-50 بر 40)	14	7,1	1,8	1	50 kHz	0,35 0,7 1,05	3,5 2,5 1,55	614 670 295
Aluminium (40-50)	17	7,1	2		Continu 50 kHz	1,05	1,9 1,4	500 550
Cuivre (40-50µ)	35	7,1	2		50 kHz	0,03	2	303
Aluminium (40-50)	30	8,6	3,7	2,3	Continu	0,058 0,116 0,174 0,29 0,58 0,87 1,16	22,7 12,8 10,5 6,5 4,2 3,4 2,4	110 100 120 115 105 120 110
Aluminium (40-50)	61	8,6	6,60	4,7	Continu	0,058 0,116 0,29 0,58 0,87 1,16	60,4 33,4 11,7 7,1 4,4 3,9	134 120 120 235 118 120

TABLEAU I : Etude des tensions de seuil

Ces résultats expérimentaux permettent de tirer quelques conclusions. Il semble tout d'abord que la tension de seuil moyenne ne dépende pas de la fréquence du champ électrique appliqué. Pour un même massif de poudre, la tension de seuil en courant continu est équivalente à la valeur maximale de la tension de seuil en courant alternatif à 50kHz. De même, on ne note aucune différence notable entre les résultats obtenus à 1 et 10 MHz.

Par contre, la tension de seuil moyenne dépend fortement de la pression mécanique appliquée (fig. 5) : c'est le paramètre qui a la plus grande influence sur la tension de seuil. Pour la série d'expériences représentées par la figure 5, la décroissance peut-être caractérisée par une loi en $KP^{-2/3}$. Cette loi semble d'ailleurs dépendre d'une manière complexe des dimensions du massif.

V.

100V



fig. 5

- 29 -

II-2 ETUDE DU TEMPS DE COHERATION

Les variations de la tension de seuil en fonction de divers paramétres nous fournissent des renseignements intéressants quant à la nature des phénomènes qui peuvent intervenir dans le processus. La connaissance de la durée de ce processus doit nous permettre de préciser ces phénomènes et de montrer l'inexistence de certains autres qui pourraient apparemment intervenir. Dans ce but, nous avons entrepris de mesurer la durée du phénomène de cohération ou tout au moins d'en connaitre les valeurs limites (77).

II-2-1 Principe de la mesure

Le schéma de principe du dispositif expérimental est représenté figure 6.



fig. 6

Un générateur délivre une tension en "dents de scie" à un circuit constitué par la cellule contenant la poudre et une résistance R en série. Un oscilloscope synchronisé sur le générateur, nous permet d'observer la tension aux bornes de la résistance. Soient r_a et r_c les valeurs de la résistance présentée par la cellule avant et après cohération. R sera toujours très inférieure à r_a , et dans la mesure du possible, on choisit R supérieure à r_c .

Avant cohération, la tension V_c aux bornes de la cellule est égale à V_e et crôft lentement. Dès que V_c atteint le seuil de cohération, la résistance électrique de la cellule décroft et on observe une croissance de V_s , qui peut atteindre V_c , si R $\gg r_c$. Le temps de croissance T de la tension V_s constitue une limite supérieure à la durée du phénomène de cohération.



Nous représentons figure 7, la forme des courbes que nous pouvons espérer obtenir sur un écran d'oscilloscope.

fig. 7

II-2-2 Réalisation du dispositif experimental

La cellule contenant la poudre est semblable à celle utilisée précédemment (représentée fig. 2). La compression de la poudre est assurée par le serrage d'une bague en appui sur l'électrode mobile. Nous réalisons ainsi, un réglage très facile de la tension de seuil moyenne et pouvons obtenir le phénomène de cohération dans la gamme de tension utilisée.

Plusieurs dispositifs ont été conçus afin d'apprécier le mieux possible la durée du phénomène de cohération. Dans ce but, il est important que le temps de montée de l'ensemble constitué par la résistance R et l'impédance d'entrée de l'oscilloscope soit le plus faible possible. Nous avons été conduits à utiliser l'oscilloscope FERISOL, type OZ-100 dont le temps de montée est inférieur à 0, 3.10⁻⁹ S. La résistance R est alors constituée par la résistance d'entrée de l'oscilloscope, égale à 100Ω.

La tension croissante est obtenue à partir d'un générateur d'impulsions FERISOL, type P 201. Le temps de montée des impulsions de sortie est équivalent à la durée de l'observation (20ns) et ce dispositif nous permet d'obtenir une tension V_{a} qui a sensiblement la forme d'une dent de scie. L'ensemble du montage expérimental est représenté fig. 8.



fig. 8

Nous devons remarquer que l'observation ne peut se faire d'une manière continue. A la suite de chaque cohération, le retour à l'état électrique initial de la poudre s'effectue au moyen d'un choc mécanique. De ce fait, l'observation visuelle ou photographique ne peut être réalisée que coup par coup, ce qui augmente la difficulté de l'expérience.

II-2-3 Résultats expérimentaux

Nous avons réalisé un certain nombre d'observations à l'oscilloscope et nous donnons figure 9, quelques reproductions des photom graphies obtenues.

Elles ont été réalisées dans les conditions expérimentales suivantes :

- Poudre d'aluminium $50 = 80\mu$
- dimensions du massif : h = 3,5mm s = 12mm²
- tension maximum des impulsions : $V_e = 28V$
- sensibilité verticale de l'oscilloscope : IOV/cm
- vitesse de balayage 2ns/cm

La photographie N°1 comporte la représentation des tensions V_s et V_e pour mieux établir la comparaison.



fig. 9

•• 33 ••

La plupart des reproductions photographiques montrent l'existence de plusieurs paliers dans la courbe $V_g = f(t)$, qui sont séparés par des zones de croissance rapide. Seule la première zone est, à notre avis, caractéristique du phénomène de cohération. Les autres augmentations de V_g traduisent une diminution de la résistance électrique du massif, qui est beaucoup plus faible.

La diminution de la résistance électrique de la poudre, caractéristique du phénomène de cohération, se produit dans tous les cas en un temps inférieur à 10⁹. Ceci correspond approximativement à l'effet du temps de montée de l'oscilloscope et des circuits annexes. Nous pouvons donc affirmer que la durée du phénomène de cohération est inférieure à 10⁹ s.

Une autre étude a été entreprise avec un dispositif utilisant un générateur qui fournit un signal rectangulaire dont le temps de montée est inférieur à 0, 3ns. Les résultats obtenus nous conduisent aux mêmes conclusions, quoique leur interprétation soit beaucoup plus difficile, les élèments parasites du circuit de mesure jouent dans ce cas, un rôle très important.

Ces résultats constituent une source d'information précieuse dans la recherche d'une interprétation compléte du phénomène. Ils permettent notamment (voir interprétation) d'éliminer l'intervention, dans le processus de cohération, de tous les phénomènes physiques qui nécessitent, pour se produire, un temps trop important.

- 34 -
II-3 ETUDE DES PROPRIETES ELECTRIQUES DE LA POUDRE

La connaissance de la conductivité $\int de$ la permittivité complexe ξ de la poudre métallique doit apporter de nouveaux éléments pour l'interprétation du phénomène de cohération. Nous pouvons ainsi obtenir des renseignements importants sur la constitution physique du massif et sur son évolution en fonction de certains paramètres (la pression par exemple). L'influence du phénomène de cohération sur les valeurs des caractéristiques électriques et diélectriques de la poudre ($\int de \xi$) doit fournir des précisions sur la nature de ce phénomène.

II-3-1 Grandeurs électriques mesurées

Nous avons mesuré la conductivité de la poudre métallique, en courant continu et alternatif, avant et après cohération. Nous avons plus particulièrement étudié les variations de la conductivité sous l'influence d'un champ électrique appliqué au massif.

L'étude des variations de la permittivité complexe ξ^* du massif de poudre métallique en fonction de la fréquence a été réalisée du continu à 5 000 MHz. Nous avons pu apprécier également les modifications apportées à la permittivité ξ^* de la poudre métallique par le phénomène de cohération. Les variations de \checkmark et ξ^* ont été étudiées en fonction du champ électrique appliqué et de la pression mécanique. exercée sur le massif.

II-3-2 Mesures en courant continu

La mesure de la conductivité présentée par la poudre après cohération ne présente pas de difficulté puisque les résistances obtenues pour le massif ont des valeurs de l'ordre du millier d'Ohms.

- 35 -

Avant cohération, la poudre d'aluminium présente une très grande résistivité électrique de l'ordre de 10¹³ ohm mêtre. Si nous plaçons la poudre dans une cellule de mesure dont la capacité à vide est C, la valeur de la résistance R obtenue est donnée par :

$$R = \frac{\xi_0}{\mathbf{\nabla}C}$$

Pour effectuer la mesure dans les meilleures conditions, il faut obtenir une résistance R aussi faible que possible. Nous devons utiliser une cellule dont la capacité active C soit grande, et dont la distance interélectrode soit suffisante pour avoir un grand nombre de grains. Nous utilisons une capacité coaxiale dont la valeur est voisine de 20pF. La résistance à mesurer est alors de l'ordre de $10^{13} \Omega$.

Le principe du dispositif expérimental, représenté fig. 10, est très simple, bien que sa réalisation technique ait posé quelques problemes.



fig. 10

On applique une tension continue V_1 à un circuit comprenant la cellule et un millivoltmêtre placés en série. La résistance d'entrée R_e du millivoltmêtre sert d'impédance de comparaison et R est donnée par :

- 36 -

$$R = R_e = \frac{V_1 \cdot V_2}{V_2}$$

L'utilisation d'un millivoltmètre à grande impédance d'entrée permet de réaliser cette mesure, qui reste délicate et longue à cause des constantes de temps des éléments du circuit. Dans ces conditions, on ne peut attendre d'un tel dispositif une précision supérieure à 10% dans la mesure de résistances supérieures à $10^{12}\Omega$.

II-3-3 Mesures en courant alternatif basse fréquence

La mesure de la permittivité complexe de la poudre métallique a été réalisée pour les fréquences inférieures à 100MHz, avant et après cohération. Les difficultés expérimentales rencontrées dans ces deux cas sont très inégales.

Dans ces expériences, la cellule de mesure contenant la poudre d'aluminium est un condensateur cylindrique. La poudre calibrée est tassée en minces couches sous l'effet d'une pression connue. La cellule est violemment "secouée" afin d'uniformiser le tassement. Le contrôle de l'homogénéité peut être réalisé en mesurant la capacité présentée par la cellule. Sa valeur se stabilise quand l'agitation a été suffisante pour provoquer une bonne uniformisation.

L'étude de la permittivité complexe du massif avant cohéra tion ne pose pas de problémesexpérimentaux trop difficiles à résoudre. Le dipôle équivalent à la cellule est alors très peu absorbant. Son admittance Y = G + jB est telle, que $\frac{G}{B}$ est faible. Pour le mesurer, nous utilisons les ponts comparateurs d'admittance mis au point au Laboratoire depuis quelques années (49). Par contre, la mesure de la permittivité \mathcal{E}^* de la poudre d'aluminium après cohération et l'étude de ses variations sous l'influence d'un champ électrique a nécessité la mise au point d'appareillage_snouveaux (34). La conductance présentée par la cellule de mesure peut atteindre 50mV et le dipole équivalent est très absorbant : le rapport $\frac{G}{B}$ est très grand . Nous avons réalisé des comparateurs d'admittance, bien adaptés à cette mesure, dans une gamme de fréquences de l'ordre de la décade. Ce dispositif permet d'appliquer facilement une tension électrique auxiliaire à la cellule de mesure, et présente ainsi, un très grand intérêt pour notre étude.

Dans la mesure d'un dipole, les méthodes de comparaison donnent le maximum de précision si la susceptance et la conductance sont du même ordre de grandeur. Avec les valeurs obtenues, ceci est bien réalisé pour des fréquences supérieures à 10MHz. Par contre, dans cette gamme, les effets de "ligne" entrainent des erreurs importantes sur la valeur de la susceptance. De ce fait, les mesures ont surtout été réalisées dans la gamme 100 kHz = 10 MHz.

L'élèment comparateur est un transformateur symétrique (figure II). Un tube triode EC 1000 à forte pente utilisée en conductance variable est associé à des conductances fixes. La susceptance variable est réalisée au moyen d'un condensateur à air. Du coté inconnue, un ensemble de condensateurs de découplage K permet l'application d'une tension continue à la cellule. Les problémes posés par la mise au point de cet ensemble concernent la réalisation du découplage de la cellule et des électrodes du tube. Les calculs développés par L. HERNU (34) ont montré la nécessité d'utiliser des valeurs importantes pour les élèments de découplage, afin d'obtenir une bonne précision sur la susceptance.

- 38 -



fig. 11

Utilisation d'un pont de mesure automatique :

Les variations de la permittivité complexe de la poudre en fonction d'un champ continu appliqué ne peuvent pas toujours être mesurées, à cause de leur instabilité, par la méthode précédente. Nous avons pu les évaluer en utilisant un admittancemêtre automatique à 100 kHz. Dans ce dispositif, un pont <u>comparateur</u> d'admittance est maintenu automatiquement à l'équilibre par l'intermédiaire d'un asservissement électronique, qui agit sur les éléments variables du pont (conductance et susceptance). Nous avons utilisé la partie "asservissement" d'un admittancemêtre automati que mis au point par Polaert (70). Nous, avons réalisé la partie comparateur proprement dite, afin de couvrir la gamme des conductances nécessaires à notre étude, et de permettre l'application d'une tension continue variable à la cellue le de mesure. Le dispositif permet l'enregistrement direct des variations de la conductance ou de la susceptance présentée par la cellule en fonction de la tension continue appliquée. Dans ce but, nous appliquons les tensions de sortie de l'asservissement à un enregistreur XY.

Le schéma du dispositif est donné figure 12.



fig. 12

II-3-4 Etude en ondes décimetriques

L'étude du spectre diélectrique d'une poudre métallique nécessite la mesure de la permittivité complexe dans une gamme de fréquences aussi large que possible. En particulier, il semble intéressant de l'étudier en ondes décimétriques. L'observation, par exemple, des effets de la cohération sur la permittivité complexe de la poudre dans cette bande de fréquences nous a permis de mieux comprendre ce phénomène.

II-3-4-1 Conditions imposées

La méthode de mesure doit satisfaire à plusieurs conditions. Elle doit permettre de réaliser des mesures dans une gamme de fréquences la plus large possible avec le même dispositif expérimental, principalement avec la même cellule de mesure. La gamme souhaitée s'étend de 800 à 6.000 MHz. La permittivité complexe doit pouvoir être mesurée à toute fréquence de la bande considérée en vue d'étudier des variations rapides éventuelles de l' ε^* avec la fréquence.

Il est nécessaire de pouvoir appliquer à la poudre contenue dans la cellule un champ électrique continu ou basse fréquence superposé à l'onde hyperfréquence, et de mesurer facilement les variations de \mathfrak{E} qui en résultent. Enfin, des calculs simples doivent permettre d'obtenir la valeur de la permittivité complexe à partir des résultats expérimentaux.

La plupart des procédés de mesure de la permittivité d'un corps solide ou liquide sont basés, aux très hautes fréquences, sur l'étude des variations de l'impédance d'entrée présentée par un tronçon de ligne de transmission, rempli du corps à étudier (50). Les méthodes, qui utilisent des cellules de hauteur fixe, ne donnent pas facilement les deux composantes de \mathbf{E}^* à toutes les fréquences. D'autre part, étant donnée la forme physique de la substance étudiée, il est impossible d'utiliser les techniques des cellules à hauteur variable, mises au point (11) pour l'étude des diélectriques liquides. Nous avons développé de nouvelles méthodes donnant directement les deux composantes de la permittivité complexe à toutes les fréquences de la gamme 800 à 6 000 MHz. (75, 76, 52).

- 41 •

II-3-4-2 Principe de la mesure

Une onde progressive se propage à l'intérieur d'une ligne de transmission remplie du corps à étudier. Nous prélevons en chacun des points A et B distants de L un signal haute fréquence proportionnel au champ électromagnétique de l'onde progressive (figure 13).



Soient S_a et S_b les signaux proportionnels aux champs existant en ces points.

Le rapport des modules de ces signaux et leur déphasage φ sont liés directement aux parties imaginaire et réelle .de la permittivité complexe.

fig. 13

On a en effet :

 $\boldsymbol{\xi'}_{=} \frac{\boldsymbol{\beta'}^2 - \boldsymbol{\alpha'}^2}{\boldsymbol{\beta}^2}$

$$\frac{S_{b}}{S_{a}} = e - (\alpha^{1} + j\beta') L$$

et

avec $\mathbf{\delta}' = \alpha' + j\beta'$ et $\mathbf{\delta} \neq j\beta$ les constantes de propagation respectivement dans le diélectrique et dans l'air. Ces formules sont relatives au mode T.E.M. en ligne coaxiale, mais la méthode est applicable aussi facilement aux autres modes guidés.

 $\mathbf{\xi''} = \frac{2 \alpha' \mathbf{\beta'}}{\mathbf{\beta}^2}$

Ce procédé de mesure exige :

- 1) la propagation d'une onde rigoureusement progressive à l'intérieur du corps à étudier
- 2) de prélever en chacun des points A et B un signal également proportionnel aux champs électromagnétiques existant en ces points. Les dispositifs utilisés doivent avoir un coefficient de couplage faible, qui reste constant pour toute la gamme de fréquences étudiée.

- 42 -





fig . 14

L'appareil fonctionne dans la gamme de fréquences : 800 à 6 000 MHz. La ligne de transmission coaxiale remplie de la substance à étudier est reliée au générateur par un élèment d'adaptation. Elle est terminée par une charge absorbante conique qui est placée au contact de la substance à étudier. Cette charge présente un coefficient de réflexion faible (R < 0,05 pour f > 1 200 MHz) et permet la propagation d'une onde progressive dans la ligne de transmission (75). Deux détecteurs de courant de parois sont placés à 4 cm l'un de l'autre. La réalisation mécanique de ces détecteurs nous a permis, après de nombreux essais expérimentaux, d'obtenir une bonne identité. Ils sont reliés à une ligne de mesure de T.O.S. par l'intermédiaire de deux atténuateurs A₁ et B₁.

Le signal électrique prélevé par la sonde D résulte de

l'addition vectorielle de S'_a et S'_b (figure 14). La position ℓ de la sonde, qui donne la valeur minimale de signal détecté, nous permet de déterminer

 β' et le T.O.S. sur la ligne nous donne α' .

On a
$$\ell_{\bullet} = \frac{L}{2} \left(\frac{\beta}{\beta} - 1 \right)$$

où l et l sont les positions donnant la valeur minimale avec et sans diélectrique.

$$\alpha' = \frac{1}{L} \log \left(\frac{S+1}{S-1}\right)$$

Nous pouvons également mesurer a' en faisant varier l'atténuation introduite par A_1 et B_1 , afin que $S'_a = S'_b$ et que le T.O.S. soit donc infini. Enfin, cette mesure peut-être réalisée au moyen de deux détecteurs apériodiques identiques, placés en A et B et qui donnent directement les valeurs de $|S_a|$ et $|S_b|$.

Nous devons remarquer que cette méthode permet d'appliquer facilement un champ continu ou basse fréquence à la poudre métallique. Il suffit pour cela, de brancher le générateur correspondant à l'extrémité de la ligne de transmission, ce qui n'apporte aucune perturbation au dispositif de mesure.

Une description plus compléte de l'appareillage est donnée dans la thèse de 3° cycle de Monsieur LEFEBVRE (52).

II-3-4 Observation directe de la courbe d'atténuation de la substance

Nous avons réalisé un dispositif, qui utilise l'appareillage décrit précédemment et qui permet d'obtenir directement la courbe d'atténuation de la substance en fonction de la fréquence. La description compléte et détaillée du dispositif est donnée dans le mémoire de G. DUTRIEUX(13).

- 44 -

La fréquence du générateur hyperfréquence est wobulée lentement ($f_1 = 5Hz$) et sa puissance de sortie est modulée beaucoup plus rapidement en dents de scie ($f_2 = 1\ 000\ Hz$). On inscrit sur un écran d'oscilloscope la valeur de $|S_b|$, tant que $|S_a|$ ne dépasse pas une valeur de seuil prédéterminée. L'enveloppe de la courbe obtenue sur l'oscilloscope est caractéristique de l'atténuation subie par l'onde progressive à l'intérieur de la substance à mesurer.

II-3-4-5 Mesure des variations de l' $\boldsymbol{\xi}''$ de la poudre cohérée sous l'effet d'un champ électrique :

Nous avons pu constater que la partie imaginaire de la permittivité complexe de la poudre métallique après cohération présente des variations très faibles (quelques 10^{°°2}), si elle est soumise à un champ électrique alternatif basse fréquence (f).

Ces variations se manifestent par une modulation à la fréquence 2 f des signaux détectés en A et B dans le dispositif précédent. Pour des tensions B.F. importantes, nous avons pu observer ces signaux à l'oscilloscope, après amplification, et connaître leur phase.

Soient $\Delta |S_a|$ et $\Delta |S_b|$ les signaux de modulation obtenus. On peut calculer $\frac{\Delta \mathcal{E}''}{\mathcal{E}''}$ par la formule suivante :

$$\frac{\Delta \mathcal{E}''}{\mathcal{E}''} \# \frac{\Delta |s_a|_{|s_a|} - \Delta |s_b|_{|s_b|}}{2 \alpha' L}$$

Pour observer des variations très faibles de \mathcal{E}'' , il faut donc mesurer des signaux de modulation les plus faibles possibles. L'utilisation d'amplificateurs sélectifs et de détecteurs synchrones nous a permis d'apprécier des variations $\Delta \mathcal{E}''_{\mathcal{E}}''$ de l'ordre de 5.10⁻⁷.

Le schéma du dispositif complet est représenté figure 15.



fig. 15

II-3-4-6 Mesure des variations de l' É' sous l'effet de la pression Nous avons observé que la partie réelle de la permittivité complexe, présentée par le massif de poudre métallique, dépend de la pression mécanique exercée. Si nous appliquons une vibration mécanique à la poudre, une modulation de la permittivité E' doit en résulter. Afin de vérifier cette hypothése, nous avons réalisé le dispositif représenté fig. 16.

La cellule est remplie d'un mélange de poudre d'aluminium et d'huile de parafine, qui transmet les vibrations mécaniques de façon plus satisfaisante que la poudre métallique seule. Les vibrations mécaniques sont produites par un vibreur Goodmann excité à 2,5kHz et transmises par un piston mobile de faible inertie.





La fréquence du générateur U.H.F. est relativement élevée ($F_1 = 3600$ MHz), afin que l'onde qui se propage dans la cellule soit suffisamment atténuée par le mélange : de cette façon, l'emploi d'une charge absorbante n'est pas nécessaire pour obtenir une onde progressive. La sonde de la ligne de mesure de T.O.S. est placée en position de minimum; on régle l'atténuation introduite par A_1 et B_1 afin d'avoir un minimum nul. Une variation de la permittivité \mathcal{E}' à la fréquence f entraîne une va riation du niveau détecté à la fréquence 2f. On utilise une détection hétérodyne afin d'obtenir une bonne sensibilité. Le signal à la fréquence 2f est mesuré après détection au moyen d'un amplificateur sélectif et d'un détecteur synchrone.

Ce dispositif permet de mettre en évidence des variations très faibles de la permittivité \mathcal{E}' de la poudre.

II-3-5 Principaux résultats expérimentaux obtenus

La plupart de nos résultats expérimentaux seront donnés aux chapitres 3, 4, 5 de notre thèse, suivant les nécessités de notre interprétation. Ces résultats nous serviront, d'une part à élaborer les modéles théoriques et d'autre part à confirmer l'interprétation proposée. Nous donnons, dans cette partie, les courbes les plus caractéristiques et les résultats les plus significatifs.

II-3-5-1 Etude de la conductivité électrique

Nous constatons souvent une augmentation de la conductivité présentée par la poudre d'aluminium, <u>avant cohération</u>, quand la tension V appliquée au massif augmente.

v v	σ _{σ/metre}
30	4,3 10 ⁻¹⁴
50	7 10 ⁻¹⁴
70	9 10 ⁻¹⁴

Nous donnons dans le tableau 2 un exemple d'une telle évolution.

Tableau 2

L'étude de la conductivité de la poudre métallique<u>après</u> <u>cohération (</u>78, 34) a permis de mettre en évidence deux états de la poudre cohérée qui se distinguent :

- par la valeur des conductivités obtenues

- par leurs variations en fonction du champ continu
- par leur relative instabilité

L'état facilement observable que nous appelons "forte cohération" est caractérisé par une bonne stabilité et une conductivité élevée. Si nous plaçons la poudre dans une cellule de mesure dont la capacité active est de lpF, les valeurs de la conductance obtenues s'échelonnent de quelques m \mathbf{U} à plusieurs dizaines de m \mathbf{U} . La conductance présentée par la cellule en courant continu est supérieure à celle obtenue en haute fréquence (F = 1MHz). Elles décroissent toutes deux en fonction du champ électrique continu appliqué (fig. 17).



- 49 -

Dans le second état, que nous appelons "faible cohération" le massif de poudre présente une conductivité beaucoup plus faible et l'instabilité est beaucoup plus grande. Cette instabilité a nécessité l'emploi du pont automatique, décrit précédemment, pour réaliser des séries de mesure. Les valeurs de la conductance présentée alors par la cellule sont inférieures à quelques dizaines de μU . La mesure de la conductance en courant continu donne une valeur inférieure à celle obtenue à l MHz. Elles augmentent d'une façon sensiblement linéaire avec la tension continue appliquée (figure 18).





En résumé, cette étude montre l'existence de deux états distincts, pour un massif de poudre après cohération, pour lesquels les propriétés électriques du massif sont très différentes : les évolutions de la conductivité de la poudre après cohération, en fonction de la tension appliquée par exemple, sont totalement opposées. II-3-5-2 Etude de la permittivité complexe

L'étude des variations de la permittivité $\boldsymbol{\varepsilon}^{*}$ de la poudre métallique a été réalisée en fonction de différents paramètres :

- champ électrique appliqué

- pression mécanique exercée sur la poudre
- fréquence de mesure

II-3-5-2-1 Variations de la permittivité basse fréquence en fonction du champ électrique appliqué

Dans le cadre de l'étude, décrite dans le paragraphe précédent, nous avons mesuré les variations de la permittivité \mathcal{E}' de la poudre en fonction d'un champ appliqué. La fréquence de mesure est de 1 MHz. Dans tous les cas, la permittivité \mathcal{E}' augmente légérement en fonction de la tension continue appliquée, avant le déclenchement du phénomène de cohération. Par la suite, il y a deux évolutions possibles qui correspondent aux deux états définis dans le paragraphe précédent.

Dans l'état appelé "forte cohération" la permittivité décroit lors de la cohération, de 30 à 50 % et cette modification est d'autant plus importante que la conductance est plus élevée. La permittivité augmente ensuite d'une manière sensiblement parabolique en fonction du champ électrique appliqué (fig. 19). Par contre, la permittivité \mathbf{E}' est supérieure à la valeur obtenue avant cohération, si le massif se trouve dans le second état. La permittivité décroit ensuite de quelques pour cent en fonction de la tension continue appliquée (figure 20).



.

II-3-5-2-2 Variation de la permittivité avec la pression

Nous avons étudié les variations de la partie réelle $\mathbf{\xi}'$ de la permittivité <u>en fonction de la pression mécanique exercée</u> sur la poudre au cours du tassement. La figure 21 donne un exemple de cette évolution . La dispersion des résultats expérimentaux s'explique par un manque d'homogénéité dans l'application de la pression mécanique exercée. Celle-ci fait apparaître une croissance très rapide et tout d'abord quasi linéaire de la permittivité en fonction de la pression. A la fin de la courbe, un phénomène de saturation semble apparaître. Dans la même voie, nous avons pu constater une variation de l' $\mathbf{\xi}'$ de la poudre métallique, quand elle est soumise à une vibration mécanique. La variation relative constatée est toujours inférieure à 1%.





- 53 -

II-3-5-2-3 Etude des variations de E^{*}avec la fréquence

L'étude de la permittivité complexe $\boldsymbol{\xi}^*$ de la poudre métallique en fonction de la fréquence a été réalisée jusqu'à 6 GHz environ. Nous n'avons pu utiliser la même cellule de mesure pour toute la gamme de fréquences et il faut procéder à des recoupements pour connaitre l'évolution totale.

Nous n'avons pas constaté de variation de la permittivité réelle $\boldsymbol{\xi}'$ de 0 à 50 MHz. Dans cette gamme la partie imaginaire de la permittivité complexe est très faible (tg $\boldsymbol{\delta} \# 10^{-2}$) et sensiblement constante en fonction de la fréquence.

L'étude de la variation de la permittivité complexe de la poudre d'aluminium dans la bande de fréquence comprise entre 1000 et 6000 MHz, fait apparaitre une diminution assez lente d' \mathcal{E}' et une évolution de la partie imaginaire \mathcal{E}'' , qui semble dépendre du tassement. Nous donnons deux exemples d'une telle évolution : figures 22 et 23. La variation relative de l' \mathcal{E}' semble d'autant plus importante que celui-ci est plus faible. Sur ces courbes, nous avons également porté la permittivité réelle à 1 MHz déduite de la figure 21 : $\mathcal{E}' = f(P)$. On constate également que, dans cette bande de fréquences, les valeurs d' \mathcal{E}'' sont beaucoup plus élevées qu'en basse fréquence. L'évolution de la permittivité complexe doit commencer en fait à partir de 100MHz.

L'apparition du phénomène de cohération ne modifie pas la valeur de la partie réelle \mathcal{E}' de la permittivité mesurée dans cette gamme de fréquences (0, 8 - 6GHz). Par contre nous avons pu constater une augmentation de l' \mathcal{E}'' apparent ; cette variation reste faible et peutêtre évaluée à quelques pour cent. Ce phénomène assez étonnant sera expliqué et cité dans le chapitre suivant à l'appui de notre interprétation.

- 54 -





~ 55 -

L'application d'un champ alternatif basse fréquence au massif de poudre après cohération, modifie la valeur de la partie imaginaire ξ' de la permittivité apparente. La variation relative constatée ne dépasse pas 5%. Elle est rigoureusement proportionnelle à la puissance basse fréquence appliquée au massif de poudre (figure 24).



fig. 24

Nous avons décrit l'ensemble des méthodes expérimentales utilisées et nous avons donné quelques résultats expérimentaux obtenus. Ceux-ci permettent, d'une part, d'obtenir une meilleure connaissance de la structure du massif de poudre, et d'autre part, de préciser l'influence des différents paramètres sur les grandeurs caractéristiques du phénomène de cohération.

Ces résultats constituent la base de notre interprétation. Ils nous permettent de vérifier expérimentalement les conclusions de la théorie que nous proposons.

CHAPITRE III

FORMATION D'UNE FILE D'ELEMENTS CONDUCTEURS DANS UN MASSIF DE POUDRE D'ALUMINIUM

L'interprétation théorique du phénomène de cohération dans les poudres métalliques peut être développé en trois phases successives. Dans une première partie, nous envisageons l'existence et étudions la formation d'une file unique d'élèments conducteurs à l'intérieur de la poudre. Dans la seconde partie nous étudions l'influence des caractéristiques physiques du massif sur le déclenchement du phénomène de cohération dans la poudre métallique. Dans la dernière partie, nous décrivons les types de liaison qui peuvent exister entre les grains à l'intérieur du massif, après cohération.

III-1 EXISTENCE D'UNE FILE UNIQUE D'ELEMENTS CONDUCTEURS DANS UN MASSIF DE POUDRE APRES COHERATION

Un premier probléme se pose dans la recherche d'une explication compléte du phénomène de cohération : ce phénomène intéresse-t-il l'ensemble du massif de poudre, ou au contraire n'en concerne t-il qu'une très faible partie ?

En d'autres termes, deux possibilités peuvent se présenter : - la diminution de résistance électrique, caractéristique du phénomène de cohération, se produit entre la plus grande partie des grains métalliques.

- cette diminution ne concerne, au contraire, qu'une très faible partie des élèments de poudre ; ils forment ainsi une ou plusieurs files de grains conducteurs, reliés entre eux par des élèments présentant une faible résistance électrique.

Nos résultats expérimentaux, et ceux obtenus par d'autres chercheurs (86, 1, 88, 21) permettent de fournir une réponse.

- 58 -

III-1-1 Expériences de Tommasina

Ces expériences semblent avoir été faites pour la première fois par Tommasina (86), puis utilisées par Arons (1) et Righi (73) pour étayer leurs théories. Redécouvertæpar Vassik (88), elles ont été réalisées à nouveau en 1961 (21) par R. GABILLARD et L. RACZY. Deux types d'expériences ont été effectués : le premier est représenté figure 25.



fig. 25

fig. 26

Deux fils conducteurs espacés de quelques centimètres plongent dans un massif de poudre placé sur un support isolant. Ces fils sont réunis à un générateur de tension, dont on mesure le désit. On obtient la cohération du massif en appliquant une tension suffisante entre les fils. On maintient ensuite une petite tension électrique (ordre de quelques volts). On soulève doucement les deux fils au dessus du massif de poudre. On constate que le courant continu circule, par l'intermédiaire d'un filament formé de grains collés bout à bout. La résistance électrique du filament obtenu est équivalente à la résistance du massif de poudre après cohération. La seconde expérience est représentée fig. 26. Une pointe métallique est amenée en contact avec le massif de limaille, placé sur un plateau conducteur. On réalise les mêmes opérations que précédemment. On soulève doucement la pointe métallique et on obtient un filament semblable au précédent. La résistance obtenue est de l'ordre de la centaine d'ohms et elle augmente avec la longueur du filament. On obtiendrait le même ordre de grandeur en mesurant la résistance présentée par le massif après cohération, entre deux électrodes parallèles et de grande surface.

Ces deux types d'expériences tendent à montrer, que le phénomène de cohération entraine la formation d'une file unique ou d'un nombre restreint de files d'élèments conducteurs, réunis par des zones de contact à faible résistance électrique. La seconde expérience fondamentale permet de confirmer cette hypothése avec une meilleure certitude.

III-1-2 Expérience de l'électrode fractionnée : fig. 27



fig. 27

Nous utilisons pour cette expérience une cellule de mesure ayant la forme d'un condensateur plan. L'électrode supérieure est fractionnée en languettes conductrices, isolées les unes des autres, alors que l'électrode inférieure est massive. Nous réunissons électriquement les languettes entre elles et nous produisons la cohération de la poudre, qui est comprimée entre les électrodes ainsi formées. Nous supprimons la liaison entre les languettes et nous mesurons la résistance électrique entre celle-ci et l'électrode inférieure. Nous constatons que la résistance électrique ne présente une valeur faible que pour une seule des languettes considérées : la cohération se produit donc pour une zone très localisée du massif.

Nous avons répété l'expérience une cinquantaine de fois et dans tous les cas, le phénomène s'est reproduit de la même manière. La localisation de la zone "cohérée" varie d'une façon aléatoire, ce qui permet de penser qu'il n'existe pas à priori, de zone "favorisée". Nous pouvons donc conclure, à partir de cette expérience, que le phénomène de cohération ne concerne qu'une zone très restreinte d'un massif de poudre métallique. Une troisième expérience nous permet d'aboutir à une conclusion identique.

III-1-3 Etude hyperfréquence de la poudre après cohération

Nous utilisons l'appareillage décrit dans le chapitre précédent (au paragraphe II-2-4-5). Il permet l'étude, en ondes décimétriques, des variations de la partie imaginaire ξ'' de la permittivité complexe de la poudre en fonction d'un champ électrique B.F. appliqué, de fréquence f. Nous



rappelons dans la figure 28 le schéma de la partie hyperfréquence du dispositif expérimental. Les deux signaux S_a et S_b sont recueillis en deux points A et B de la ligne de transmission, remplie du corps à étudier.

fig. 28

- 61 -

Nous mesurons $|S_a|$ et $|S_b|$ et les variations $\Delta |S_a|$ et $\Delta |S_b|$ à la fréquence 2f. Ces variations n'existent que si la poudre est cohérée. Elles proviennent donc des modifications de la conductivité continue du massif, puisqu'elles ne se produisent pas tant que la poudre n'est pas cohérée.

Nous étudions les variations de $\frac{\Delta |S_a|}{|S_a|}$ et $\frac{\Delta |S_b|}{|S_b|}$ en fonction de la fréquence. Deux cas peuvent se présenter :

 l) La phénomène de cohération concerne l'ensemble de la poudre. La conductivité **V** du massif est donc uniforme.

On peut alors calculer $\frac{\Delta |S_a|}{|S_a|}$ et $\frac{\Delta |S_b|}{|S_b|}$ en fonction des variations $\Delta \mathbf{T}$ et de la fréquence.

On sait que : $\hat{\xi}' = n^2 - k^2$ $\hat{\xi}'' = 2nk$ avec $n^* = n - jk$ indice de réfraction complexe. De plus $\Delta \hat{\xi}'' = \frac{\Delta \hat{\nabla}}{\hat{\xi}_0 \omega} = 2 n \Delta k$ soit : $\Delta \hat{\nabla} = 2 n \Delta k \hat{\xi}_0 \omega$ On peut relier $\frac{\Delta |S_1|}{|S_1|}$ et $\frac{\Delta |S_{\hat{B}}|}{|S_1|}$ aux variations Δk de l'indice de réfraction complexe. Dans ce cas, on peut admettre la propagation d'une onde progressive dans la substance.

 $\frac{\Delta |s_a|}{|s_a|} = -\frac{2\omega}{c} \quad \ell \Delta k$ $\frac{\Delta |s_b|}{|s_b|} = -\frac{2\omega}{c} \quad (\ell + L) \Delta k$

On obtient :

$$\frac{\Delta |S_a|}{|S_a|} = -\frac{\ell}{c \xi_n} \Delta \mathbf{T}$$
$$\frac{\Delta |S_b|}{|S_b|} = -\frac{(\ell + L)}{c \xi_n} \Delta \mathbf{T}$$

Nous pouvons conclure que, dans ce cas, les variations obtenues sont indépendantes de la fréquence et doivent être de même signe. 2) Le phénomène de cohération ne concerne qu'une zone très
localisée du massif de poudre, qui peut être située entre les points A et B.
La zone cohérée est équivalente à une conductance G placée en paralléle sur
la ligne de transmission d'admittance caractéristique Y_c (fig. 29).



Cette conductance provoque l'apparition d'une onde réfl échie en direction de A et la diminution de l'énergie transmise vers B.

Le coefficient de réflexion f peut être calculé à partir de la conductance réduite $g = \frac{G}{Y_{a}}$

avec $g = \frac{G}{Y_c}$ généralement inférieur à l $p = -\frac{g}{g+2}$

Le coefficient de transmission τ est donné par $\tau = \frac{2}{2+g}$. Sous l'effet du champ électrique appliqué, G subit une variation ΔG . Soit Δg la variation de g. Il en résulte des variations de f et τ :

$$\Delta P = \frac{-2}{(g+2)g} \Delta g \qquad \qquad \frac{\Delta \tau}{\tau} = -\frac{\Delta g}{g+2}$$

On peut démontrer que dans ce cas :

$$\frac{\Delta |S_a|}{|S_a|} \# -2\Delta \rho \quad -2j\beta' d = -2 \propto' d = + \frac{4\Delta g}{(g+2)g} = -2j\beta' d e^{-2\alpha' d}$$

$$\frac{\Delta |S_b|}{|S_b|} = \frac{\Delta \tau}{\tau} = -\frac{\Delta g}{(g+2)} \# -\Delta g/2$$

Comme dans le cas précédent, les variations $\frac{\Delta |S_b|}{|S_b|}$ ne doivent pas dépendre de la fréquence. Par contre l'expression de comporte un terme de phase et un terme d'atténuation, qui dépendent tous deux de la fréquence. La courbe théorique qui traduit les variations de $\Delta |S_a|$ $\frac{\Delta |S_a|}{|S_a|}$ en fonction de la fréquence doit être équivalente à la courbe caractéristique d'un phénomène oscillatoire amorti.

Les résultats expérimentaux obtenus nous permettent d'effectuer facilement un choix entre les deux hypothéses précédentes. Notamment, la forme des courbes expérimentales, qui représentent $\frac{\Delta |S_a|}{|S_a|}$ en fonction de la fréquence, montre bien que seule la deuxième hypothése peut-être retenue.

Nous donnons fig· 30, un exemple d'une telle courbe expérimentale obtenue sur un massif de poudre cohérée, qui présente une résistance de 60Ω.





En conclusion, nous pouvons affirmer que le phénomène de cohération ne concerne qu'une partie très restreinte du massif de poudre. Nous pouvons donc représenter un tel massif après cohération par un nombre réduit de files, ou généralement par une seule file de grains de poudre réunis par des zones de contact à faible résistance électrique.

III-2 DESCRIPTION QUALITATIVE DE LA FORMATION D'UNE FILE

Le processus de formation d'une file comporte trois phases qui correspondent à trois phénomènes différents.

III-2-1 Déplacement des grains

Sous l'effet du champ électrique appliqué au massif, chaque élèment de poudre s'électrise par influence et un champ électrique important peut s'établir entre deux grains voisins. La valeur du champ électrique peut être considérablement augmentée par l'effet de pointe. De ce fait, la ligne de champ électrique maximum entre l es différents élèments de poudre peut s'écarter plus ou moins de la direction du champ électrique extérieur appliqué.

Une force électrostatique importante s'exerce entre deux élèments de poudre. Elle peut être suffisante pour provoquer un déplace... ment des grains, qui se collent les uns aux autres et forment de véritables chaines à l'intérieur de la poudre. Les grains restent isolés électriquement par l'intermédiaire de leurs couches superficielles isolantes (oxydes, gaz adsorbés etc..). Cette hypothése peut être vérifiée par différents fait expérimentaux. Nous avons mesuré la permittivité ε' présentée par la poudre, dans la direction du champ électrique appliqué. Avant l'apparition du phénomène de cohération, la permittivité ε' augmente en fonction du champ continu appliqué. Ceci traduit une augmentation de la polarisation interfaciale entre les grains, consécutive à une diminution de la distance qui les sépare, sous l'influence du champ électrique appliqué.

Nous devons remarquer que ce mouvement se produit surtout lors de la première application du champ électrique au massif. Cette orientation des éléments de poudre ne sera pratiquement pas détruite par le choc mécanique qui ramène la résistance du massif à sa valeur initiale. En effet, l'existence d'un tel mouvement ne serait pas compatible avec la durée du phénomène de cohération, qui est inférieureà 10⁻⁹ seconde.

Nous avons fait une estimation de la force électrostatique, qui s'exerce entre deux éléments de poudre. Elle est d'un ordre de grandeur supérieur à celui de la force requise pour déplacer un grain, soumis à l'action de la pesanteur. Pour cela, nous assimilons cette force électrostatique à celle qui s'exerce entre les plateaux d'un condensateur plan de mêmes dimensions :

$$F = \mathbf{\xi}_{0} S \frac{V^{2}}{d^{2}} = 5 10^{-7} N$$

S = surface en regard prise égale à $(5\mu)^2 = 25 \ 10^{-12} \text{ m}^2$ d = distance des grains " 0, $02\mu = 2 \ 10^{-8} \text{ m}$ V = tension électrique entre les grains = 1 V

La masse d'un grain supposé parallélépipédique de dimensions 50 x 50 x 2 μ est de l'ordre de 1,4 10⁻¹¹ kg soit une force équivalente de 1,3 10⁻¹⁰ N. Ce calcul très sommaire montre que la force électrostatique peut être suffisante pour provoquer des déplacements importants à l'intérieur du massif de poudre.

- 66 -

Nous avons effectué le calcul de la durée du mouvement d'un grain en utilisant le même modèle. Le mouvement d'un élément de poudre obéit à l'équation différentielle :

$$\frac{d^{2}x}{dt^{2}} = -\frac{k}{2}$$

$$k = \frac{\xi s V^{2}}{2m} = 1,4 \ 10^{-11} \quad M. \ K. \ S. \ A.$$

avec

L'intégration de cette équation différentielle permet de calculer la durée du mouvement : 3/2

$$t = \frac{d}{\sqrt{2k}} \cdot \frac{\pi}{2} = 2,510^{-6} \text{ sec}$$

Cette durée est largement supérieure à celle que nous avons mesurée (chapitre II). Les déplacements d'éléments de poudre ne se produisent qu'au cours de la première application d'un champ électrique au massif. Par la suite, on peut admettre que les grains restent "pré-orientés" et que le phénomène de cohération ne nécessite plus l'existence de tels déplacements.

Ce phénomène a été déjà signalé par les premiers auteurs, qui ont étudié la cohération et par les opérateurs qui ont utilisé le "cohéreur" à poudre métallique.

A l'issue de cette première phase, nous obtenons à l'intérieur du massif un grand nombre de files, plus ou moins rectilignes, formées d'élèments de poudre en contact les uns avec les autres, par leurs couches superficielles isolantes.

III-2-2 Claquage des couches isolantes

Les deux électrodes sont reliées par des chaînes, constituées de parties conductrices de dimensions importantes (dimension des grains : 50µ), séparées par des couches isolantes d'épaisseur faible. Celle-ci est sensiblement égale au double de l'épaisseur de la couche superficielle isolante qui recouvre un élément de poudre. Dans le cas de l'aluminium, elle sera inférieure à 100A[°].

• 67 •

Sous l'effet de la tension appliquée au massif, ces couches isolantes de très faible épaisseur sont soumises à un champ électrique qui peut devenir très important (ordre du MV/cm par exemple). Quand il atteint la valeur du champ électrique disruptif, une étincelle traverse l'isolant et la couche correspondante est "claquée".

Nous précisons, dans la quatrième partie de ce chapitre, le processus global de claquage des couches isolantes dans une file de grains. Nous analysons au préalable le phénomène qui permet à une couche isolante "claquée" de présenter une résistance faible.

III-2-3 Etablissement de liaisons entre grains :

Le mécanisme d'établissement de liaisons faiblement résistantes sera décrit en détail dans le cinquième chapitre de notre étude. Nous en donnons une vue qualitative, pour faciliter la compréhension de notre interprétation.

Au cours du claquage d'une couche isolante, l'étincelle provoque une destruction locale du diélectrique. Un canal se forme à l'intérieur de la couche. Le courant transporté par l'étincelle présente une densité très grande et provoque un échauffement local important à la surface du métal. Celui-ci peut atteindre sa température de fusion (36). Le métal en fusion est attiré à l'intérieur du canal, sous l'effet des forces électrostatiques, et crée une fine jonction conductrice entre les surfaces métalliques des deux grains ; elle présente une résistance électrique de l'ordre de l'Ohm ou de la dizaine d'Ohms.

Ce phénomène permet d'expliquer l'abaissement de la résistance électrique, présentée par l'espace qui sépare deux élèments de poudre, à la suite du claquage de la couche isolante correspondante.

- 68 -

Avant de décrire, de façon plus quantitative le processus de claquage dans une file de grains, nous devons rappeler quelques données physiques, qui concernent les différents phénomènes intervenant dans ce processus.

III-3 RAPPEL DE QUELQUES PHENOMENES PHYSIQUES :

La description du claquage des couches isolantes d'une file de grains nécessite des connaissances précises dans deux domaines distincts. Nous devons connaître :

• d'une part les propriétés de surface des éléments de poudre et notamment les caractéristiques de leur oxydation superficielle.

• d'autre part, les valeurs du champ électrique disrupteur, pour des épaisseurs très faibles d'isolant.

III.= 3-1 Propriétés superficielles de la poudre - Oxydation

La plus grande partie de nos résultats expérimentaux a été obtenue sur la poudre d'aluminium. Nous rappelons donc brièvement quelques propriétés superficielles de ce corps.

Exposé à l'air, l'aluminium se recouvre d'une couche d'alumine Al₂0₃. Cette couche est très mince, mais offre une résistance mécanique élevée et une excellente protection contre les agents chimiques extérieurs. L'épaisseur de la couche présente une évolution caractéris= tique en fonction du temps. Elle s'accrôft très rapidement, puis de plus en plus lentement. Elle tend vers une épaisseur limite comprise entre 60 et 100A°, à la température ambiante, suivant les conditions expéri= mentales. Son épaisseur initiale, de l'ordre de 10 à 15A° est atteinte en quelques secondes.

■ 69 ∞

Les principal es mesures expérimentales sur l'épaisseur et la structure de l'Al₂0₃ sont dues à Hass (32-33). Les travaux de Steinheil (82), de Preston et Bircumshaw (72) confirment les résultats obtenus par Hass. Nous donnons dans la figure 31 une courbe qui représente la variation de l'épaisseur d'alumine en fonction du temps, à la température ambiante.





Le mécanisme d'oxydation de l'aluminium a été étudié par Schottky, Matt (65, 66) et Cabrera (8, 9). Ils admettent, que dans l'air sec, à la température ambiante, les ions d'aluminium diffusent à travers la couche d'oxyde jusqu'à l'air. Ils forment de l'alumine avec les ions oxygène adsorbés à la surface de l'oxyde.

L'épaisseur d'alumine formée dépend donc de la diffusion des ions Al⁺⁺⁺ à travers la couche d'oxyde. Celle-ci est liée, par l'intermédiaire du champ d'extraction, à la répartition spatiale des charges électriques à la surface du métal : les charges positives des ions et

- 70 -
négatives des électrons. Des recherches théoriques récentes (43) ont montré que cette répartition présentait une forme beaucoup plus régulière que l'arrangement atomique superficiel. On peut donc s'attendre à obtenir une couche d'alumine dont la surface est beaucoup plus uniforme que la partie du métal qu'elle recouvre.

III-3-2 Claquage de couches isolantes minces

De nombreuses recherches expérimentales et théoriques ont été effectuées sur le claquage diélectrique des isolants ; par contre, ces études ne concernent que très rarement le claquage de couches d'épaisseur très faible, inférieur à 0, lµ par exemple. Dans ce cas, les phénomènes semblent assez mal connus. Notre interprétation théorique suppose la connaissance du champ électrique disrupteur dans des couches d'alumine, dont l'épaisseur est de 100Ű. Nous devons donc étudier les divers types de claquage diélectrique et apprécier celui qui peut exister dans ce cas particulier. Nous pourrons en déduire un ordre de grandeur du champ électrique disrupteur et étudier ses variations avec l'épaisseur de l'isolant.

III-3-2-1 Enonce des différents processus de claquage connus

De nombreux phénomènes peuvent être la cause de la rupture diélectrique d'un isolant.

III-3-2-1-1 Claquage thermique

La conductivité électrique des isolants est très faible, mais elle croit rapidement avec la température. La passage du courant tend à augmenter la température du réseau, ce qui provoque une augmentation de la conductivité. Normalement, un état d'équilibre s'instauxe. Cependant, si le champ est supérieur à une valeur critique E_c, le courant augmente sans cesse et un phénomène d'emballement thermique se produit. Il y a destruction du réseau.

Le temps de claquage est généralement long. Il est égal à l'infini pour une valeur du champ égale au champ critique. Pour des champs appliqués E de l'ordre de 2 E_c , la durée du claquage est égale à une minute (89) et décroit sensiblement en $1/E^2$.

III-3-2-1-2 Claquage intrinsèque de Von Hippel

Ce processus intervient quand la densité électronique est suffisamment grande pour que les collisions inter-électroniques réalisent de nombreux échanges d'énergie entre les électrons et maintiennent en équilibre thermique le gaz électronique. Dans ce cas, les électrons possédent des énergies W dont la distribution obéit à la loi de Maxwell-Boltzmann.

Un électron d'énergie W est accéléré par le champ électrique et reçoit donc de ce champ une énergie supplémentaire. Son taux A d'acquisition d'énergie dépend du champ électrique E et de la valeur de son énergie W.

Il se produit une interaction entre l'électron et les vibration du réseau ; l'électron cède ainsi de l'énergie au réseau, et le taux B de trans-



fert d'énergie est également fonction de W. On peut tracer les courbes donnant A et B fonction de W, à partir des expressions calculées par Von Hippel, le champ électrique E étant pris comme paramètre (fig. 32).





La condition d'équilibre du système est A = B. Elle est représentée par le point d'intersection entre les courbes A(W) et B(W).

<u>ler Cas</u>: $E \langle E_H$ (figure 32).

Il y a deux points d'intersection correspondant aux énergies W_1 et W_2 . W_1 correspond à un état d'équilibre stable et W_2 à un état d'équilibre instable.

Les électrons pour lesquels $W \swarrow W_1$ et $W_1 \lt W \lt W_2$ verront leur énergie tendre vers W_1 . Si un électron a une énergie W supérieure à W_2 , son énergie doit croître indéfiniment, d'après la figure 32. En fait, la densité électronique est suffisamment grande, pour qu'une collision permette à un tel électron de céder une part de son énergie à un autre, et d'obtenir ensuite une énergie $W \lt W_2$.

<u>2ème Cas</u>: $E \rangle E_{H}$

Il n'y a aucun point d'intersection entre A(W) et B(W), donc aucun état stable possible.

Le champ de claquage correspond à l'inexistence d'un état stable : $E = E_{H}$.

Nous devons noter que la distance moyenne d'interaction des électrons et du réseau est de l'ordre d'une centaine de mailles cristallines (19).

III-2-3-1-3 Claquage de "haute énergie" de Fröhlich (17)

Ce processus se produit quand la densité électronique est faible (collisions interélectroniques négligeables) et que l'effet des collisions ionisantes avec le réseau doit être considéré.

Nous considérons les électrons dont l'énergie est voisine de W_2 sur le diagramme précédent (figure 22). Si W_2 est inférieur à l'énergie I nécessaire pour provoquer l'ionisation d'un électron lié, on peut montrer que l'énergie totale des électrons ne cesse de croître et qu'un état d'équilibre ne peut être obtenu.

- 73 -

Le champ critique qui donne lieu au phénomène de claquage est donc tel que :

 $W_2 = I$

III-3-2-1-4 Claquage par avalanche dû aux électrons seuls :

Ce phénomène a été étudié de façon très simple par Fröhlich (18) et Seitz (79) ; une théorie plus compléte a été élaborée par Frantz (16).

Considérons un électron qui pénètre dans le diélectrique, venant de l'électrode négative. Si le champ est suffisamment élevé, il ionise un électron lié et ceci produit deux électrons libres. Il est possible que chacun de ces électrons réalise une nouvelle ionisation. En fait, si un électron initial provoque n ionisations avant de quitter l'isolant, il produit 2ⁿ électrons libres. Seitz estime que 10¹² électrons doivent être formés dans un échantillon de 1cm d'épaisseur pour que le réseau atteigne sa température critique. Ceci suppose que n soit de l'ordre de 40.

Si α est le taux d'ionisation par unité de longueur la condition de claquage par avalanche est donc :

 α L = n

III-3-2-1-5 Rupture par avalanche due à tous les porteurs libres

Dans la théorie précédente, on admet que seuls les électrons peuvent produire une augmentation de la densité électronique au moyen de collisions ionisantes avec les électrons liés au réseau. En fait, il est possible que d'autres porteurs puissent produire le même effet et notamment les trous.

- 74 -

Le champ électrique peut communiquer à un trou une énergie suffisante pour qu'il produise un autre trou et un électron libre, par un processus analogue à l'ionisation par électron. En effet, un électron voisin du sommet de la bande de valence peut être capté par un trou de haute énergie et céder l'énergie résiduelle à un électron voisin, qui ainsi peut être envoyé dans la bande de conduction.

Ce phénomène a été utilisé par Mac Kay (61) et Miller (64) pour expliquer le claquage par avalanche de jonctions PN. Ils supposent que le taux d'ionisation des trous α_{ρ} est équivalent au taux d'ionisation des électrons α_{r} .

$$\alpha_p = \alpha_n = \alpha$$

Dans ce cas, le courant devient infini si :

 $\alpha L = 1$

Cette relation est équivalente à la condition de claquage d'un isolant obtenue par Fröhlich (19).

III-3-2-2 <u>Choix du processus de claquage dans le cas de couches</u> isolantes minces.

Avant d'effectuer un choix parmi les phénomènes décrits précédemment et de préciser celui qui peut s'appliquer au cas de couches minces isolantes, il faut rappeler quelques caractéristiques physiques de ces élèments.

D'une part, nous devons remarquer que la distance d'interaction entre les électrons et les vibrations du réseau est de l'ordre d'une centaine de mailles cristallines (19). Dans le cas de l'alumine, cette distance est donc de l'ordre de 500A[•]. Elle est donc beaucoup plus grande que l'épaisseur de l'isolant (100A[•]). Il semble donc qu'aucune interaction ou aucun échange d'énergie entre les électrons et le réseau ne puisse s'instaurer à la traversée de l'isolant. Ce premier élèment nous permet de penser que les quatre premiers processus, cités précédemment, ne peuvent expliquer le claquage de couches minces isolantes, puisqu'ils reposent sur l'interaction électron-réseau.

D'autre part, la distance d'ionisation des électrons est de l'ordre de quelques mailles cristallines, donc inférieure à l'épaisseur de l'isolant. Celui-ci pourra donc être le siège de phénomènes d'ionisation. Enfin, nous pouvons remarquer que l'épaisseur de l'isolant est beaucoup plus faible que le libre parcours moyen de l'électron dans la bande de conduction de l'isolant. Un électron pourra donc facilement traverser la couche isolante sans collision avec un autre électron.

On peut donc conclure qu'il est nécessaire de faire intervenir non seulement les électrons mais aussi les autres porteurs pour expliquer le claquage de couches minces isolantes. Il suffit, dans ce cas, qu'un électron ou un trou qui pénétre par effet tunnel ou effet Schottky dans l'isolant soit suffisamment accéléré par le champ électrique pour provoquer une ionisation au cours de son trajet.

Pour que le claquage par avalanche puisse se produire, il faut donc que le champ électrique E communique aux porteurs une énergie supérieure à l'énergie d'ionisation I.

e E d 🎾 I

avec e charge du porteur et d'épaisseur de l'isolant. Le potentiel disrupteur sera constant quelle que soit l'épaisseur de la couche ; le champ de claquage croît linéairement quand l'épaisseur diminue :

$$E = \frac{I}{e d}$$

- 76 -

Différents auteurs ont constaté expérimentalement que le champ électrique disrupteur augmente, quand l'épaisseur de l'isolant diminue et qu'elle atteint l'ordre de grandeur du libre parcours moyen des électrons. Nous citerons notamment Lomer (58) et Slaninka (80), qui ont étudié le champ disrupteur dans des couches d'alumine d'épaisseurssupérieures à $200A^{\circ}$. Dans ce cas, il semble que la croissance soit moins rapide que celle que nous avons prévu pour des couches plus minces (d $\leq 100A^{\circ}$). Cependant, pour les épaisseurs étudiées les plus faibles, il semble que la variation observée tende à obéir à la loi que nous proposons.

Nous admettons donc que pour des épaisseurs d'alumine inférieures à 100A[•], le potentiel disrupteur est constant, quelle que soit l'épaisseur de la couche. Il est de l'ordre de quelques volts, si la couche d'alumine est obtenue par oxydation naturelle. LEBRUN (51) a obtenu, dans ces conditions, une tension de claquage de 3V pour une couche d'alumine dont l'épaisseur est de 30A[•].

L'ensemble des données physiques, que nous venons d'exposer, sur l'oxydation superficielle des élèments de poudre et sur le claquage des couches minces nous permet d'aborder la description du processus de claquage d'une file de grains.

III-4 THEORIE DU CLAQUAGE DANS UNE FILE DE GRAINS : EFFET D'AVALANCHE

Pour élaborer une théorie du claquage des zones non conductrice d'une file de grains, nous devons proposer tout d'abord un modèle théorique qui représente le mieux possible les conditions physiques du système.

III-4-1 Modèle physique choisi :

Nous considérons l'ensemble des élèments de poudre constituant une file. Nous supposons que la file est isolée dans l'espace et relie les deux électrodes qui permettent d'appliquer un champ électrique au massif. Dans une file, les couches d'alumine de deux grains voisins sont en contact. L'épaisseur de la couche isolante et la surface en regard de deux grains consécutifs peuvent être extrêmement variables d'un "intergrain" à un autre : il en est de même de la capacité électrique entre deux grains successifs.

Une file peut donc être assimilée à un ensemble de N condensateurs placés en série ; la capacité de ces condensateurs est une variable aléatoire C_i . La tension aux bornes d'un condensateur est aussi une grandeur aléatoire V_i ; elle est reliée à C_i et à la tension totale appliquée V par la relation (1).

$$v_{i} = v \frac{\frac{1/C_{i}}{\sum_{k}^{N-1}/C_{k}}$$
 (1)

Les différentes couches isolantes et donc les condensateurs correspondants C_i ont même tension de claquage V_o . Le condensateur C_i sera claqué si: $V_i \searrow V_o$.

III-4-2 Condition de claquage d'une file

Nous classons les condensateurs par ordre de valeurs croissantes de capacités, donc de valeurs décroissantes de tension :

$$\cdots \rangle v_{i} \rangle v_{i+1} \rangle v_{i+2} \cdots$$

Le premier claquage se produira quand $V_1 > V_0$, et le premier condensateur est court-circuité ; il en résulte une augmentation de tension aux bornes des autres condensateurs. Nous avons par exemple :

$$v'_{i} = v \quad \frac{\frac{1/C_{i}}{\sum_{k=1}^{N-1/C_{k}}} > v_{i}$$

Cette augmentation peut être suffisante pour provoquer un nouveau claquage ; ainsi peut s'instaurer un processus d'avalanche. Nous recherchons cette condition d'avalanche et pour cela, nous supposons que les j premiers condensateurs sont claqués :

$$\mathbf{v'_{j}} = \mathbf{v} \frac{\frac{1/C_{j}}{k \sum_{j=1}^{N} \frac{1}{C_{k}}}}{\sum_{j=1}^{N} \frac{1}{C_{k}}} \sum_{o}^{V_{o}}$$

Le condensateur C_{j+1} claquera pour la même valeur de la tension V à la condition que :

$$v'_{j+1} = v \frac{1/C_{j+1}}{k \sum_{j+1}^{N} 1/C_{k}} \gg v_{o}$$

L'avalanche se déclenchera à partir du rang j si :

$$v_{j+1} \rightarrow v_{j}$$

et égal ement :

La condition d'avalanche sera donc :

$$\frac{\frac{1/C_{j}}{\sum_{k=1}^{N} \frac{1}{C_{k}}} \qquad \qquad \frac{\frac{1}{C_{j+1}}}{\frac{\sum_{j=1}^{N} \frac{1}{C_{k}}} \qquad (2)$$

On peut l'expliciter d'une manière plus simple (3)

$$C_{j} \cdot \sum_{k}^{N} \frac{1}{C_{k}} \geq C_{j+1} \cdot \sum_{k}^{N} \frac{1}{C_{k}}$$
(3)

La tension de claquage de l'ensemble de la file sera donnée par la relation :

$$\underbrace{\mathbf{v}_{c} = \mathbf{v}_{o} \ \mathbf{C}_{j}}_{\mathbf{k}} \underbrace{\sum_{j}^{N} \frac{1}{\mathbf{C}_{k}}}_{\mathbf{k}}$$
(4)

Les relations précédentes constituent donc les conditions d'avalanche (3) et de claquage (4) dans une file de grains, en utilisant le modèle précité. Il est très difficile d'accéder expérimentalement aux valeurs des capacités C_i , figurant les valeurs des capacités entre grains. Nous pouvons obtenir un ordre de grandeur de leur valeur moyenne, mais il apparaît impossible de connaître les autres caractéristiques de leur distribution statistique. Les valeurs de C_i peuvent être reliées aux valeurs de l'épaisseur de la couche superficielle isolante et des rayons de courbure des surfaces métalliques des grains. Ces deux grandeurs sont d'ailleurs plus ou moins corrélées (III-1), ce qui contribue à compliquer la distribution statistique des C_i .

Nous devons montrer que le processus d'avalanche se produit bien, si les C_i sont répartis suivant plusieurs distributions statistiques différentes. Nous étudierons ce problème, dans le cas où C_i est une variable aléatoire discrète, et dans celui où elle est une variable aléatoire continue.

III-4-3 Cas d'une variable aléatoire discrète

Les valeurs des capacités des différents condensateurs sont alors des multiples entiers d'une valeur C_0 . La valeur de la capacité d'ordre k est égale à kC_0 . $C_k = kC_0$.

On peut justifier ce choix en rappelant que les rayons de courbure des surfaces métalliques à l'échelle microscopique, peuvent être des multiples entiers de la longueur d'une maille cristalline.

La loi de distribution nous donne la probabilité p(k) qu'une capacité ait la valeur kC_0 . Le nombre de capacités qui auront cette valeur est : n(k) = Np(k). Le nombre k peut prendre toutes les valeurs de l à ∞ .

-80 -

Nous écrivons la condition (3) avec une loi de distribution discontinue :

80

$$j.C_{o} \sum_{k=j}^{\infty} \frac{n(k)}{kC_{o}} \rangle (j+1).C_{o} \sum_{k=j+1}^{\infty} \frac{n(k)}{kC_{o}}$$

it:
$$j.\sum_{k=j}^{\infty} \frac{p(k)}{k} \rangle (j+1).\sum_{k=j+1}^{\infty} \frac{p(k)}{k}$$

La condition finale est :

$$p(j) \qquad k \sum_{j+1}^{\infty} \frac{p(k)}{k}$$
(5)

Calculons, dans ce cas, la valeur de la tension de claquage à partir de la relation (4) :

$$V_{c} = V_{o} j C_{o} \sum_{k=j}^{\infty} \frac{N p(k)}{kC_{o}}$$

Nous développons cette expression et nous cherchons une limite supérieure pour la valeur de V_c :

$$V_{c} = N V_{o} j \left[\frac{p(j)}{j} + \sum_{k=j+1}^{\infty} \frac{p(k)}{k} \right]$$

En utilisant la condition (5), nous obtenons cette limite :

Nous envisageons deux types de distribution discontinue et nous recherchons pour quelle valeur de j, la condition (5) peut être satisfaite. Nous en déduisons la valeur de la tension de claquage correspondante.

III-4-3 Loi de distribution uniforme



La loi de distribution caractéristique d'une distribution uniforme est représentée sur la figure 33. La probabilité est constante pour : $\checkmark \langle k \rangle \langle m + \alpha \langle m \rangle$

$$p(k) = \frac{1}{m}$$

- 81 -

La condition d'avalanche (5) devient :

$$\sum_{k=j+1}^{m+\alpha} \frac{1}{k} \sqrt{1}$$
(7)

on sait que :

$$\sum_{k=j+1}^{m+\infty} \frac{1}{k} \left\langle \int_{j}^{m+\infty} \frac{1}{x} dx = \log \frac{m+\infty}{j} \right\rangle$$

On impose une condition plus impérative en écrivant :

$$j = \frac{m + \alpha}{e}$$
 (8)

En appliquant la relation (6), on trouve la tension de claquage V_c :

$$V_c N V_o \frac{m + + e}{m e}$$
 (9)

Avec une telle distribution, le phénomène d'avalanche se produit dans tous les cas ; de plus, il nécessite le claquage préalable d'un nombre restreint de couches. Un exemple numérique nous permet de le comprendre :

$$\alpha = 5 : m = 10 ; j > 5,5$$

Le phénomène se déclenche pour <u>j = 6</u>. De même, la tension de claquage sera plus petite que N V₀. Dans ce cas : $V_c = 0,65 \text{ N V}_0$.

III-4-3-2 Loi de distribution de Poisson

Beaucoup de variables aléatoires discontinues obéissent à cette loi de distribution, qui est équivalente à la loi de Gauss pour une variable aléatoire continue. La loi de probabilité s'exprime par la relation :

$$p(k) = \frac{a^{k}e^{-a}}{a!}$$

où a est la valeur moyenne de la variable k.

- 82 -

La condition d'avalanche (5) s'écrit :

$$\frac{a^{j}a^{-a}}{j} \gg \sum_{k=j+1}^{\infty} \frac{a^{k}e^{-a}}{k! k}$$

$$A = \sum_{k=j+1}^{\infty} \frac{a^{(k=j)}j!}{k! k} = 1$$
(10)

On peut montrer que si j > a, la condition précédente sera satisfaite.

$$A = \sum_{k} \sum_{j=1}^{\infty} \frac{a^{(k \circ j)}_{j \cdot j} \cdot j}{k! \cdot k} = \frac{a}{(j+1)^{4}} + \frac{a^{2}}{(j+1)(j+2)^{2}} + \frac{a^{3}}{(j+3)^{2}(j+2)(j+1)} + \cdots$$

$$A \left\langle \frac{a}{(j+1)^{2}} + \frac{a^{2}}{(j+1)^{3}} + \frac{a^{3}}{(j+1)^{4}} + \cdots \right\rangle = \frac{a}{(j+1)(j+1-a)}$$
or:
$$\frac{a}{(j+1)(j+1-a)} \left\langle 1 \quad \text{pour } j \right\rangle a$$

Pour j = a = 1, la condition (10) n'est pas remplie, car le premier terme du développement est déjà égal à l'unité. La condition d'avalanche est donc :

Le phénomène d'avalanche se produit, quand les élèments dont la capacité a une valeur égale à la moyenne sont claqués. La tension de claquage se calcule à partir de la relation (6).

$$V_{c} = N V_{o} - \frac{a^{a} e^{-a} (a+1)}{a!}$$
 (12)

On peut tracer (figure 34) la courbe donnant les variations de $\frac{V_c}{NV_o}$ en fonction de a. Suivant la valeur de a, V_c peut être supérieur ou inférieur à NV_o .



fig. 34

Nous avons étudié les conditions d'existence du processus d'avalanche, dans le cas où la variable aléatoire est discrête. Une étude similaire peut être réalisée, si la variable aléatoire est continue.

III-4-4 Cas d'une variable aléatoire continue

et

Les différentes valeurs C des condensateurs d'une file constituent les N éléments d'un échantillon, prélevé dans une population statistique, dont la loi de distribution est connue. Nous utilisons une variable aléatoire auxiliaire x, définie par : $x = \frac{C}{\overline{C}}$, \overline{C} étant la valeur moyenne de C. La loi de distribution des x est p(x), et leur valeur moyenne est égale à l.

L'échantillon comporte N valeurs de C donc de x, que l'on ordonne par valeurs croissantes :

> $C_{1}, C_{2}, C_{3}, \ldots, C_{j}, C_{j+1}, \ldots, C_{N}$ $x_{1}, x_{2}, x_{3}, \ldots, x_{j}, x_{j+1}, \ldots, x_{N}$ = 84 =

Nous pouvons écrire la condition d'avalanche (3) avec la

variable x :

soit :

On obtient la condition :

$$\frac{1}{x_{j+1} - x_j} \gg \sum_{k=j+1}^{\infty} \frac{1}{x_k}$$
(13)

Nous devons exprimer les différents termes de cette inégalité en fonction de la loi de distribution p(x). Si l'échantillon est suffisamment important (N grand) on peut utiliser la relation suivante pour calculer $x_{j+1} - x_j$:

$$\int_{x_j}^{x_{j+1}} N p(x) dx = 1$$

$$N p(x') (x_{j+1} - x_j) = 1$$
$$x_j \leq x' \leq x_{j+1}$$

avec :

soit:
$$\frac{1}{x_{j+1} \cdots x_j} = N p(x)$$

Sip(x) est une fonction croissante pour les valeurs de x considérées, on a :

$$\frac{1}{x_{j+1} - x_j} > N_p(x_j)$$
Nous devons calcular : $S = \sum_{k=j+1}^{N} \frac{1}{x_k}$

$$S = \sum_{k=j+1}^{N} \frac{1}{x_k} \int_{x_{k-1}}^{x_k} Np(x) dx$$

Vu le sens de l'inégalité -13-, il nous faut chercher un majorant pour S.

 $\frac{1}{x_{k}} \int_{x_{k-1}}^{x_{k}} \operatorname{Np}(x) \, dx \, \left\langle \int_{x_{k-1}}^{x_{k}} \frac{\operatorname{Np}(x)}{x} \, dx \right\rangle$ $S \, \left\langle \int_{x_{j}}^{x_{N}} \frac{\operatorname{Np}(x)}{x} \, dx \, \left\langle \int_{x_{j}}^{\infty} \frac{\operatorname{Np}(x)}{x} \, dx \right\rangle$

La condition d'avalanche est donc :

$$p(x_{j}) \int_{x_{j}}^{\alpha} \frac{p(x)}{x} dx$$
(14)

La tension de claquage est donnée par la relation :

$$V_{c} = V_{o} C_{j} \sum_{k} \frac{N}{j} \frac{1}{C_{j}} = V_{o} x_{j} \sum_{k} \frac{N}{j} \frac{1}{x_{j}}$$

$$\frac{V_{c} \left(N V_{o} \left[\frac{1}{N} + x_{j} p(x_{j}) \right] \right)}{\left(15 \right)}$$

soit :

A partir de la loi de distribution p(x), on peut donc calculer la valeur de x_j qui satisfait à l'inégalité (14). Si la distribution des x est gaussienne, par exemple, ce calcul peut être effectué par analyse numérique ou par une méthode graphique.

Nous avons utilisé cette méthode pour connaitre la variation de x_j en fonction de l'écart type ∇ de la distribution gaussienne.

On trace $f(x) = \frac{p(x)}{x}$ (figure 35). On cherche pour quelle valeur x_j de $x : x_j \cdot f(x) = \frac{p(x)}{x} f(x) dx$.

Cette relation est identique à la condition (14).





Cela revient à chercher pour quelle valeur de x_j , l'aire du rectangle de cotés x_j .f(x_j), est plus grande que l'aire comprise entre la courbe et l'axe des x. Nous avons résumé les résultats obtenus pour différentes valeurs de $\sqrt{}$ dans le tableau 3.

V	×j	$x_{j*P}(x_j) # \frac{V_c}{NV_o}$	m
0, 1	0,83	0,078	0,045
0, 2	0,74	0,126	0,097
0, 3	0,7	0,17	0,169
0,4	0,68	0,197	0,212
0,5	0,67	0,214	0,255

Tableau 3

• 87 •

Nous appelons m le rapport entre le nombre de condensateurs claqués, au moment ou se déclenche l'avalanche, et le nombre total de condensateurs dans la file.

$$m = \frac{\int_{0}^{x_{j}} N p(x) dx}{N} = \int_{0}^{x_{j}} p(x) dx$$

Nous n'avons pas choisi des valeurs plus grandes pour ∇_i car cela donnerait une probabilité trop importante d'obtenir des tensions nulles entre deux grains consécutifs (pour $\nabla = 0, 5$, cette probabilité est déjà de 3%).

On peut remarquer que, pour toutes les valeurs de $\sqrt{prée}$ cédentes, x_j est toujours inférieur à l. L'avalanche se produit, quand une très faible partie des condensateurs sont claqués. De plus, une telle distribution peut donner de faibles valeurs pour le rapport $\frac{V_c}{NV_o} \#x_j \cdot p(x_j)$. Dans le cas d'une distribution continue, le claquage des différents condensateurs peut donc se produire pour des tensions très inférieures à N V_o.

<u>Remarque</u> : On peut constater que pour une distribution symétrique, p(x) est toujours croissant pour les valeurs de x qui provoquent l'avalanche. Les approximations précédentes sont donc justifiées.

III-4-5 Conclusions théoriques et confirmations expérimentales

Quel que soit le type de distribution utilisée, les claquages successifs dans le modéle choisi se produisent toujours au moyen d'un processus d'avalanche. Le déclenchement de ce phénomène intervient au momment où une fraction plus ou moins importante des différents élèments est déjà claquée.

Il apparait que le modèle qui utilise une variable aléatoire continue donne, avec le même nombre d'élèments, les tensions de claquage global les plus faibles.

- 88 -

Les résultats expérimentaux, que nous avons obtenuspeuvent nous permettre d'opérer un choix entre les trois distributions statistiques, que nous avons utilisées dans notre théorie.

Nous donnons, <u>à titre d'exemple</u>, les valeurs de la tension de claquage V_0 entre deux grains, que nous avons estimées, à partir de nos résultats expérimentaux, en utilisant les trois distributions statistiques précédentes. Pour un massif de poudre d'aluminium (40, 50 μ), de 5mm de hauteur <u>soumis à une pression faible</u>, la tension moyenne de cohération est de l'ordre de 60V. Avec les dimensions des grains on peut admettre un nombre moyen N d'intergrains égal à 200. Les variables aléatoires réduites des trois distributions envisagées ont même écart type \mathbf{v} , pris à titre d'exemple égal à 0,2. Les résultats sont réunis dans le tableau 4.

	Loi de Poisson	Dist.Uniforme	Loi de Gauss
V _c NV _o	2	1,2	0,126
v _o v	0,15	0, 1 9	2,40

Tableau 4

Les valeurs de V_o que l'on peut obtenir pour différents écarts-type de la distribution gaussienne sont donnéesdans le tableau 5,

Distribution en loi de Gauss			
Etat type 🗸	Valeurs de V _{oV}		
0,1	3,60		
0,2	2,40		
0,3	1,77		
0,4	1,51		

Tableau 5

Les valeurs de V_0 , que nous avons estimées à partir de la distribution continue de Gauss, ont le même ordre de grandeur que la valeur $V_0 = 3V$ trouvée par J.Lebrun (51), pour la tension de claquage de couches minces d'alumine naturelle. Les valeurs trouvées au moyen des autres distributions en sont par contre très éloignées. Il semble donc certain que le modéle, qui utilise une variable aléatoire continue, corresponde le mieux au système physique étudié.

Cette théorie permet de rendre compte, d'une façon très qualitative et partielle, des variations de la tension de seuil en fonction de la pression appliquée au massif. On peut remarquer l'influence de celle-ci sur deux paramètres importants du modèle théorique précédent : le nombre N d'éléments d'une file et l'écart type ∇ de la distribution des capacités.

D'une part, le nombre N de grains, qui constituent une file, doit décroître avec la pression appliquée au massif. En effet, on peut admettre que la ligne de champ électrique maximum, entre les grains de poudre, détermine le parcours d'une file dans le massif, et que sa longueur est liée au nombre N d'élèments de cette file. Cette ligne peut s'écarter d'autant plus de la direction du champ électrique appliqué, que la cohésion du massif est faible. On peut caractériser cette cohésion

- 90 -

par le taux d'occupation volumique : rapport du volume des grains au volume total du massif. Nous avons constaté que ce taux augmente considérablement avec la pression ; il passe, par exemple, de 15% à 40% pour des pressions variant de 0,3 à 10kg/cm². Pour de telles variations de pression, le nombre N peut décroitre d'une manière importante, et il en est de même de la tension de seuil, qui est une fonction linéaire de N.

D'autre part, l'écart-type ∇ de la distribution des capacités intergrains doit également diminuer avec la pression appliquée. En effet, l'influence des éléments voisins doit contribuer à uniformiser les valeurs des capacités C_j donc à diminuer ∇ . Cette influence est d'autant plus importante, que la cohésion du massif est grande ; elle croît donc avec la pression appliquée. Nous avons vu précédemment que la tension de seuil diminue quand l'écart type ∇ diminue : elle décroît d'un facteur trois quand l'écart-type passe de 0, 5 à 0, 1. Cet aspect permet donc d'expliquer partiellement la variation de la tension de seuil avec la pression, que nous avons observée expérimentalement (paragraphe II-1-4).

D'autres résultats expérimentaux peuvent être cités à l'appui de cette théorie. D'une part, la rapidité du phénomène de cohé« ration ($\tau < 10^{-9}$ sec) ne peut s'expliquer, que par le claquage diélectrique des parties isolantes séparant les grains, et par l'existence d'un processus d'avalanche dans les claquages successifs des intergrains. D'autre part, la diminution de la résistance électrique du massif de poudre avant cohé« ration montre bien, que de nombreuses couches isolantes doivent être claquées, avant le déclenchement du processus d'avalanche . D'après notre théorie, la proportion m de couches préalablement claquées est faible, mais les couches qui présentent la plus grande résistance élec« trique sont détruites les premières ; ceci cause donc une variation impor« tante de la résistance électrique du massif avant cohération.

- 91 ···

Pourtant cette théorie ne concerne qu'une file de grains et ne se développe que suivant une direction de l'espace. Elle permet seulement d'établir des relations qualitatives entre les grandeurs caractéristiques du phénomène de cohération, telle que la tension de seuil, et la constitution physique du massif (pression mécanique appliquée). Pour préciser ces relations, nous développons, dans le chapitre suivant, une théorie plus globale du claquage des espaces isolants dans un massif de poudre.

CHAPITRE IV

CLAQUAGE DES ESPACES ISOLANTS DANS UN MASSIF DE POUDRE

Nous avons développé, dans le chapitre III, une théorie du claquage des parties isolantes, dans une file d'élèments de poudre métallique. Elle a conduit à des résultats relativement satisfaisants, permettant de donner une interprétation simple du phénomène de cohération. Nous devons en montrer les insuffisances et les limites, avant de proposer une théorie plus complexe et plus globale du claquage des espaces isolants, dans un massif de poudre métallique.

IV-1 LIMITES ET INSUFFISANCES DE LA THEORIE PRECEDENTE :

Nous avons admis que les différents alignements de grains, qui sont formés à l'intérieur du massif sous l'influence du champ électrique, pouvaient être considérés comme isolés dans l'espace et indépendants les uns des autres. Cette hypothése simplificatrice ne peut être admise que si les élèments de poudre sont très éloignés les uns des autres, dans une direction perpendiculaire à la direction des files ainsi constituées. Dans le cas où la pression exercée sur la poudre est assez importante, pour que le taux d'occupation volumique des grains soit, par exemple, supérieur à 30%, cette approximation est difficile à justifier.

Nous avons montré expérimentalement que les deux électrodes, qui permettent d'appliquer le champ électrique à la poudre étaient reliées, après cohération,par un ou plusieurs fils conducteurs. Il apparaît évident, que ce ou ces fils peuvent être constitués de fractions d'alignements de grains différents. La théorie précédente n'envisage pas cette possibilité, des claquages ne pouvant se produire entre les élèments de deux files distinctes. Enfin, cette approche théorique ne permet de connaître, que d'une manière qualitative, les lois qui régissent les variations de la tension de seuil moyenne, en fonction de la pression mécanique exercée sur la poudre. Cette dépendance constitue pourtant un des aspec ts les plus caractéristiques du phénomène de cohération, et une théorie plus complète devra en rendre compte, d'une manière plus quantitative. En conséquence, nous nous proposons, dans ce chapitre, d'élaborer une théorie assez générale du processus de claquage dans un milieu hétérogéne , comprenant une phase conductrice et une phase isolante.

Remarquons que l'élaboration d'une théorie complète du claquage des zones isolantes dans un massif de poudre se heurte à de grandes difficultés. D'une part, de nombreux phénomènes interviennent dans ce processus et il n'est pas facile de déceler leur importance respective. L'extension du modèle utilisé précédemment, suivant les trois directions de l'espace, nécessite une mise en équation complexe du circuit électrique équivalent ainsi défini. De plus, les différentes grandeurs physiques prennent des valeurs aléatoires, ce qui oblige à donner à cette théorie une forme statistique.

Enfin, pour obtenir des résultats quantitatifs, nous devons estimer les valeurs prises par quelques paramètres statistiques, dont il est très difficile de connaître la valeur réelle. Il est bien sur toujours possible, de choisir ces paramètres, de façon à décrire une partie ou même la totalité des résultats expérimentaux. Le nombre et la diversité des paramètres, d'une part, la non reproductibilité de certaines déterminations expérimentales, d'autre part, rendent cette façon de procéder un peu aléatoire. Il semble probable que vu la complexité du probléme, la connaissance parfaite (même d'un point de vue statistique) des propriétés du massif, et en conséquence, des caractéristiques exactes du phénomène de cohération, soit difficile à obtenir.

- 94 -

Il ne faut donc attendre de la théorie développée que des renseignements semi-quantitatifs sur les différents phénomènes qui se produisent dans le massif. Nous espérons, cependant, expliquer convenablement les variations expérimentales les plus caractéristiques, notamment l'évolution de la tension de cohération avec la pression.

IV-II THEORIE STATISTIQUE DU CLAQUAGE DANS UN MASSIF DE POUDRE

IV-2-1 Représentation du système

Considérons un massif cubique de poudre métallique de dimensions égales à l'unité (lcm par exemple) et choisissons un sytème d'axes de coordonnées rectangulaires dont les directions coïncident avec celles des arêtes du massif (fig. 36).



fig. 36

Supposons le champ électrique appliqué au moyen de deux électrodes planes conductrices suivant la direction Ox. L'origine des axes est prise sur l'électrode inférieure, que nous prenons également comme origine des potentiels. Soit n_o le nombre de grains rencontrés par unité de longueur, en parcourant l'un des axes de coordonnées.

Pour une étude quantitative du système, il est nécessaire de "répertorier" les n_0^3 grains qui constituent le massif. Dans ce but, il est intéressant de représenter chaque grain de poudre par un centre, placé à un noeud d'un réseau cubique, dont la maille élémentaire a pour dimension $d = \frac{1}{n_0}$. La position de chaque centre peut être repérée dans le système d'axes de coordonnées choisi, au moyen de trois indices i, j, k, tels que :

$$x = \frac{i}{n_o}$$
 $y = \frac{j}{n_o}$ et $z = \frac{k}{n_o}$

Sous l'effet du champ électrique appliqué, chaque centre représentant un grain est porté à un potentiel $U_{i, j, k}$. Les valeurs de ces potentiels $U_{i, j, k}$ constituent les variables aléatoires de la théorie statistique que nous proposons.

En effet, la valeur du potentiel d'un grain varie d'une expérience à l'autre. Si l'on répète une expérience dans les mêmes conditions macroscopiques (pression par exemple), il est bien évident que les conditions physiques, au niveau d'un grain, et donc son potentiel ne restent pas les mêmes.

Par ailleurs, les potentiels des différents centres conducteurs, qui représentent les grains, sont corrélés entre eux. Dès qu'un champ électrique est appliqué, les grains deviennent beaucoup plus proches les uns des autres, dans la direction du champ que dans une direction perpendiculaire (effet de la force d'attraction électrostatique). De même, leur influence électrique respective sera beaucoup plus grande. Les potentiels $U_{i,j,k}$ de deux centres voisins d'une file paralléle à Ox (mêmes indices j,k) seront donc plus fortement corrélés, que ceux de deux centres voisins d'un même plan paralléle à yoz (même indice i).



Le système posséde un plan de symétrie parallèle à yoz, et dont l'abscisse est $x = \frac{1}{2}$ (figure 37). Il n'est donc pas nécessaire de développer cette théorie dans l'ensemble du modèle choisi. On se limite à l'étude de la partie inférieure du système. Elle comprend N_o centres dans la direction Ox, $(N_o = \frac{n_o + 1}{2} \text{ soit } N_o \# \frac{n_o}{2})$ soumis à une différence de potentiel glebaleV, égale à la moitié de la tension appliquée au massif.

Le potentiel $U_{i,j,k}$ d'un grain est dans notre théorie une variable aléatoire, dont la valeur varie d'une expérience à l'autre. Statistiquement, il revient au même, pour calculer la valeur moyenne de $U_{i,j,k}$ de le faire, pour un grain donné, sur un ensemble d'expériences ou pour une expérience donnée, sur un ensemble de grains, placés dans des conditions physiques équivalentes.

En conséquence, la symétrie du modèle nous permet de faire les constatations suivantes :

- le potentiel d'un centre est une variable aléatoire continue dont le moyenne, calculée sur un ensemble de centres appartenant à un même plan, est $\overline{U}_{ijk} = \frac{iV}{N_0}$. Ceci se justifie par le fait que le potentiel d'un centre aurait cette valeur si le milieu était homogène.

- l'écart type S_i de cette variable aléatoire est le même pour tous les élèments d'un même plan dit "horizontal" c'est-à-dire parallèle à yoz. En effet, la valeur de l'écart-type s'obtient à partir d'une moyenne, effectuée sur un ensemble statistique de centres d'indicesidentiques.

- Il n'y a aucune corrélation entre les potentiels de deux centres dont toutes les coordonnées sont différentes. A vrai dire, ceci n'est pas absolument évident, et doit être considéré comme une hypothése simplificatrice de notre théorie.

- le coefficient de corrélation C_H entre les potentiels de deux centres "voisins" d'un même plan horizontal ne dépend pas de l'abscisse x du plan considéré ; il est de la forme :

$$C_{H} = \frac{(\overline{U}_{i,j,k} - \overline{U}_{i,j,k}) (U_{i,j,k} - \overline{U}_{i,j,k})}{\overline{U}_{ijk} \cdot \overline{U}_{ijk}}$$

- 97 -

Le coefficient C_H est donc le même pour tous les élèments du modèle et ne dépend que des conditions physiques du système étudié.

Les hypothéses précédentes découlent de la symètrie du système et sont donc facilement justifiables. Pourtant, elles ne décrivent pas le modèle avec une précision suffisante, pour permettre un développement théorique complet. Il nous faut introduire, pour cela, des hypothéses simplificatrices plus précises.

IV-2-2 Hypothéses simplificatrices

Elles constituent des hypothéses de travail qui sont justifiées à priori, d'une manière qualitative, et à postériori, par la concordance des conséquences de la théorie et des résultats expérimentaux obtenus.

IV-2-2-1 Loi de distribution des U

Le potentiel d'un centre est une variable aléatoire continue d'écart type S_i , qui obéit à la loi de distribution de Laplace-Gauss. En effet, elle résulte de l'addition d'un grand nombre de variables aléatoires (différence de potentiel V_i); le caractére gaussien de cette variable sera d'autant plus affirmé, que le nombre de centres, donc de grains, est important et que le rang i du centre considéré dans la direction Ox est suffisamment grand. Nous étudions des systèmes pour lesquels N_o 100 et dans ce cas, cette hypothése peut être facilement admise.

Nous admettons également que l'écart-type S_i dépend du rang i du centre considéré par une relation simple : $S_i = \sqrt{i}$. S. Cette relation serait parfaitement rigoureuse, si l'on considérait les potentiels des centres comme indépendants entre eux dans un plan horizontal. Le potentiel U_{ijk} d'un centre de rang i résulterait alors de l'addition de i différences de potentiel (d'écart-type S) dans une direction dite "verticale" c'est-à-dire paralléle à Ox. Son écart-type serait égal à $S\sqrt{i}$. Nous admettons en première approximation, la validité de cette relation.

- 98 -

Soit V la différence de potentiel entre deux centres consécutifs suivant une direction verticale (paralléle à Ox).

 $V_{i,j,k} = U_{i,j,k} = U_{i = 1, jk}$

C'est une variable aléatoire continue dont la moyenne est $\frac{V}{N_o}$ et l'écart type S_v .

Le choix de la fonction de distribution de V_{i, j, k} a été effectué en considérant divers éléments :

- la tension $V_{i, j, k}$ est égale à la différence de deux variables aléatoires gaussiennes, qui ont des écarts-types un peu différents et qui sont fortement corrélées.Dans ce cas, on ne peut admettre que la loi de distribution des $V_{i, j, k}$ soit une loi de Gauss.

• Dans le système physique étudié, il apparait peu probable que $V_{i, j, k}$ puisse être négatif. Dans ce cas, le champ électrique entre deux grains serait en sens inverse du champ électrique extérieur appliqué. La loi de distribution doit donc être telle que $V_{i, j, k}$ ne puisse être négatif. Avec une distribution gaussienne, on ne peut y parvenir qu'en imposant des valeurs faibles à l'écart-type. Dans ce cas, la probabilité d'obtenir une tension égale, par exemple, au double de la moyenne est quasi nulle : ceci semble assez peu conforme aux conditions physiques du système étudié.

Nous supposons donc que $V_{i, j, k}$ suit une loi de distribution indépendante de i, qui a la forme d'une gaussienne logarithmique. La variable x = A log B $V_{i, j, k}$ suit une loi normale.

$$p(x) = \frac{1}{\sqrt{2 \pi \sqrt{x}}} e^{-\pi \frac{x^2}{2 \sqrt{x}}}$$

- 99 -



La courbe caractéristique de la distribution de V_{i, j, k} est donnée dans la figure 38. Elle semble satisfaire assez bien aux impératifs cités précédemment et rendre compte d'une manière satisfaisante du système physique étudié.

> Nous admettons également une relation simple entre l'écart type S_v de la distribution des $V_{i, j, k}$ dans le modèle, et l'écart type S de la distri-

bution des V_i dans une file isolée.

$$S_v = \frac{S}{\sqrt{1 + \alpha C_H}}$$

 α est le nombre de centres voisins, dont le potentiel est corrélé avec celui du centre considéré, dans un plan horizontal. Nous avons admis : $\alpha = 4$.

On peut démontrer la validité de cette relation pour les valeurs extrêmes de C_H

$$C_{H} = 0$$
 $S_{v} = S$ Potentiels indépendants
 $C_{H} = 1$ $S_{v} = \frac{S}{\sqrt{1+\alpha}}$ Potentiels corrélés

Nous étendons sa validité aux autres valeurs de C_{H} .

L'écart type S_v est proportionnel à la moyenne $\frac{V}{N_o}$ de la distribution, et il en est de même de S. Nous écrivons cette relation sous la forme : $S = \frac{V}{N_o} \sqrt{V}$

soit:
$$S_v = \sqrt{V} \cdot \frac{V}{N_o} \cdot \frac{1}{\sqrt{1 + \alpha C_H}}$$

Soit V'_i la différence de potentiel entre deux centres consécutifs, placés dans un même plan horizontal.

$$V'_i = U_{i,j,k} = U_{i,j+1,k}$$
 ou encore $V'_i = U_{i,j,k} = U_{i,j,k+1}$

C'est une variable aléatoire continue dont la valeur moyenne est nulle. U_{i,j,k} et U_{i,j+1,k} sont deux variables aléatoires gaussiennes, de même écart-type : $S_i = \sqrt{i}.S_j$ elles sont corrélées, le coefficient de corrélation étant C_H. Nous avons pu démontrer que leur différence peut être une variable aléatoire gaussienne d'écart type S'_i:

$$S'_{i} = S_{i} \sqrt{2(1-C_{H})}$$

 V'_i est donc une variable aléatoire gaussienne de moyenne nulle et d'écart-type S'_i = $\sqrt{\cdot \frac{V}{N_o}} \sqrt{2 i (1 - C_H)}$

Ces différentes hypothéses permettent de préciser le modèle équivalent au massif de poudre, et d'étudier le processus de claquage. Nous envisageons successivement la possibilité de claquage entre centres conducteurs, dans un plan horizontal et dans une direction verticale.

IV-2-3 Claquage dans un plan horizontal

La disposition relative des éléments de poudre au début du processus de claquage, précisée chapitre III, permet de connaitre les conditions de claquage entre centres conducteurs dans le modèle.

IV-2-3-1 Condition de claquage

Les grains sont en contact dans la direction du champ appliqué et nous estimons, comme précédemment, que le potentiel de claquage, entre deux centres voisins dans une direction verticale, est égal à V_0 pour tous les centres du massif. Dans un plan horizontal, les grains sont séparés par une couche d'air plus ou moins importante : nous admettons que le potentiel moyen de claquage entre deux centres voisins (plan horizontal) est égal à kV_0 . La valeur de k dépend de la distance entre les grains, donc de la pression mécanique exercée sur la poudre. Pour l'estimer, nous devons évaluer les variations du champ de claquage dans l'air, en fonction de l'épaisseur de la couche considérée. Cette étude sera faite au paragraphe IV-3-2 de ce chapitre.

Un claquage peut se produire entre deux centres voisins dans un plan horizontal (perpendiculaire à la direction du champ appliqué) par suite des valeurs aléatoires prises par le potentiel de ces centres. Il suffit pour cela que :

 $\left| \begin{array}{c} U_{i,jk} - U_{i,j-1,k} \end{array} \right\rangle k V_{o}$

ou :

$$\begin{vmatrix} U_{i,j,k} - U_{i,j,k-1} \end{vmatrix} \geq k V_{o}$$

$$\begin{vmatrix} V'_{i} \end{vmatrix} \geq k V_{o}$$
(16)

soit :

IV-2-3-2 Probabilité de claquage

La probabilité p'_i pour que la relation (16) soit satisfaite est obtenue à partir de la loi de distribution de $|V'_i|$

$$P'_{i} = 2 \int_{kV_{o}}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{2\pi} s'_{i}} \cdot e^{-\frac{(V'_{i})^{2}}{2(s'_{i})^{2}}} \cdot dV'_{i}$$

On peut poser :
$$y = \frac{V'_i}{S'_i} = \frac{V'_i}{\sqrt[V]{N_o}} \sqrt{2i(1-C_H)}$$

et
$$y_i = \frac{kV_o}{\sqrt{\frac{V}{N_o}\sqrt{2i(1-C_H)}}} = \frac{k\gamma_o}{\sqrt{\frac{2i(1-C_H)}{N_o}}}$$

où $\gamma_0 = \frac{N_0 V_0}{V}$ est une variable liée à la tension appliquée.

On écrit également :

$$y_{No} = Y$$
 et $y_i = Y \sqrt{\frac{N_o}{i}}$ (17)

La probabilité de claquage s'écrit donc au moyen de la relation :

$$p'_{i} = 2 \int_{y_{i}}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-y^{2}/2} dy$$
 (18)

Cette probabilité augmente quand y_i diminue, donc quand la tension V augmente. Elle croît aussi avec le rang i du plan considéré. Un claquage se produisant entre deux centres du modèle, l'espace qui les sépare devient conducteur, et les deux centres sont au même potentiel. De cette façon, n'_i centres pourront être reliés à un centre i, j, k et le nombre total de centres ainsi réunis sera $n_i = n'_i + 1$. Il est donc nécessaire de calculer n_i en fonction de p'_i .

IV-2-3-3 <u>Calcul de</u> n_i

Pour calculer n_i , on part d'un centre (i, j, k) du massif. Ce centre posséde \propto voisins dans un plan horizontal. En moyenne, il y a $\alpha p'_i$ centres réunis. Chacun de ceux-ci a $(\alpha - 1)p'_i$ possibilités, d'être réuni avec un autre centre, soit $\alpha (\alpha - 1) p'_i^2$ nouveaux centres réunis. On peut reprendre le même type de raisonnement et calculer n_i par i téra tions successives :

$$n_{i} = 1 + \alpha p'_{i} + \alpha (\alpha - 1) p'_{i}^{2} + \dots + \alpha (\alpha - 1)^{m-1} p'_{i}^{m}$$
$$n_{i} = 1 + \sum_{m \geq -1}^{\infty} \alpha (\alpha - 1)^{m-1} p'_{i}^{m}$$

On calcule la somme de la série géomètrique :

$$n_{i} = 1 + \frac{\alpha p'_{i}}{1 - (\alpha - 1)p'_{i}} = \frac{1 + p'_{i}}{1 - (\alpha - 1)p'_{i}}$$
(19)

Avec un modèle cubique tridimensionnel :

Le nombre de centres réunis n_i augmente, quand p'_i croît ; n_i est d'autant plusimportant que le rang i du centre considéré est plus élevé.

On pourra calculer la valeur moyenne n des n_i pour l'ensemble des éléments d'une file parallèle à Ox :

$$n = \frac{\sum_{i=1}^{N_{o}} n_{i}}{N_{o}}$$
(20)

IV-2-4 Claquage dans une file verticale

IV-2-4-1 Probabilité de claquage

Nous avons indiqué qu'un claquage peut se produire entre deux centres voisins d'une file parallèle à Ox, si la tension V_{i,j,k} est supérieure à V_o.

$$v_{ijk} \geq v_o$$

soit :

 $\frac{N_{o}V_{ijk}}{V} \gg \gamma_{o}$ ⁽²¹⁾

On sait que la variable V_{ijk} suit une loi de distribution, dont la courbe caractéristique est une gaussienne logarithmique. On définit la variable réduite z :

$$z = b - \frac{N_o V_{ijk}}{V}$$

Sa moyenne est égale à b ; son écart-type est 🗸

$$\overline{\nabla_{\mathbf{z}}} = \frac{\mathbf{b} \cdot \overline{\nabla}}{\sqrt{1 + \alpha C_{\mathrm{H}}}} = \mathbf{b} \ \overline{\nabla_{\mathbf{v}}}$$

La variable $x = a \log z$ suit donc une loi normale réduite :

$$p(x) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{x^2}{2}}$$

D'après les caractéristiques de la gaussienne logarithmique. on peut connaftre la moyenne de l'écart type de z.

$$\overline{z} = b = e^{1/2a^2}$$

$$\log \sqrt{\frac{1}{2a^2}} = \frac{1}{2a^2} + \frac{1}{2} \log(e^{1/a^2} - 1) \quad (22)$$

La probabilité de claquage sera donc donnée par la probabilité p que :

$$z \gg z_o = b \eta_o$$

soit que: $x \nearrow X = a \log b \eta o$ $P = \int_{a \log b \eta}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{x^2/2}{2}} dx = \int_{X}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{x^2/2}{2}} dx$ (23)

Nous remarquons que cette probabilité dépend de la tension V appliquée (par l'intermédiaire de η_0), mais ne dépend pas de l'abscisse x des centres considérés. Elle est la même pour tous les éléments d'une file verticale.

IV-2-4-2 Influence des claquages horizontaux

Dans le cadre d'une théorie globale du claquage dans le massif, nous devons tenir compte de l'influence des claquages dans un plan horizontal, sur la réalisation du même phénomène dans une direction verticale. Il semble raisonnable d'admettre que la probabilité de claquage vertigal est multipliée par le nombre de centres réunis ni, dans un plan horizontal. La probabilité pour qu'un claquage se produise entre un centre de rang i et un centre de rang (i-1) est donc pn; ; ce raisonnement conduit a admettre, que ces deux centres pourront appartenir a deux files différentes.

Nous avons vu précédemment que le nombre n_i croit quand le rang i du centre correspondant augmente, alors que la probabilité p est indépendante de x. Le pourcentage pn de centres de rang i réunis à un centre de rang (i-1) est d'autant plus important, que i est grand et que l'on se rapproche donc de la partie supérieure du modèle (c'est-à-dire de la partie médiane du massif).

Dans une direction verticale, les claquages ne se produiront pas uniquement suivant une file parallèle à Ox. Ils pourront suivre un parcours en "zig-zag" avec passage d'une file à l'autre, par l'intermédiaire des centres réunis dans un plan horizontal. Ce phénomène est d'autant plus important qu'on se rapproche du milieu du massif.

La valeur de la probabilité de claquage vertical, telle que nous l'avons calculée (pn_i) n'est pas tout à fait exacte, car il y a une certaine dépendance entre la valeur de la probabilité p et celle de n_i . En effet, quand deux centres sont réunis dans un plan horizontal, les fluctuations de leur potentiel commun sont moins importantes, et l'écart type de la distribution des potentiels doit donc être réduit. Dans cette première approche théorique, nous ne tiendrons pas compte de cet effet. Nous signalons au paragraphe IV-2-7 un procédé de calcul,qui permet de résoudre ce probléme d'une manière approchée. Il nécessite la résolution d'équations implicites complexes, qui n'est possible qu'en utilisant des calculatrices numériques de grande capacité.

Enfin, pour obtenir la condition de claquage global du massif, nous devons tenir compte de l'existence possible d'un phénomène d'avalanche, dans les claquages successifs des espaces "intercentres" du modèle.
IV-2-5 Phénomène d'avalanche

Le claquage d'un espace "intercentre" d'une file verticale provoque une augmentation de la différence de potentiel, qui existe entre deux centres du massif. Celle-ci peut être suffisante pour entrainer le déclenchement d'un nouveau claquage. Un processus d'avalanche peut ainsi s'instaurer.

IV-2-5-1 Condition d'avalanche

Pour connaitre cette condition, nous devons évaluer, au préalable, le nombre moyen N d'espaces intercentres, entre lesquels se répartit la tension V appliquée au massif, à la suite des claquages déjà intervenus.

$$N = N_0 - M$$

Nous appelons M le nombre moyen de centres réunis par claquage, à un instant donné, à des centres de rang i inférieur, la moyenne étant réalisée, sur l'ensemble des files parallèles à Ox.

$$M = \sum_{i=1}^{N_{o}} p_{i} n_{i}$$

Cette relation sera rigoureuse à condition que : $pn_i \leq 1$ Elle est toujours satisfaite pour le modèle choisi.

Soit: $M = \sum_{i}^{N_{o}} pn_{i} = N_{o} pn$ Appelons m le produit pn : $m = pn = \frac{M}{N_{o}}$

$$N = N_{o} (1-m)$$
(24)

Le nombre m sera donc le pourcentage moyen de centres appartenant à une file parallèle à Ox, et réunis à un centre de rang i inférieur. Il est caractéristique du claquage dans une direction verticale. La probabilité p de claquage et le nombre moyen n de centres réunis dans un plan horizontal dépendent de N, donc de m. Si m subit un accroissement Δ m, il en résulte des variations Δ p pour p et Δ n pour n, soit une variation $\Delta' m = \Delta(pn)$, pour le produit pn. Si $\Delta' m$ est égal à Δm , m et M sont sans cesse croissants. Un processus d'avalanche s'instaure.

La condition d'avalanche est donc :

...

or

$$\Delta^{t}m = \Delta(pn) = \Delta m$$

$$\Delta(pn) = n \frac{\partial p}{\partial m} \Delta m + p \frac{\partial n}{\partial m} \Delta m$$

.

La condition d'avalanche s'écrit alors :

$$n \frac{\partial p}{\partial m} + p \frac{\partial n}{\partial m} = 1$$
 (25)

Il nous faut expliciter cette condition au moyen des expressions de p et de n.

IV-2-5-2 Calcul des termes intervenant dans la condition d'avalanche
Calcul de
$$\frac{J_p}{J_m}$$
:
 $p = \int_{-X}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-x^2/2} dx$

Avec X = a log by
$$\eta$$
.
 $\eta = \frac{NV_o}{V} = \frac{N_o V_o}{V} (1 \text{ m}) = \eta_o (1 \text{ m})$
Soit $\frac{\partial p}{\partial m} = \frac{\partial p}{\partial X} \times \frac{\partial X}{\partial m}$

$$\frac{\partial p}{\partial X} = -\frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-X^2/2} d'a près l'expression de p.$$

$$\frac{\partial x}{\partial m} = \frac{a}{\eta} \cdot \frac{\partial \eta}{\partial m} = -\frac{10}{\eta} = \frac{a}{1 \cdot m}$$
$$\frac{\partial p}{\partial m} = +\frac{a}{1 \cdot m} \cdot \frac{e^{-X^2/2}}{2\pi}$$
(26)

- 108 -

 $\frac{\text{Calculons } \frac{\partial n}{\partial m}}{\text{On sait que } n = \frac{1}{\frac{1}{N}} \frac{1}{N}}{N} \text{ ou } n_{i} = \frac{1 + p'_{i}}{1 - 3 p_{i}}$ $\text{avec } p'_{i} = 2 \int_{y_{i}}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{2 \pi}} e^{-y^{2}/2} dy$ $y_{i} = Y \sqrt{\frac{N}{i}} = Y \sqrt{\frac{N_{o}(1-m)}{i}}$ $Y = \frac{k \eta}{\sqrt{\sqrt{2N(1-C_{H})}}} = \frac{k \eta_{o} \sqrt{1-m}}{\sqrt{\sqrt{2 N_{o}(1-C_{H})}}}$ Nous admettons que $\frac{\partial n}{\partial m} = \frac{\partial n}{\partial Y} \cdot \frac{\partial Y}{\partial m}$

Ceci revient à écrire que :

$$\frac{\sum_{i=1}^{N_{o}(1-m)} n_{i}}{N_{o}(1-m)} \# \frac{\sum_{i=1}^{N_{o}(1-m-\Delta m)} n_{i}}{N_{o}(1-m-\Delta m)}$$

On admet donc que la variation de n, qui résulte de la variation de l'intervalle sur lequel on réalise la moyenne, est négligeable par rapport à celle, qui résulte de la variation des n_i . Ceci est tout à fait justifié, à condition que N_o (1-m) soit assez grand.

Nous calculons $\frac{\partial}{\partial m} = \frac{Y}{2 (1-m)}$ au moyen de la formule précédente. $\frac{\partial Y}{\partial m} = -\frac{Y}{2 (1-m)}$ $\frac{\partial n}{\partial m} = -\frac{Y}{2 (1-m)} \cdot \frac{\partial n}{\partial Y}$ (27)

Soit

IV=2=5-3 Expression de la condition globale de claquage

Nous écrivons la condition 25 en utilisant les relations 26

et 27.

$$n \frac{\partial p}{\partial m} + p \frac{\partial n}{\partial m} = 1$$

n.
$$\frac{a \cdot e}{\sqrt{2 \cdot 1} (1-m)}$$
 + p. $\frac{Y}{2(1-m)}$. $\frac{\partial n}{\partial m} = 1$

Nous utilisons les expressions de p et de m = pn, pour obtenir la condition globale de claquage :

$$\frac{a \cdot e}{\int_{X}^{\infty} e^{-x^{2}/2} dx} = \frac{Y}{2n} \cdot \frac{\partial n}{\partial m} = \frac{1 - m}{m}$$
(28)

 $n \int_{X}^{\infty} \frac{1}{\sqrt{2\pi}} e^{-x^2/2} dx = m$

Nous définissons deux fonctions ;2,

$$A(X) = \frac{e^{-X/2}}{\int_{X}^{\infty} e^{-x^2/2} dx}$$

$$B(Y) = -\frac{Y}{2n} \cdot \frac{\partial n}{\partial m}$$
(29)
(30)

A(X) est une fonction universelle. B(Y) ne dépend que d'un seul paramètre physique : le nombre de centres N₀. Les relations (28) deviennent :

a.
$$A(X) + B(Y) = \frac{1 - m}{m}$$

n (Y). p (X) = m (31)

Les relations 31 constituent la condition globale de claquage dans le modèle défini précédemment. A toute valeur de m, il y a un couple de valeurs de X et Y qui satisfont aux deux équations précédentes.

Nous pouvons décrire maintenant le processus qui doit être utilisé pour obtenir les valeurs de la tension de claquage V, à partir des résultats déduits des deux équations précédentes.

IV-2-6 Exploitation des résultats théoriques

Nous désirons connaître les variations de la tension de claquage global V, en fonction de la variable k du modèle choisi, qui traduit l'influence de la pression appliquée au massif de poudre. Pour cela, il suffit de calculer $\eta_o = \frac{N_o V_o}{V}$ en fonction de k.

Au préalable, nous fixons les grandeurs moyennes caractéristiques du massif : ce sont les paramètres d'entrée du calcul, dont nous donnons le schéma général (figure 39).

IV-2-6-1 Paramètres d'entrée

Ces paramètres d'entrée sont au nombre de 3 :

 $-N_0$ est égal à la moitié du nombre n_0 de grains, donc de centres, par unité de longueur. Nous avons en particulier étudié les cas où N_0 = 500 et 100.

- "a" est un paramètre, qui est lié (relation 22) aux caractéristiques des distributions utilisées, pour décrire les valeurs prises par les différents potentiels à l'intérieur du massif.

- $C_{\rm H}$ est le coefficient de corrélation dans un plan horizontal. La connaissance de "a" et $C_{\rm H}$ nous permet de calculer \sqrt{z} , \sqrt{v} , \sqrt{v} et β (relations 22, 32, 33).

A partir de ces trois paramètrés, nous allons calculer la variation de V en fonction de k.





IV-2-6-2 Plan général du calcul : figure 39

IV-2-6-2-1 Calculs préliminaires

On calcule $\sqrt[n]{z}$ et b au moyen des relations (22)

$$b = e^{1/2 a^{2}}$$

$$\log \sqrt{\frac{1}{2}} = \frac{1}{2a^{2}} + \frac{1}{2} \log \left(e^{1/a^{2}} - 1 \right)$$

On en déduit :

$$\overline{\sqrt{v}} = \frac{\sqrt{z}}{b}$$

$$\overline{\sqrt{v}} = \sqrt{\sqrt{v}} \sqrt{1 + 4C_{H}}$$
(32)

On calcule :

et

$$\beta = \frac{k \eta_o \sqrt{1-m}}{Y} = \sqrt[4]{\sqrt{2} N_o (1-C_H)}$$
(33)

On calcule les fonctions universelles p(X) et A(X). Pour la valeur de N_o choisie, on peut connaître les deux fonctions n(Y) et B(Y). Ce calcul doit être réalisé sur calculatrice numérique.

Pour toute valeur de m, on cherche les valeurs de X et Y qui sont solutions des équations (31).

$$a A(X) + B(Y) = \frac{1 - m}{m}$$

$$n(Y) \cdot p(X) = m$$

$$IV-2-6-4 \underline{Calcul \ de \ V = f(k)}$$
On tire γ_0 des valeurs de X et de m
$$\gamma_0 = \frac{1}{b \ (1-m)} e^{X/a}$$
(34)

On déduit k η_0 des valeurs de Y et m :

$$k \eta_{o} = Y. \frac{\beta}{\sqrt{1-m}}$$
(35)

Le rapport $\frac{k.\eta_o}{\eta_o}$ donne k. On obtient donc $\eta_o = \frac{N_o V_o}{V}$ fonction de k.

On peut ainsi obtenir la tension de claquage V et le pourcentage d'espaces intercentres claqués m en fonction de k.

$$V = f(k) \qquad \text{et } m = g(k)$$

IV-2-7 Validité de cette théorie

Nous ne pouvons prétendre, grâce à cette théorie, décrire d'une manière rigoureuse le processus de claquage des espaces isolants, dans un massif de poudre métallique. Cette interprétation repose, en effet, sur un certain nombre d'hypothéses simplificatrices, dont certaines n'ont pu être justifiées que d'une manière qualitative. De plus, nous avons dû faire plusieurs approximations dans le développement de la théorie, et il semble nécessaire de connaître leur importance respective.

D'une part, la condition de claquage par avalanche, que nous avons obtenue, est une <u>condition moyenne</u>. Elle s'exprime en fonction du nombre m, qui est le pourcentage moyen de centres réunis à un centre de rang i inférieur, la moyenne étant réalisée sur l'ensemble des files parallèles à Ox.

$$m = \frac{\int_{1}^{2N_o} \sum_{k=1}^{2N_o} m_{jk}}{4 N_o^2}$$

- 114 -

Il semble donc que cette condition soit trop stricte, et que la tension de claquage réelle puisse être inférieure à celle que nous avons calculée. On peut penser que le processus d'avalanche se produit des que, dans une file, le nombre m_{jk} satisfait aux conditions (31), même si ce nombre est très différent de sa valeur moyenne m. En fait, il semble certain que dans un tel cas "extrême", l'influence des files voisines puissent freiner et même empêcher le développement d'un tel processus. Remarquons, en outre, que les m_{jk} doivent prendre des valeurs très peu distribuées : l'écart-type de leur distribution est proportionnel à $\frac{1}{\sqrt{N_o}}$ et devient très faible pour les valeurs de N_o choisies. Cette approximation ne doit donc pas entrainer une erreur importante, dans la détermination de la tension de claquage global.

Dans le développement de cette théorie, nous avons dû faire une autre approximation, difficile à éviter. Nous avons admis en effet, que la probabilité de claquage vertical p ne dépendait pas du nombre n_i de centres réunis dans un plan horizontal. Or, quand deux centres sont réunis, les fluctuations de leur potentiel doivent être moins importantes. Les écarts-types des distributions de potentiel doivent être réduits, dans un certain rapport ; pour un centre de rang i réuni à n_i voisins, ce rapport est équivalent à $\frac{1}{\sqrt{n_i}}$. Une théorie plus rigoureuse doit tenir compte de cet effet, mais, dans ce cas, il semble impossible de calculer la condition d'avalanche dans le modèle, les probabilités de claquage vertical et horizontal dépendant toutes les deux de i et n_i.

Nous avons essayé cependant de limiter notre approximation, et de proposer une théorie un peu plus rigoureuse. Dans celle-ci, nous admettons que l'écart-type de la distribution des potentiels est réduit dans un rapport égal à $\frac{1}{\sqrt{n}}$.

Dans ce cas :

$$X = a \log b \eta \sqrt{n}$$

$$\overline{\sqrt{\mathbf{v}}} = \frac{\sqrt{\sqrt{\mathbf{z}}}}{\sqrt{\mathbf{b}}\sqrt{\mathbf{n}}} \sqrt{1 + 4 C_{H}}$$
$$\mathbf{Y} = \frac{\mathbf{k} \, \eta \, \sqrt{\mathbf{n}} \, \mathbf{b}}{\sqrt{\mathbf{z}} \, \sqrt{2N (1 + 4C_{H}) (1 - C_{H})}}$$

La probabilité p ne dépend pas de i, mais uniquement de n.

Cette théorie approchée conduit à une condition d'avalanche (36), qui s'exprime au moyen des mêmes fonctions que les conditions (31) mais dont la forme est plus complexe.

$$\frac{a A(X) + B(Y) + a/2 A(X).B(Y)}{1 + B(Y)} = \frac{1 - m}{m}$$
(36)
n(Y), p(X) = m

La résolution de ces équations implicites est très difficile, et nécessite l'emploi de calculateurs numériques de grande capacité. Nous avons pu réaliser des calculs très partiels et comparer les résultats obtenus à ceux que nous avons déduits des conditions (31). Si l'amplitude des variations de la tension de claquage V en fonction de k semble moins importante, le sens des variations est le même.

Il ne semble pas nécessaire de développer, dans le cadre de ce travail, des calculs aussi complexes : en effet, cette théorie contient des approximations comparables à celles, que nous avons introduites dans la théorie initiale, qui, par ailleurs, conduit à des relations plus simples et plus faciles à exploiter. Nous nous bornerons donc, dans la suite de cette étude, à utiliser la méthode de calcul décrite précedemment tout en reconnaissant ses limites. Elle nous permettra de calculer les variations de la tension de claquage V en fonction de k, pour différentes valeurs des paramètres de distribution et de les comparer aux résultats expérimentaux obtenus.

IV-3 APPLICATION DE LA THEORIE

Nous nous proposons de rendre compte des variations de la tension de cohération, que nous avons observéesexpérimentalement, en fonction de la pression mécanique exercée sur la poudre. Cette théorie nous permet de connaître la tension de claquage V dans un massif de poudre, en fonction du paramètre de claquage horizontal k, pour une valeur des paramètres de distribution "a" et C_H. Nous allons tout d'abord réaliser ce calcul et en donner les principaux résultats.

IV-3-1 Calcul de V = f(k)

Les fonctions A(X), p(X), B(Y) et n(Y) ont été obtenues au moyen d'une calculatrice numérique.

Pour plusieurs valeurs du paramètre de distribution "a", nous avons cherché les solutions des équations implicites (31). Ce calcul n'a pu être réalisé sur calculatrice, car il nécessite l'utilisation de méthodes d'analyse numérique très complexes : la convergence des méthodes de résolution ne peut être assurée pour toutes les valeurs des variables. Nous avons du résoudre manuellement ces équations, en procédant par approximations successives.

Nous avons choisi les valeurs du paramètre "a" afin d'obtenir un bon ordre de grandeur de l'écart-type $\sqrt{5}$. Nous donnons dans le tableau 6 les valeurs des paramètres de distribution $\sqrt{5}_v$ et $\sqrt{5}$, correspondants aux différentes valeurs de "a" choisies.

¥

Ce travail a été effectué par des membres de l'Institut de Calcul Numérique de la Faculté des Sciences de LILLE, au Centre de Calcul IBM, Place Vendôme, à Paris. Nous les remercions vivement de leur précieuse collaboration.

"a"	2	1,6	1,3	1	0,8	0,7	0,6
$\overline{v}_{\mathbf{v}}$	0,53	0,70	0,90	1,31	1,98	2,59V	3,88
5	0,71	0,93	1,2	1,71	2,66	3,47	5,2

r	a	ъ	1	e	a	u	6
					-		

Dans ces calculs, le coefficient de corrélation $C_H^{}$ a été pris, à titre d'exemple, égal à 0,2, ce qui correspond à une corrélation assez faible. Ce paramètre intervient dans l'expression du coefficient β par la relation suivante :

$$\beta = \sqrt[6]{\sqrt{2 N_0 (1 - C_H)}} = \sqrt[6]{\sqrt{2 N_0 (1 + 4C_H) (1 - C_H)}}$$

Il est certain que ce coefficient de corrélation doit varier avec la pression exercée sur le massif, donc avec la valeur de k, mais ses variations n'affectent pas les résultats définitifs d'une manière importante : l'expression de β en fonction de C_H le montre bien.

Pour chaque valeur du paramètre "a", nous avons donc calculé X en fonction de Y pour différentes valeurs de m. Nous en avons déduit $\eta_o = \frac{N_o V_o}{V}$ en fonction de k.

Nous représentons (figure 40) les variations de la tension de claquage V en fonction de k, pour différentes valeurs de l'écart-type \int . Ces courbes présentent la même allure générale. Si k décroit de l 000 à quelques unités, la tension de claquage reste constante puis décroît ensuite d'une manière très sensible. Cette décroissance est d'autant plus forte, et se produit pour des valeurs de k d'autant plus grandes, que l'écart-type

 $\sqrt{}$ est important. La tension V varie ainsi en fonction de k, dans un rapport qui est égal à 3 pour $\sqrt{}$ = 1,2 et peut atteindre 20 pour $\sqrt{}$ = 3,47.





Ces résultats montrent que les claquages "horizontaux" facilitent bien la réalisation du claquage dans une direction verticale et tendent à diminuer la valeur de la tension de claquage global. Cet effet est d'autant plus important que les potentiels sont plus distribués (y plus grands).

De plus, la diminution de la tension de claquage, pour une décroissance de la valeur de k, se trouve confirmée par nos résultats expérimentaux (II-1-4). En effet, il semble évident que k diminue, lorsque

- 119 -

la pression exercée sur le massif de poudre augmente et que, par conséquent, la distance séparant deux grains voisins dans un plan horizontal devient plus petite. La dépendance de k et de la pression appliquée est précisée dans la suite de l'étude.

<u>Remarques</u> : 1 - <u>Variation de m en fonction de $\sqrt{}$ </u> : figure 41

L'étude précédente nous permet de connaître les variations du pourcentage moyen m d'intercentres verticaux claqués, avant le déclen chement de l'avalanche, en fonction de l'écart-type \Im ; ce calcul est effectué pour k tendant vers l'infini (aucun claquage horizontal). Ce pourcentage augmente considérablement avec \Im ; le phénomène d'avalanche se produit d'autant plus "tard", que les potentiels sont plus distribués, ce qui semble physiquement assez cohérent.



- 120, -

2 - Variation de la tension de claquage avec le nombre

de grains No

Nous avons représenté (figure 42), les variations du facteur $\frac{1}{\gamma_{0}} = \frac{V}{N_{0}V_{0}}$ en fonction de k, pour deux valeurs de N₀ (N₀ = 100 et 500). Ces deux courbes présentent le même type d'évolution, mais les variations de se produisent pas pour les mêmes valeurs de k. Pour une valeur donnée de k, le facteur $1/\gamma_{0}$ (proportionnel au champ électrique de claquage) décroit en fonction de N₀. Ce résultat semble en accord avec les résultats expérimentaux, que nous avons obtenus (II-1-4).



fig. 42

- 121 -

- 3 <u>Comparaison avec les résultats déduits de la théorie</u> <u>des files (Chapitre III)</u>

Nous pouvons comparer certains résultats de ce calcul, à divers aspects de la théorie des files de grains indépendantes. Celleci montre que la tension de claquage doit décroître, si la distribution des capacités intergrains devient plus étroite (III-4-4). Or, d'après la figure 40, la tension de claquage diminue, quand le paramètre de distribution $\sqrt{5}$ décroît, pour des valeurs de k très grandes (files indépendantes). Les deux théories semblent bien en accord, quant aux variations de la tension de claquage avec les caractéristiques des distributions statistiques envisagées.

Par contre, on constate une nette différence entre les valeurs obtenues, pour la tension de claquage, dans les deux théories ; les valeurs déduites de la théorie du massif sont bien supérieures à celles que nous avions calculées dans la théorie des files (III-4-4). Ceci résulte de la condition d'avalanche, que nous avons imposée : c'est en effet une <u>condition moyenne</u>, plus difficile à satisfaire qu'une condition relative à une file, prise individuellement.

La théorie précédente donne les variations de la tension de claquage V, en fonction du paramètre de claquage horizontal k. Il faut relier maintenant la valeur de k à la pression appliquée au massif, afin de préciser son influence sur la valeur de la tension de claquage V.

IV-3-2 Relation entre le paramètre k et la pression

Le paramètre k est défini comme le rapport des tensions de claquage, entre deux centres voisins du modèle, dans une direction horizontale et dans une direction verticale. Nous admettons que la tension de claquage vertical entre centres voisins est constante et égale à V_{0} ;

- 122 -

les grains sont en contact, dans cette direction par l'intermédiaire de leurs couches d'oxyde superficielles. Dans une direction horizontale, les grains sont séparés par une couche d'air dont l'épaisseur d varie fortement avec la pression appliquée au massif. Cette couche d'air entraîne une modification de la tension de claquage que nous devons apprécier.

IV-3-2-1 Relation entre k et l'épaisseur de la couche d'air :

Les parties métalliques de deux grains de poudre voisins, dans un plan horizontal, sont séparées par une couche d'air d'épaisseur d et par leur couche superficielle isolante d'épaisseur e.





On peut proposer un modèle simplifié du systéme précédent (figure 43), pour connaitre la répartition des potentiels entre les différentes couches isolantes.

Les couches d'air et d'oxyde superficiel présentent des résistivités électriques très grandes ; on peut donc calculer les diffé-

rences de potentiel, auxquelles elles sont soumises, en appliquant les lois de l'électrostatique, à condition que l'expérience se déroule en un temps limité (inférieur à plusieurs minutes par exemple).

Une couche superficielle isolante est soumise à une tension V_d et la couche d'air à une tension V_a telle que :

$$V_{d} = V \frac{1/d}{1/d + \ell/e} = V \frac{e}{e + \ell d}$$

 $V_a = V - \frac{\xi/e}{1/d + \xi/e} = V - \frac{\xi d}{e + \xi d}$

- 123 -

pour une tension V appliquée à l'ensemble.

$$\frac{V_a}{V_d} = \frac{\xi d}{e}$$

La permittivité ξ de l'alumine naturelle est de l'ordre de 12. La couche d'air sera donc soumise à la plus grande partie de la différence de potentiel, si d λ e , ce qui est généralement le cas.

Nous connaissons le potentiel de claquage V_0 de la couche superficielle isolante, qui recouvre les grains. Pour établir le processus de claquage de l'ensemble du système, nous devons connaître la valeur du champ disrupteur dans une couche mince d'air, comprise entre deux surfaces isolantes. Des études expérimentales (31) ont montré que, dans ce cas, le champ disrupteur est égal à celui d'une couche d'air, comprise entre deux surfaces métalliques conductrices. Il suffit donc de connaître l'évolution du potentiel disrupteur, en fonction de l'épaisseur de la couche, dans ce dernier cas.

On admet généralement que le claquage d'une couche de gaz est dû à un phénomène d'ionisation, suivi d'un processus d'avalanche. Les électrons émis par l'électrode négative (effet Schottky ou effet tunnel) sont suffisamment accélérés pour provoquer des ionisations à l'intérieur du gaz, et une multiplication des porteurs de charges. Les ions qui parviennent à l'électrode négative y provoquent un abaissement du potentiel d'extraction, et l'émission de nouveaux électrons (46).

Une condition de claquage a été proposée par Towsend :

 χ . e $\propto d$ = 1

∝ est le coefficient d'ionisation par unité de longueur.

 γ est la probabilité d'existence du second mécanisme (ordre de 10⁻¹ à 10⁻³).

Pour un gaz à pression normale, \ll est une fonction croissante, du champ électrique E appliqué : $\ll = Ae^{-B/E}$. Si le coefficient χ est indépendant de E, le champ disrupteur doit croître très rapidement, si l'épaisseur de la couche diminue. Il semble, en fait, que cette relation ne soit pas valable quand l'épaisseur d est très faible (ordre du mi cron).

De nombreuses études expérimentales ont été réalisées, notamment par Germer et Kisliuk, pour connaître l'évolution du champ disrupteur en fonction de l'épaisseur d de couches d'air très minces (25, 27, 45, 26, 28). Germer a réalisé cette étude (28) pour des valeurs de d comprises entre 0,25 et 5 μ . Il a constaté que le potentiel disrupteur reste constant de l à 5 μ : le champ électrique augmente donc linéairement et il est sensiblement égal à 3,5 MV/cm pour d = 1 μ . Pour des épaisseurs plus faibles, le potentiel diminue et le champ électrique disrupteur tend vers 6,5 MV/cm. Cette évolution peut être interprétée par une augmentation du coefficient γ avec le champ électrique appliqué ; elle est d'autant plus importante que l'épaisseur de la couche d'air est faible (46).

A partir des résultats obtenus par Germer, nous avons calculé le potentiel de claquage de la couche d'air séparant les grains, pour des distances d variant entre 100A° et 5 μ . Nous en avons déduit la valeur de la différence de potentiel V entre deux grains, nécessaire pour qu'un tel phénomène se produise, et enfin, la valeur de la tension V_d correspondante. Celle-ci est toujours inférieure à V_o. Le claquage se produit donc tout d'abord dans la couche d'air ; toute la tension est alors appliquée à la couche superficielle isolante qui "claque" à son tour. Nous avons pu ainsi calculer les variations du paramètre k, avec l'épaisseur de la couche d'air séparant deux grains (figure 44).



fig. 44

Nous devons remarquer que ce calcul repose sur un modèle très simplifié (fig. 43), assez éloigné de la réalité physique. Deux grains voisins ne peuvent être assimilés aux deux armatures d'un condensateur plan, et on ne peut négliger, en toute rigueur, l'effet de la forme irrégulière des grains ; cet effet peut contri buer à augmenter le champ électrique (effet de pointe) et à diminuer localement la distance d. Le claquage diélectrique de l'air en est certainement facilité et la valeur de k doit être inférieure à la valeur calculée précédemment. Aussi, nous pourrons la considérer comme une valeur limite, pour la suite de cette étude. Pour connaître les relations entre le paramètre k et la pression exercée sur le massif, nous devons évaluer l'influence de cette pression sur la valeur de la distance d.

IV-3-2-2 Variation de d avec la pression

L'évaluation de l'épaisseur d de la couche d'air séparant deux grains voisins dans un plan horizontal est très difficile à réaliser et ne peut être que très approximative. Elle repose, en effet, sur des mesures expérimentales, qui sont réalisées sur l'ensemble du massif et ne permettent d'apprécier que la valeur <u>moyenne</u> de d. De plus, cette valeur sera connue à une constante près, et nous devons apprécier l'ordre de grandeur de cette constante, d'une manière semi-qualitative, et la fixer assez arbitrairement. Pourtant, le sens et l'importance des variations de la valeur réelle de d avec la pression doit être conforme à ceux que nous pouvons évaluer.

Deux études expérimentales peuvent donner des renseignements sur l'évolution de d avec la pression. Les variations de la permittivité de la poudre et du taux d'occupation volumétrique δ des grains, en fonction de la pression. Le paramètre δ est le rapport entre le volume de l'aluminium v_g et le volume total occupé par la poudre v_t. Nous avons mesuré ses variations, pour des pressions comprises entre I et 180kg/cm^2 . De la valeur de δ , on peut déduire le rapport ∞ entre le volume occupé par l'air v_a et le volume occupé par l'aluminium :

- 127 -



fig. 45

Nous représentons (fig. 45), les variations de χ avec la pression appliquée p ; on constate que χ décroît constamment avec la pression, puis tend vers une limite. Cette limite correspond à un taux d'occupation volumètrique de 0,57, que nous n'avons pu dépasser, même en appliquant des pressions supérieures à 200kg/cm². On peut admettre que, dans ce cas, le contact entre les élèments de poudre est réalisé dans toutes les directions et que le massif a les caractéristiques d'un solide quasi incompressible. Si les grains étaient sphériques, le taux volumétrique maximum serait de 0,74 ; on peut expliquer la différence constatée par la très grande irrégularité de forme des grains.

Soit v'_a , la limite inférieure du volume occupé par l'air, à l'intéri eur du massif de poudre. Le volume compris entre les files verticales de grains est égal à $v_a - v'_a$. On peut admettre que ce volume est proportionnel au carré de l'épaisseur d de la couche d'air séparant deux grains dans un plan horizontal :

$$d = C \quad \sqrt{v_a - v'_a}$$
$$d = D \quad \sqrt{\chi - \chi'} \text{ avec } \chi' = \frac{v'_a}{v_a} = 0,74$$

ou

En utilisant cette relation, on peut connaitre la variation de la distance moyenne d avec la pression appliquée au massif (figure 46).



On peut penser obtenir, également cette loi de variation, à partir de l'évolution de la permittivité de la poudre, en fonction de la pression (figure 21). En fait, il semble que cette étude ne puisse que confirmer les résultats obtenus précédemment, sans apporter d'indications nouvelles. En effet, plusieurs auteurs (44, 53, 54, 71) ont mesuré la permittivité complexe de diélectriques artificiels constitués de poudres métalliques. Les résultats obtenus montrent que la permittivité croît très rapidement avec le taux d'occupation volumètrique \mathcal{J} , les lois de croissance n'ont pu être établies que d'une manière empirique, et dépendent fortement des dimensions et de la forme des élèments de poudre. L'importance et le sens des variations, que nous avons observées, semblent d'ailleurs en bon accord avec les résultats obtenus par ces auteurs.

L'épaisseur moyenne d de la couche d'air entre grains, n'est donc connue qu'à une constante près, dont il semble difficile d'apprécier la valeur exacte. Nous pouvons cependant, à titre d'exemple, donner une valeur arbitraire, mais physiquement admissible, à cette constante et étudier la variation de la tension de claquage en fonction de la pression, dans ce cas particulier.

IV-3-3 Variation de V avec la pression

Afin d'illustrer les calculs théoriques précédents, nous avons choisi, à titre d'exemple, une valeur égale à $0,2 \mu$ pour la constante D. En considérant l'ordre de grandeur de l'épaisseur des grains de poudre, cette valeur peut être assez facilement admise.

Nous avons pu ainsi tracer une courbe, donnant une variation possible de la tension de claquage V en fonction de la pression appliquée au massif, à partir des courbes précédentes : V = f(k), k = f'(p), pour une valeur du paramètre de distribution $\sqrt{1}$ (figure 47). On peut constater, sur cette courbe, une diminution importante et rapide de la tension V en fonction de la pression, pour des pressions supérieures à $3kg/cm^2$.

- 130 -

Nous avons reporté sur le même graphique, à titre d'exemple, une courbe déduite des résultats expérimentaux obtenus (II-1-4) pour 30mg d'aluminium, en utilisant une valeur égale à 20V, pour le paramètre $N_0 V_0$.





Le sens des variations obtenues est conforme à celui que nous avions observé expérimentalement. Par contre, il est bien naturel que la courbe théorique ne présente pas rigoureusement la même forme que les courbes expérimentales, étant donné l'introduction de paramètres quasi arbitraires dans le calcul (constante D et paramètre $\sqrt{}$). Nous pouvons cependant expliquer qualitativement les différences constatées dans l'allure des courbes théoriques et expérimentales. D'une part, pour les faibles pressions, on peut penser que le nombre N_o de grains, dans une direction verticale, doit diminuer avec la pression ; les variations de la tension de claquage avec la pression seront alors beaucoup plus importantes, que celles que nous avons calculées. Pour les fortes pressions, on peut facilement admettre que le choc mécanique ne provoque qu'un retour partiel à l'état initial, et qu'un certain nombre de couches restent claquées. La tension de claquage global pourra être inférieure à celle que nous avons calculée. Ces deux élèments nous permettent de rendre mieux compte des résultats expérimentaux.

Conclusion:

Cette théorie nous a permis d'évaluer d'une manière semiquantitative les variations de la tension de claquage avec la pression exercée sur le massif de poudre. L'introduction de paramètres, d'ailleurs non parfaitement constants, dont il est difficile d'apprécier la valeur exacte ne permet de rendre compte, que d'une manière approchée, des résultats expérimentaux obtenus. Pourtant, l'élaboration de cette théorie est utile, pour la compréhension des phénomènes qui se produisent dans le massif de poudre au moment de la cohération. En effet, la complexité des phénomènes et le nombre de paramètres à considérer rendent pratiquement impossible toute interprétation uniquement qualitative des résultats expérimentaux. Enfin, une interprétation compléte doit obligatoirement être envisagée sur une base purement statistique.

Afin d'expliquer plus complétement l'ensemble du phénomène de cohération, il nous semble important d'étudier l'état du massif de poudre après cohération. Ceci nous permettra de décrire les différents phénomènes qui succédent au claquage des zones isolantes, et qui permettent d'établir des liaisons faiblement résistives entre les grains.

- 132 -

CHAPITRE V

ETUDE DES LIAISONS EXISTANT ENTRE LES GRAINS DE POUDRE DANS UN MASSIF COHERE.

Nous avons étudié, dans les chapitres III et IV, le processus de claquage des zones isolantes à l'intérdieur d'un massif de poudre. Ce processus entraîne une diminution instantanée, mais non permanente, de la résistance électrique, présentée par l'espace isolant qui sépare deux grains voisins. Un autre phénomène doit se produire pour réaliser la permanence de cette diminution : une liaison de faible résistance électrique doit s'établir entre les grains de poudre. Les études expérimentales, que nous avons effectuées, ont montré l'existence, dans un massif cohéré, de deux états distincts correspondant à des liaisons de nature différente.

V-1 EXISTENCE DE DEUX TYPES DE LIAISON : (89)

Nos études expérimentales (II-5-1) ont permis de mettre en évidence deux "états de cohération", qui se distinguent :

- par la valeur des conductances obtenues,
- par la variation de ces conductances en fonction du champ continu appliqué
- par leur relative instabilité

L'état facilement observable, que nous appelons "forte cohération", est caractérisé par une bonne stabilité et une conductivité électrique élevée. Les conductances obtenues pour un massif de poudre cohérée, dont l'épaisseur est voisine de 5mm, sont de l'ordre du mu; et peuvent atteindre plusieurs dizaines de mu. Cette conductance diminue en fonction du champ électrique appliqué (figure 17) et cette décroissance peut atteindre 10% pour un champ de 5V/cm. Cette caractéristique montre l'existence, entre les grains du massif, de liaisons de nature métallique, dont la conductivité électrique décroit avec le courant qui les traverse.

Le second état du massif, que nous appelons "faible cohération" est caractérisé par une conductivité électrique plus faible ; cet état est beaucoup plus difficile à obtenir que le précédent. La source continue ou alternative, qui fournit la tension nécessaire à la cohération, doit avoir, dans ce cas, une très forte impédance interne (ordre de $10^7\Omega$). On peut également obtenir cet état en procédant à une décohération partielle, le massif restant soumis à un faible champ électrique.

Dans cet état, le massif présente des conductances électriques inférieures à quelques centaines de μv , pour des dimensions identiques aux précédentes. Cette conductance augmente de façon quasi linéaire avec le champ continu appliqué : la variation peut atteindre 40% pour un champ de 24V/cm (figure 18). Cette évolution est comparable à celle de la conductance d'une couche isolante très mince (e $\sqrt{30A^\circ}$), à travers laquelle le courant passe par effet tunnel. On peut interpréter cette variation par l'existence de telles couches entre les élèments de poudre.

Nous nous proposons d'étudier ces deux types de liaison, de justifier plus rigoureusement leur existence et de préciser leurs caractéristiques à partir de nos résultats expérimentaux et des données publiées par d'autres auteurs.

- 134 -

V-2 ETUDE DES LIAISONS "METALLIQUES" ENTRE GRAINS DE POUDRE :

V-2-1 Existence de ces liaisons

Les variations de la résistance électrique du massif en fonction du champ conti nu appliqué (figure 17) permettent de montrer, seulement de manière qualitative, l'existence de liaisons de type "métallique". Il faut prouver cette existence de façon plus rigoureuse. Or, la conductivité électrique d'un élèment métallique dépend linéairement de sa température, donc de la puissance électrique dissipée, à condition que l'équilibre thermique soit atteint et que les variations restent faibles. Nous devons montrer que la conductance, présentée par la poudre cohérée, diminue linéairement en fonction de la puissance électrique appliquée, pour la gamme de puissance la plus large possible.

Dans ce but, nous avons utilisé une méthode de mesure des variations de conductances, décrite au paragraphe II-3-4-5, qui est extrêmement sensible ; elle consiste à étudier les variations du champ électromagnétique H.F. (f = 1, 5GHz), qui se propage dans une ligne de transmission remplie de poudre "cohéré", en fonction d'un champ basse fréquence appliqué. Nous avons établi (paragraphe III-1-3) une relation entre la variation ΔG de la conductance G, présentée par la poudre, et la variation $\frac{\Delta |S_b|}{|S_b|}$ du signal recueilli sur un élément détecteur, dans la ligne de transmission $\frac{\Delta |S_b|}{|S_b|} \# - \frac{\Delta G}{2 Y_c}$

Y admittance caractéristique de la ligne de transmission.

Nous avons étudié l'évolution du rapport $\frac{\Delta |S_b|}{|S_b|}$, en fonce tion de la puissance électrique appliquée à la poudre cohérée, pour des puissances variant dans un rapport 10 00. Nous donnons (figure 48) le $\log \frac{\Delta |S_b|}{|S_b|}$ en fonction du log P; la courbe est linéaire, de pente égale à 1,

- 135 -

aux erreurs expérimentales près. La variation de la conductance G, présentée par la poudre, est donc proportionnelle à la puissance électrique appliquée.

Ce résultat expérimental permet de prouver l'existence de liaisons de type métallique entre les grains de poudre.



fig. 48

V-2-2 Description des liaisons de type métallique

Les résultats expérimentaux cités précédemment ne permettent pas, à eux seuls, de préciser la forme physique de ces liaisons : on peut émettre à ce sujet, des hypothèses très diverses.

- 136 -

On peut supposer, tout d'abord, que le claquage de la couche superficielle entraîne la destruction d'une partie importante de l'isolant. Les parties conductrices des grains seraient amenées en contact étroit, sous l'influence des forces d'attraction électrostatique. La file ainsi constituée aurait une caractéristique G = f(V) de type métallique, puisqu'elle comporterait uniquement des éléments d'aluminium en contact. Cette interprétation ne peut être admise, car la résistance globale serait très faible $(r \ll 1\Omega)$, étant donnée la faible résistivité de l'aluminium.

On peut concevoir une deuxième interprétation ; une partie de la couche superficielle isolante est détruite par le claquage, et les parties métalliques des grains sont en contact, sur une surface très faible. Il y a une concentration des lignes de courant, au voisinage de la zone de contact, et il apparaît une résistance dite de "constriction". Holm (40) a calculé la valeur de cette résistance, pour différentes formes de la surface de contact. Pour une aire circulaire de contact de rayon a, par exemple, la résistance est β'_{2a} (ρ résistivité du métal), formule vérifiée expérimentalement par Holm et Störmer (35). Il suffit que chaque surface de contact ait un rayon de l'ordre de 100A°, pour que la résistance correspondante soit de l'ordre de l'Ohm. La résistance totale présentée par une file de grains peut alors atteindre des valeurs de l'ordre de la dizaine ou même de la centaine d'Ohms.

Cependant, la valeur de la résistance "de constriction" d'un contact unique ne peut dépasser quelques Ohms, pour des surfaces de contact physiquement réalisables, c'est-à-dire dont le diamètre est de l'ordre de quelques mailles cristallines. Pour l'ensemble du massif, les valeurs restent nettement inférieures aux plus fortes valeurs expérimentales obtenues (quelques milliers d'Ohms). A ce titre, cette hypothèse ne parait pas pleinement satisfaisante. De plus, elle ne permet pas d'expliquer, comment une liaison de type métallique peut s'établir entre deux grains, dont les couches superficielles isolantes ne sont pas en contact : cas des claquages dans un plan dit "horizontal" (Chapitre IV).

- 137 -

La réalisation de telles zones de contact nécessiterait la destruction d'une surface importante de la couche isolante superficielle, à la suite du claquage, et sous l'effet de la force d'attraction électrostatique entre grains. Or, le claquage est certainement un phénomène très localisé: dès qu'il se produit en un point de la couche isolante, le champ électrique devient négligeable, et la rupture électrique ne peut se produire en un autre point. La couche d'oxyde n'est donc détruite que dans une zone très localisée, où passe l'étincelle de rupture. D'autre part, la force d'attraction électrostatique entre deux grains de poudre, pour les tensions de claquage (ordre du volt), est très inférieure à la charge de rupture de l'alumine, et ne peut permettre d'amener les parties métalliques des grains en contact.

L'ensemble de ces élèments nous permet de concevoir un autre type de liaison, qui, par ailleurs, a été mis en évidence par Holm (36) à la suite d'études expérimentales et théoriques sur les contacts métalliques. Une jonction conductrice ou "pont métallique" réunit les surfaces des grains à travers le canal produit par l'étincelle, dans les couches superficielles isolantes. Sa longueur minimale étant de l'ordre de 100A°, elle peut présenter une résistance de quelques dizaines d'Ohms, pour des diamètres de l'ordre de 30 à 40A°, en admettant que la résistivité de la jonction est égale à celle du métal (cet aspect sera étudié au paragraphe suivant). Ces valeurs semblent en bon accord avec les résultats expérimentaux obtenus, et nous ne retenons que cette dernière hypothèse dans notre interprétation.

Nous pensons donc, que ces fines jonctions conductrices constituent les liaisons de type métallique dans un massif de poudre à l'état de "forte cohération". Avant de préciser le processus de formation de ces élèments, il nous semble important de décrire une expérience qui permet de vérifier la validité de notre hypothèse. Nous avons en effet mesuré le temps nécessaire à la variation de la résistance électrique de la poudre, en fonction du champ appliqué.

- 138 -

Pour cette étude, nous avons réalisé un montage comparateur d'impédance qui peut fonctionner avec des impulsions de tension très brèves (figure 49).



fig. 49

L'équilibre est réalisé pour de faibles valeurs de la tension appliquée au pont. On applique ensuite des impulsions de valeur beaucoup plus importante (30V) et on observe la tension de déséquilibre.

Si l'on fait varier la largeur des impulsions de 0,5 µs à 50 µs, on peut observer,que le signal de déséquilibre (variation de résistance) présente deux constantes de temps différentes :

- $T_1 \langle 0,03 \mu s$ (temps de montée de l'oscilloscope) Variation de l'ordre de 4% pour 30 V appliqué.

- $T_2 \# 1 \mu s$ Variation supplémentaire de l'ordre de l à 2%.

Nous donnons, figure 50, une reproduction photographique



du signal de déséquilibre obtenu en appliquant une impulsion de 30V, dont la durée est de l'ordre de l μ s. On peut observer sur cette figure, l'existence desdeux constantes de temps T_1 et T_2 .

La variation de la résistance de la poudre se produit, pour une très grande part, en un temps inférieur à 0,03 μ s. Cette résistance est donc due à des élèments métalliques d'inertie thermique très faible : ce résultat expérimental vient confirmer l'existence de jonctions métalliques minces entre grains de poudre.

On peut, en effet, calculer le temps nécessaire pour obtenir un équilibre thermique dans une jonction métallique, supposée cylindrique. Holm (40) a réalisé ce calcul en supposant que les pertes calorifiques latérales étaient négligeables, hypothèse qu'il justifie par ailleurs (36). La température T au milieu du cylindre est obtenue au moyen de l'expression suivante :

$$\frac{T(t)}{T_{M}} = \frac{8}{\pi^{3}} \sum_{n} (1 - e^{n^{2}z}) \frac{4}{n^{2}} \sin \frac{n\pi}{2}$$

avec

$$z = \pi^2 \cdot \frac{k}{cl^2} \cdot t$$

où T_M est la température maximum atteinte

k la conductivité calorifique du métal

- c la capacité " "
- 1 la longueur de la jonction

Le tracé de la courbe $\frac{T}{T_M} = f(t)$ montre que $T \# T_M$ pour z # 10 soit : $t = \frac{10 cl^2}{\pi^2 k}$ - 140 - Dans le cas de l'aluminium : $t = 0, 10 \, 10^{-12} \text{ sec.}$ ($l = 100 \text{ A}^\circ$)

Le temps t d'établissement de l'équilibre thermique dans une jonction métallique est donc bien inférieur à 30 ns (valeur limite expérimentale), ce qui confirme la validité de notre hypothèse. L'existence de la constante de temps T_2 peut être également expliquée. Le passage du courant à travers les jonctions métalliques de faibles dimensions transversales entraîne une concentration des lignes de courant dans le grain conducteur au voisinage des jonctions, d'où l'apparition d'une "résistance de constriction". Celle-ci a une inertie thermique beaucoup plus importante, et un temps d'établissement de l'équilibre thermique, de l'ordre de la microseconde, semble admissible (48).

Après avoir montré l'existence de ces "ponts métalliques", nous pouvons décrire leur processus de formation et donner leurs caractéristiques principales.

V-2-3 <u>Processus de formation des liaisons métalliques. Caracté-</u> ristiques principales

Il semble certain que la rupture dièlectrique des couches superficielles isolantes des grains entraîne la destruction d'une zone localisée, et la formation d'un "canal" dans ces couches isolantes. Dans ce canal, s'établit la jonction conductrice qui réunit les parties métalliques des grains. Holm admet que, dans certains cas (36), ces liaisons se constituent à partir des ions métalliques de l'oxyde, qui sont libérés par le champ électrique de claquage (cas des contacts nickel-métal recouverts d'oxyde).

Dans la plupart des cas, la rupture de l'isolant amène le passage d'un courant important, suffisant pour provoquer une fusion locale. Le métal en fusion est ensuite attiré, sous l'effet des forces électrostatiques, à l'intérieur du canal produit dans l'isolant. Le métal en fusion forme un véritable "pont" conducteur de résistance R. Le courant qui le traverse provoque un dégagement de chaleur W = RI². Cette chaleur entretient la fusion, et ainsi le diamètre du pont augmente, mais simultanément sa résistance diminue et avec elle W.II atteint donc un diamètre limite, au delà duquel il cesse de croître et se solidifie (40). Cette hypothèse émise par Holm a été admise également par Pearson (67).

Il semble important de justifier divers aspects de cette interprétation qui peuvent apparaître, à première vue, discutables. En effet, on peut s'interroger d'une part, sur la possibilité de fusion du métal, et d'autre part, sur le temps nécessaire pour la réalisation d'un tel phénomène. Pour résoudre ces problémes, nous utilisons un modèle très simplifié, qui représente l'état du système après claquage des couches



isolantes (figure 51). Nous supposons que l'étincelle de rupture est très localisée et présente une résistance électrique négligeable. Il y a donc une concentration des lignes de courant dans les parties métalliques des grains, apparition d'une résistance de constriction, et une possibilité d'échauffement des surfaces métalliques en regard.

fig. 51

Nous pouvons connaître la relation entre la température absolue T au centre de la constriction de courant (base du canal), et la différence de potentiel V entre les parties les plus éloignées des deux élèments métalliques en regard. D'après Holm (40), cette relation est :
$$L(T^2 - T_0^2) = \frac{V^2}{4}$$

à condition que le métal obéisse à la loi de Wiedemann-Franz :

 ρ . k = L T

T_o est la température absolue du métal (loindu contact)

$$L = 2,4 \, 10^{-8} \, (V_{/o_{\rm K}})^2$$

A partir de cette relation, on peut calculer la tension V nécessaire pour que le centre de la zone de constriction puisse atteindre la température de fusion. Pour l'aluminium, T = 930°K soit V # 0,27V. La tension de claquage de la couche isolante est de l'ordre du volt. Cette tension est donc suffisante pour amener la partie centrale de la constriction de courant à la température T, et provoquer la fusion locale du métal.

Nous pouvons évaluer le temps nécessaire à la réalisation d'un tel phénomène. Plusieurs auteurs (40, 15, 41, 42) ont étudié le développement de la température dans une constriction de courant. Holm a calculé cette évolution dans le cas où la surface de contact entre deux métaux identiques est supposée circulaire ; la température maximum y est pratiquement atteinte pour t = $100 \frac{ca^2}{k}$ (a rayon de la surface de contact).

Avec a = $150A^{\circ}$ t = 4.10⁻¹² sec.

Cette valeur constitue en fait une limite supérieure ; la durée réelle pourra être beaucoup plus faible, si la tension V est supérieure à 0,27V. La rapidité de ce processus est un élèment qui tend à justifier son existence dans le déroulement du phénomène de cohération.

On pourrait théoriquement évaluer les dimensions transversales des "ponts métalliques", en mesurant leur résistance électrique (leur longueur l étant connue). En fait, on ne peut connaître la résistivité du métal qui constitue le pont, ni admettre qu'elle est égale à celle du métal pur. Si le pont a des dimensions faibles (ordre de 100A°), la jonction est constituée de particules métalliques mêlées à des particules d'oxyde. Une telle structure "spongieuse" contient de nombreuses "trappes" pour les électrons de conduction. Leur libre parcours moyen est plus faible que dans le métal pur, et la résistivité électrique plus élevée.

A l'appui de cette interprétation, Holm (36) mentionne un exemple, dans lequel une jonction de longueur $1 = 100A^{\circ}$ présente une résistance de 600 Ω . La résistivité ρ du pont métallique doit atteindre vingt fois la résistivité du métal, pour que la jonction ait des dimensions transversales physiquement admissibles (diamètre de l'ordre de 20A°). Ainsi, les jonctions métalliques entre deux grains, dans un massif de poudre, peuvent présenter des résistances de l'ordre de la centaine d'Ohms,tout en ayant des dimensions transversales du même ordre de grandeur que leur longueur (1 = 100A°).

Ces dimensions transversales dépendent du courant maximum qui traverse la zone de la jonction, au moment de sa formation. Ceci résulte directement de l'interprétation proposée, et a pu être vérifiée expérimentalement par Holm : une jonction, formée à travers une couche épaisse d'oxyde de nickel, a un diamètre de 900A°, si le courant maximum est de 10mA ; pour un courant de 1A, la diamètre peut atteindre 9 000A°. Nous avons rencontré un phénomène semblable ; la résistance électrique présentée par la poudre cohérée est d'autant plus importante , que le générateur, qui alimente le dispositif, a une résistance interne élevée, donc que le courant maximum est plus faible.

L'existence de ces jonctions métalliques nous permet d'expliquer la rémanence de l'état électrique de la poudre après cohération. Ces "ponts" conducteurs constituent une véritable liaison mécanique entre les deux surfaces métalliques en regard : cet aspect est confirmé par des études expérimentales réalisées par Holm (36) et Pearson (67).

- 144 -

Ils ont montré que la force de liaison est proportionnelle à la surface de la jonction. La charge de rupture à la traction, de ces élèments, est supérieure à celle du métal correspondant.

Pour une jonction, dont le diamètre est voisin de $100A^{\circ}$, la force de rupture à la traction est de 10^{-8} N. Elle est équivalente à la force d'attraction d'origine électrostatique, qui permet d'amener en contact les couches superficielles des grains. Une telle jonction peut donc maintenir les grains de poudre dans leur nouvelle position, après cohération, et assurer la rémanence de l'état électrique de la poudre.

Dans la plupart des cas, le massif cohéré se trouve dans l'état de "forte cohération". Les grains de poudre sont alors reliés par de fines jonctions métalliques, dont nous avons précisé les principales caractéristiques. Elles présentent notamment une faible résistance électrique et assurent la rémanence de l'état observé.

Des conditions expérimentales particulières (V-I) amènent le massif dans l'état de "faible cohération". Dans ce cas, nous pensons que la faible résistance électrique des liaisons est due au passage du courant à travers des couches minces d'oxyde.

V-3 LIAISONS DUES AUX COUCHES MINCES

Nous avons interprété les variations G = f(V) de la conductance du massif dans l'état de "faible cohération", par l'existence de couches minces, que le courant traverse par effet tunnel. Avant de justifier cette interprétation, nous envisageons les divers mécanismes de conduction à travers les couches minces, et en donnons les caractéristiques principales, notamment celles de l'effet tunnel.

V-3-1 Conduction à travers les couches minces

Considérons une cœuche isolante de très faible épaisseur (inférieure à 100A°), placée entre deux électrodes planes métalliques. Si l'on applique une tension entre les deux électrodes, on obtient un courant très supérieur au courant normal (résistivité de l'isolant). Cet effet peut être expliqué, en appliquant les résultats de la mécanique quantique et notamment la structure de bande des métaux et des isolants (47).

V-3-1-1 Représentation du système, Barrière de potentiel

Dans un conducteur, un électron de conduction, se trouvant au niveau de Fermi, doit acquèrir, pour sortir du métal, une énergie appelé travail de sortie. Pour l'aluminium : $\oint = 4,2eV$. Dans un isolant le travail de sortie est défini à partir du bas de la bande de conduction ; c'est l'affinité électronique x. Pour l'alumine : x = 3,2eV.

On peut représenter le système métal-isolant par un diagramme très simplifié (figure 52), qui traduit l'arrangement des niveaux d'énergie, aux deux surfaces de contact. Les niveaux de vide de l'isolant et du métal s'alignent, ainsi que les niveaux de Fermi des deux métaux



On obtient ainsi une barrière de potentiel rectangulaire, de hauteur $\varphi = \overline{\Phi} - x$, que l'électron doit franchir pour passer d'un métal à l'autre (figure 53). Si l'on applique une tension V entre les deux électrodes, un champ électrique E apparaît dans l'isolant.



fig. 53

Il y a donc une différence d'énergie eV entre les deux niveaux de Fermi, et la forme de la barrière de potentiel est modifiée (fig. 53b).

La forme rectangulaire de la barrière de potentiel constitue une approximation assez grossière. Nous pouvons apprécier sa forme réelle en utilisant la théorie de la"force image" émise par Sommerfeld et Bethe (81), et utilisée par Holm et Kirschstein (37), Holm (38) et Stratton (83). Lorsqu'un électron quitte un conducteur, il subit l'attraction des ions positifs situés à la surface. Cette attraction est équivalente à celle, qui est est produite par une charge image, placée symétri quement par rapport à la surface du conducteur. La composition des énergies



 W_1 et W_2 , relatives à cette force, et au champ électrique E extérieur, permettent de connaître la forme réelle de la barrière (figure 54). Connaissant W_1 et W_2 , on peut calculer l'abaissement correspondant du travail de sortie

$$\Delta \varphi = \sqrt{\frac{e E}{4 \pi \epsilon_{e} \epsilon}}$$

fig. 54

- 147 -

<u>Remarque</u> : Il est certain que le modèle précédent représente le système métal-isolant-métal d'une façon très approximative, quand l'épaisseur de l'isolant devient très faible (quelques mailles cristallines). En effet la structure de bandes ne peut plus être admise, en toute rigueur, pour l'isolant, puisqu'elle est liée à l'existence d'un grand nombre de mailles cristallines.

Pourtant, ce modèle est utilisé par de nombreux auteurs (37, 38, 83, 63, 51, 68). Il permet une étude théorique relativement simple, et rend compte de la plupart des résultats expérimentaux obtenus. Nous l'utiliserons donc, dans notre étude, tout en reconnaissant bien ses limites.

La connaissance de la forme de la barrière de potentiel nous permet de préciser les différents mécanismes de passage d'électrons.

V-3-1-2 Mécanismes de conduction



Le passage du courant à travers une couche isolante mince peut être du à divers mécanismes (63), que nous représentons figure 55.



- Le passage direct d'électrons (a) d'un métal à l'autre, par effet tunnel, est le phénomène le plus simple ; il donne les densités de de courant les plus importantes, pour des couches de faible épaisseur (inférieure à 50A°). Il dépend très peu de la température.

- Des porteurs peuvent être injectés par effet thermoionique (Schottky) dans la bande de conduction de l'isolant, en surmontant la barrière (b) ou en la traversant par effet tunnel (**r**). Bien que la hauteur soit diminuée sous l'effet de la force image, ce mécanisme donne des courants faibles à la température ambiante : densité de courant de l'ordre de 10^{-8} A/cm² pour un champ de quelques MV/cm. Ce mécanisme devient prépondérant pour des couches dont l'épaisseur est supérieure à 100A[•]. Il dépend de la température par une loi exponentielle . I = I₀ exp₋ ($\Delta \varphi$ /kT).

- On peut aussi considérer l'effet des "trappes" ou des "imperfections" du réseau (d) de l'isolant, car une couche amorphe doit certainement en contenir un grand nombre. Cet effet peut modifier considérablement la probabilité de passage des électrons par effet tunnel (24), et dépend fortement de la température. La plupart des études expérimentales (63), ayant montré une faible dépendance de la conduction avec la température, ce phénomène pourra être négligé.

- Une étude très rigoureuse devrait aussi tenir compte de la possibilité de passage par effet tunnel d'électrons du métal, dans les trappes de l'isolant (e). Nous négligeons cet effet, qui peut modifier légèrement la valeur du courant de conduction, pour les couches les plus minces (63).

Pour des couches de faible épaisseur, le mécanisme de conduction le plus important est donc le passage d'électrons par effet tunnel, d'un métal à l'autre.

V-3-1-3 Etude des courants de conduction dus à l'effet tunnel

Nous ne rappelons pas ici, les bases théoriques de cet effet qui figurent dans de nombreux ouvrages (47, 5).

Les premiers résultats théoriques ont été obtenus par Sommerfeld et Bethe (81) dans certains cas particuliers. Sur des bases théoriques voisines, Holm (38) a calculé les courants de conduction, en tenant compte de la forme réelle de la barrière (force image), d'une manière approximative. Nous utilisons les principaux résultats de son étude qui ont fait l'objet de vérifications expérimentales partielles (51). Des études plus complétes ont été effectuées récemment par Stratton (83) et Meyerhoffer (63), mais elle conduisent à des expressions qui ne sont pas calculables analytiquement.

On peut définir trois domaines de tensions qui correspondent à des formes particulières de la barrière de potentiel.

1. Faibles valeurs de tension $V \rightarrow O$

Le courant de conduction s'exprime par :

$$I = V.S - \frac{8\pi me^2}{h^3} \cdot \frac{1 + A(\varphi')^{1/2}}{A^2} \cdot e^{-A(\varphi')^{1/2}} en C.G.S$$

$$A = 1,15 - \frac{\pi^2}{h} d \sqrt{2m} (1 - \frac{e^2}{2d\varphi})$$

$$\varphi' = \varphi - \frac{e^2}{d} \log 2$$

où : e et m sont la charge et la masse de l'électron

- φ la hauteur de la barrière : $\varphi = \Phi X$
- d l'épaisseur de la couche

avec :

S la surface de la couche

Dans cette zone, la couche présente une caractéristique ohmique $(I/_V \text{ est une constante})$. La conductance augmente très rapidement quand l'épaisseur diminue.

2. <u>Valeurs intermédiaires</u> $0 \langle eV \langle \varphi + \eta \rangle$

avec $\eta = E_F - E_c$ (distance du niveau de Fermi au bas de la bande de conduction du métal).

Le courant I est la somme de deux courants I_1 et I_2 , correspondant à deux zones de passage pour des électrons d'énergie Ex (figure 56).



fig. 56

$$I = I_{1} + I_{2}$$

$$I_{1} = \frac{S(2m)^{1/2}}{h^{2} d} \left\{ e^{2} V \left(\varphi' + \frac{eV}{2} \right)^{1/2} e^{-A(\varphi' + eV/2)^{1/2}} + \frac{3e}{A} \left[(\varphi' - \frac{eV}{2}) e^{-A(\varphi' - \frac{eV}{2})^{1/2}} (\varphi' + \frac{eV}{2}) e^{-A(\varphi' + eV/2)^{1/2}} \right]$$

$$I_{2} = \frac{S e^{3} V^{2}}{8 \pi h \varphi' d^{2}} \cdot e^{-\frac{8 \pi d}{3 h eV}} \cdot (2m \varphi')^{1/2} \cdot \varphi'$$
(38)

La couche isolante ne présente plus une caractéristique ohmique et la conductance croît très rapidement avec la tension électrique appliquée.

3. Fortes valeurs de tension $eV \rangle \eta + \varphi$. Figure 57 La valeur du courant I est égale à celle de I₂ dans l'expression (38).

$$I = \frac{S e^{3} V^{2}}{8 \pi h \varphi d^{2}} e^{-\frac{8 \pi d}{3 h e V}} \cdot (2m \varphi')^{1/2} \cdot \varphi'$$
(39)



La conductance de la couche augmente donc avec la tension suivant une loi en $V.e^{-\bigvee}$ (C étant une constante).



Les relations 37, 38 et 39 nous permettent de calculer la résistance d'une couche mince et d'étudier son évolution en fonction de différents paramètres.

V-3-1-4 Caractéristiques des couches minces

A partir de la relation (37), nous avons calculé la variation de la résistance électrique initiale, présentée par une couche mince de surface unité (lcm²), en fonction de son épaisseur d, pour différentes valeurs de la barrière de potentiel (figure 58).



fig. 58

A titre d'exemple, nous donnons figure 58, ordonnée de droite, les valeurs des résistances R obtenues pour une surface de contact de (100A[•])².



Nous avons également calculé la variation de la conductance G, présentée par une couche de surface unité, et d'épaisseur d = 20A°, en fonction de la tension appliquée, en utilisant les relations précédentes (figure 59).

L'augmentation est très brutale pour V > IV et peut atteindre un rapport 1000 pour V = 10V.

Ces élèments doivent nous permettre de justifier l'existence de couches minces, dans un massif de poudre cohérée, et d'en préciser les caractéristiques.

V-3-2 Exixtence de couches minces

L'étude expérimentale de la poudre après cohération, a montré (II-5-1), que la conductance du massif augmente avec la tension appliquée, dans l'état dit "faible cohération". Cette augmentation peut atteindre 40% pour des tensions de l'ordre de quelques volts. Ce résultat constitue l'élèment fondamental, qui permet de montrer l'existence de couches isolantes minces entre les grains du massif. Cette variation est, en effet, caractéristique de la conduction par effet tunnel (courbe 59). Pour justifier plus rigoureusement cette interprétation, nous devons envisager les différents aspects, d'ordre théorique ou expérimental, qui peuvent, à première vue, infirmer cette hypothèse. Nous montrons que ces oppositions ne sont qu'apparentes, et peuvent au contraire confirmer la validité de notre interprétation.

1) Amplitude des variations G = f(V)

L'amplitude des variations expérimentales de la conductance globale du massif (ordre de 40%) apparaît beaucoup plus faible, que celle que nous avons calculée dans un cas particulier, pour une couche unique (figure 59). Cette différence s'explique, par l'existence de plusieurs couches minces en série, entre lesquelles se répartit la tension appliquée. Aux bornes de chaque couche, la tension ne peut atteindre des valeurs suffisantes, pour provoquer des variations de conductance supérieures à 40%. Une tension supérieure (ordre du volt) provoquerait le claquage de cette couche. La différence entre la théorie et les résultats expérimentaux n'est donc qu'apparente, et ne peut infirmer la validité de notre hypothèse.

2) Obtention de couches superficielles minces sur l'aluminium

On pourrait mettre en doute également la possibilité d'obtenir des couches suffisamment minces, entre deux grains de poudre, pour permettre le passage du courant par effet tunnel. La figure 58 montre que l'épaisseur de la couche doit être de 15 à 20 A[•], pour que la résistance électrique soit inférieure à $1M\Omega$, si les surfaces de contact ont des dimensions de l'ordre de 100 à $1000A^{\bullet}$. Or, l'aluminium, mis en contact avec l'air, se recouvre instantanément d'une couche d'alumine de 10 à $15A^{\bullet}$ d'épaisseur ; elle augmente ensuite lentement en fonction du temps (III-3). L'épaisseur totale de la couche d'oxyde, qui sépare deux grains de poudre, doit donc être, au minimum, de l'ordre de 20 à 30A[•]. Ces valeurs ne peuvent être obtenues, que si l'alumine est fraîchement formée, ce qui constitue un cas tout à fait particulier.

Cependant, on peut remarquer que les couches d'alumine ne sont pas absolument uniformes. Nous avons indiqué au paragraphe III-3-1 que l'épaisseur dépend fortement du "relief" du métal constituant les grains à l'échelle microscopique ; ceci résulte directement du processus de formation (43). Elle peut être plus mince sur les parties convexes de la surface du métal, que sur les parties concaves. Pistoulet (68) admet notamment que des couches épaisses d'alumine comportent de véritables "puits" où ne subsistent que quelques mailles cristallines (d = 15 à 20 A[•]).

Ces différents élèments rendent donc possible l'existence de couches suffisamment minces, pour que l'éffet tunnel intervienne. Nous pouvons rappeler que l'état dit "faible cohération" a été souvent obtenu en procédant à une décohération partielle, par choc, tout en maintenant la poudre sous une faible tension électrique. Ces conditions sont favorables à l'obtention de couches d'alumine minces, puisque fraîchement formées, et préalablement détruites par le claquage.

3) Claquage des couches minces

L'existence de ce type de liaison semble également en contradiction avec un des aspects fondamentaux de notre interprétation : le claquage des zones isolantes du massif. Il n'apparaît pas évident que les couches les plus minces ne soient pas également claquées, quand le phénomène d'avalanche se produit. On peut cependant expliquer ce fait, en considérant la répartition des potentiels entre les différentes zones isolantes. La plus grande partie des couches superficielles présentent des résistances beaucoup plus grandes que les couches les plus minces, dans un rapport pouvant atteindre $10^4 å 10^6$: (fig. 58), les couches les plus minces sont donc soumises à des tensions beaucoup plus faibles que les couches plus épaisses (épaisseur supérieure à 30A°). Il en résulte un processus de claquage assez paradoxal : le claquage détruit tout d'abord les couches les plus épaisses, et un phénomène d'avalanche s'instaure avant que les couches les plus minces soient claquées (III-4).

L'avalanche peut s'arrêter, au moment où seules les couches les plus minces subsistent, si la résistance interne du générateur est suffisamment grande (ordre de la dizaine de Mégohms). La tension appliquée à la poudre peut devenir très inférieure à sa valeur initiale, par suite de la chute de tension dans la résistance interne du générateur. Elle peut être insuffisante, pour provoquer le claquage des couches les plus minces. Nous avons d'ailleurs constaté expérimentalement, que l'état de "faible cohération" ne pouvait être obtenu, qu'en utilisant un générateur de forte résistance interne.

L'examen de ces élèments montre la présence de couches minces, dans un massif de poudre après cohération. Il nous reste à expliquer, dans ce cas, la rémanence de cet état. Pour maintenir les grains de poudre dans la même position, des forces doivent s'exercer entre les parties métalliques des grains séparées par de faibles distances. Nous pensons que la rémanence est assurée par les forces d'attraction moléculaire entre solides macroscopiques, calculées par Lifshitz. Leur étude est nécessaire, pour savoir si elles sont suffisantes, pour maintenir les grains en contact. V-3-3-1 Aperçu théorique

Les forces d'attraction entre deux corps macroscopiques, dont les surfaces sont séparées par des distances faibles, sont calculées habituellement à partir des forces d'interaction entre atomes neutres. Celles-ci peuvent être connues au moyen de la théorie des perturbations. Marguenau (62) et London (60) ont montré que cette interaction est inversement proportionnelle à la sixième puissance de la distance (loi en d^{•6}). Cette loi n'est plus applicable quand les distances sont suffisamment grandes, car la théorie de London ne tient pas compte du temps de propagation des ondes entre les éléments en interaction. Cet effet de retard doit être pris en considération dans les interactions électromagnétiques. Casimir et Polder (10) tiennent compte de cet effet et obtiennent une énergie d'interaction qui varie en d^{•7}.

London admet que les forces d'interaction entre les atomes et les molécules sont additives. On peut donc calculer l'interaction entre deux corps macroscopiques, en ajoutant les énergies d'interaction de chaque paire d'atomes ou de molécules, qui constituent le corps. Le calcul de la force d'attraction entre deux plans indéfinis a été réalisé par De Boer et Hamaker (30) pour des distances d faibles (Loi de London) ; la loi est en d⁻³. Avec les résultats de Casimir et Polder, on trouve une loi en d⁻⁴ pour les grandes distances.

L'additivité des forces d'interaction moléculaire n'est valable en toute rigueur, que pour les corps très raréfiés, tels que les gaz. Pour les corps condensés, ces théories ne conduisent pas à des résultats quantitatifs précis, et leur validité peut être mise en doute.

Lifshiz (55, 56, 57) propose une théorie purement macroscopique des forces d'interaction entre solides. Il suppose que l'interaction entre les corps s'établit par l'intermédiaire des fluctuations du champ électromagnétique, qui existent à l'intérieur de tout milieu absorbant, et se manifestent également hors de ses limites sous la forme d'ondes progressives et stationnaires. Il souligne que ce champ ne disparaît pas au zéro absolu, car il n'est pas d'origine thermique, mais purement quantique (55).

Le champ électromagnétique fluctuant a été calculé par Rytov (74). La méthode de calcul repose sur l'introduction d'un champ strictement aléatoire dans les équations de Maxwell : sa fonction de corrélation dépend de la permittivité complexe des corps considérés. La force d'interaction entre deux demi-espaces plans, de même nature, séparés par une distance d, peut être calculée à partir des composantes du tenseur des pressions électromagnétiques. Elle s'exprime sous la forme d'une intégrale double complexe, dans laquelle l'une des variables d'intégration est la fréquence des composantes monochromatiques du champ :

$$\frac{F}{S} = \frac{h}{4\pi^3 c^3} \int_0^\infty \int_1^\infty \left\{ \left[\left(\frac{s+p}{s-p}\right) e^{2pxl/c} - 1 \right]^{-1} + \left[\left(\frac{s+\epsilon p}{s-\epsilon p}\right) e^{2pxl/c} - 1 \right]^{-1} \right\} p^2 x^3 dp dx$$

avec :

- 40 -

 $s = \sqrt{\xi - 1 + p^2}$ h la constante de Planck et c la vitesse de la lumière S la surface des plans

 $\xi^{*}(\omega)$ est la permittivité diélectrique complexe de la substance. Lifshitz prend la notation $\xi^{*} = \xi' + i \xi''(\xi' > 0)$.

La relation (40) contient des valeurs de cette fonction pour un argument imaginaire ix. La fonction ξ (ix) est purement réelle, positive, elle décroit continument de $\xi_0(x = 0)$ à 1 pour $x = \infty$. On peut

- 158 -

calculer \mathcal{E} (ix) au moyen des relations de Kramer, en connaissant l'évolution de la partie imaginaire de \mathcal{E}^{\star} en fonction de ω .

$$\mathcal{E}(\mathbf{ix}) = 1 + \frac{2}{\pi} \int_{0}^{\infty} \frac{\omega \cdot \mathcal{E}'(\omega)}{\omega^{2} + \mathbf{x}^{2}} d\omega \qquad (41)$$

La relation (40) peut se simplifier dans deux cas limites.

1) Cas des faibles distances

Dans ce cas, d est petit par rapport aux longueurs d'onde fondamentales du spectre d'absorption des corps. La pression des forces moléculaires $\frac{F}{S}$ s'exprime par la relation (42) :

$$\frac{F}{S} = \frac{h}{16\pi^3 d^3} \int_0^\infty \left(\frac{\xi(ix) \cdot 1}{\xi(ix) + 1}\right)^2 dx \qquad (42)$$

La force F est inversement proportionnelle à la troisième puissance de la distance. Pour évaluer la précision et le domaine d'application de la relation 42, on peut montrer que le terme suivant la décomposition en série de la fonction F(d) (formule 40) est :

$$\frac{F'}{S} = -\frac{h}{16\pi^3 c^3 d} \int_0^\infty \frac{x(\xi(ix)-1)^2}{(\xi(ix)+1)} dx \quad (43)$$

On peut remarquer que la formule 42 donne un résultat analogue à la loi de London, dans le cas des gaz.

2) Cas des grandes distances

La force d'attraction s'exprime au moyen de la relation 44 :

$$\frac{F}{S} = \frac{hc}{64\pi^{3}d^{4}} \int_{0}^{\infty} \int_{1}^{\infty} \frac{x^{3}}{p^{2}} \left\{ \left[\left(\frac{s+p}{s} \right)^{2} e^{x} e^{x} \right]^{-1} + \left[\left(\frac{s+\xi}{s} e^{p} \right)^{2} e^{x} e^{x} \right]^{-1} \right\} dp. dx$$

$$avec s_{0} = \sqrt{\xi_{0} e^{1} e^{p^{2}}}$$

$$(44)$$

On peut simplifier cette formule :

$$\frac{\mathbf{F}}{\mathbf{S}} = \frac{\mathbf{hc}}{480} \frac{\pi}{\mathrm{d}^4} \cdot \left(\frac{\mathbf{\xi_0} \cdot \mathbf{1}}{\mathbf{\xi_0} + 1}\right)^2 \cdot \boldsymbol{\varphi} \left(\mathbf{\xi_0}\right)$$
(45)

La fonction $\varphi(\xi_0)$ a été tabulée par Lifshitz (55) : elle tend vers l'unité pour ξ_0 tendant vers l'infini (cas des métaux). On peut évaluer le domaine d'application de cette loi dans le cas des métaux :

$$d \sum_{e} \frac{7,2c}{e} \sqrt{\frac{m}{N}}$$
(46)

N nombre de porteurs (électrons) par unité de volume.

La force est donc inversement proportionnelle à la quatrième puissance de la distance. Dans le cas des gaz, la relation 44 est identique à la loi déduite des travaux de Casimir et Polder. L'influence de la température n'est perceptible que pour de grandes valeurs de d. Dans le cas des métaux. la relation 47 permet de tenir compte de cet effet :

$$\frac{F}{S} = \frac{\pi hc}{480 d^4} \left[1 - \frac{48}{9} \left(\frac{2\pi dT}{hc} \right)^4 \right]$$
(47)

A la température ambiante, le terme de correction devient négligeable pour d $\langle 4\mu$.

Ces résultats théoriques nous permettent de calculer la force d'attraction, qui s'exerce entre deux métaux dans les différents cas, et notamment entre deux grains de poudre d'aluminium, séparés par des distances faibles.

V-3-3-2 Force d'attraction entre grains de poudre

Pour effectuer le calcul de cette force, nous devons connaître la variation de la permittivité complexe du métal en fonction de la fréquence. La permittivité peut être calculée en utilisant la théorie des électrons libres des métaux. En utilisant les notations de Lifshitz : $\mathbf{\epsilon}^* = \mathbf{\epsilon}' + \mathbf{i} \mathbf{\epsilon}''$, la permittivité s'exprime par la relation :

$$\boldsymbol{\xi}^{*}(\omega) = 1 - \frac{4\pi Ne^{2}}{m} - \frac{\tau^{2}}{1 + \omega^{2} \tau^{2}} (1 - \frac{i}{\tau \omega})$$
(48)

τ temps de libre parcours moyen des électrons dans le métal.

Dans les deux cas extrêmes où $\omega \ll \frac{1}{\tau}$ et $\omega \gg \frac{1}{\tau}$, on obtient les formules limites bien connues (47).

On en déduit ξ (ix) :

$$\mathcal{E}(ix) = 1 + 4 \pi \frac{Ne^2}{m} \cdot \frac{\tau}{(1 + \tau x) x}$$
 (49)

Cette valeur satisfait aux conditions posées par Lifshitz et aux relations de Kramer-Kronig (41).

Nous calculons la valeur de la force d'attraction dans le cas des faibles distances, en réalisant l'intégration de la relation 42 :

$$\frac{F}{S} # \frac{he}{32 \pi d^3} \sqrt{\frac{N}{2 \pi m}} en C.G.S (50)$$

Nous avons pu évaluer le domaine de validité de l'expression 50, en calculant l'intégrale de la relation 43. La valeur limite do, pour la distance entre les corps, est égale à 88A° pour l'aluminium. Nous pouvons donc calculer la valeur de la force d'attraction entre deux grains de poudre d'aluminium, séparés par une distance d inférieure à 88A°, au moyen de la relation 50.

$$\frac{F}{S} # \frac{1.75}{d^3} \quad 10^{-20} \text{ N/m}^2 \quad \text{avec d en mêtre}$$

Pour une distance $d = 20A^\circ = 2.10^{\circ 9} m$

$$\frac{F}{S} = 2,2 \ 10^6 \ N/m^2$$

La valeur de cette force est équivalente à celle de l'attraction électrostatique produite par une tension de 0, 3V. Nous avons montré au paragraphe III-2-1, qu'une telle force était suffisante pour provoquer un mouvement des grains, en s'opposant à l'action de la pesanteur. Nous pouvons donc estimer que les forces d'attraction entre solides macroscopiques sont suffisantes pour maintenir en position d'équilibre deux grains de poudre séparés par une distance de l'ordre d'une vingtaine d'Angstroms. Elles peuvent donc assurer la permanence des liaisons par couches minces, traversées par le courant par effet tunnel.

- - - - - - - -

Si le massif est soumis à un champ électrique à l'aide d'un dispositif approprié (générateur de forte résistance interne, par exemple), la poudre peut donc être amenée dans l'état de "faible cohération". Les couches isolantes les plus minces ne sont pas claquées et sont traversées par le courant, par effet tunnel. Les forces d'attraction moléculaire s'exercent entre les grains de poudre, séparés par ces couches minces et les maintiennent dans leurs positions respectives.

Conclusion

L'étude expérimentale du massif cohéré a mis en évidence deux types de liaison entre les grains, qui correspondent aux deux états caractéristiques du massif. Généralement, la poudre se trouve dans l'état dit "forte cohération" et les liaisons sont assurées par de fines jonctions conductrices. L'état dit "faible cohération" n'est obtenu que dans des cas très particuliers. Dans les deux états, les liaisons permettent le passage du courant, tout en présentant une faible résistance électrique, et assurent la rémanence de l'état cohéré.

CONCLUSION

Nous avons étudié les différents aspects d'une interprétation du phénomène de cohération, dans les milieux métalliques à l'état pulvérulent. Nous pouvons présenter, maintenant, une vue plus globale et plus synthétique de la théorie que nous proposons, afin de replacer chacun des aspects particuliers dans un cadre d'ensemble. A notre avis, le processus de cohération fait intervenir successivement plusieurs phénomènes physiques.

Sous l'effet du champ électrique appliqué au massif, les grains de poudre s'électrisent par influence et s'attirent fortement entre eux. Quand l'attraction est suffisante, ils se déplaçent, et leurs couches superficielles isolantes viennent en contact. Ils forment ainsi des files, très approximativement parallèles à la direction du champ électrique appliqué. La résistance électrique du massif conserve, dans cette phase, une valeur élevée : seules les couches superficielles isolantes des grains sont en contact, et non leurs parties conductrices.

Les couches isolantes sont alors soumises à une différence de potentiel dont la valeur est extrêmement variable d'une couche à l'autre, à l'intérieur d'une même file. On peut considérer cette tension comme une variable aléatoire V_i, qui dépend de la tension appliquée au massif. Elle peut dépasser la valeur du potentiel di srupteur relatif à la couche isolante ; celle-ci est alors "claquée" et la résistance de l'espace intergrain devient très faible. Une théorie statistique du système montre que ce phénomène localisé peut se généraliser à l'intérieur d'une file, par l'intermédiaire

Cette phase du phénomène correspond à l'opération que les premiers opérateurs radiotélégraphistes appellèrent "la formation du cohéreur" : ils avaient, en effet constaté qu'il fallait d'abord le soumettre à une tension élevée, pour le rendre sensible.

- 163 -

d'un processus d'avalanche.

Par suite de l'hétérogénéité du massif de poudre, des claquages peuvent se produire également entre des grains appartenant à des files différentes, dans une direction sensiblement perpendiculaire à la direction du champ électrique. La théorie de cet effet, faite sur une base purement statistique, montre que ce phénomène facilite le claquage des couches isolantes dans la direction du champ. Cette possibilité dépend de la distance moyenne, qui sépare les files de grains, et donc de la pression mécanique excercée sur la poudre.

La rupture électrique d'une zone isolante entraîne une diminution permanente et brutale de sa résistance. Dans la plupart des cas, cette diminution est due à la formation d'une fine jonction métallique, qui s'établit dans le canal produit par l'étincelle de rupture, à travers la couche isolante. Pourtant, dans certains cas, les couches isolantes les plus minces ne sont pas claquées. Leur résistance électrique est faible, car l'épaisseur de l'isolant est suffisamment petite pour livrer passage au courant par effet tunnel. Les forces d'attraction moléculaire entre solides macroscopiques peuvent, dans ce cas, maintenir les grains en contact, et assurer la rémanence de l'état électrique de la poudre après cohération.

Cette interprétation rend compte de l'ensemble des caractéristiques du phénomène de cohération, dans les milieux métalliques à l'état pulvérulent..Pourtant l'analyse de ce phénomène s'est avérée compléxe, tant sur le plan expérimental que théorique.

En effet, la plupart des grandeurs mesurables n'ont pas une valeur définie et les résultats expérimentaux sont très dispersés ; seules les valeurs moyennes sont significatives (ce qui a nécessité un grand nombre de mesures et une étude très longue). Par ailleurs, l'hétérogénéité de la substance nous a obligés à concevoir les aspects fondamentaux de

- 164 -

notre théorie sous une forme purement statistique. Enfin, la complexité des phénomènes physiques mis en jeu et le nombre des paramètres à considérer interdisent toute interprétation purement qualitative du processus de cohération. Seule une étude mathématique détaillée de ces phénomènes nous a permis de concevoir une interprétation d'ensemble du phénomène de cohération.

Cette étude a permis de préciser plusieurs aspects de quelques phénomènes physiques, qui interviennent dans le mécanisme de la cohération, et qui sont encore mal connus. Nous pouvons citer notamment la rupture électrique de couches minces d'air ou d'isolant solide, la formation de jonctions métalliques dans les contacts métal-métal, et les forces d'attraction entre solides macroscopiques. Nous avons montré qu'une étude systèmatique du mécanisme de la cohération dans les milieux pulvérulents peut apporter des connaissances nouvelles sur ces phénomè**nes**.

Le phénomène de cohération constitue, en effet, une propriété caractéristique et générale des milieux dispersés, comprenant une phase conductrice et une phase isolante (23). Nous l'avons étudié surtout dans un cas relativement simple, celui de la poudre d'aluminium, afin de bien préciser les mécanismes fondamentaux. Notre étude permet d'envisager une interprétation de ce processus dans des cas plus complexes.

Nous pensons que notre travail apporte quelque clarté dans l'explication du phénomène, découvert par Edouard Branly, et resté jusqu'à présent sans explication valable. Nous espérons qu'il pourra constituer une base intéressante, pour l'étude du phénomène de cohération dans l'ensemble des milieux dispersés.

BIBLIOGRAPHIE

(1)	ARONS,	Annalen De	r P hysik, 6	5, 167,	1898
(2)	BLANC,	Journal de l	Physique, 4	4, 743,	1905
(3)	BLANC,	Ann, de Chi	im. Phys.,	5, 433	, 1905
(4)	De BOER,	J.H., Tran	s, Farad.	Soc., 3	2, 10, 1936
(5)	BOHM,	Quantum Th	neory		
(6)	BRANLY E.,	Comp. Rend	d. Acad. So	ciences	, III, 785, 1890
(7)	BRANLY E.,	n	11	п	112, 90, 1891
(8)	CABRERA,	11	n	11	220, 111, 1945
(9)	CABRERA,	n	n	n	225, 1558, 1947
(10)	CASIMIR, H. B.	G., POLDER	D., Phys.	Review	w, 79, 1948
(11)	CONSTANT E.	, Thèse de Do	octorat, Lil	lle, 196	52
(12)	DERJAGUIN B.	V, ABRIKOS	OVA II., e	t LIFSF	HTZ E.M.,
		Quaterly Re	view, 3, 1	0, 1956	
(13)	DUTRIEUX G.,	Diplôme d'E	Ltudes Tech	niques	Supérieures, Lille, 1964
(14)	FISH	Journal de J	Physique, 3	3, 350,	1904
(15)	FLOM D.G., S	AVAGE R.H.	Ann, Nev	w York,	Acad. Sci., 58, 246, 1954
(16)	FRANZ W.,	Zeit, Phys.	, 132, 285,	1952	
(17)	FROHLICH H.,	Proc. Roy	. Soc., A 1	60, 230	0, 1937
(18)	FROHLICH H.	Report. Of	the British	Electri	cal and Allied Industries
		Research A	Association	L/T 11	13, 1940
(19)	FROHLICH H.	Advances in	Electronic	s, Aca	demic Press Inc.
		Nex York, 1	.950		
(20)	FROMME,	Annalen der	Physik, 68	3, 96, 1	1896
(21)	GABILLARD R.	, RACZY L.	, Comp. R	end. Ac	ad. Sci., 252, 2845, 1961
(22)	GABILLARD R.	, SALMER C	G., BLIOT	F., MC	DRINEAU Y. Rapport
		I.R.E.L. 62	2-02, 1962		

(23)	GABILLARD	R., SALMER G., BLIOT F., Comp. Rend. Acad.
		Sci., 256, 3618, 1963
(24)	GEPPERT D.	<u>V.</u> , Journ. Appli. Phys., 33, 1962
(25)	GERMER L.H	L. et HAWORTH F.E., Phys. Rev., 73, 1121, 1948
(26)	GERMER L.H	L., Journ. Appl. Phys., 22, 1133, 1951
(27)	GERMER L.H	I., SMITH J.C., Journ. Appl. Phys. 23, 553; 1952
(28)	GERMER L.H	., Journ. Appl. Phys., 30, 46, 1959
(29)	<u>GUTHE</u> ,	Ann. Physik, 4, 762, 1901
(30)	HAMAKER H.	<u>C.</u> , Physica, 4, 1058, 1937
(31)	HALL H.C. e	t RUSSEK R.M., Proc. Instr. Elect. Eng., 101/2,
		47, 1954
(32)	HASS,	Annalen der Physik, 31, 245, 1938
(33)	HASS,	Verh. Deutch. Phys. Ges., 3, 22, 1941
(34)	HERNU L.	Rapport I.R.E.L., 1965
(35)	HOLM R. et S	TORMER, Wiss Veröffn, Siemens Werk,9/2, 1930
(36)	HOLM R.,	" " ,10/4,1931
(37)	HOLM R. et F	XIRSCHSTEIN, Zeit, Tech. Phys., 16, 488, 1935
(38)	HOLM R.	Journ. Appl. Phys., 22, 5, 1951
(39)	HOLM R.	Journ. Appl. Mech. 19, 369, 1952
(40)	HOLM R.	Electric Contacts Handbook, Springer, ed. 1958
(41)	JAEGER	Quart Appl. Math., 11, 132, 1953
(42)	JAEGER	Aust. Journ. Sci. Res., 5, 1, 1952
(43)	JURETSCHE 1	M., The surface Chemistry of metals and Semi conduc-
		tors, John Wiley and Sons, 1960
(44)	KHARALDY et	<u>t JACKSON</u> , P.I.E.E.,100/3, 199, 1953
(45)	KISLIUK P.	Journ. Appl. Phys. 25, 897, 1954
(46)	KISLIUK P.	" 30, 51, 1959
(47)	KITTEL C.	Introduction à la physique de l'Etat solide, 1958

(48)	KOHLER M. et	ZIELASEK G., Abh. Braunschv. wiss. Gesel., 4
		117, 1952
(49)	LEBRUN A., I	LIEBAERT R. Colloque Ampere, Paris, 1958
(50)	LEBRUN A.	Cours de D.E.A., Lille, 1965
(51)	LEBRUN J.	Onde Electrique 439, 1022, Octobre 1963
(52)	LEFEBVRE M	. Thèse de Doctorat 3eme Cycle, Lille, 1966
(53)	LEIBLER K.	Journal de Chim. Phys. 70, 1959
(54)	LEIBLER K. e	t KONOPKA J. Colloque Ampere Eindhoven, 1962
(55)	LIFSHITZ E.M	., Dokl. Akad. Nauk. S.S.S.R., 97, 643, 1954
(56)	LIFSHITZ E.M	., Dokl. Akad. Nauk. S.S.S.R., 100, 879, 1955
(57)	LIFSHITZ E.M	., Zhur. Exp. Teoret. Fiz., 29, 94, 1955
(58)	LOMER.	Proc. Phys. Soc. G.B., 63, 367 B, 1950
(59)	LODGE	Société de Physique de Londres, 1898
(60)	LONDON	Trans. Faraday. Society, 33, 1937
(61)	MAC KAY K.G	Phys. Rev. 94, 877, 1954
(62)	MARGENAU	Review of Modern Physics, I, 11, 1939
(63)	MEYERHOFFE	R et OCHS S.A., Journ. Appl. Phys. 34, 9, 1963
(64)	MILLER	Phys. Rev., 99, 1234, 1955
(65)	MOTT	Trans. Faraday Society, 35, 1175, 1939
(66)	MOTT	Trans. Faraday Society, 36, 472, 1940
(67)	PEARSON	Phys. Rev. 56, 471, 1939
(68)	PISTOULET B.	, ROUZEYRE M. et BOUAT G., Onde Electrique
		453, Décembre 1964
(69)	POISSON	Onde Electrique, 334, 1922
(70)	POLAERT R.	Thèse de Docteur Ingénieur, Lille, 1961
(71)	PRADHAN BP.	et GUPTA R.C., J. Sci. Industr. Res. 20B, 1961
(72)	PRESTON G.D.	et BIRCUNSHAW, Phil. Mag. 20, 706, 1935
(73)	RIGHI,	Rapport du Congrés de Physique, 2, 30, 1900

(74)	RYTOV S.M.	Théorie des fluctuations électrostatiqueset du
		rayonnement thermique A.N. S.S.S.R. 1953
(75)	SALMER G., C	ONSTANT E., LEBRUN A., Colloque Ampere,
		Bordeaux 1963
(76)	SALMER G., C	CONSTANT E., LEFEBVRE M., Comptes Rendus
		Acad. Sci. Fr. 259-3193, 1964
(77)	SALMER G., G	ABILLARD R., Compt. Rend. Acad. Sci. Fr.,16,
		252, 1966
(78)	SALMER G.	Compt. Rend. Acad. Sci. Fr. (å paraître) 1966
(79)	SEITZ F.	Physical Review, 76, 1376, 1949
(80)	SLANINKA	Electrotech., Obzov. Geskosl. Res., 51, 8, 1962
(81)	SOMMERFELD	A. et BETHE J., Handbuch der Physik, Berlin, 1933
(82)	STEINHELL	Annalen der Physik, 19, 1934
(83)	STRATTON	Journ. Phys. Chem. Solids., 23, 1963
(84)	SUNDORPH	Wiedmanns Ann. 68, 594, 1899
(85)	TISSOT	Revue Générale des Sciences, 1903
(86)	TOMMASINA	Compt. Rend. Acad. Sci. Fr. 127, 666, 1898
(87)	VAN GULIK	Annalen der Phýsik, 66, 136, 1898
(88)	VASSIK	Onde Electrique, 535, 1924
(89)	WHITEHEAD,	Dielectric Breakdovn of Solids, Clarendon, Oxford, 195

- 169 -

- INTRODUCTION

9

- Chapitre I : LE PHENOMENE DE COHERATION

I-1 Description	12
I=2 Interprétations théoriques antérieures	14
I-3 Aspects fondamentaux de notre interprétation	18
I-4 Phénomènes physiques mis en jeu dans le processus de	
cohération	19

 Chapitre II : <u>DESCRIPTION DES METHODES</u> 	EXPERIMENTALES
UTILISEES	22
II-1 Etude du seuil de cohération	23
II-1-1 Définition - Paramètres fond	amentaux 23
II-1-2 Dispositif experimental	23
II-1-3 Dispersion des résultats expé	rimentaux 24
II-1-4 Résultats expérimentaux obte	nus 27
II-2 Etude du temps de cohération	30
II-2-1 Principe de la mesure	30
II-2-2 Réalisation du dispositif expé	rimental 31
II-2-3 Résultats expérimentaux	33
II-3 Etude des propriétés électriques de	la poudre 35
II-3-l Grandeurs électriques mesur	ées 35
II-3-2 Mesures en courant continu	35
II=3=3 Mesures en courant alternation	f basse fréquence 37
II-3-4 Etude en ondes décimétriques	40
II-3-5 Principaux resultats experim	entaux obtenus 48

• Chapitre III : FORMATION D'UNE FILE D'ELEMENTS CONDUC.	
TEURS DANS UN MASSIF DE POUDRE	58
III-1 Existence d'une file unique d'éléments conducteurs	58
III-1-1 Expériences de Tommasina	59
III-1-2 Expérience de l'électrode fractionnée	60
III-1-3 Etude hyperfrequence de la poudre cohérée	61
III-2 Description qualitative du processus de formation d'une file	65
III=2-1 Déplacement des grains	65
III=2=2 Claquage des couches isolantes	67
III=2=3 Etablissement de liaisons entre grains	68
III-3 Rappel de quelques phénomènes physiques	69
III=3-1 Propriétés superficielles de la poudre - Oxydation	69
III3.2 Claquage de couches isolantes minces	70
III-4 Théorie du claquage dans une file de grains - Effet	
d'avalanche	77
III-4-1 Modele physique choisi	78
III-4-2 Condition de claquage d'une file	79
III=4-3 Cas d'une variable aléatoire discrète	80
III=4=4 Cas d'une variable aléatoire continue	84
III-4-5 Conclusions théoriques - Confirmations expérimen-	
tales	88
• Chapitre IV : CLAOUAGE DES ESPACES ISOLANTS DANS UN	
MASSIF DE POUDRE	93

IV-1 Limites et Insuffisances de la théorie précédente	93
IV-2 Théorie statistique du claquage dans un massif de poudre	95

IV=2=	l Représentation du système	95
IV ~ 2 ~ 2	2 Hypothéses simplificatrices	98
IV=2=3	3 Claquages dans un plan horizontal	101
IV == 2 == 4	4 Claquages dans une direction verticale	104
IV and 2 cm 5	5 Phénomène d'avalanche	107
IV ** 2 ** 6	é Exploitation des résultats théoriques	111
IV=2=7	7 Validité de cette théorie	114
IV-3 Appli	cation de la théorie	117
IV∞3∞]	Variation de la tension de claquage global V avec le	
	parametre de claquage horizontal k	117
IV - 3 - 2	2 Relation entre k et la pression appliquée	122
IV 000 3 000 3	3 Variation de V avec la pression	130
Chapitre V : \underline{E}	TUDE DES LIAISONS EXISTANT ENTRE LES GRAINS	
D	E POUDRE DANS UN MASSIF COHERE	133
V∞l Existe	nce de deux types de liaisons	133
V=2 Etude	des liaisons "métalliques" entre grains de poudre	135
V ••• 2 ••• 1	Existence de ces liaisons	135
V == 2 == 2	Description des liaisons de type métallique	136
V∞2∞3	Processus de formation. Caractéristiques principales	141
V-3 Etude	des liaisons par couches minces	145
V-3-1	Conduction a travers les couches minces	146
V⇔3⇔2	Existence des couches isolantes minces	153
V∞3∝3	Forces d'attraction moléculaire - Rémanence des	
	liaisons	157
CONCLUSION	Section Sectio	163

DEUXIEME THESE

Propositions données par la Faculté

INTERACTIONS SPIN-PHONON

RESONANCE PARAMAGNETIQUE ET NUCLEAIRE ULTRASONORE

Vu et permis d'imprimer Le Recteur de l'Académie de Lille

G. DEBEYRE

Lille, le Juin 1966 Le Doyen de la Faculté des Sciences de Lille Pour le Doyen, J. HEUBEL