

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



LAVALEF

Département : Génie Chimique

Laboratoire de valorisation des énergies fossiles

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Chimique

Étude des matériaux électrostrictifs

Mohand ouyahia BOUSSEKSOU

Sous la direction de : M El-Hadi BENYOUSSEF

Pr (ENP)

Mme Annie COLIN

Pr (ESPCI)

M Mickaël PRUVOST

Doctorant (ESPCI)

Présenté et soutenu publiquement le : (05/09/2018)

Composition du jury :

Présidente : Mme Faroudja MOHELLEBI Pr (ENP)

Promoteur : M El-Hadi BENYOUSSEF Pr (ENP)
Mme Annie COLIN Pr (ESPCI)

Examineur : Mme Fairouz KIES Pr (ENP)
M Toudert AHMED ZAID Pr (ENP)

Invité M Mickaël PRUVOST Doctorant (ESPCI)

RÉPUBLIQUE ALGÉRIENNE DÉMOCRATIQUE ET POPULAIRE

Ministère de l'Enseignement Supérieur et de la Recherche Scientifique

École Nationale Polytechnique



LVALEF

Département : Génie Chimique

Laboratoire de valorisation des énergies fossiles

Mémoire de projet de fin d'études

Pour l'obtention du diplôme d'ingénieur d'état en Génie Chimique

Étude des matériaux électrostrictifs

Mohand ouyahia BOUSSEKSOU

Sous la direction de : M El-Hadi BENYOUSSEF

Pr (ENP)

Mme Annie COLIN

Pr (ESPCI)

M Mickaël PRUVOST

Doctorant (ESPCI)

Présenté et soutenu publiquement le : (05/09/2018)

Composition du jury :

Présidente : Mme Faroudja MOHELLEBI Pr (ENP)

Promoteur : M El-Hadi BENYOUSSEF Pr (ENP)
Mme Annie COLIN Pr (ESPCI)

Examineur : Mme Fairouz KIES Pr (ENP)
M Toudert AHMED ZAID Pr (ENP)

Invité M Mickaël PRUVOST Doctorant (ESPCI)

Dédicaces

Je dédie ce modeste travail tout d'abord à mes parents qui m'ont tout appris, tant donné sans rien demander en retour.

À mon cher frère Issam.

À mes adorables sœurs.

À toute ma famille.

À tous mes amis avec qui j'ai passé de bons moments.

À tous mes enseignants, qui m'ont aidé à me construire.

À tous mes camarades de génie chimique.

Remerciements

Ce travail a été effectué au laboratoire des matériaux innovants pour l'énergie (MIE) de l'école supérieure de physique et chimie industrielle de la ville de Paris (ESPCI Paris).

Tout d'abord, je tiens à remercier Madame Annie COLIN, professeure ESPCI Paris, d'avoir accepté de suivre, de diriger ce travail et de m'avoir prodigué conseils et encouragements.

Mes vifs remerciements s'adressent également, à Monsieur Mickaël PRUVOST, Doctorant ESPCI Paris, pour son soutien, son entière disponibilité et ses précieux conseils.

Je remercie également, Monsieur El-Hadi BENYOUSSEF, professeur ENP Alger, pour m'avoir accepté, encadré et dirigé durant l'élaboration de ce travail ainsi que pour ses conseils, son orientation et sa pédagogie.

Ma profonde reconnaissance s'adresse à Madame Faroudja MOHELLEBI, chef du département de génie chimique ENP Alger, pour son aide et ses conseils.

Je remercie chaleureusement les membres de jury pour l'honneur qu'ils me font en acceptant d'évaluer mon travail.

Je souhaite aussi remercier tous les enseignants du département de génie chimique pour les connaissances qu'ils nous ont transmises et pour l'excellence de la formation promulguée.

Finalement, je voudrais remercier aussi tout ceux qui m'ont aidé à réaliser ce travail de loin ou de près.

ملخص:

يهدف هذا العمل بالدرجة الأولى إلى النجاح في تصنيع المواد الكهربية التي نحتاجها في استرجاع وتحويل الطاقة الاهتزازية إلى طاقة كهربية، ولكن أيضا لاستعمالها كجهاز استشعار للضغط.

يتم إنتاج هذه المواد عن طريق مزجها ومن ثم القيام بشبكها وتجفيفها حتى تصبح قوية ومرنة.

في المرحلة الثانية، نقوم بإجراء تجارب ميكانيكية وكهروناظية (عزل كهربائي) على هذه المواد بهدف تحديد خصائصها.

وعند الانتهاء من تحديد خصائص تلك المواد في ظروف مستقرة، يمكننا في الأخير حساب كمية الطاقة المتحصّل عليها بفضل الدارة الكهربية المقترحة.

المصطلحات الرئيسية:

المواد الكهربية، الطاقة الاهتزازية، استشعار، المزج، كهروناظية.

Abstract: Study of electrostrictive materials

First, the aim of this study is to make electrostrictive materials needed for recovering and converting vibration energy into electric energy, but also for making low pressure sensors.

These materials will be realized through an emulsion path then crosslinked and dried to be strong and flexible.

Secondly, mechanical and dielectric tests will be made on these materials to determine their characteristics.

After characterization of these materials in static mode, we can finally estimate the recovering energy through a proposed harvesting circuit.

Keywords: electrostrictive materials, vibration energy, sensor, emulsion, dielectric.

Résumé : Étude des matériaux électrostrictifs

L'objectif de ce travail est, dans une première étape, de réussir à fabriquer des matériaux électrostrictifs dont nous avons besoin pour récupérer et convertir l'énergie vibratoire en énergie électrique, mais aussi pour être utilisés en tant que capteur de pression. Ces matériaux seront réalisés par voie émulsion, puis réticulés et séchés pour être solide et souple.

En seconde étape, des essais mécanique et diélectrique seront réalisés sur ces matériaux afin de déterminer leurs caractéristiques.

Après la caractérisation de ces matériaux en régime statique, nous pourrons enfin estimer l'énergie récupérée grâce à un circuit de récupération proposé.

Mots clés : matériaux électrostrictifs, l'énergie vibratoire, capteur, voie émulsion, diélectriques.

Table des matières

Table des matières

Liste des tableaux	
Liste des figures	
Liste des nomenclatures	
Liste des abréviations	
Introduction générale	15
Partie 1 : revue bibliographique.....	17
Chapitre 1 : Généralités sur les polymères électrostrictifs.....	18
1.1.Introduction.....	19
1.2.Définition des polymères électroactifs.....	19
1.3.Classification des polymères électroactifs.....	20
1.3.1. Les polymères électroactifs électroniques	20
1.3.2. Les polymères électroactifs ioniques.....	20
1.4.Les polymères électrostrictifs.....	22
1.5.Différents types des polymères électrostrictifs.....	22
1.5.1. Les élastomères diélectriques.....	22
1.5.2. Les polymères semi cristallins	23
1.6.Phénomène d'électrostriction	23
1.7.Application des polymères électrostrictifs.....	25
1.8.Forces électrostatiques, contrainte de Maxwell.....	26
Chapitre 2 : Propriétés mécanique et électrique des polymères électrostrictifs.....	28
2.1.Introduction.....	29
2.2.Propriétés mécaniques	29
2.2.1. Essai de traction	29
2.3.Propriétés électriques.....	30
2.3.1. Permittivité	30
2.3.2. Conductivité.....	31
2.3.3. Résistivité	32
2.3.4. Facteur de dissipation	32
2.3.5. Polarisation dans les polymères	33
2.3.5.1.Polymères apolaires.....	33
2.3.5.2.Polymères polaires.....	33

Table des matières

Chapitre 3 : La récupération de l'énergie mécanique de vibration.....	35
3.1.Introduction.....	36
3.2.Principales sources d'énergie	36
3.3.Récupération de l'énergie mécanique	37
3.3.1. Récupération de l'énergie mécanique par des matériaux piézoélectriques.....	39
3.3.2. Récupération de l'énergie mécanique par des générateurs électromagnétiques.....	40
3.3.3. Récupération de l'énergie mécanique par des générateurs électrostatiques.....	40
Partie 2 : Matériaux et expérimentation	42
Chapitre 4 : Développement des matériaux.....	43
4.1.Préparation des composites poreux sans carbone (utilisation du PDMS Sylgard).....	44
4.1.1. Présentation des composés chimiques.....	44
4.1.2. Voie d'émulsion	45
4.1.3. Protocole expérimental.....	46
4.2.Préparation des composites poreux avec carbone (utilisation du PDMS RTV).....	48
4.2.1. Présentation des composés chimiques	48
4.2.2. Protocole expérimental.....	50
Chapitre 5 : Caractérisation des matériaux	52
5.1.Propriété mécanique mesurée : le module d'Young	53
5.1.1. Protocole expérimental.....	53
5.1.2. Résultats et discussion	54
5.2.Propriétés diélectriques	56
5.2.1. Protocole expérimental.....	56
5.2.2. Méthode de calcul.....	56
5.2.3. Résultats et discussion	57
a) Détermination des propriétés électriques du composite poreux avec carbone.....	57
b) Détermination des propriétés électriques du composite poreux sans carbone.....	57
Chapitre 6 : Application à la récupération de l'énergie	60
6.1.Protocole expérimental.....	61

Table des matières

6.2.Méthode de calcul.....	62
6.3.Résultats et discussion	64
Chapitre 7 : Intégration à un capteur de pouls	69
7.1.Mesure de sensibilité	70
7.1.1. Protocole de mesure.....	70
7.1.2. Méthode de calcul	71
7.1.3. Résultats et discussion	71
7.2.Mesure du temps de réponse	74
7.3.Application à un capteur de pouls	76
Conclusion générale	79
Références bibliographiques.....	80

Liste des tableaux

Liste des tableaux

Tableau 2.1 : Permittivité relative de quelques matériaux.....	31
Tableau 3.1 : Les principales sources d'énergie exploitables dans l'environnement.....	37
Tableau 3.2 : Exemples de sources mécaniques.....	37
Tableau 4.1 : Présentation des composés chimiques utilisés pour la préparation des composites poreux sans carbone en utilisant le PDMS sylgard 184.....	44
Tableau 4.2 : La composition chimique de la phase huile.....	46
Tableau 4.3 : Présentation des composés chimiques utilisés pour la préparation des composites poreux avec carbone en utilisant le PDMS RTV615.....	48
Tableau 5.1 : Propriétés géométriques du PDMS RTV poreux.....	58
Tableau 5.2 : Propriétés électriques du PDMS RTV.....	58
Tableau 5.3 : Propriétés géométriques du PDMS sylgard poreux.....	58
Tableau 5.4 : Propriétés électriques du PDMS Sylgard.....	58
Tableau 5.5 : Propriétés des matériaux.....	58
Tableau 6.1 : Bilan énergétique du composite poreux PDMS RTV.....	67

Liste des figures

Liste des figures

Figure 1.1 : Polymère électroactif.....	19
Figure 1.2 : Structure d'un matériau électroactif électronique.....	20
Figure 1.3 : Structure d'un matériau électrostrictif ionique.....	21
Figure 1.4 : Classification des polymères électroactifs.....	21
Figure 1.5 : Polymères électrostrictifs en tant que muscles artificiels pour applications robotiques.....	23
Figure 1.6 : Schéma qui montre l'effet d'électrostriction.....	24
Figure 1.7 : Schéma des deux techniques de caractérisation pour déterminer le coefficient électrostrictif M_{ij}	24
Figure 1.8 : Générateur d'énergie à base des polymères électrostrictifs.....	25
Figure 1.9 : Application biomédicales (bras robotique).....	26
Figure 1.10 : Déformation sans changement volumique d'un élastomère diélectrique souple sous champ électrique par la contrainte électrostatique de Maxwell.....	26
Figure 2.1 : Courbe contrainte-déformation.....	29
Figure 2.2 : Réponse du comportement élastique linéaire lors d'un essai en traction uniaxial.....	30
Figure 2.3 : Condensateur plan à vide.....	30
Figure 2.4 : Types de polarisation dans les polymères.....	33
Figure 2.5 : Représentation schématique des quatre types de polarisation.....	34
Figure 3.1 : Sources d'énergie disponibles sur terre.....	36
Figure 3.2 : Structure d'un récupérateur d'énergie vibratoire.....	38
Figure 3.3 : méthodes de conversion pour l'énergie mécanique.....	39
Figure 3.4 : Illustrations de l'effet piézoélectrique direct et inverse.....	39
Figure 3.5 : Principe simplifié de conversion électrostatique.....	41
Figure 4.1 : Représentation schématique d'une émulsion.....	46
a) Huile dans Eau.	
b) Eau dans Huile.	
c) Eau dans Huile dans Eau.	
d) Huile dans Eau dans Huile.	
Figure 4.2 : Doctor blade.....	47
a) Vue de face.	
b) Vue de dessus.	
Figure 4.3 : Dépôt du matériau sur le substrat.....	47
Figure 4.4 : Matériau après réticulation.....	47

Liste des figures

Figure 4.5 : Photo au microscope électronique d'une coupe transversale d'un composite poreux sans carbone (PDMS Sylgard).....	48
Figure 4.6 : Schéma de la préparation des matériaux poreux avec carbone.....	50
Figure 4.7 : Photo au microscope électronique d'une coupe transversale d'un composite poreux avec carbone (PDMS RTV).....	51
Figure 5.1 : Dispositif expérimental (Machine de traction).....	54
Figure 5.2 : Courbe contrainte-déformation du PDMS RTV.....	54
Figure 5.3 : Courbe contrainte-déformation du PDMS Sylgard.....	55
Figure 5.4 : Principe de mesure des propriétés électriques.....	56
Figure 6.1 : Schéma de la configuration expérimentale.....	61
Figure 6.2 : Schéma de la poutre de forme triangulaire.....	62
Figure 6.3 : Schéma expérimental pour la détermination de R_f	64
Figure 6.4 : La différence de tension à travers la résistance de charge.....	65
Figure 6.5 : Puissance récupérée par le matériau en fonction de la résistance de charge à la fréquence de résonance avec une accélération appliquée de 3 g.....	65
Figure 6.6 : Puissance récupérée par le matériau en fonction de la fréquence avec une accélération appliquée de 3 g et une résistance de charge fixe à 6 M Ω	66
Figure 6.7 : Puissance récupérée par le matériau en fonction de l'accélération à la fréquence de résonance et une résistance de charge fixe à 6 M Ω	66
Figure 7.1 : Configuration expérimentale pour les mesures de détection de pression.....	70
Figure 7.2 : Cycle aller du Polymère PDMS RTV.....	71
Figure 7.3 : Cycle aller et retour du Polymère PDMS RTV.....	72
Figure 7.4 : Stabilité et reproductibilité du changement de capacité induit par la pression....	72
Figure 7.5 : Cycle d'aller pour le premier et le centième cycles.....	73
Figure 7.6 : Variation de la sensibilité en fonction du numéro de cycle.....	74
a) Zone de contrainte 0-1 kPa.	
b) Zone de contrainte 1-8 kPa.	
c) Zone de contrainte 8-25 kPa.	
Figure 7.7 : Schéma du montage expérimental permettant la mesure du temps de réponse...	75
Figure 7.8 : Courbe de variation de C en fonction de t du matériau sensible pour plus de 100 cycles de chargement/déchargement (10 s pour chaque cycle).....	75
Figure 7.9 : Vue agrandie de la réponse du capteur à la pression appliquée.....	76
Figure 7.10 : Image du dispositif sensible à la pression sur un poignet humain.....	76

Liste des nomenclatures et abréviations

Liste des nomenclatures

Symbole	Signification	Unité
D_i	Densité de flux électrique	V.m
S_i	Déformation	Sans unité
τ	Contrainte	N/m ²
Y	Module de Young	Pa
M_{ijkl}	Coefficient électrostrictif	m ² /V ²
E_i, E_j	Composante du champ électrique	V/m
ϵ_{ij}	Coefficient linéaire de permittivité diélectrique	F/m
U	Densité d'énergie	J/m ²
V	Différence de potentiel	V
C	Capacité du condensateur	F
R	Résistance	Ω
ρ	Résistivité	$\Omega.m$
ϵ_0	Permittivité du vide	F/m
ϵ_r	Permittivité relative	Sans unité
ϵ	Permittivité absolue	F/m
e	Épaisseur	(m)
A	Surface	(m ²)
S_m	Déformation mécanique	Sans unité
τ_m	Contrainte mécanique	N/m
F	Force appliquée	N
σ^*	Conductivité complexe	S/m
σ'	La partie réelle de la conductivité	S/m
σ''	La partie imaginaire de la conductivité	S/m
ω	Fréquence angulaire	rad/s
$\tan \delta$	Facteur de dissipation	Sans unité
δ	Angle de perte	Sans unité
f	Fréquence	Hz
T	Période	s
t	Temps	s
$i(t)$	Courant en fonction du temps	A
$u(t)$	Tension en fonction du temps	V
$U_R(t)$	Tension aux bornes de la résistance	V
s	Sensibilité	Pa ⁻¹
\bar{P}	Puissance récupérée	W
$P_{dissipée}$	Puissance dissipée	W
$P_{produite}$	Puissance produite	W
R_{fuite}	Résistance de fuite	Ω
R_{charge}	Résistance de charge	Ω
E_{DC}	Tension de polarisation	V
U_{charge}	Tension de charge	V
U_{fuite}	Tension de fuite	V
a	Accélération	m/s ²
E_c	Énergie stockée dans un condensateur	J
Q	Charge	C
$P_{systolique}$	Pression systolique	Pa
$P_{diastolique}$	Pression diastolique	Pa
$P_{artérielle}$	Pression artérielle	Pa

Liste des nomenclatures et abréviations

Liste des abréviations

Abréviation	Signification
BNC	Bayonet Neill–Concelman connector
bpm	Battements par minute
EAPs	Electroactive polymers
E/H	Eau dans huile
E/H/E	Eau dans Huile dans Eau
H/E	Huile dans eau
H/E/H	Huile dans eau dans huile
MEM	MicroElectroMechanicalSystems
PDMS	Polydiméthylsiloxane
PVDF	Polyfluorure de vinylidène

Introduction générale

Introduction générale

Les nouveaux enjeux énergétiques ont favorisé l'émergence d'un engouement collectif à la fois pour les énergies renouvelables et pour les moyens de production énergétiques durables. Le concept de source de production secondaire d'énergie est basé sur la possibilité de récupération de toute forme d'énergie potentielle afin de la transformer en source d'électricité exploitable. Ainsi, récupérer l'énergie ambiante à partir de diverses ressources telles que mécaniques (vibratoires, mouvements...), thermiques (êtres vivants, machines...), photovoltaïques (lumière solaire ou artificielle) et électromagnétiques hautes fréquences (ondes ambiantes ou dédiées) est une alternative prometteuse afin d'assurer l'autonomie énergétique d'appareils nomades [1]. Cette notion a conduit, ces dernières années, à un regain dans les travaux de recherche sur la récupération de micro -énergie renouvelable par le développement, par exemple, de l'électronique de faible puissance.

Après avoir examiné plusieurs méthodes de récupération d'énergie, les chercheurs ont conclu que l'utilisation de polymères électrostrictifs apporte un grand nombre d'avantages par rapport aux matériaux inorganiques, l'électrostriction étant la déformation d'un matériau lors de l'application d'un champ électrique. Les niveaux de connaissance et de savoir-faire technologique, actuel, permettent maintenant de fabriquer des polymères avec les propriétés mécanique et électriques désirées rendant ainsi possible la conception de système à des coûts moindres, avec des encombrements et des masses plus faibles. En effet, par rapport aux matériaux inorganiques (type céramique ou monocristaux), ces polymères sont légers, très flexibles et par la même peuvent être configurés dans des formes complexes. En outre, leurs propriétés peuvent être adaptées en fonction de la demande. L'utilisation de ces polymères est en pleine expansion, mais peu de structures récupératrices d'énergie exploitent leurs potentiels. De nombreuses avancées technologiques sont encore à réaliser : de l'amélioration du matériau à son utilisation en générateur en passant par sa caractérisation fiable et sa modélisation. La récupération d'énergie à l'aide de ce type de matériaux permet de constituer des systèmes, respectueux de l'environnement en exploitant une énergie renouvelable [2,3].

Ce travail se subdivise en deux parties essentielles :

- Une première qui consiste en une revue bibliographique qui traite des points suivants :
 - Généralités sur les polymères électrostrictifs.
 - Les polymères électrostrictifs et leurs propriétés.
 - La récupération d'énergie mécanique via les polymères électrostrictifs.

- La deuxième partie, essentiellement expérimentale, traite :
 - Du développement des matériaux.
 - De la caractérisation mécanique et électrique des matériaux.
 - Application à la récupération de l'énergie.
 - De l'intégration à un capteur de pouls.

Partie 1 :
Revue
bibliographique

Chapitre 1 :
Généralités sur les
polymères
électrostrictifs

1.1.Introduction :

Parmi les défis des années à venir en termes de recherche et d'innovation, le développement des dispositifs autonomes d'énergie tient une large place.

Par dispositif autonome, on entend un système capable de générer et/ou récupérer de l'énergie à partir des conditions extérieures (vibrations mécaniques, pression, vent, vagues, température...) auxquelles ce système va être soumis. L'utilisation de polymères électrostrictifs constitue une voie particulièrement innovante pour la génération et la récupération d'énergie de systèmes autonomes [4].

1.2.Définition des polymères électroactifs :

La nécessité de remplacer les matériaux conventionnels (bois, céramique, métaux, etc.) par de nouveaux matériaux est devenue un enjeu industriel majeur. Les espoirs placés dans ces nouveaux matériaux sont immenses, car ils seront liés aux développements technologiques futurs et leurs propriétés nouvelles seront une réponse aux problèmes contemporains.

Les polymères électroactifs (figure 1.1) (Electroactive polymers EAPs en anglais) sont une classe de polymères avec un fort couplage entre les propriétés électriques et mécanique. En conséquence, lorsqu'une tension est appliquée, il est capable de changer leur forme et leur dimension.



Figure 1.1 : Polymère électroactif [5].

1.3. Classification des polymères électroactifs :

Selon Bar-Cohen [6], les polymères électroactifs sont classés en deux grandes familles :

- La famille électronique.
- La famille ionique.

1.3.1. Les polymères électroactifs électroniques :

- Généralement les polymères de cette famille sont des polymères solides.
- Ils sont activés par un champ électrique extérieur.
- Ce type de polymère présente une structure composée du matériau pris entre deux électrodes en sandwich (figure 1.2).
- Ils fonctionnent à température ambiante.
- Souvent ils présentent l'avantage de forte déformation et une réponse rapide (ms).

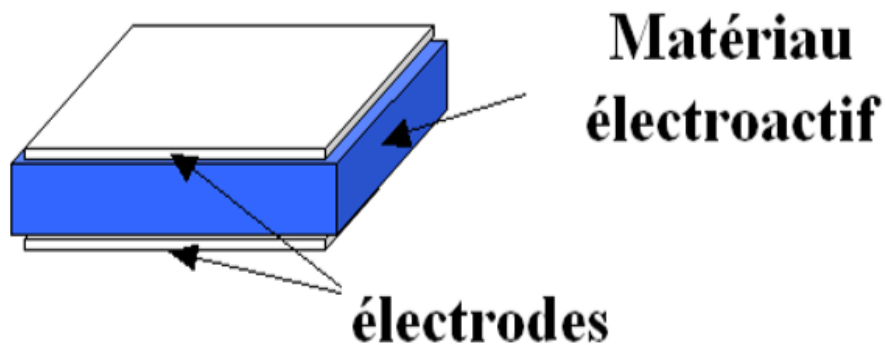


Figure 1.2 : Structure d'un matériau électroactif électronique [2].

1.3.2. Les polymères électroactifs ioniques :

- Ils sont basés sur une diffusion d'ions ou de molécules au sein du matériau.
- L'application d'un champ électrique entre les électrodes entraîne un déplacement d'ions à l'intérieur du matériau.
- Les polymères électroactifs ioniques sont présentés sous forme de gel électrolyte ou de polymère liquide.
- Ils ont des caractéristiques de réponse lente par rapport aux polymères électroactifs électroniques.
- Ils sont sensibles à la température et l'humidité.

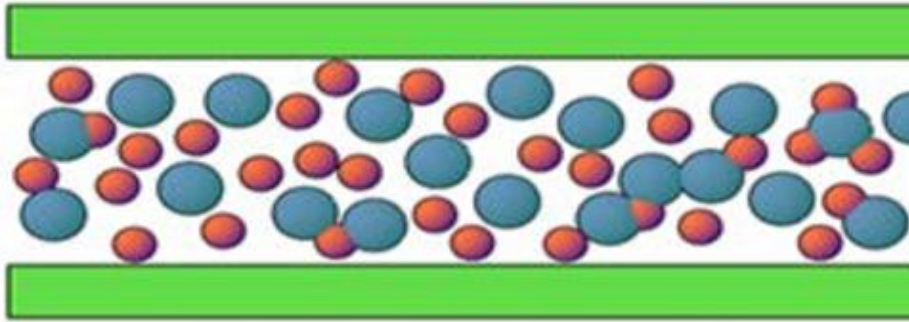


Figure 1.3 : Structure d'un matériau électrostrictif ionique [7].

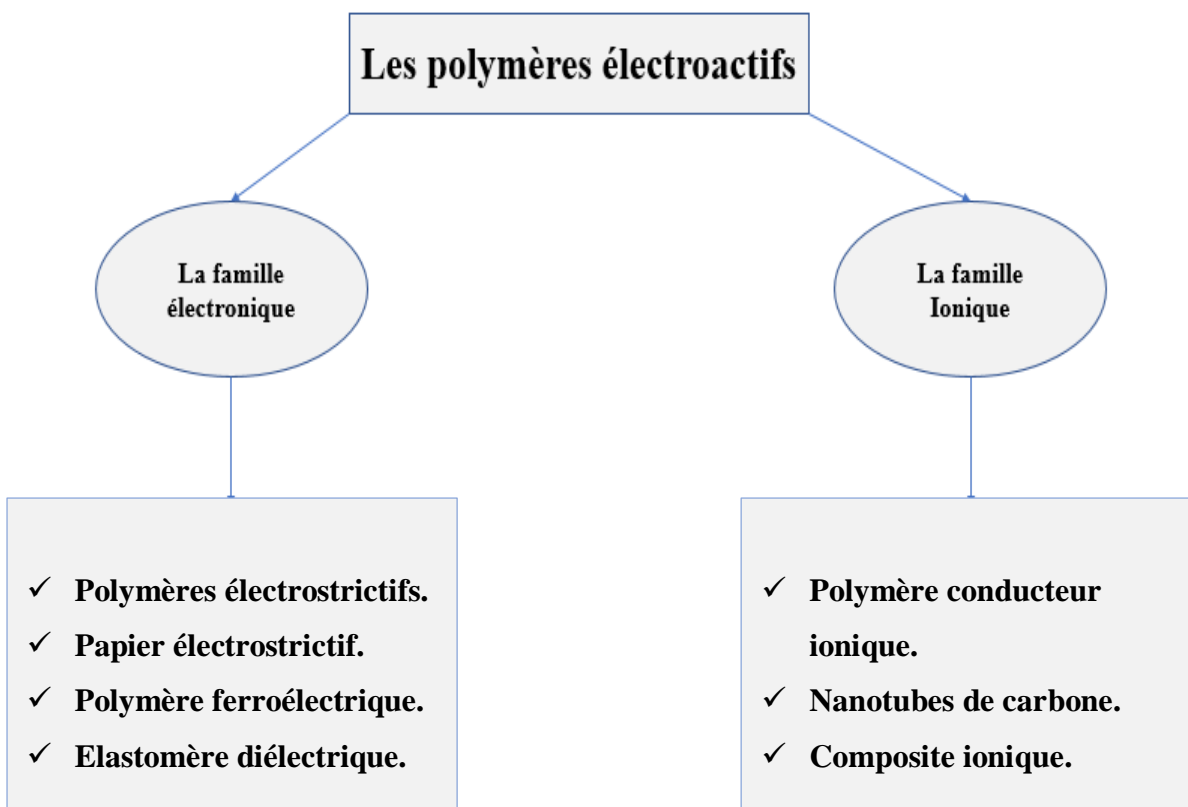


Figure 1.4 : Classification des polymères électroactifs.

Dans la suite de cette partie, on s'intéressera uniquement aux polymères électrostrictifs qui font l'objet de notre étude.

1.4. Les matériaux électrostrictifs :

Les matériaux électrostrictifs sont des matériaux sensibles, adaptatifs et évolutifs, leur caractéristiques restent toujours les mêmes, quelles que soient les sollicitations auxquelles ces matériaux sont soumis.

Ils possèdent des fonctions qui leur permettent de se comporter comme un capteur (détecter des signaux), un actionneur (effectuer une action sur son environnement) ou parfois comme un processeur (traiter, comparer, stocker des informations).

Ces matériaux sont capables de modifier spontanément leurs propriétés physiques, par exemple leur forme, leur connectivité, leur viscoélasticité ou leur couleur, en réponse à des excitations naturelles ou provoquées venant de l'extérieur ou de l'intérieur du matériau (variations de température, contraintes mécaniques, champs électriques ou magnétiques) [8].

Ce type de matériau reçoit une attention récente dans le domaine de la récupération d'énergie parce qu'il présente de grands changements de capacité sous déformation, ce qui permettra d'avoir une récupération d'énergie efficace.

Les matériaux électrostrictifs présentent plusieurs avantages dont :

- Ils peuvent être intégrés facilement dans MEMs (MicroElectroMechanicalSystems) et fonctionnent à une tension de polarisation faible.
- Contrairement aux matériaux piézoélectriques qui fonctionnent bien, mais seulement pour des fréquences relativement élevées, les matériaux électrostrictifs sont des alternatives intéressantes par leur faible rigidité mécanique qui permet de fonctionner à basse fréquence (<100 Hz) et à très basse fréquence (< 1 Hz). De plus ils ne nécessitent pas de tension de prépolarisation importante avant leur utilisation contrairement aux matériaux piézoélectriques.

1.5. Différents types de polymères électrostrictifs :

Les différents types de polymères électrostrictifs existants sont nombreux dont on cite :

1.5.1. Les élastomères diélectriques :

- Ce type de polymères sont très souples, ils présentent un comportement diélectrique idéal (permittivité presque constante).
- La caractéristique spécifique de ces polymères est la permittivité électrique qui est assez faible (2-5).
- Les polymères les plus importants qui sont de très bons représentants [9] de ce type :
 - Le latex.
 - Le silicone
 - L'acrylique.

1.5.2. Les polymères semi-cristallins :

- Cette catégorie inclut des polymères qui présentent un degré cristallin avancé.
- Ils sont plus rigides.
- Ils présentent des permittivités très élevées par rapport aux élastomères diélectriques.
- Ils ont un intérêt important par le fait qu'ils présentent des propriétés intermédiaires entre les élastomères diélectriques et les céramiques électroactives.
- On pourrait donner comme exemple [9]:
 - Les copolymères et terpolymères de PVDF.
 - Les polyuréthanes.

1.6. Phénomène d'électrostriction :

Quand un fort champ électrique est appliqué à un isolant électrique, une déformation (contraction) du matériau se produit. Cet effet est visible sur l'illustration figure 1.5. Cette propriété électromécanique de l'isolant électrique est appelée électrostriction.

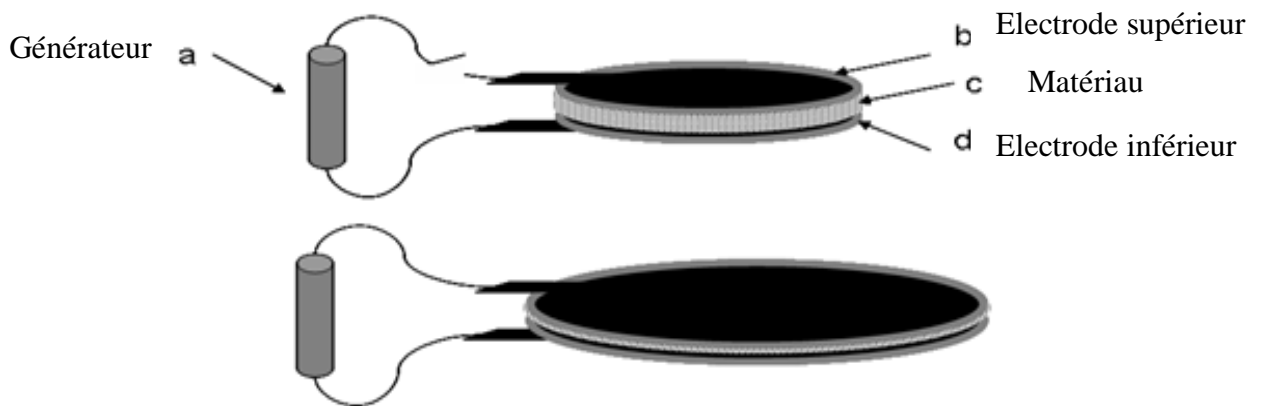


Figure 1.5 : Polymères électrostrictifs en tant que muscles artificiels pour applications robotiques [10].

L'électrostriction est le couplage entre le champ électrique ou la polarisation et la déformation du matériau. Elle se produit dans tous les matériaux isolants (non conducteurs) de courant électrique. Lorsqu'une différence de tension est appliquée aux matériaux électrostrictifs, ces matériaux subissent un changement temporaire dans la forme.

L'équation générale [11] qui régit l'électrostriction est donnée par les équations 1.1 et 1.2 :

$$D_i = \epsilon_{ij} E_j + 2M_{ij} E_i \tau_j \quad (1.1)$$

$$S_i = \frac{\tau_j}{Y} + M_{ijkl} E_i E_j \quad (1.2)$$

Avec :

D_i : Les composantes de la densité du flux électrique (V.m).

S_i : Les composantes de la déformation (sans unité).

τ_j : les composantes de la contrainte (N/m²)

Y : Le module d'Young (Pa).

M_{ijkl} : Les coefficients électrostrictifs (m²/V²).

E_i, E_j : Les composantes du champ électrique (V/m).

ϵ_{ij}^T : Les coefficients linéaires de permittivité diélectrique du matériau (F/m).

La figure ci-dessous montre l'effet d'électrostriction provenant du couplage direct entre la polarisation et la réponse mécanique.

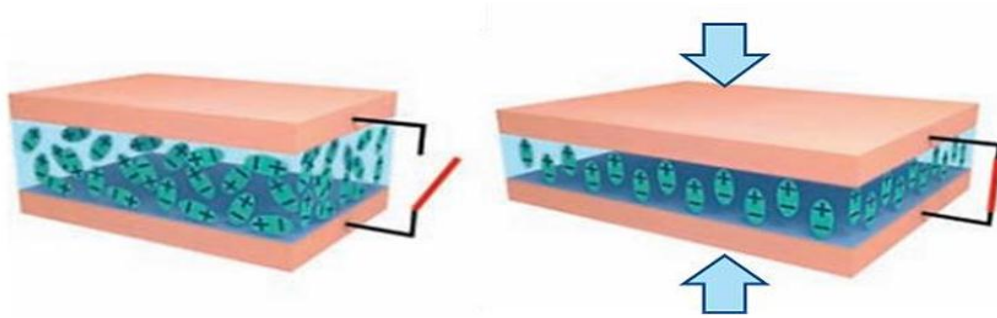


Figure 1.6 : Schéma qui montre l'effet d'électrostriction.

Selon la contrainte mécanique appliquée, nous distinguons deux coefficients d'électrostriction M_{13} et M_{33} .

Le coefficient électrostrictif M_{33} est obtenu quand le champ électrique appliqué est parallèle à la déformation (figura 1.7.a).

Quand un champ électrique appliqué est perpendiculaire à la déformation, nous avons mesuré le coefficient électrostrictif M_{13} (figura 1.7.b).

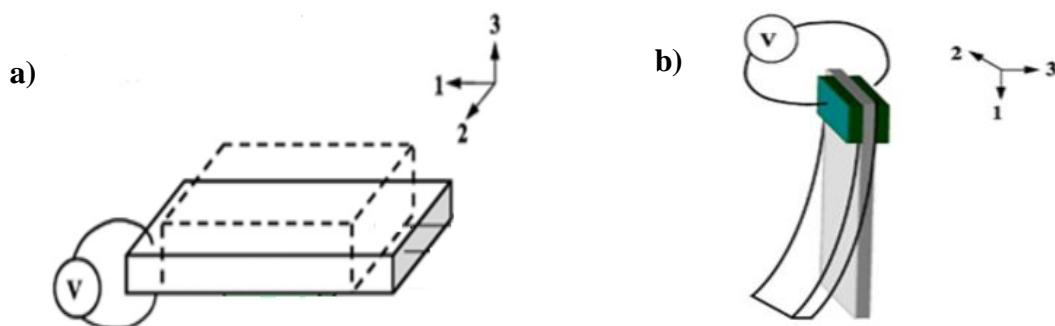


Figure 1.7 : Schéma des deux techniques de caractérisation pour déterminer le coefficient électrostrictif M_{ij} [2].

a) M_{33} .

b) M_{13} .

1.7.Applications des polymères électrostrictifs :

En raison de leur faible cout, de leur facilité de mise en œuvre et de leur sensibilités aux basses fréquences, les matériaux électrostrictifs sont particulièrement intéressants par rapport aux autres matériaux.

Pour ces raisons ces matériaux sont de plus en plus utilisés dans la plupart des domaines.

- **Génération de l'énergie :**

En mode générateur, l'énergie peut se produire à partir des déformations mécaniques que subit le polymère électrostrictif comme la force de vent, de l'eau et de la force humaine.

La figure ci-dessous présente une série de concepts des générateurs d'énergie à partir des polymères électrostrictifs.



Figure 1.8 : Générateur d'énergie à base des polymères électrostrictifs [5].

- **Applications biomédicales :**

De nombreuses applications biomédicales existent, comme les prothèses et orthèses dans lesquelles les polymères électrostrictifs peuvent fonctionner avec succès comme muscles artificiels.



Figure 1.9 : Application biomédicale (bras robotique) [10].

- **Fabrication des haut-parleurs, pompes et valves :**

Les polymères électrostrictifs sont aussi utilisés pour développer des haut-parleurs qui peuvent jouer de la musique et de la voix [12]. Ils sont aussi adaptés pour être utilisés comme système microélectromécanique, pompes et valves.

1.8. Forces électrostatiques, contrainte de Maxwell :

L'électrostatique est basée sur des formules pour analyser la force potentielle et les interactions entre différents acteurs potentiellement électrisables. Ce sont les forces de Coulomb à l'origine de l'attraction des électrodes qui encapsulent l'élastomère.

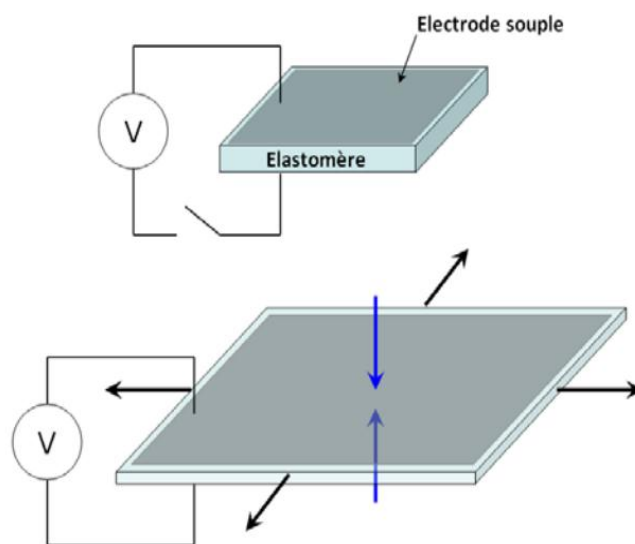


Figure 1.10 : Déformation sans changement volumique d'un élastomère diélectrique souple sous champ électrique par la contrainte électrostatique de Maxwell [13].

La densité d'énergie d'un milieu électrique est :

$$\mathbf{u} = \frac{1}{2} \mathbf{D} \cdot \mathbf{E} = \frac{1}{2} \epsilon_r \epsilon_0 \mathbf{E}^2 \quad (1.3)$$

Avec :

D et E sont dans la même direction dans le cas des diélectriques isotropes.

Avec :

D est la densité de flux électrique qui est défini par l'équation 1.4 :

$$\mathbf{D}_i = \epsilon \mathbf{E}_i \quad (1.4)$$

Pour un condensateur de capacité C, nous avons :

$$C = \epsilon_r \epsilon_0 \frac{A}{e} \quad (1.5)$$

Cette dernière expression peut être modifiée en utilisant : $\mathbf{E} = \frac{V}{e}$.

Il en découle que l'énergie conservée dans un condensateur peut s'écrire sous la forme donnée par l'équation 1.6 :

$$U = \mathbf{u} A e = \frac{1}{2} C V^2 \quad (1.6)$$

La force entre les deux électrodes est :

$$F = - \frac{dU}{de} \quad (1.7)$$

La différentielle de l'énergie s'écrira alors sous la forme de l'équation 1.8 :

$$dU = \frac{1}{2} \epsilon_r \epsilon_0 V^2 d\left(\frac{A}{e}\right) = \frac{1}{2} \epsilon_r \epsilon_0 V^2 \left(\frac{1}{e} dA - \frac{A}{e^2} de\right) \quad (1.8)$$

Si la tension est constante, l'expression de $d\left(\frac{A}{e}\right)$ change lors du volume constant pendant la déformation dont :

$$d(Ae) = e dA + A de = 0 \text{ ou } d\left(\frac{A}{e}\right) = -d\left(\frac{e}{A}\right) \quad (1.9)$$

On obtient donc la force créée entre deux électrodes :

$$F = - \frac{dU}{de} = \epsilon_r \epsilon_0 E^2 A \quad (1.10)$$

La contrainte de Maxwell (τ_M) sur une surface A ou la pression d'actionnement est :

$$\tau_M = \frac{F}{A} = \epsilon_r \epsilon_0 E^2 \quad (1.11)$$

La déformation électromécanique sous le champ électrique E pour un polymère souple de module d'Young Y sera donc [14] :

$$S_M = - \frac{\tau}{Y} = \frac{\epsilon_r \epsilon_0 E^2}{Y} \quad (1.12)$$

Chapitre 2 :
Propriétés mécanique
et électrique des
polymères
électrostrictifs

2.1.Introduction :

Les matériaux diélectriques traditionnels ont longtemps été des substances isolantes minérales (silice, alumine ...), mais les matériaux polymères sont de plus en plus utilisés du fait de leurs possibilités de mise en œuvre (films, laminés, moulage...), de leur flexibilité ainsi que leur faible densité et la grande variété de compositions leur permettant de s'adapter à des besoins spécifiques.

2.2.Propriétés mécaniques :

2.2.1. Essai de traction :

Parmi les essais les plus fréquemment utilisés afin de déterminer le comportement mécanique des matériaux est l'essai de traction. Cet essai est caractérisé par sa facilité de mise en œuvre ainsi que par la richesse des informations fournies.

Lors de cet essai, on impose une contrainte $\tau = \frac{F}{A}$ et on suit la variation de la déformation

$S = \frac{\Delta l}{l_0} = \frac{l-l_0}{l_0}$. Généralement, on obtient une courbe similaire à celle de la figure 2.1.

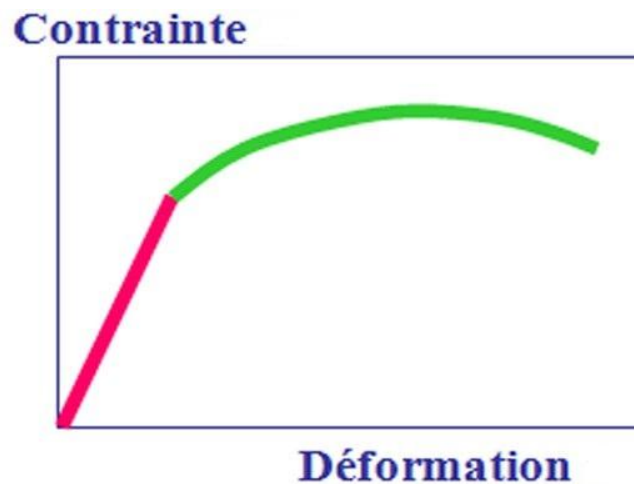


Figure 2.1 : Courbe contrainte-déformation [15].

La partie linéaire de cette courbe correspond à la loi de Hooke (qui décrit le comportement élastique linéaire pour lequel la déformation est parfaitement réversible), elle s'exprime sous la forme :

$$\tau = Y * S \quad (2.1)$$

Avec :

τ : La contrainte (Pa).

Y : Le module de Young (Pa).

S : La déformation (%).

Chapitre 2 : Propriétés mécanique et électrique des polymères électrostrictifs

Le module d'Young est une caractéristique de la rigidité du matériau, plus ce paramètre est faible plus le composé est flexible. Il est défini par le rapport entre la contrainte et la déformation (loi de Hooke).

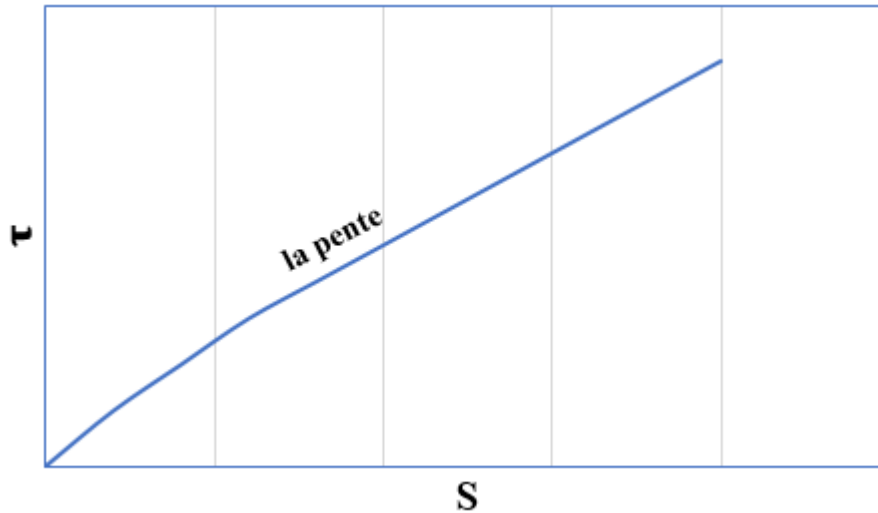


Figure 2.2 : Réponse du comportement élastique linéaire lors d'un essai en traction uniaxial.

2.3. Propriétés électriques :

2.3.1. Permittivité :

Soit un condensateur plan à vide (figure 2.3). Sa capacité est :

$$C = \epsilon_0 \frac{A}{e} \quad (2.2)$$

Avec :

C : la capacité du condensateur (F).

ϵ_0 : la permittivité du vide ($\epsilon_0 = 8,85 \times 10^{-12}$ F/m).

A : la surface (m^2).

e : épaisseur (m).

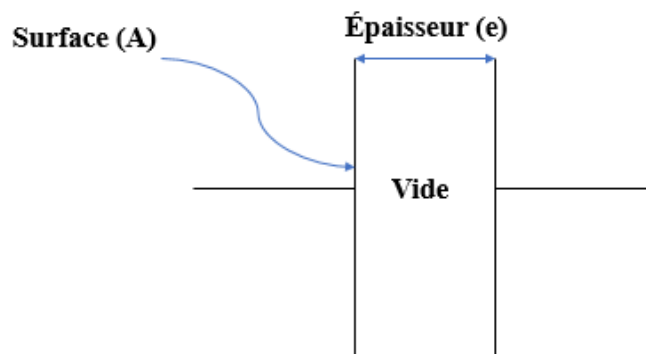


Figure 2.3 : Condensateur plan à vide.

Chapitre 2 : Propriétés mécanique et électrique des polymères électrostrictifs

Si le vide est remplacé par un isolant, dans ce cas la capacité devient :

$$C = \varepsilon \frac{A}{e} \quad (2.3)$$

Avec :

ε : la permittivité absolue du matériau.

La permittivité relative est définie par le rapport :

$$\varepsilon_r = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0} \quad (2.4)$$

- Pour l'air, le gaz et le vide nous avons $\varepsilon_r=1$, donc :

$$\varepsilon = \varepsilon_r * \varepsilon_0 = \varepsilon_0 = 8,85 * 10^{-12} \text{ F/m.}$$

- Pour tous les matériaux isolants, $\varepsilon_r > 1$.

Le tableau 2.1 [16] reporte quelques exemples de la permittivité relative de quelques matériaux.

Tableau 2.1 : Permittivité relative de quelques matériaux [16].

Matériau	ε_r	Matériau	ε_r
Air	1,02	PEEK (polyéther ethercétone)	3,3
PTFE [poly(tétrafluoréthylène)]	2,1	LCP (polymère cristal liquide)	3-4
PP (polypropylène)	2,2	PVC (polychlorure de vinyle)	4,0
PE (polyéthylène)	2,3 à 2,65	SiO2 (silice)	3,9 à 4,5
PS (polystyrène)	2,5	PA66 (polyamide 66)	4,6

2.3.2. Conductivité :

Quand le champ électrique est appliqué sur un matériau diélectrique, un courant apparaît dans le matériau.

Ce courant représente les pertes au cours de la polarisation, il se traduit par non seulement la polarisation, mais également une conduction à travers les défauts du diélectrique.

Dans ce cas, la conductivité électrique est la capacité d'un matériau à laisser passer et conduire le courant électrique.

La conductivité σ^* (ω) d'un matériau à une fréquence angulaire ω peut être exprimée par la relation complexe [17] :

$$\sigma^*(\omega) = \sigma' + j\sigma'' \quad (2.5)$$

Avec :

$\sigma^*(\omega)$: la conductivité complexe.

σ' : la partie réelle de la conductivité.

σ'' : la partie imaginaire de la conductivité

2.3.3. Résistivité :

Les polymères diélectriques étant essentiellement utilisés comme isolants, ils doivent présenter une bonne résistivité [16]. Et comme la résistivité est l'inverse de la conductivité, donc elle dépend des mêmes paramètres que la conductivité. Il est donc important de comprendre le mécanisme de la conductivité.

La résistivité ρ est définie par la relation suivante :

$$\rho = R \frac{A}{e} \quad (2.6)$$

Avec :

ρ : la résistivité ($\Omega \cdot \text{cm}$).

R : la résistance (Ω).

A : la surface (cm^2).

e : l'épaisseur (cm).

2.3.4. Facteur de dissipation $\tan \delta$:

Le facteur de dissipation peut être défini comme le rapport entre la partie réelle de la conductivité σ' et la partie imaginaire σ'' telle que :

$$\tan \delta = \frac{\sigma'}{\sigma''} = \frac{\sigma}{\omega \epsilon} \quad (2.7)$$

Avec :

σ' : la partie réelle de la conductivité.

σ'' : la partie imaginaire de la conductivité.

Dans le cas d'un matériau diélectrique pur (i.e. pas de conductivité due aux charges libres), la tangente de perte serait simplement égale au quotient ϵ_r'' sur ϵ_r' .

$$\tan \delta = \frac{\epsilon_r''}{\epsilon_r'} \quad (2.8)$$

L'angle de pertes caractérise le degré d'isolation du matériau :

- Bon isolant $\rightarrow R$ élevée (δ faible).
- Mauvais isolant $\rightarrow R$ faible (δ élevé).

2.3.5. Polarisation dans les polymères :

Selon la structure chimique, les polymères sont classés en :

- Polymères apolaires
- Polymères polaires.

2.3.5.1. Polymères apolaires :

Sont généralement de très bons isolants avec une permittivité quasi constante. Leur formule chimique ne contient que du carbone et de l'hydrogène ou bien, s'ils contiennent des atomes électronégatifs tels que le fluor, alors ces atomes sont placés symétriquement le long de la chaîne carbonée.

2.3.5.2. Polymères polaires :

Possèdent, au contraire, dans leurs molécules des atomes (généralement électronégatifs tels que F, Cl, O, N), qui fournissent des dipôles. Ils présentent une permittivité élevée par rapport aux polymères apolaires.

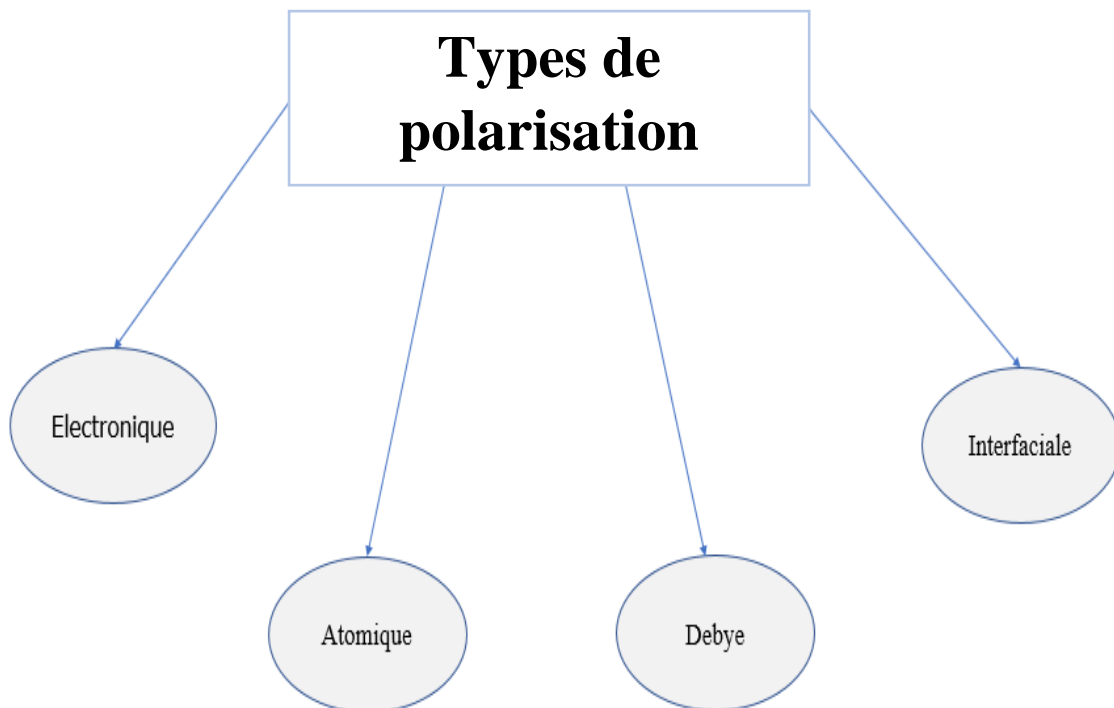


Figure 2.4 : Types de polarisation dans les polymères.

Chapitre 2 : Propriétés mécanique et électrique des polymères électrostrictifs

La figure 2.5 représente le schéma des quatre types de polarisation des polymères.

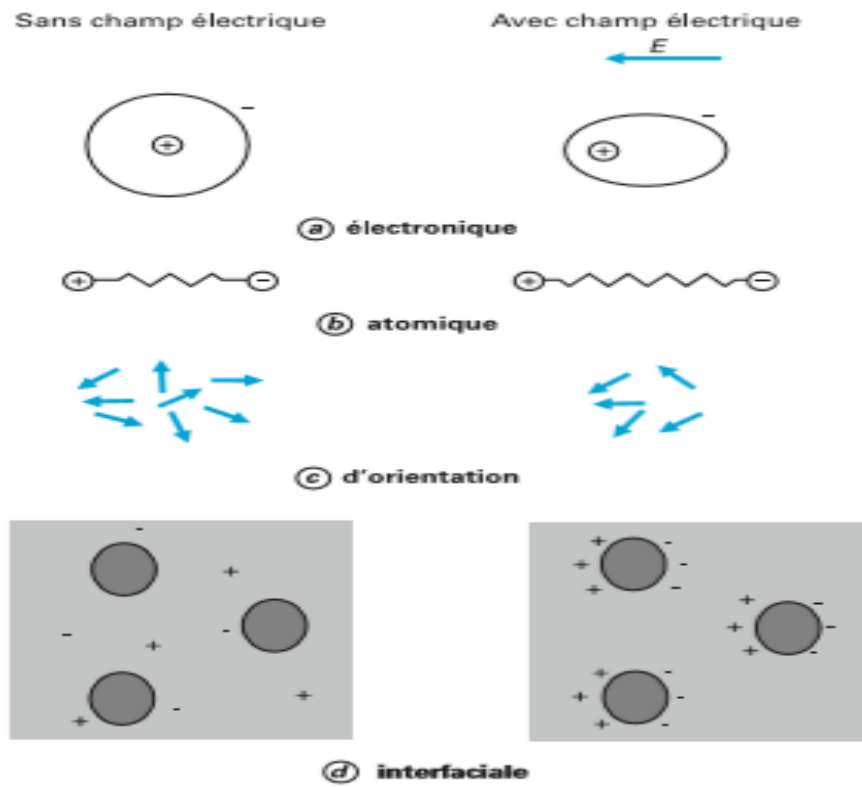


Figure 2.5 : Représentation schématique des quatre types de polarisation [16].

Chapitre 3 :
La récupération de
l'énergie mécanique de
vibration

3.1. Introduction

Dans notre environnement, plusieurs sources d'énergie sont disponibles et leurs conversions en énergie électrique sont un défi majeur [18].

À chaque environnement peuvent correspondre une ou plusieurs sources d'énergie telles que la lumière, le vent, les vibrations mécaniques ...etc. Pour chacune de ces sources, un ou plusieurs principes de conversion permettent de gérer l'électricité existante.

3.2. Principales sources d'énergie :

Il existe sur terre de nombreuses sources d'énergie, et la comparaison de ces différentes sources est délicate, car dépendante de nombreux facteurs.

Parmi les sources existants et qui sont exploitables nous pouvons citer :

- L'énergie mécanique résultant de vibrations, charges ou contraintes.
- L'énergie solaire photovoltaïque issue du soleil ou de lumières artificielles.
- L'énergie électromagnétique.
- L'énergie thermique.
- L'énergie chimique.



Figure 3.1 : Sources d'énergie disponibles sur terre [19].

Dans ce tableau ci-dessous, nous allons résumer les principales sources d'énergie exploitables dans l'environnement.

Tableau 3.1 : Les principales sources d'énergie exploitables dans l'environnement.

Énergie lumineuse	Capturée à partir de la lumière ambiante (soleil, lune), une lampe...
Énergie mécanique	Les vibrations, les contraintes mécaniques, les chocs et déformations.
Énergie thermique	Issue du sol (géothermie), le chauffage et les sources de friction.
Énergies naturelles	Le vent, les débits d'eau, les courants océaniques et le soleil
Énergie acoustique	Générée par des objets vibrants, comme un instrument de musique ou un haut-parleur.
Énergie électromagnétique	Issue par exemple des téléphones portables, télévisions, radios, ainsi que des satellites et autres systèmes de communication sans fil
Énergie biochimique	Par exemple, lorsque deux atomes se lient pour former une molécule.
Corps humain	Une combinaison d'énergie mécanique et thermique naturelle produite à partir de bio-organismes ou par des actions.

6.3.Récupération d'énergie mécanique :

Parmi les nombreuses sources d'énergie ambiantes disponibles : l'énergie mécanique qui peut être trouvée partout, elle peut provenir [20] :

- Des corps humains naturels.
- Des vibrations ambiantes dues aux machines environnantes ou aux bruits acoustiques.

Tableau 3.2 : Exemples de sources mécaniques [21].

Corps humain / mouvement	Transport	Infrastructure	Industrie	Environnement
Respiration, sang, marche, mouvement bras / doigt, parler.	Voitures, trains, bruits, pneus, freins, turbines.	Ponts, routes, sols, tunnels, tuyaux.	Moteurs, machines.	Flux d'air, vagues de l'océan.

Ces différentes sources citées font la conversion de l'énergie mécanique des vibrations en énergie électrique. Chaque vibration est caractérisée par une fréquence, une accélération et une amplitude.

La quantité d'énergie récupérée dépend de ses caractéristiques mécaniques.

Chapitre 3 : La récupération de l'énergie mécanique de vibration

Les vibrations mécaniques ambiantes sont de nature diverse, elles sont généralement dues aux machines tournantes, mais peuvent également être induites dans le sol et les murs par les véhicules ou la météo (vent, pluie...) [7].

Un récupérateur d'énergie à partir des vibrations se compose de quatre unités (figure 3.2) :

- Un dispositif mécanique permettant d'optimiser les vibrations mécaniques.
- Un dispositif électromécanique dont l'objectif est de convertir l'énergie mécanique en énergie électrique.
- Un circuit électrique d'extraction qui va effectuer la conversion de l'énergie électrique récupérée en énergie électrique exploitable.
- Un dispositif de gestion et de stockage de l'énergie.

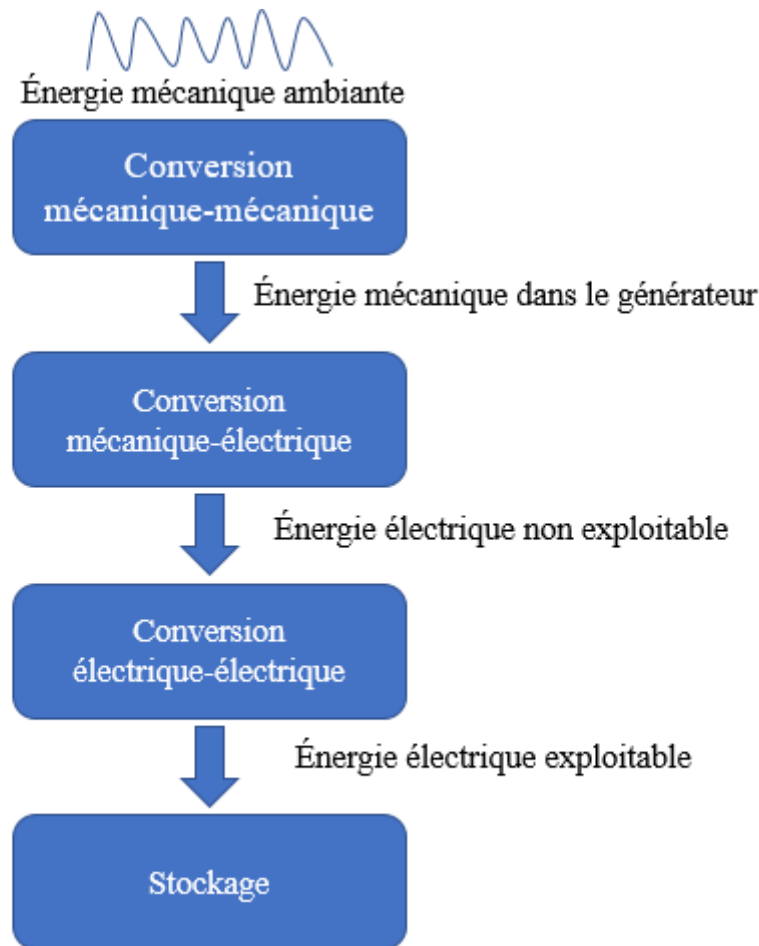


Figure 3.2 : Structure d'un récupérateur d'énergie vibratoire [22].

Plusieurs technologies ont été développées pour convertir l'énergie mécanique en énergie électrique.

Les systèmes les plus classiques sont basés sur l'effet de systèmes :

- Piézoélectrique.
- Électromagnétique.
- Electrostatique.

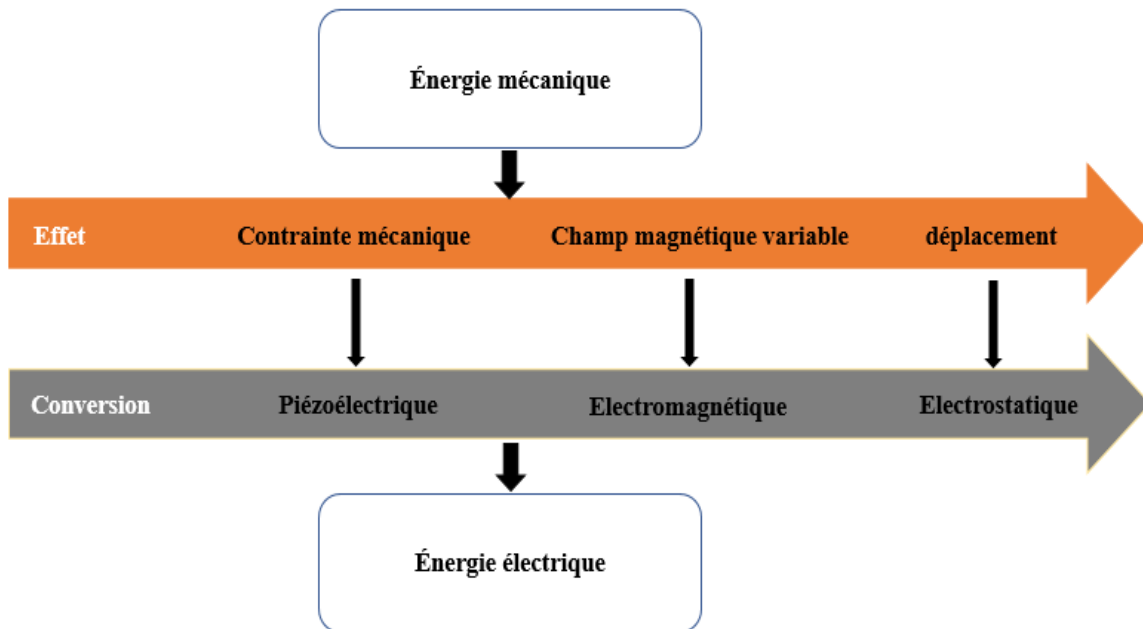


Figure 3.3 : méthodes de conversion pour l'énergie mécanique.

6.3.1. Récupération de l'énergie mécanique par des matériaux piézoélectriques :

La piézoélectricité se traduit par « électricité à partir de la pression ». Le préfixe piézo en grec signifie appuyer ou presser. Ceci permet à une force mécanique d'être appliquée sur le matériau pour le déformer légèrement et le matériau produira une puissance électrique de sortie. Ceci est fait en réarrangeant les dipôles du matériau piézoélectrique. Ce réarrangement entraîne une modification de la densité dipolaire et donc une modification du champ électrique entre les dipôles. En raison de ce changement dans le champ électrique, le matériau piézoélectrique produit une puissance électrique de sortie.

Un matériau piézoélectrique est capable de convertir :

- L'énergie mécanique en énergie électrique, c'est l'effet direct.
- L'énergie électrique en énergie mécanique, c'est l'effet inverse

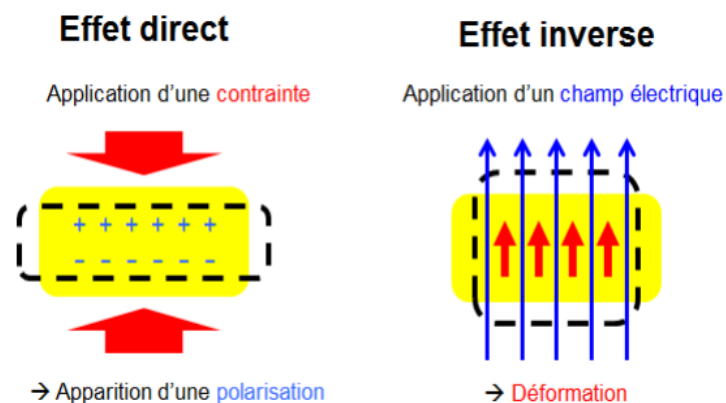


Figure 3.4 : Illustrations de l'effet piézoélectrique direct et inverse [23].

Parmi les principales catégories de matériaux piézoélectriques :

- Les cristaux (quartz SiO_2)
- Les céramiques (titanate de baryum BaTiO_3)
- Les polymères PVDF.

6.3.2. Récupération de l'énergie mécanique par des générateurs électromagnétiques :

Les générateurs électromagnétiques sont basés sur l'induction électromagnétique, principe mis en évidence par Faraday [24] en 1831.

Dans ce type de conversion, la récupération de l'énergie mécanique est basée sur le mouvement d'un aimant permanent à l'intérieur d'une bobine. Ce mouvement crée un courant qui est proportionnel à la variation de flux magnétique dans la bobine, donc proportionnel à la vitesse de l'aimant, au champ magnétique moyen généré par l'aimant dans la bobine et à la surface des spires.

6.3.3. Récupération de l'énergie mécanique par des générateurs électrostatiques :

La conversion de l'énergie mécanique en électricité à l'aide d'un générateur électrostatique est basée sur le concept d'un condensateur.

Contrairement aux systèmes piézoélectrique et électromagnétique, les générateurs électrostatiques nécessitent d'être préchargés avant de pouvoir produire de l'énergie [25].

La grandeur qui caractérise un condensateur est sa capacité. La relation qui permet d'approcher qualitativement les contraintes de réalisation d'un condensateur est l'équation (2.3) :

$$C = \varepsilon \frac{A}{e} \quad (2.3)$$

Avec :

C : la capacité du condensateur (F).

ε : la permittivité absolue du matériau (F/m).

A : la surface d'une électrode (m^2).

e : l'épaisseur du diélectrique (m).

Le principe général est de placer une certaine quantité d'énergie dans le condensateur (charge initiale) et d'utiliser l'énergie vibratoire ambiante pour diminuer ou augmenter la capacité en fournissant un travail mécanique (variation de l'écartement entre les électrodes).

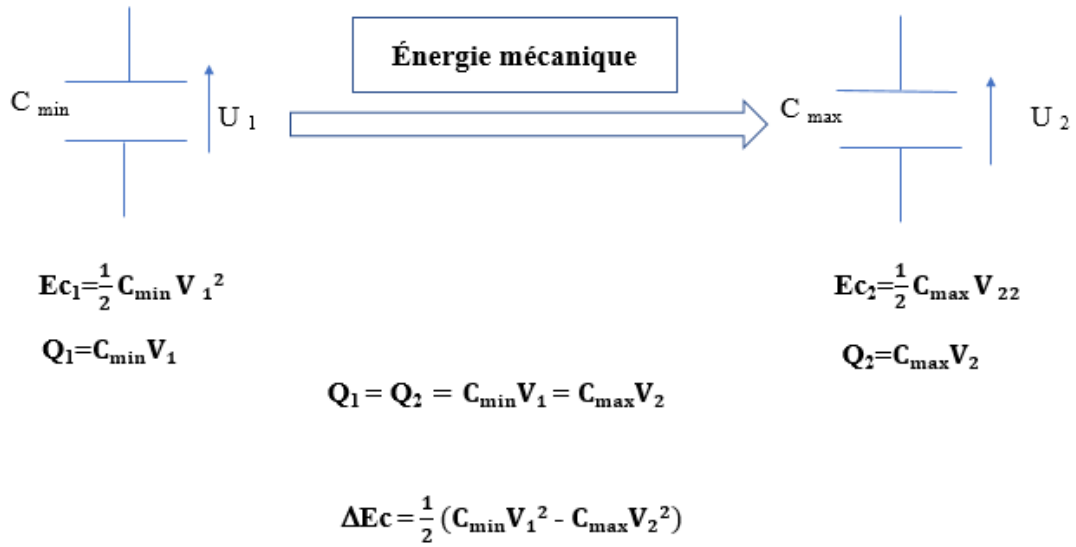


Figure 3.5 : Principe simplifié de conversion électrostatique.

Partie 2 :
Matériaux et
Expérimentation

Chapitre 4 :

Développement des

matériaux

Les polymères électrostrictifs sont une classe de polymères avec un fort couplage entre les propriétés électriques et mécanique. En conséquence, lorsqu'une tension est appliquée, leur forme est modifiée.

Le but principal de notre travail est de développer des nouveaux matériaux électrostrictifs pour capteur de pression à haute sensibilité. Dans cette partie nous allons décrire les différents matériaux et les méthodes qui ont été utilisées pour synthétiser ces matériaux.

4.1. Préparation des composites poreux sans carbone :

Cette partie est consacrée à la préparation des matériaux électrostrictifs sans carbone tout en décrivant le matériel et les produits utilisés ainsi que le protocole expérimental.

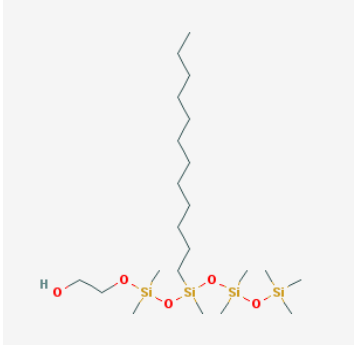
- **Utilisation du sylgard 184 :**

Nous avons préparé des matériaux sans carbone par voie d'émulsion.

4.1.1. Présentation des composés chimiques :

Tableau 4.1 : Présentation des composés chimiques utilisés pour la préparation des composites poreux sans carbone en utilisant le Sylgard 184.

<p>PDMS sylgard 184</p>	<p>Le PDMS (Polydiméthylsiloxane) est un polymère organominéral (une structure contenant du carbone et du silicium) de la famille des siloxanes.</p> $ \begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{H}_2\text{C}=\text{O}-\text{Si}-\text{O}-\left[\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\ \\ \text{Si}-\text{O} \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} \right]_n-\text{O}-\text{CH}=\text{CH}_2 \\ \\ \text{CH}_3 \end{array} $ <p>Le PDMS sylgard 184 offrant une protection à tous les composants électroniques ainsi qu'encapsulés. Il protège contre les chocs, les vibrations, l'ozone, la dégradation par les UV, et d'autres attaques physico-chimiques.</p> <p>Il est utilisé aussi comme additif alimentaire (E900), dans les shampoings, comme anti-moussant dans les boissons ou dans les huiles lubrifiantes.</p> <ul style="list-style-type: none"> • <u>Quelques propriétés :</u> <ul style="list-style-type: none"> - Couleur : transparent. - Viscosité dynamique : 3500 cSt.
<p>Réticulant (SYLGARD 184 SILICONE ELASTOMER CURING AGENT)</p>	<p>L'agent de durcissement contient les éléments suivants :</p> <ul style="list-style-type: none"> - Diméthyle, méthylhydrogénosiloxane. - Diméthylsiloxane à terminaison diméthylvinyle. - Silice diméthylvinylée et triméthylée. - Tetraméthyl tetravinyl cyclotetra siloxane. - Éthylbenzène.

<p>Tensioactif (Silube J208-812)</p>	<p>Silube J208-812 est un polyéther de silicone à fonctionnalité alkyle insoluble dans l'eau conçu pour émulsionner l'eau en huiles organiques.</p> <ul style="list-style-type: none">• Utilisations et applications : Silube J208-812 est un tensioactif de silicone insoluble dans l'eau. La présence d'un acide gras attaché à un copolymère de silicone à longue chaîne dans le Silube J208-812 procure d'excellentes propriétés lubrifiantes et anti-adhérentes dans toute application à base d'eau. 
---	--

4.1.2. Voie d'émulsion :

Il est possible de définir une émulsion comme une dispersion de gouttelettes d'un liquide A dans une phase liquide continue B. Ce sont des systèmes finement divisés qui sont caractérisés par le développement important d'une interface entre les deux liquides A et B non miscibles. Ces systèmes sont thermodynamiquement instables et peuvent être stabilisés cinétiquement par l'ajout d'émulsifiants. Ces derniers peuvent être de différentes natures : des agents tensioactifs, de fines particules solides ou bien des biopolymères, qui vont ainsi conférer des propriétés particulières à l'interface et jouer un rôle fondamental dans la stabilisation de l'émulsion. Cette dernière peut être fluide, crémeuse ou même gélifiée, ce qui permet d'explorer une large gamme de textures [26].

Une émulsion est composée d'une phase aqueuse, d'une phase huileuse et d'un agent émulsifiant. La phase aqueuse (ou assimilée) peut contenir des électrolytes, des composés organiques plus ou moins solubles (hydrophiles), etc. La phase organique est constituée par une huile d'origine minérale (hydrocarbure, dérivés halogénés...), végétale ou animale, une huile de silicone, etc. Quant à l'interface, elle consiste le plus souvent en une monocouche d'émulsifiants adsorbés, mais peut également renfermer des cristaux liquides lyotropes, de fines particules solides (silice par exemple) ou même des électrolytes inorganiques [27].

Il existe deux types d'émulsions :

- Les émulsions simples
- Les émulsions multiples.

Les premières sont constituées d'une phase dispersée dans une phase continue, et sont de type « huile-dans-eau » (H/E) si la phase continue est constituée d'un liquide polaire associé (d'ordinaire, il s'agit d'eau ou d'une solution aqueuse) (Figure 4.1.a). Dans le cas inverse, cette émulsion est appelée « eau-dans-huile » (E/H) (Figure 4.1.b). Les émulsions multiples, quant à elles, consistent en une émulsion simple dispersée à son tour dans une phase continue externe. Elles sont alors du type E/H/E ou H/E/H (Figures 4.1.c et 4.1.d).

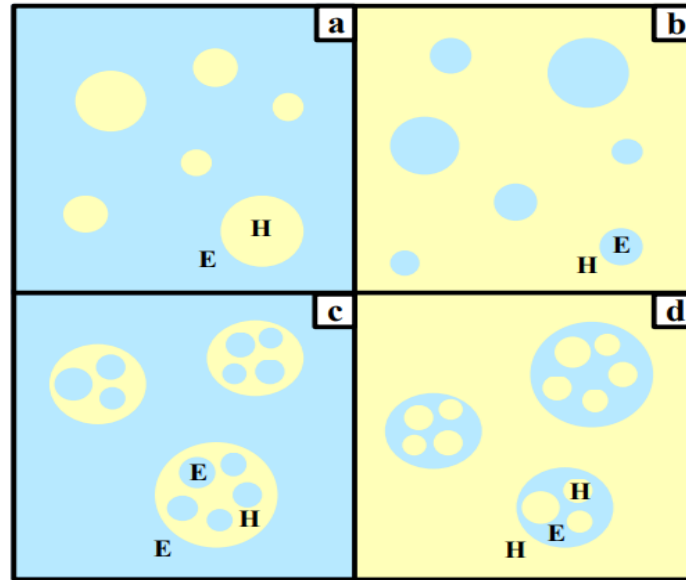


Figure 4.1 : Représentation schématique d'une émulsion a : Huile dans Eau, b : Eau dans Huile, c : Eau dans Huile dans-Eau, d : Huile dans Eau dans Huile [26].

4.1.3. Protocole expérimental :

Une masse de PDMS sylgard 184 (18 g) a été pesée à l'aide d'une balance (SATURIOUS, précisions : 10^{-2} g). À cela a été ajouté 2 g de réticulant et 1 g de tensioactif.

Cette préparation a été mélangée manuellement à l'aide d'une spatule pour l'homogénéiser. Il est à noter que l'ajout de tensioactif induit un changement de couleur, la préparation passant de transparente à opaque.

Les quantités qui ont été choisies pour ce matériau correspondent à celles indiquées par le fabricant.

Le mélange obtenu représente la phase huile.

Tableau 4.2 : La composition chimique de la phase huile.

Composé	Masse (g)	% en masse
PDMS sylgard	18	90
Réticulant	2	10
Tensioactif	1	5

Une masse (21 g) d'eau (phase d'eau) a été ajoutée au mélange précédent (phase huile) graduellement tout en agitant à l'aide d'une spatule jusqu'à aboutir à un mélange homogène.

Pour enlever les bulles d'air, une pompe à vide a été utilisée pendant 1h, suivie par une centrifugeuse (Eppendorf (centrifuge 5804 R), rayon= 6cm, 5000 tr/min) pour les éliminer complètement.

Chapitre 4 : Développement des matériaux

Le mélange obtenu a été déposé sur une feuille de Mylar (PET, 125 μm) à l'aide d'un doctor blade.

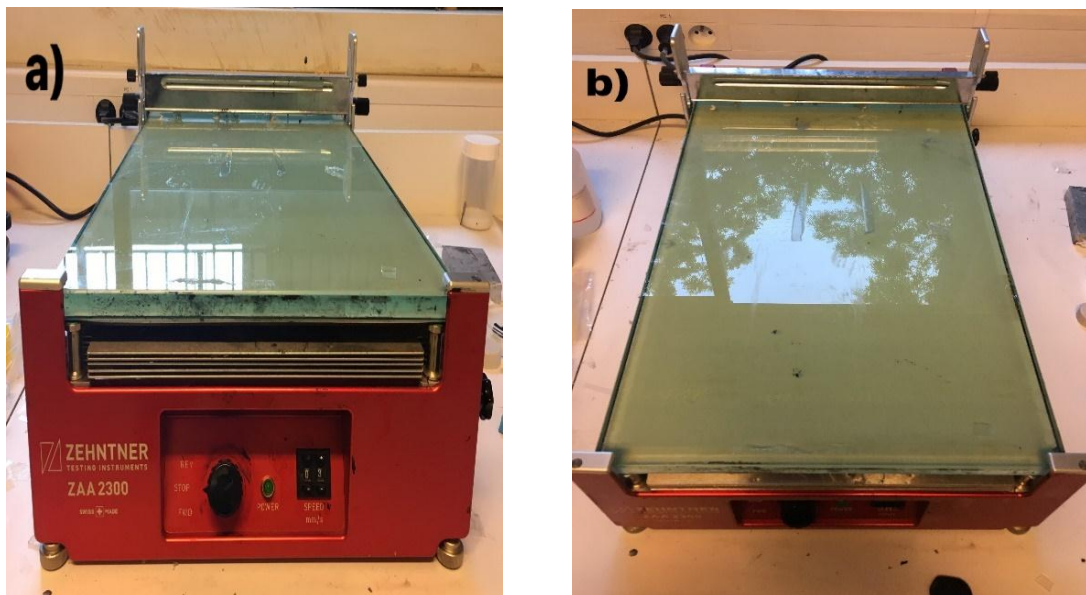


Figure 4.2 : Doctor blade. a) Vue de face. b) Vue de dessus.

Pour rendre le matériau solide, nous l'avons déposé dans un bac d'eau à une température de 40 °C et pendant 24h. ensuite nous l'avons mis dans l'eau pour éviter l'évaporation.

Dans une dernière étape, le matériau réticulé on le sort du bain d'eau pour le sécher à l'air.

Le matériau produit est illustré sur la figure 4.4.

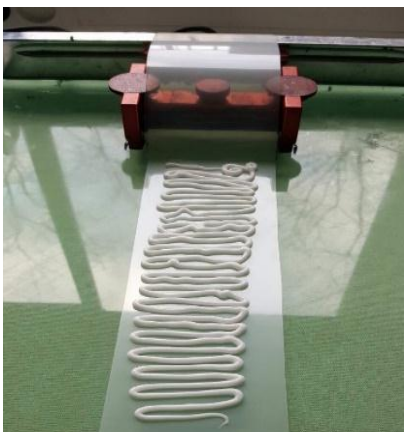


Figure 4.3 : Dépôt du matériau sur le substrat. Figure 4.4 : Matériau après réticulation.

Les gouttelettes provenant de la phase aqueuse (eau) sont séchées et laissent une structure avec des pores de forme sphérique (figure 4.5).

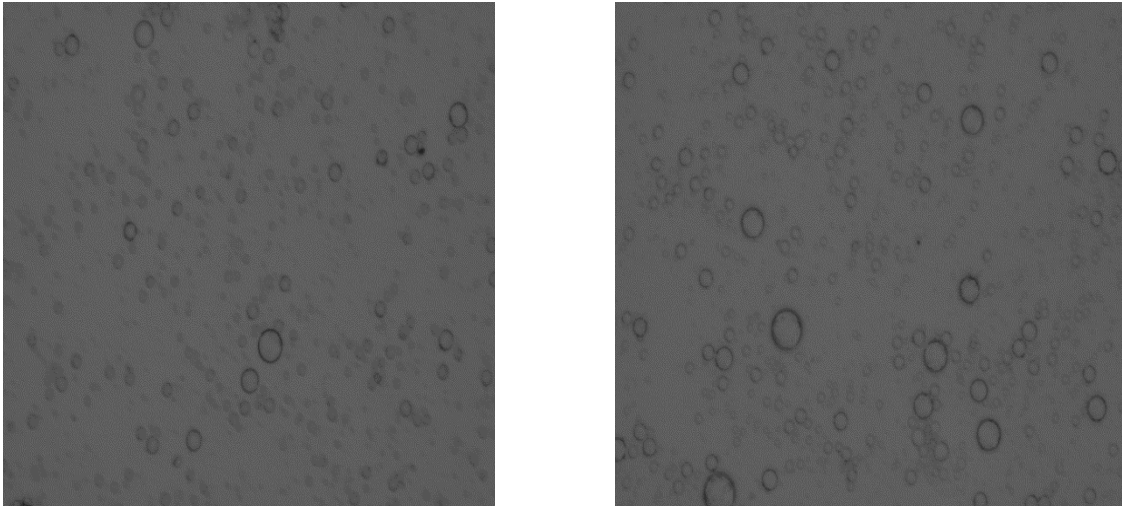


Figure 4.5 : Photo au microscope électronique d'une coupe transversale d'un grossissement d'un composite poreux sans carbone (PDMS Sylgard).

4.2. Préparation des composites poreux avec carbone :

Dans cette partie nous allons décrire le matériel et les différents produits utilisés pour préparer des composites poreux avec carbone ainsi que le mode opératoire.


- **Utilisation du PDMS RTV :**

Nous avons préparé une émulsion qui est constituée d'une solution aqueuse de gouttelettes de noir de carbone dispersées dans une matrice de PDMS et d'un agent de durcissement.

4.2.1. Présentation des composés chimiques :

Tableau 4.3 : Présentation des composés chimiques utilisés pour la préparation des composites poreux sans carbone en utilisant le RTV615.

PDMS RTV615	<p>Le RTV615 est un liquide clair et incolore qui durcit à température ambiante au caoutchouc de silicone à haute résistance avec l'addition d'agents de durcissement.</p> <p>Ce produit à deux composants est fourni avec l'agent de durcissement dans des kits assortis qui sont conçus pour une utilisation en un rapport pratique de 10:1.</p> <p>Ce composé présente une faible valeur de viscosité. En plus il a la capacité de rester flexible à des températures de $-115\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($-175\text{ }^{\circ}\text{F}$).</p> <ul style="list-style-type: none">• Quelques propriétés :<ul style="list-style-type: none">- Couleur : Clair incolore.- Viscosité : 4300 cSt.- Masse volumique : 1,02.
------------------------	--

<p>Noir de Carbone</p>	<p>Le noir de carbone appartient à une forme amorphe du carbone alors que le diamant et le graphite appartiennent à une forme cristalline du carbone. Le noir de carbone est une forme de carbone élémentaire obtenu industriellement. Il se présente sous forme de très petites particules. À cause de sa grande utilisation, il est la forme de carbone élémentaire le plus fortement répandu.</p> <ul style="list-style-type: none">• Utilisation : Le noir de carbone est principalement utilisé comme agent de renforcement dans les produits en caoutchouc (pneus, boyaux, câbles...). <p>Il est également utilisé comme pigment noir dans :</p> <ul style="list-style-type: none">- Les encres d'imprimerie, de lithographie, de typographie et de photographie.- Les peintures, laques, vernis et enduits.- Les plastiques, fibres, céramiques permettent d'améliorer les propriétés électriques et diélectriques, et rendent conductrices des matrices isolantes. <ul style="list-style-type: none">• Propriétés chimiques : Le noir de carbone peut réagir avec des oxydants forts comme les chlorates, les bromates, les nitrates. <p>Lors de sa combustion, il se forme essentiellement du monoxyde et du dioxyde de carbone et, en quantité moindre, des oxydes de soufre et d'azote.</p> <ul style="list-style-type: none">• Propriétés physiques : État Physique : Solide, Masse molaire : 12 g/mol, Point de fusion : Environ 3550 °C, Point d'ébullition : 4200 °C.
<p>Gomme arabique (Sigma Aldrich)</p>	<p>La gomme arabique (ou gomme d'acacia) est une sécrétion d'arbres de la famille des acacias, qui poussent en Afrique principalement. Soluble dans l'eau, sa composition lui confère des propriétés technologiques connues depuis l'Antiquité. En alimentation humaine, elle est utilisée pour ses propriétés émulsifiantes, stabilisantes.</p> 



4.2.2. Protocole expérimental :

Nous avons utilisé la procédure suivante :

- (a) Préparation de la phase huileuse par mélange de PDMS, d'agent de durcissement et de tensioactif.
- (b) Préparation de la phase aqueuse en mélangeant de l'eau et de la gomme arabique.
- (c) Dispersion de poudre de carbone noire en phase aqueuse.
- (d) Dispersion de la phase aqueuse à l'intérieur de la phase huileuse.
- (e) Étalement de l'émulsion entre deux surfaces et immersion dans un cristalliseur d'eau.
- (f) Le PDMS dans l'émulsion est durci en augmentant la température de l'eau.
- (g) Évaporation de l'eau en augmentant la température à l'extérieur du bain-marie.
- (h) Enfin, un composite poreux et séché est obtenu.

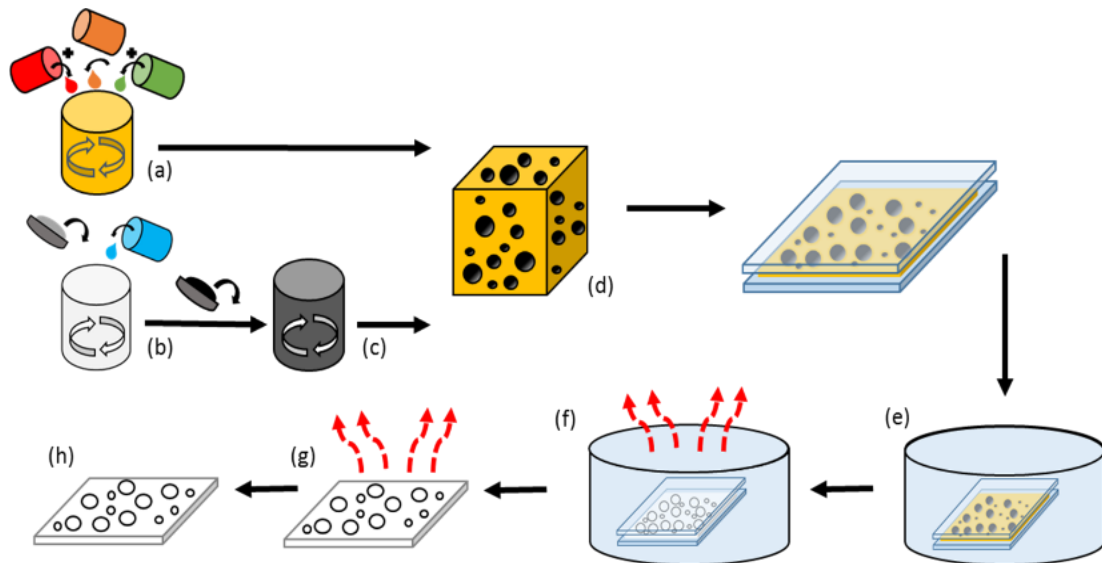


Figure 4.6 : Schéma de la préparation des matériaux poreux avec carbone.

La phase aqueuse est préparée en mélangeant 5 g de gomme arabique (Sigma Aldrich) et 95 g d'eau désionisée. La concentration désirée de poudre de noir de carbone (Alfa Aesar) est ajoutée et le mélange est traité aux ultrasons pendant 1 heure à 400 W pour disperser de façon homogène les particules de noir de carbone.

La phase huileuse est préparée en mélangeant le PDMS RTV615 (5g), l'agent de durcissement (0,1 g) et le tensioactif (0,1 g) (Silube J208-812).

On le prépare en ajoutant progressivement la solution de noir de carbone à la phase huileuse sous émulsion manuelle en agitant jusqu'à un pourcentage massique eau : huile = 85:15.

Chapitre 4 : Développement des matériaux

L'émulsion eau-dans-huile chargée de particules de noir de carbone est étalée avec un pochoir d'une profondeur de 500 μm sur une surface en plastique d'un diamètre de 24 mm. Une seconde surface en matière plastique est placée sur l'émulsion étalée de sorte que l'émulsion reste confinée entre deux surfaces planes. Les matériaux solides sont obtenus en durcissant le polymère PDMS sans évaporation dans un bol d'eau chaude (90 °C) pendant 4 heures.

L'humidité relative dans ces conditions est de 100%. Ensuite, la couche de matériau solide est retirée des deux surfaces en plastique et séchée dans un four pendant 1 heure à 150 °C.

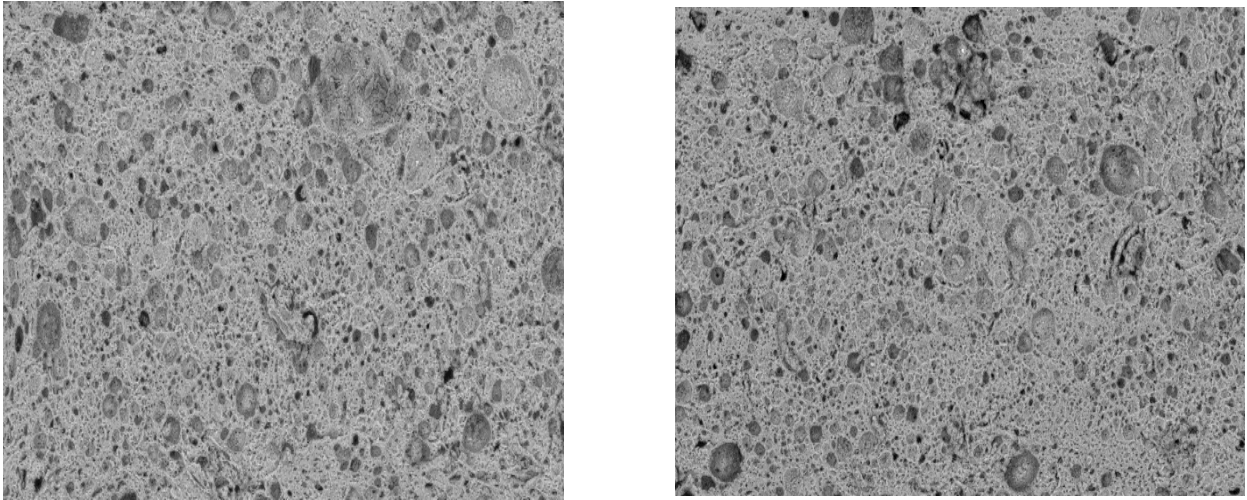


Figure 4.7 : Photo au microscope électronique d'une coupe transversale d'un grossissement d'un composite poreux avec carbone (PDMS RTV).

Chapitre 5 :

Caractérisation des

matériaux

L'objectif de cette partie consiste à caractériser le comportement mécanique et électrique de nos matériaux dans le but d'augmenter leurs propriétés électromécaniques.

L'analyse mécanique consiste à étudier les courbes de contrainte-déformation ainsi que de la sensibilité.

Pour les propriétés électriques, il faut une évaluation des paramètres électriques (la permittivité, conductivité...etc.) pour comprendre le comportement électrique des matériaux préparés.

5.1. Propriété mécanique mesurée : le module d'Young

Les matériaux préparés montrent nécessairement un comportement à la fois élastique et visqueux. Cette dualité du comportement est appelée viscoélasticité, elle constitue l'un des avantages fondamentaux des matériaux polymères.

Pour cela, il est important d'expliquer ces comportements tout en décrivant les relations entre les grandeurs mécaniques pour la caractérisation et le développement des nouveaux matériaux.

L'essai de traction uniaxial est plus simple à réaliser et permet de déterminer facilement le module de Young.

5.1.1. Protocole de mesure :

La détermination de module d'Young a été réalisée en utilisant une machine de traction (Instron Model 4505) (figure 5.1). Les dimensions initiales (Longueur = 23 mm, largeur = 4 mm, épaisseur = 0,6 mm) sont mesurées avant le montage de l'échantillon entre les mâchoires fixes et mobiles. Les réponses force-déplacement sont acquises pour chaque échantillon à un taux de déplacement de $0,070 \text{ mm.s}^{-1}$. Le test sera terminé lorsque le spécimen est fracturé.

Le module d'Young est déterminé en mesurant la pente de courbe contrainte-déformation dans le domaine élastique.

L'information principale accessible par ce type d'essai est la contrainte résultante exprimée en Pa qui correspond à la force mesurée F en Newton ramenée à la surface de la section en m^2 .

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (1.11)$$

La connaissance de la longueur initiale de l'échantillon l_0 et de l'allongement appliqué permet de remonter à la déformation de l'échantillon S .

$$S = \frac{l-l_0}{l_0} \quad (5.1)$$

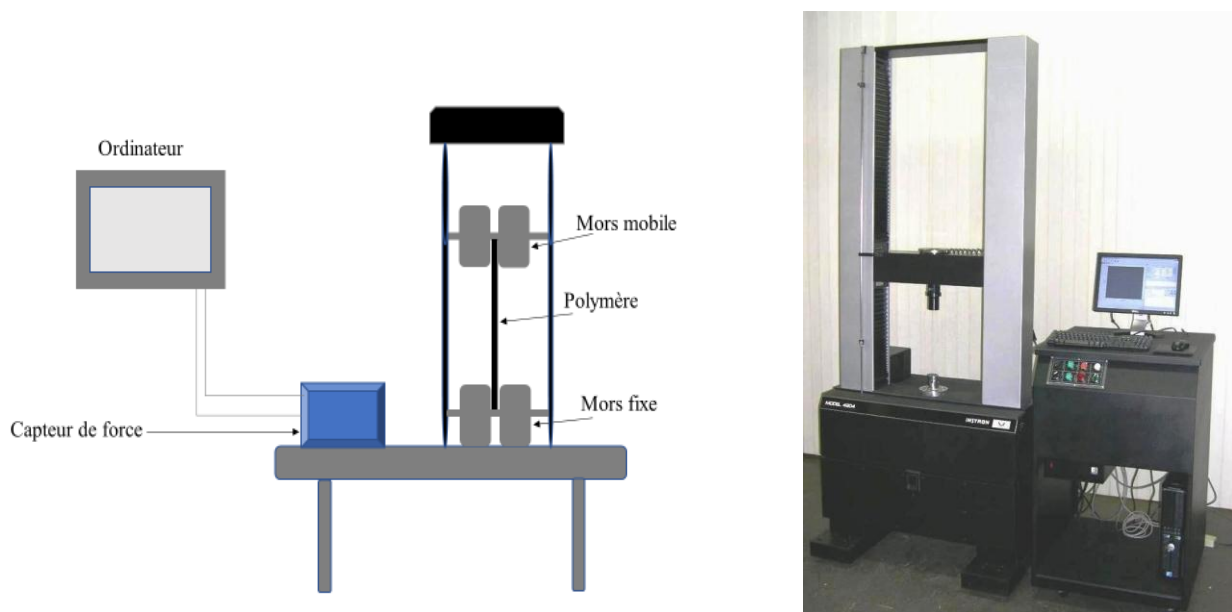


Figure 5.1 : Dispositif expérimental (Machine de traction).

Le module d'Young représente la pente de la courbe tracée.

$$\tau = Y * S \quad (5.2)$$

5.1.2. Résultats et discussion :

Les résultats obtenus sont mis en évidence par les courbes des figures 5.2 et 5.3.

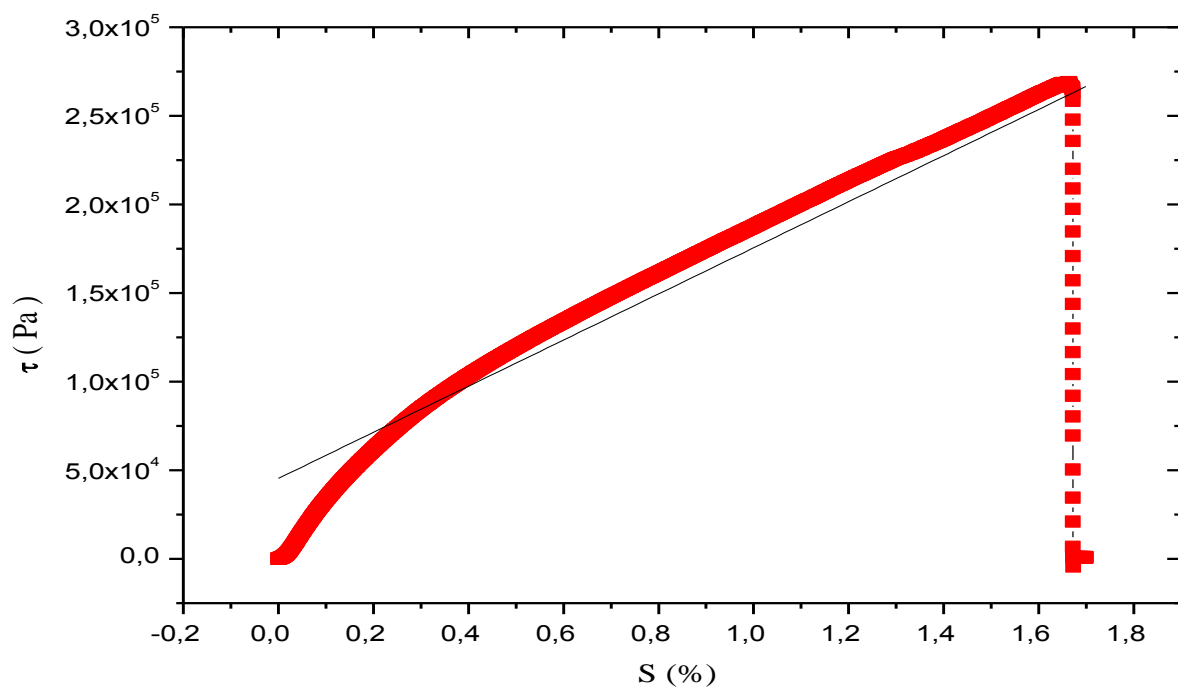


Figure 5.2 : Courbe contrainte-déformation du PDMS RTV.

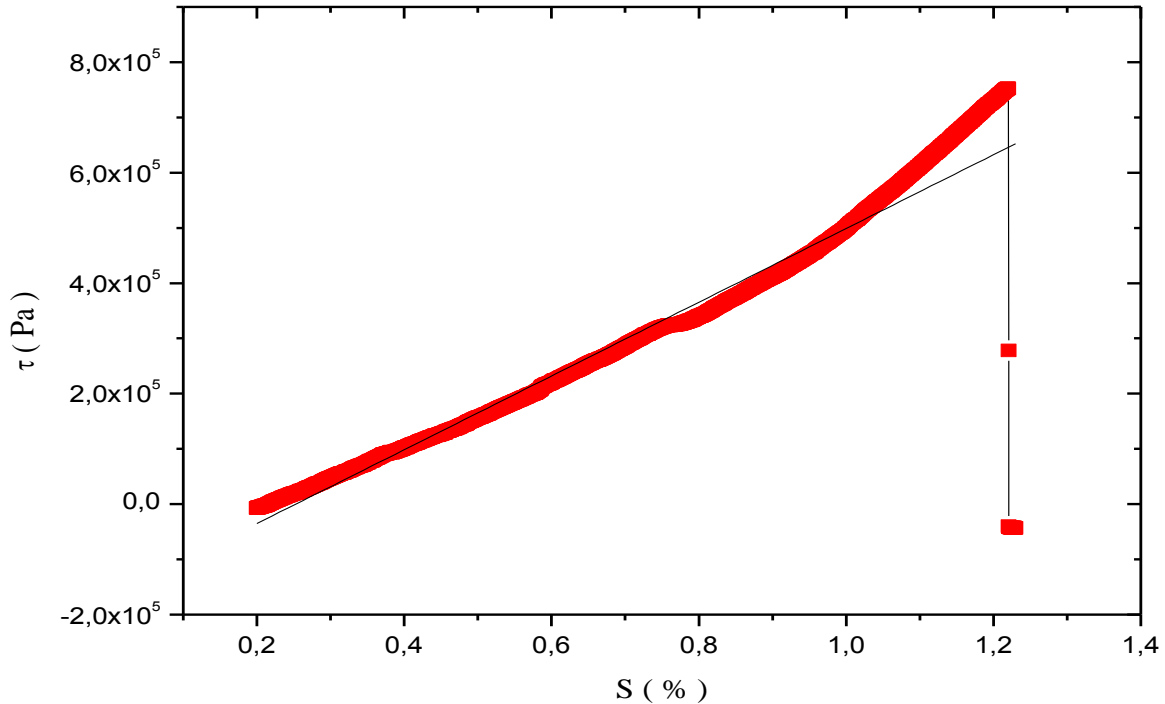


Figure 5.3 : Courbe contrainte-déformation du PDMS Sylgard.

Les figures 5.2 et 5.3 représentent les courbes de contrainte-déformation des matériaux étudiés (PDMS RTV et PDMS Sylgard).

Le module de Young est déduit de la zone linéaire (domaine élastique) aux faibles déformations. Il est égal à **0,13 MPa** pour le PDMS RTV, cette valeur est inférieure à celle du PDMS Sylgard qui vaut **0,66 MPa**.

Nous avons remarqué aussi que la contrainte à la rupture de RTV est à 0,026 MPa ; en revanche ; celle du Sylgard est à 0,75 MPa.

Le Sylgard présente une valeur d'Y supérieure à celle du RTV à cause de la composition des matériaux (plus on a mis de la phase dispersée plus le matériau obtenu est plus mou finalement), ce qui est le cas pour le RTV (80% ; 20%) et le Sylgard (50% ; 50%). D'ailleurs c'est ce qui est remarqué par les images microscopiques observées dans la première partie, nous avons remarqué que le PDMS RTV est plus poreux que le PDMS Sylgard, ce qui nous a permis de dire qu'il est plus déformable (plus mou). C'est pour cette raison que le Sylgard présente une valeur de module de Young plus élevée que le RTV.

Conclusion :

Comme on cherche à réaliser des capteurs plus sensibles, donc plus le matériau est poreux (mou) plus il est sensible ; pour cela le PDMS RTV est le plus adapté.

5.2. Détermination des propriétés diélectriques :

L'étude des propriétés électriques est indispensable pour mieux comprendre le comportement diélectrique des matériaux.

La caractérisation électrique sera focalisée sur l'étude de plusieurs grandeurs telles que : la capacité, la permittivité, la conductivité...etc.

5.2.1. Protocole de mesure :

Le dispositif de mesure expérimentale des propriétés électrique est représenté sur la figure 5.4 et son principe général est décrit ci-dessous.

Les mesures de capacité (C) et de résistance (R) sont effectuées sur l'épaisseur des échantillons. Ils sont chargés entre deux électrodes à disque métallique (acier inoxydable) d'un diamètre de 24 mm. L'électrode supérieure est contrôlée par une vis micrométrique et un piézoactionneur (Physik instruments P-842.30, plage de course 45 μm) permettant un contrôle précis de la déformation appliquée. C et R sont mesurés sous une tension de 1000 mV appliquée dans la gamme de fréquences de 10-10⁶ Hz par lecture directe en utilisant le LCR Metor (KEYSIGHT E4980AT).

Les autres paramètres sont déterminés en utilisant les équations développées dans la partie 1 (revue bibliographique).

Toutes les expériences sont réalisées à température ambiante.

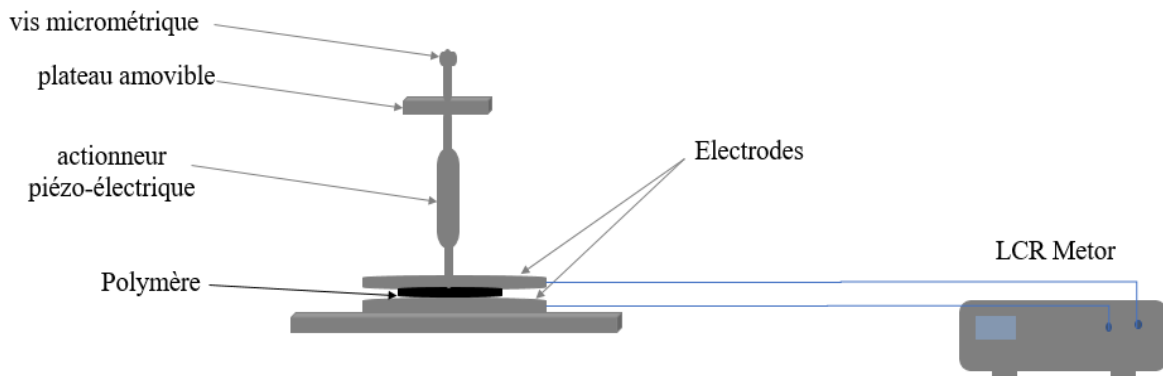


Figure 5.4 : Principe de mesure des propriétés électriques.

5.2.2. Méthode de calcul :

➤ Connaissant la valeur de la capacité (C) nous pouvons calculer la permittivité du matériau.

D'après l'équation (2.3) nous avons :

$$C = \varepsilon \frac{A}{e} \quad (2.3)$$

Avec :

C : la capacité (F).

ε : la permittivité (F.m⁻¹).

A : la section (m²).

e : l'épaisseur (m).

Donc :

$$\varepsilon = \frac{C \cdot e}{S} \quad (5.3)$$

Sachant que : $\varepsilon_r = \frac{\varepsilon}{\varepsilon_0}$

Avec :

- ε_r : la permittivité relative du matériau par rapport à celle du vide.
- ε_0 : la permittivité du vide (8,854*10⁻¹² F/m).

➤ Aussi, connaissant la valeur de la résistance (R) nous pouvons calculer la résistivité du matériau.

D'après l'équation (2.6) nous avons :

$$\rho = R \frac{S}{e} \quad (2.6)$$

Avec :

ρ : la résistivité (Ω.m).

R : la résistance (Ω).

A : la section (m²).

e : l'épaisseur (m).

- Dans ce cas, la conductivité est donnée par cette relation :

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (5.4)$$

➤ La tangente de perte, tan δ peut être définie comme le rapport entre la partie réelle de la conductivité σ' et la partie imaginaire σ'' telle que définie par l'équation (2.7):

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon} = \frac{\sigma' - \sigma_{DC}}{\sigma''} = \frac{\sigma}{\omega \varepsilon} \quad (2.7)$$

5.2.3. Résultats et discussion :

Toutes les mesures sont effectuées à une fréquence de 1000 Hz. ($\omega = 6280$)

a) Détermination des propriétés électriques du composite poreux sans carbone :

Les propriétés géométriques et électriques du PDMS RTV poreux sont résumées dans les deux tableaux ci-dessous.

Tableau 5.1 : Propriétés géométriques du PDMS RTV poreux.


PDMS RTV Poreux	Épaisseur (mm)	Rayon (mm)	Surface (m ²)
	0,850	9,2	0,00026

Tableau 5.2 : Propriétés électriques du PDMS RTV.

Matériau	C(pF)	R(MΩ)	ϵ (F/m)	ϵ_r	ρ (MΩ.m)	σ (μS/m)	tan δ
PDMS RTV Poreux	45,401	25,119	$1,484 \cdot 10^{-10}$	16,768	7,683	0,130	0,139

b) Détermination des propriétés électriques du composite poreux avec carbone :

Les propriétés géométriques et électriques du PDMS sylgard poreux sont résumées dans les deux tableaux ci-dessous.

Tableau 5.3 : Propriétés géométriques du PDMS sylgard poreux.


PDMS Sylgard Poreux	Épaisseur (mm)	Rayon (mm)	Surface (m ²)
	0,380	9,2	0,00026

Tableau 5.4 : Propriétés électriques du PDMS Sylgard.

Matériau	C(pF)	R(GΩ)	ϵ (F/m)	ϵ_r	ρ (MΩ.m)	σ (μS/m)	tan δ
PDMS Sylgard Poreux	17,856	6,001	$2,609 \cdot 10^{-11}$	2,94	4105,947	$2,435 \cdot 10^{-4}$	$1,486 \cdot 10^{-3}$

Les propriétés diélectriques des composites poreux (polymère avec noir de carbone et polymère sans noir de carbone) sont étudiées au repos et à la température ambiante.

D'après les résultats trouvés, nous remarquons que l'ajout de charges de noir de carbone augmente la conductivité du matériau, car le noir de carbone est conducteur donc il rend le matériau conducteur, ce qui apparait dans le cas du PDMS RTV qui a une conductivité qui vaut 0,130 MS/m ; cependant celle du PDMS Sylgard vaut $2,435 \cdot 10^{-4}$ MS/m.

Les pertes sont faibles dans le cas du PDMS Sylgard, cela est tout à fait normal par ce qu'il est moins conducteur que le PDMS RTV, donc plus isolant.

La valeur de la permittivité relative trouvée dans le cas du PDMS sylgard est proche de celle indiquée par le fabricant qui est de 2,75.

Conclusion :

Comme on cherche à réaliser les condensateurs les plus performants et que ceux-ci sont obtenus avec les matériaux ayant une grande permittivité, il nous apparait que le PDMS RTV est le plus adapté.

Le tableau ci-dessous regroupe toutes les propriétés des deux matériaux produits.

Tableau 5.5 : Propriétés des matériaux.

Matériaux	PDMS RTV	PDMS Sylgard
C (pF)	45,401	17,856
R (MΩ)	25,119	6,001
ϵ (F/m)	$1,474 \cdot 10^{-10}$	$2,609 \cdot 10^{-11}$
ϵ_r	16,768	2,94
ρ (MΩ.m)	7,683	4105,947
σ (μS/m)	0,130	$2,435 \cdot 10^{-4}$
tan δ	0,139	$1,486 \cdot 10^{-3}$
Y (MPa)	0,130	0,667

Chapitre 6 :
Application à la
récupération de
l'énergie

Pour les applications de récupération d'énergie vibratoire, les matériaux développés consistent en un composite noir de carbone poreux (PDMS RTV). Ce dernier présente les meilleures performances (matériaux avec excellentes propriétés électriques et mécaniques) pour réaliser cette opération.

6.1. Protocole expérimental :

Pour déterminer la puissance récupérée par le composite, nous utilisons la configuration expérimentale illustrée à la figure 6.1 qui consiste en un pot vibrant (Mini-shaker Type 4810) alimenté par un amplificateur de tension lui-même par un générateur de fonction (générateur de forme d'onde Keysight 33611A) qui applique un signal sinusoïdal d'amplitude 5 V à une fréquence de 25 Hz.

L'échantillon est placé sur une lame microscopique qui est fixée sur le pot vibrant via une vis isolante. Une petite masse a été déposée à l'extrémité pour déminuer la résonance.

Une tension de polarisation $E_{DC}=32V$ est appliquée sur le matériau par un générateur de tension continue.

Pour mesurer la tension et la puissance générée, une résistance de charge (R) est connectée en série avec le composite et la tension U_R aux bornes de cette résistance est enregistrée par un oscilloscope (Keysight infini Vision 1000 X). La tension est déterminée en utilisant la loi d'Ohm ($U_R=RI$).

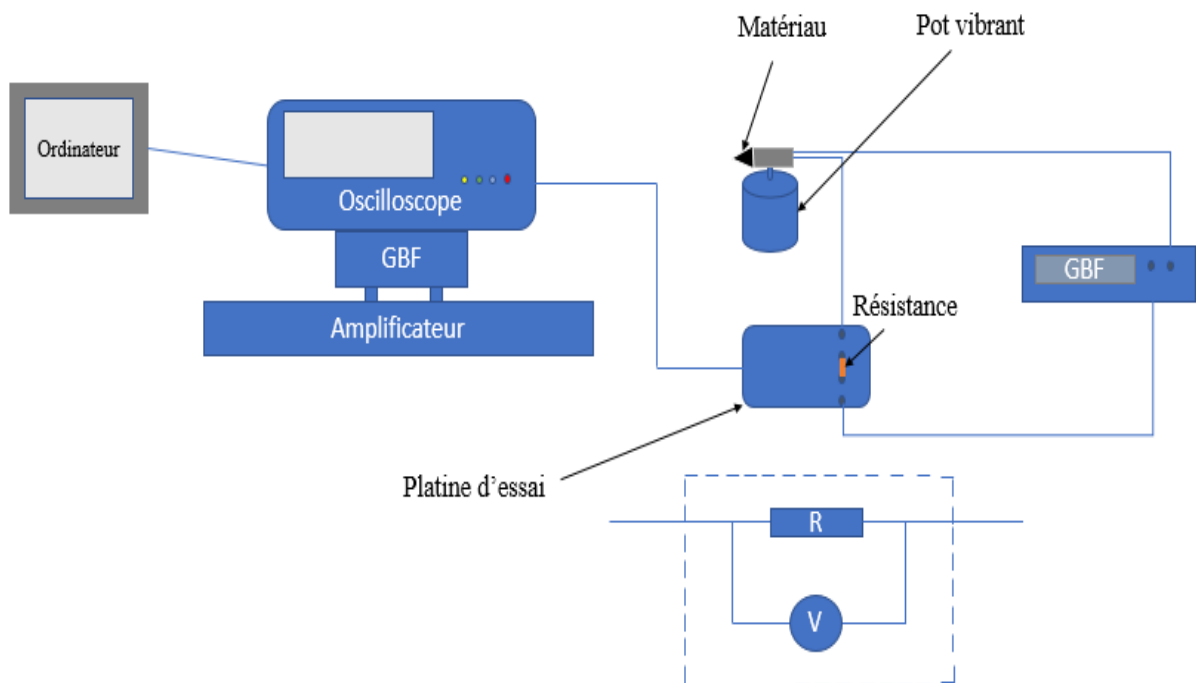


Figure 6.1 : Schéma de la configuration expérimentale.

• Description du pot de vibration :

Le mini-agitateur 4810 est un pot de vibration du type électrodynamique avec un aimant permanent. Il est utilisé comme générateur de force dans les tests de vibration. Il peut également être utilisé dans l'étalonnage des transducteurs de vibration, à la fois pour déterminer leur sensibilité par comparaison avec un accéléromètre standard, ainsi que leur réponse en fréquence, jusqu'à 18 kHz.

Le système de suspension est constitué de ressorts de flexion radiaux qui limitent l'élément mobile à un mouvement presque parfaitement rectiligne. Les ressorts de flexion laminés fournissent un haut degré d'amortissement pour minimiser la distorsion due aux résonances de flexion.

• Caractéristiques

- ✓ Force nominale 10 N sinus crête.
- ✓ Plage de fréquences DC jusqu'à 18 kHz.
- ✓ Première résonance axiale au-dessus de 18 kHz.
- ✓ Max. déplacement 4 mm (0,16 in) crête à crête.
- ✓ Max. table nue accélération 550 m/s^2 .
- ✓ Construction robuste.
- ✓ Performances optimisées avec l'amplificateur de puissance type 2718.



Figure 6.2 : Schéma de la poutre de forme triangulaire.

6.2.Méthode de calcul :

D'après la mesure de la tension U_R aux bornes de la résistance de charge (R), nous calculons U_R^2 en l'en déterminant en fonction du temps (t).

Ensuite, nous examinons les propriétés de génération de puissance des composites par décharge sur une résistance de charge R. comme montrée sur la figure 6.1, la chute de tension sur la résistance U_R et la puissance récupérée instantanément sont surveillées en fonction du temps.

La puissance moyenne récupérée par cycle \bar{P} est calculée en utilisant cette relation [28]:

Pour calculer la puissance récupérée, on possède comme suit :

$$\bar{P} = \frac{1}{T} \int_0^T P(t) dt = \frac{1}{T} \int_0^T i(t)u(t) dt = \frac{1}{RT} \int_0^T U_R(t)^2 dt \quad (6.1)$$

Avec :

T : la période.

i(t) : le courant en fonction du temps à une résistance de charge R.

u(t) : la tension en fonction du temps à la résistance de charge R.

L'intégrale $\int_0^T U_R(t)^2 dt$ est calculée en estimant l'aire d' $U_R(t)^2$ grâce au logiciel ORIGIN PRO 8 à une période de T et après on multiplie l'aire calculée par $\frac{1}{RT}$ Pour avoir l'énergie récupérée.

Pour obtenir un bilan énergétique positif, la puissance dissipée doit être inférieure à la puissance récupérée. La puissance dissipée est donnée par [28]:

$$P_{perdue} = \frac{E_{DC}^2}{R_{fuite}} \quad (6.2)$$

Avec :

E_{DC} : la tension de polarisation.

R_{fuite} : résistance de fuite.

- **Détermination de R_{fuite} :**

Nous avons branché le générateur de tension continu sur le matériau associé à une résistance de charge de 6 M Ω , ensuite nous avons mesuré la tension aux bornes de cette résistance avec un multimètre de précision numérique (TTi 1906 COMPUTING MULTIMETER) comme l'indique la figure 6.3.

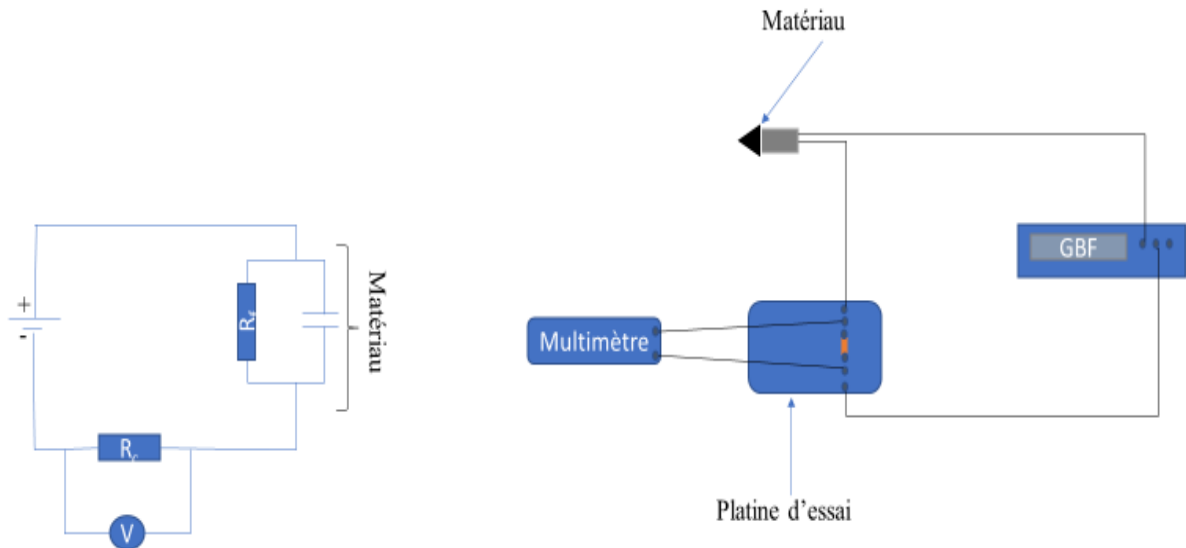


Figure 6.3 : Schéma expérimental pour la détermination de R_f .

Nous avons :

$$E_{DC} = U_{charge} + U_{fuite} \quad (6.3)$$

$$I = \frac{E_{DC}}{R_c + R_f} \quad (6.4)$$

Donc :

$$U_{charge} = R_c * \frac{E_{DC}}{R_c + R_f} \quad (6.5)$$

Avec $R_c \ll R_f$

Nous avons :

$$U_{charge} = R_c * \frac{E_{DC}}{R_f} \quad (6.6)$$

Donc :

$$R_f = R_c * \frac{E_{DC}}{U_{charge}} \quad (6.7)$$

6.3. Résultats et discussion :

Les résultats obtenus sont schématisés par les figures ci-dessous.

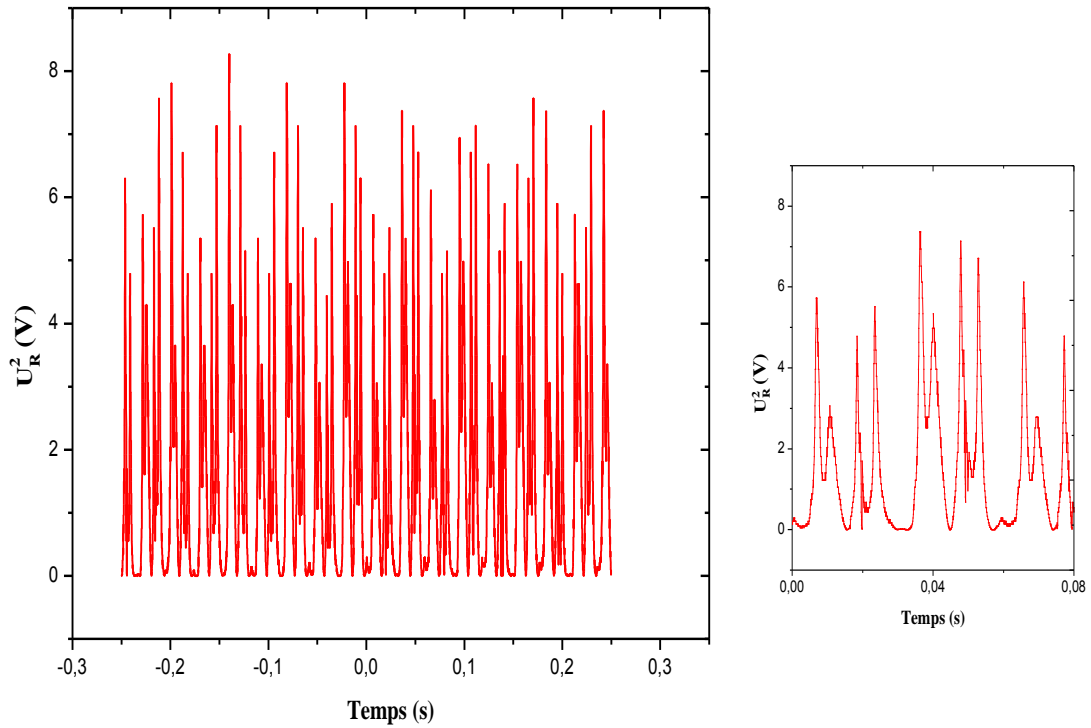


Figure 6.4 : La différence de tension à travers la résistance de charge.

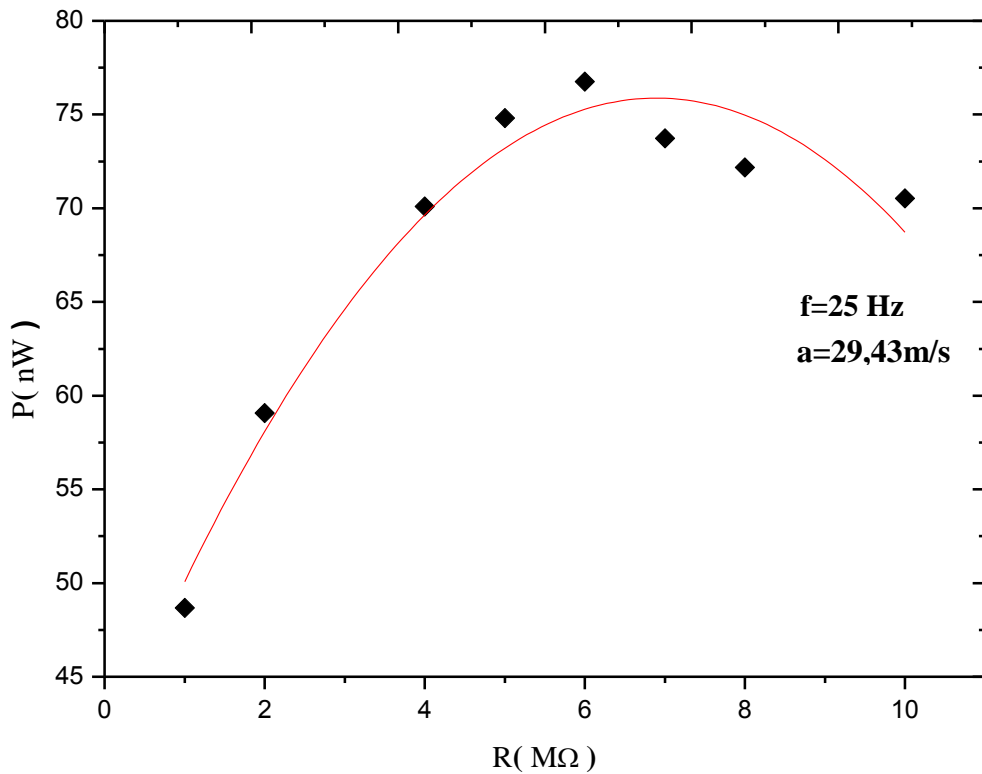


Figure 6.5 : Puissance récupérée par le matériau en fonction de la résistance de charge à la fréquence de résonance avec une accélération appliquée de 29,43m/s².

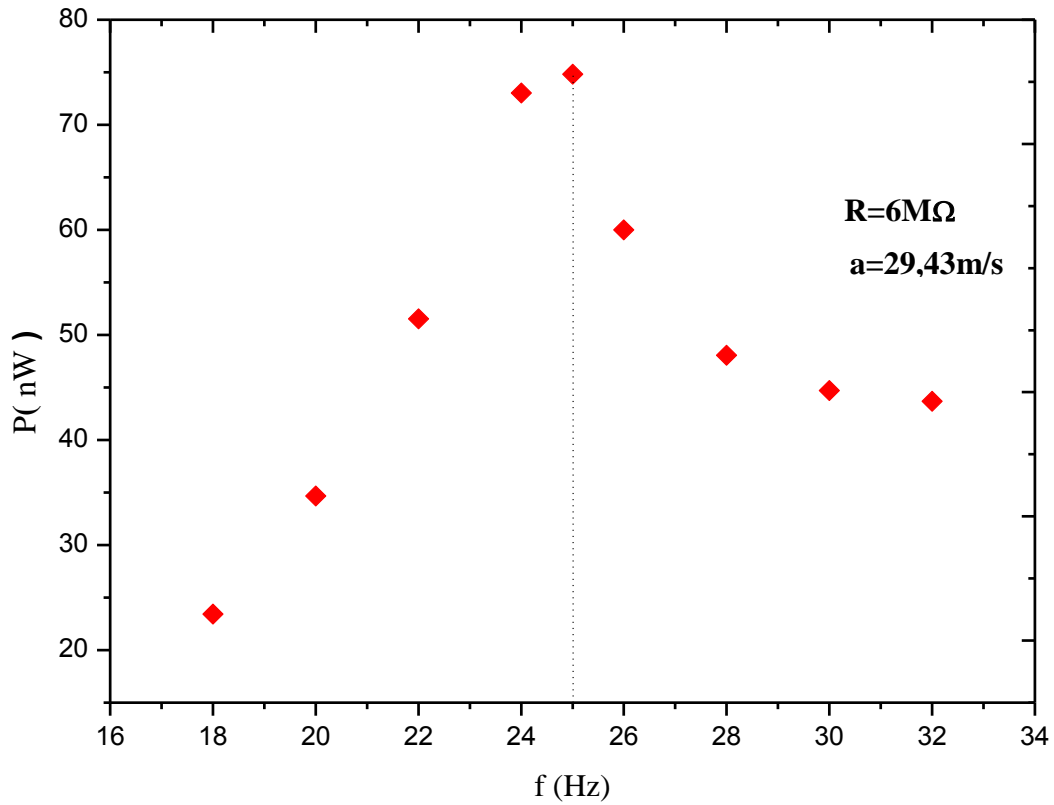


Figure 6.6 : Puissance récupérée par le matériau en fonction de la fréquence avec une accélération appliquée de $29,43 \text{ m/s}^2$ et une résistance de charge fixe à $6 \text{ M}\Omega$.

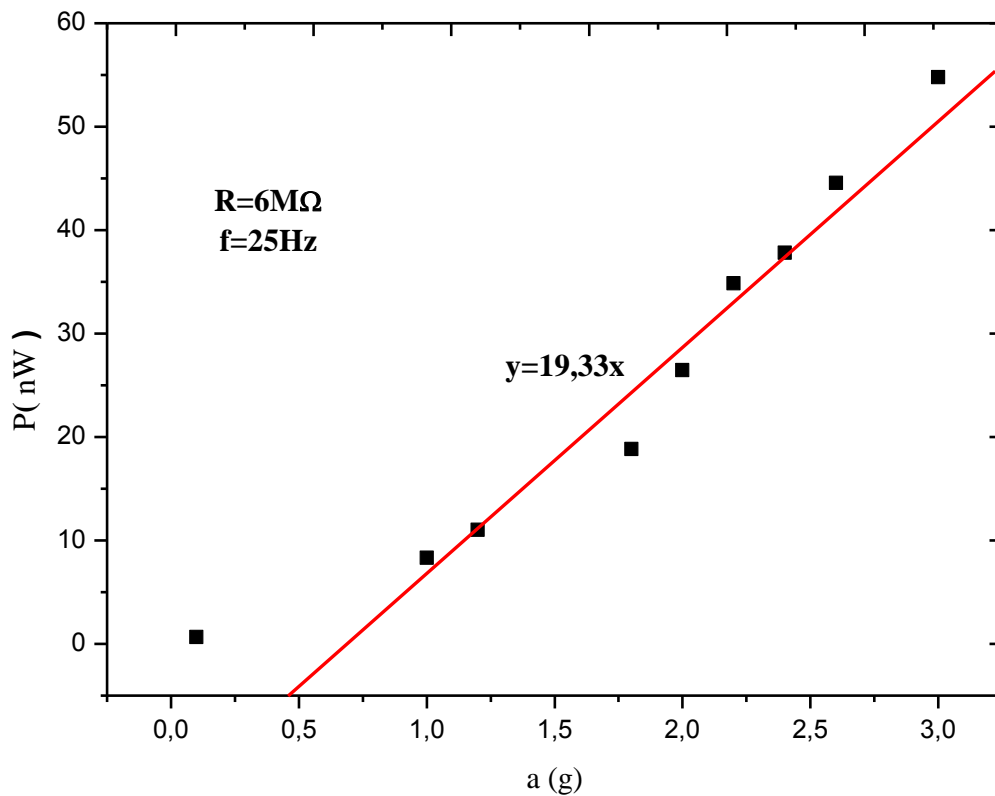


Figure 6.7 : Puissance récupérée par le matériau en fonction de l'accélération à la fréquence de résonance et une résistance de charge fixe à $6 \text{ M}\Omega$.

La puissance récupérée dépend de la résistance de charge R_{optimale} qu'il faut optimiser pour récupérer le maximum de cette dernière. Des mesures successives sont faites avec des valeurs de R_{charge} variant entre 2 M Ω à 10M Ω .

La figure 6.5 montre la valeur de la puissance expérimentale exploitable en fonction de la résistance de charge. La meilleure valeur est obtenue pour une résistance de charge d'environ 6 M Ω ce qui correspond à la résistance avec une production d'énergie optimale (74,81 nW) à 29,43 m/s².

- **Puissance récupérée :**

Pour $R_{\text{optimale}} = 6 \text{ M}\Omega$, nous avons la puissance récupérée:

$$\bar{P} = 74,81 \text{ nW}$$

- **Puissance dissipée :**

Nous calculons R_{fuite} :

Pour :

$$\begin{cases} U=32\text{V} \\ U_{\text{charge}}= 600 \text{ mV.} \end{cases}$$

Donc :

$$R_f = 6 * 10^6 * \frac{32}{0,6*10^{-6}} = 3,2*10^{14} \Omega$$

$$P_{\text{dissipée}} = 0,0032 \text{ nW}$$

- **Production nette d'énergie :**

$$P_{\text{produite}} = \bar{P} - P_{\text{dissipée}}$$

$$P_{\text{produite}} = 74,80 \text{ nW}$$

Le tableau 6.1 représente le bilan énergétique de notre matériau.

Tableau 6.1 : Bilan énergétique du composite poreux PDMS RTV.

Matériau	Puissance récupérée (nW)	Puissance dissipée (nW)	Production nette d'énergie (nW)
PDMS RTV (10%)	74,84	0,0032	74,80

Les données du tableau 6.1 montrent que le bilan énergétique est largement positif pour notre matériau, car la puissance produite par la conversion mécanique électrique est plus élevée que la puissance dissipée.

En outre, la figure 6.6 montre une augmentation de la puissance récupérée en fonction de déflexion, où la plus grande puissance est mesurée à la résonance, comme attendu. La mesure est faite en appliquant une tension continue de 32 V avec résistance de charge de 6 M Ω et une accélération de 29,43m/s². La courbe montre que loin de la résonance mécanique (25 Hz) de la structure, la puissance récupérée a baissée alors que, proche de la résonance, l'énergie vibratoire peut être récupérée.

Enfin, on observe une augmentation de la puissance de sortie variant linéairement avec l'accélération du support avec une pente de 19,33 nW/g pour une résistance de charge de 6 M Ω et une tension continue appliquée de 32 V.

Chapitre 7 :

Intégration à un capteur de pouls

Les matériaux diélectriques utilisés sont doux, donc très flexibles ce qui les rend également adaptés aux capteurs capacitifs hautement sensibles.

7.1. Mesure de sensibilité :

Nous présentons des matériaux électrostrictifs avec d'excellentes propriétés mécaniques et électriques pour la mesure de sensibilité. Le matériau développé consiste en un composite noir de carbone poreux (PDMS RTV) qui est traité en utilisant des émulsions eau-dans-huile.

7.1.1. Protocole de mesure :

Dans l'expérience suivante, nous avons déterminé les changements de capacité induits par la pression pour les cycles de chargement-déchargement linéaires du PDMS RTV.

La capacité a été mesurée en utilisant le mesureur LC METOR de précision Agilent E4980A à une fréquence de 1 kHz avec une valeur de tension de 1 V.

Les connexions entre le point où les blindages se terminent (BNC) et les électrodes sont maintenues aussi courtes que possible. Les fonctions de correction interne (correction de longueur de câble, corrections ouvertes et courtes) du LCR Metor sont utilisées pour corriger les erreurs dues à la fixation de test et aux cordons de test.

Pour effectuer la correction ouverte, BNC et les fils sont connectés aux électrodes et LCR Metor. Un entrefer de 5 mm est maintenu entre les électrodes. La correction courte est effectuée en court-circuitant les deux électrodes.

Un rhéomètre DHR-3 (TA Instruments) est utilisé en tant qu'étage mécanisé à axe z et dynamomètre. Une électrode supérieure est connectée à l'étage de l'axe z tandis que l'électrode inférieure est fixe.

Le rhéomètre applique des cycles de chargement-déchargement linéaires aux matériels de détection. La force, le déplacement, la capacité et la résistance sont mesurés à travers un ordinateur interfacé.

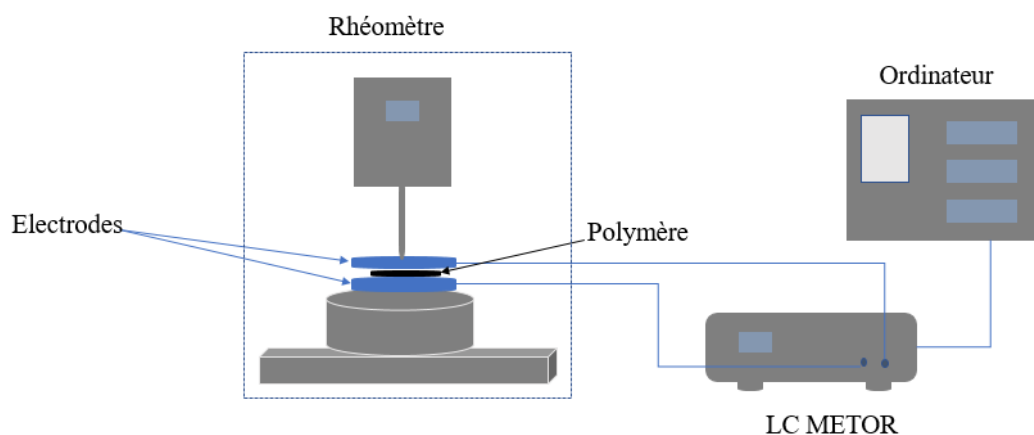


Figure 7.1 : Configuration expérimentale pour les mesures de détection de pression.

7.1.2. Méthode de calcul :

Connaissant la force appliquée (F) et la géométrie du matériau (surface A), nous avons calculé la contrainte en utilisant cette relation :

$$\tau = \frac{F}{A} \quad (1.11)$$

En plus, nous avons les valeurs de la capacité du matériau (donnée par le LCR Metor), nous calculons :

$$\frac{\Delta C}{C_0} = \frac{C - C_0}{C_0} \quad (7.1)$$

7.1.3. Résultats et discussion :

La sensibilité s du matériau est définie comme la pente des courbes de réponse pression-capacité.

Les résultats obtenus sont mis en évidence par les courbes représentées ci-dessous.

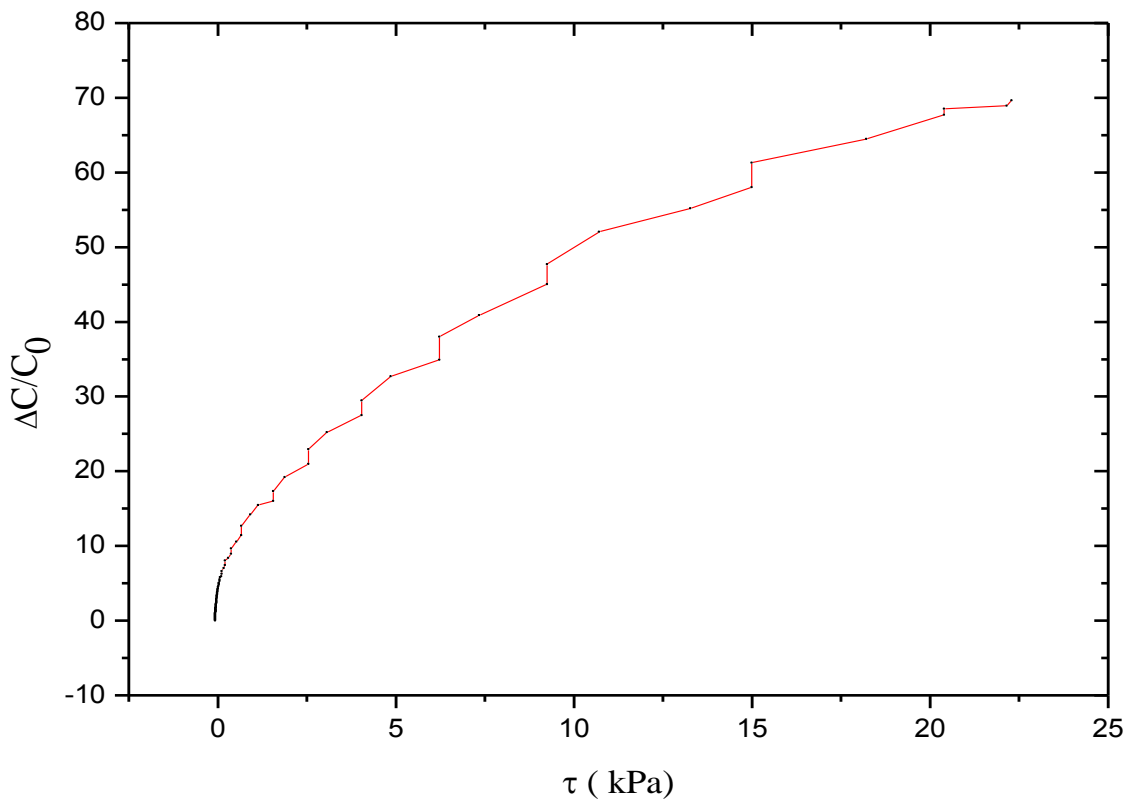


Figure 7.2 : Cycle aller du Polymère PDMS RTV.

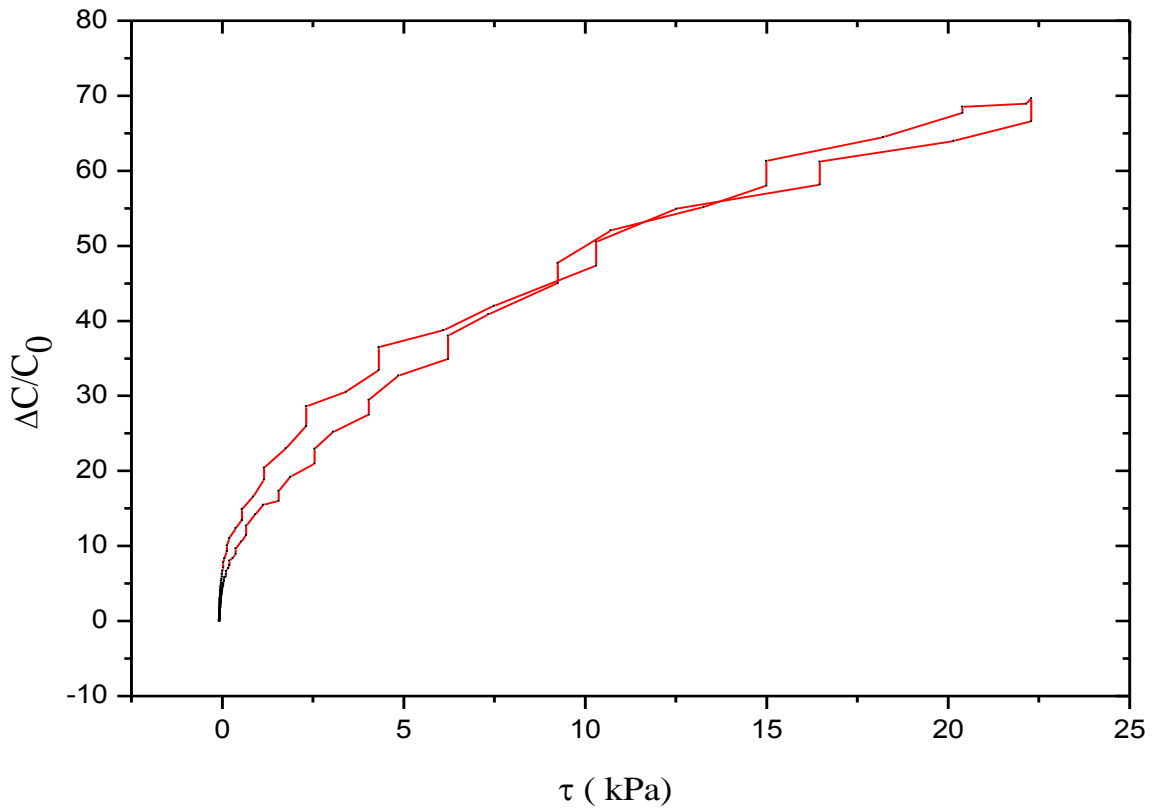


Figure 7.3 : Cycle aller et retour du Polymère PDMS RTV.

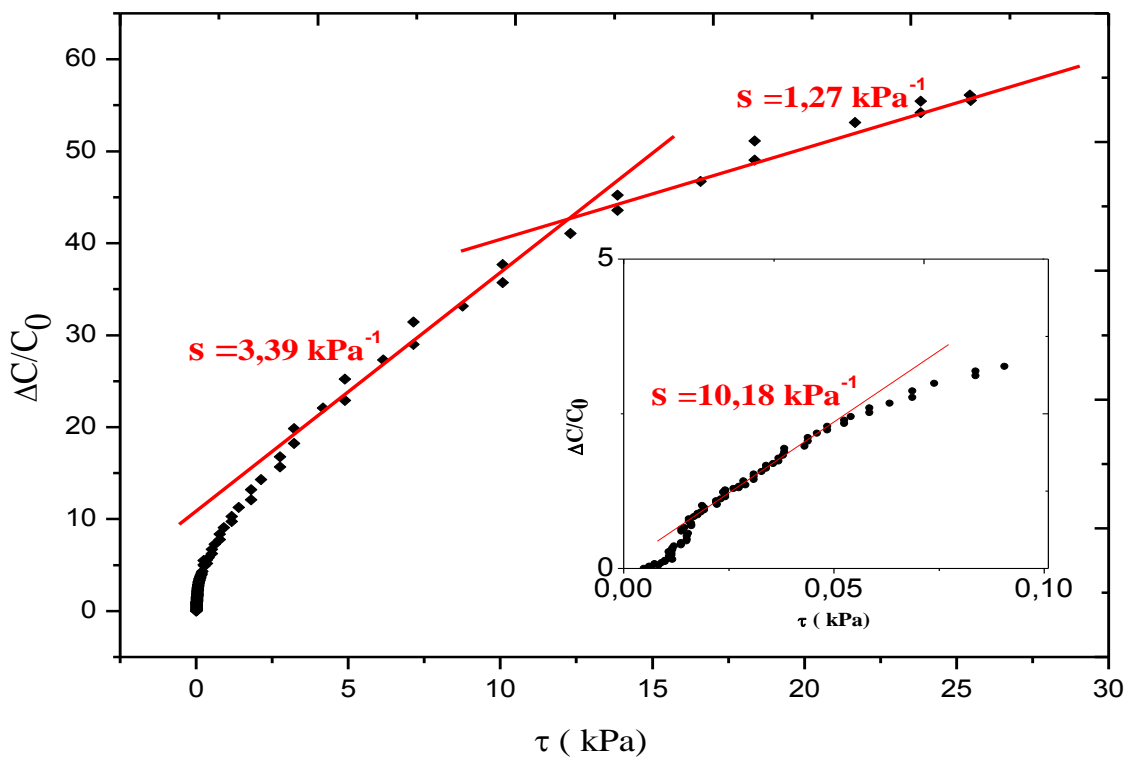


Figure 7.4 : Stabilité et reproductibilité du changement de capacité induit par la pression.

À partir des mesures obtenues, nous avons tracé les courbes de la variation de $\Delta C/C_0$ en fonction de la contrainte appliquée pour les 100 cycles étudiés.

Les résultats montrent que selon la variation de la contrainte appliquée nous distinguons trois zones (0-1 kPa ; 1-8 kPa ; 8-25kPa).

La sensibilité correspond à la pente de la tangente tracée dans chaque zone.

La valeur de la sensibilité est maximale ($s = 10,18 \text{ kPa}^{-1}$) dans la première zone (0-1 kPa), cette zone correspond à la zone de contact où l'électrode, à la surface imparfaite, crée son contact électrique avec la surface du matériau (Le matériau est hypersensible). Dans cette zone, nous ne sommes pas réellement sur le matériau, cela explique la forte variation de capacité au regard de la faible contrainte appliquée.

Dans la deuxième zone, nous remarquons une diminution de la valeur de sensibilité de l'ordre de 66% ($s = 3,39 \text{ kPa}^{-1}$), cette zone peut être considérée comme une zone intermédiaire où la contrainte permet de fermer la porosité du matériau. À ce niveau et comme montré sur la courbe contrainte-déformation (chapitre 5), le module d'Young reste faible.

La troisième zone correspond à la zone bulk où le cœur du matériau est réellement contraint. La sensibilité est faible ($s = 1,27 \text{ kPa}^{-1}$), car comme le montre la courbe contrainte-déformation, c'est à ce niveau-là que le module d'Young devient maximal.

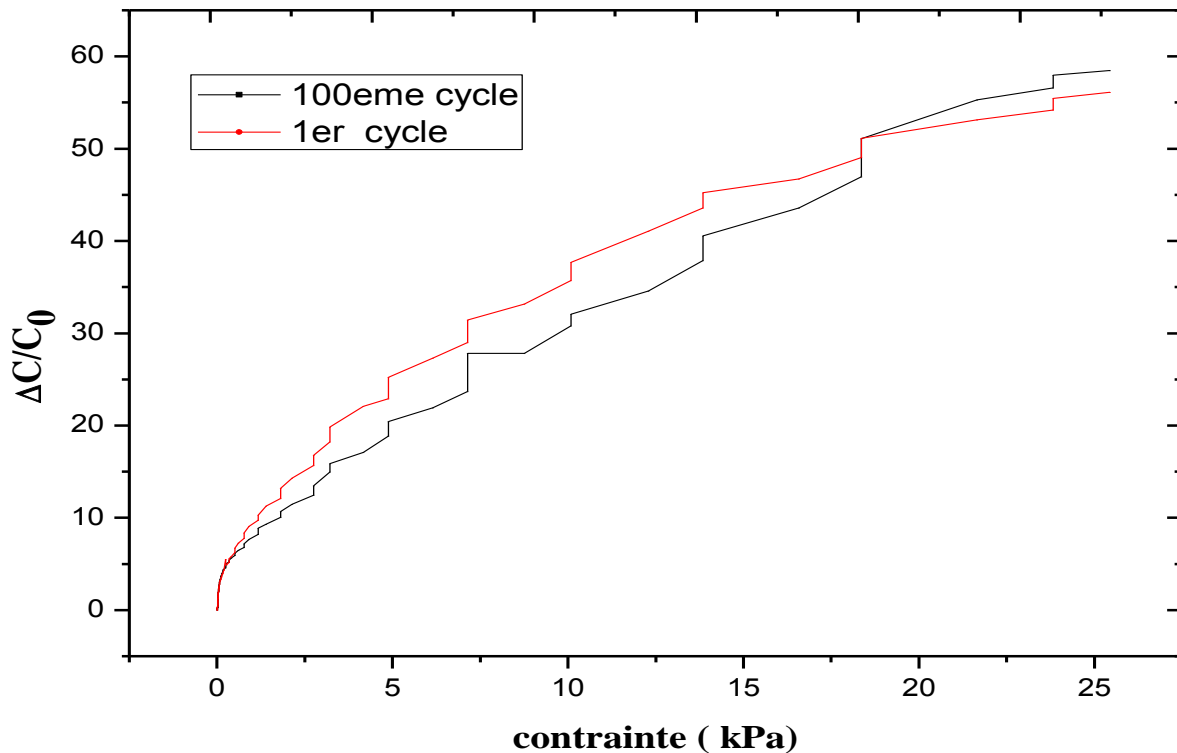


Figure 7.5 : Cycle d'aller pour le premier et le centième cycles.

La figure 7.5 représente le cycle d'aller du premier et du centième cycles, nous remarquons qu'il n'y a ni augmentation, ni diminution significative entre les différents cycles étudiés.

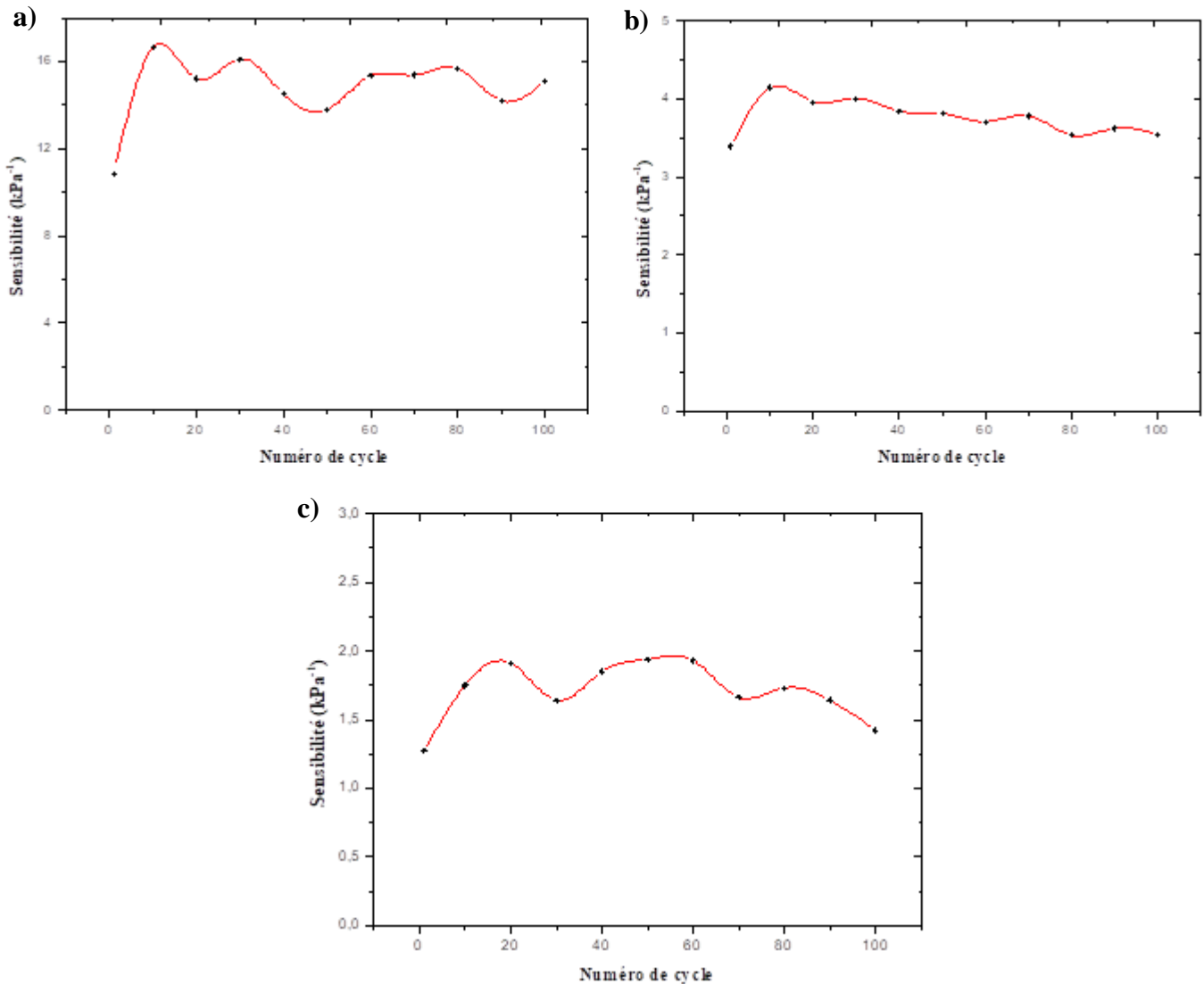


Figure 7.6 : Variation de la sensibilité en fonction du numéro de cycle.

- a) Zone de contrainte 0-1 kPa.**
- b) Zone de contrainte 1-8 kPa.**
- c) Zone de contrainte 8-25 kPa.**

Comme le montrent les figures ci-dessus (figure 7.6), il est clair que la sensibilité est stable dans chaque zone pour les différents cycles. Elle présente un maximum ($s \approx 15 \text{ kPa}^{-1}$) pour la zone de contact.

7.2. Mesure du temps de réponse :

Pour étudier la stabilité du capteur de pression, nous avons mesuré les changements capacitifs chargement-déchargement du matériau pour plus de 100 cycles.

Le matériau a été soumis à des variations de pression appliquée en utilisant un actionneur piézoélectrique et un générateur de fonction appliquant un signal carré de 0,1 Hz (figure 7.7).

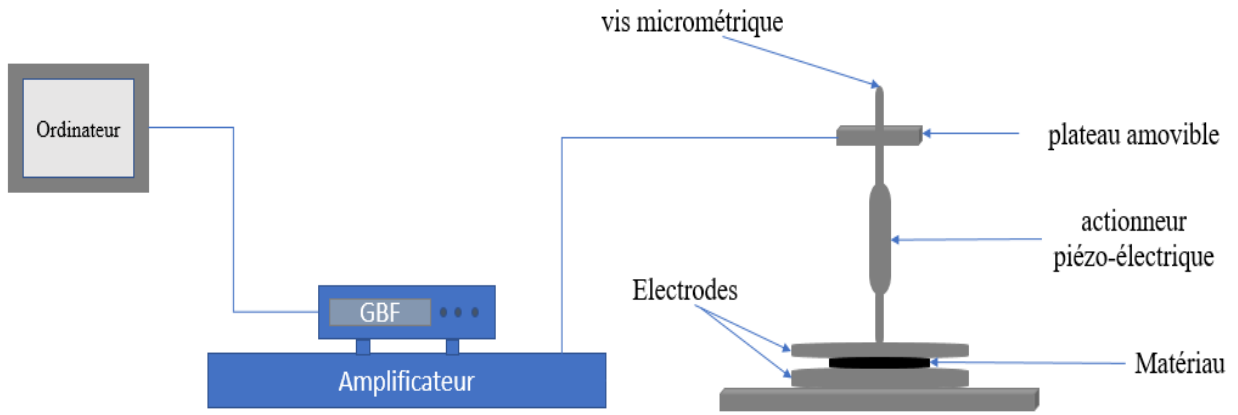


Figure 7.7 : Schéma du montage expérimental permettant la mesure du temps de réponse.

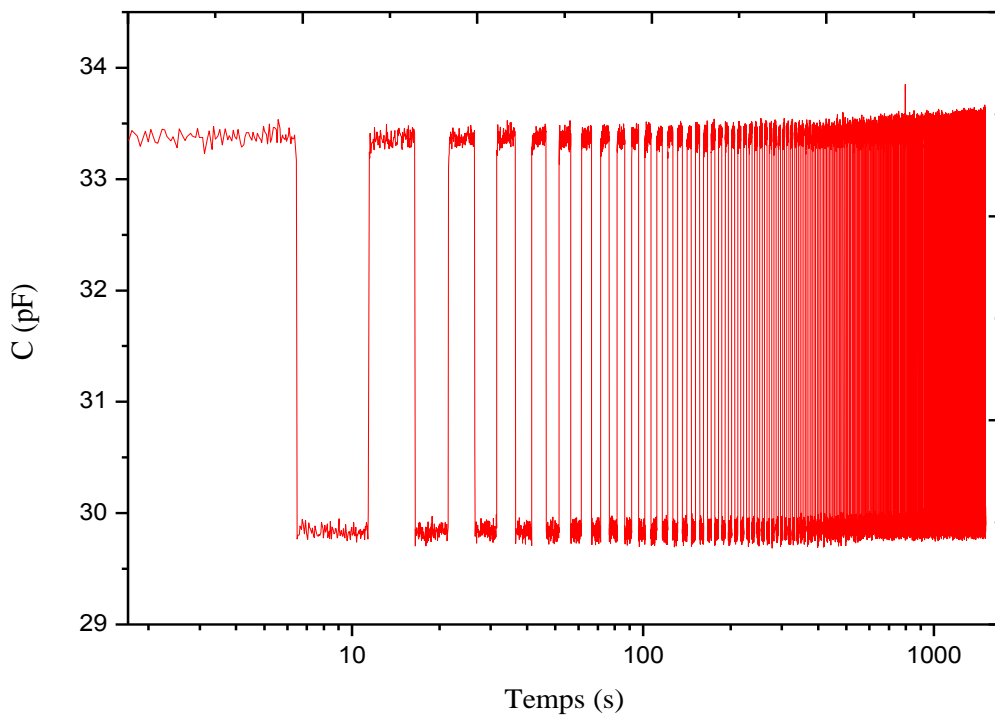


Figure 7.8 : Courbe de variation de C en fonction de t du matériau sensible pour plus de 100 cycles de chargement/déchargement (10 s pour chaque cycle).

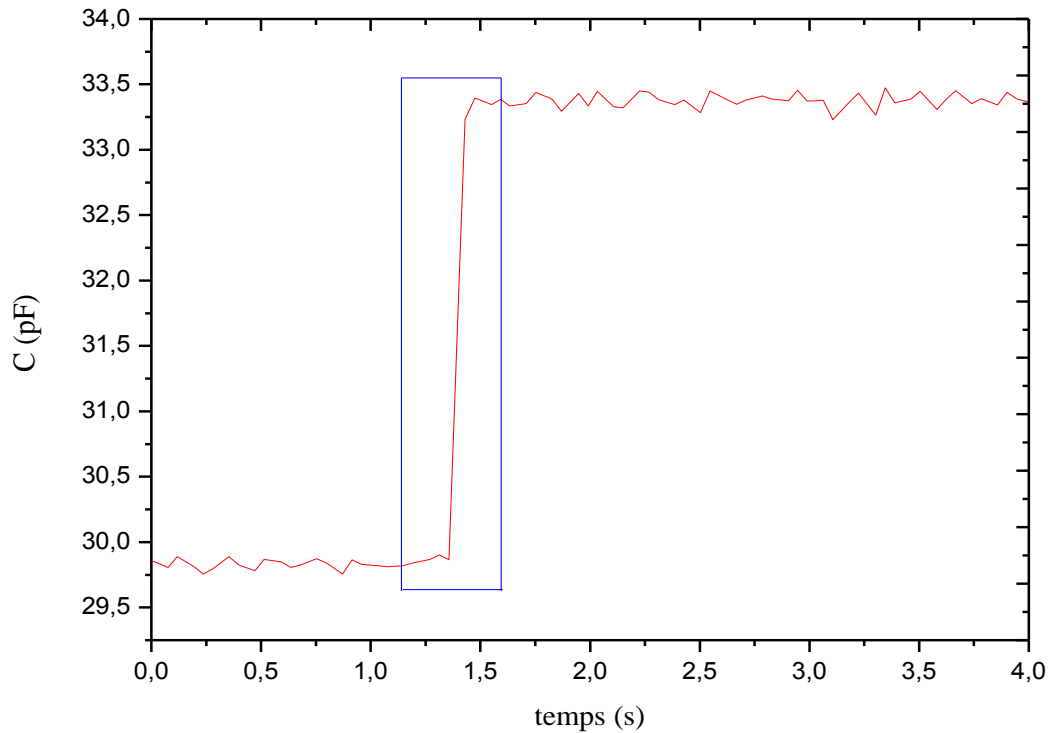


Figure 7.9 : Vue agrandie de la réponse du capteur à la pression appliquée.

Les résultats (figure 7.8 et 7.9) montrent que le capteur de pression capacitif présente une répétabilité élevée avec une hystérésis très faible. Le matériau présente une réponse immédiate et des temps de relaxation après application ou relâchement de la pression.

7.3. Application à un capteur de pouls :

Pour mesurer des variations de pression subtiles, nous avons placé le capteur de pression décrit précédemment sur l'artère radiale du poignet comme indiqué sur la figure 7.10.



Figure 7.10 : Image du dispositif sensible à la pression sur un poignet humain.

Chapitre 7 : Intégration à un capteur de pouls

Pour ce faire, le matériau sensible a été complété par deux électrodes en déposant un adhésif de carbone souple, flexible et conducteur sur les deux surfaces du matériau comme illustré sur la figure 7.11.

Le système (électrode-matériau-électrode) est déposé sur une bande de cuivre utilisée comme substrat.

Le dispositif est simplement déposé et fixé sur le poignet à l'aide d'un adhésif non

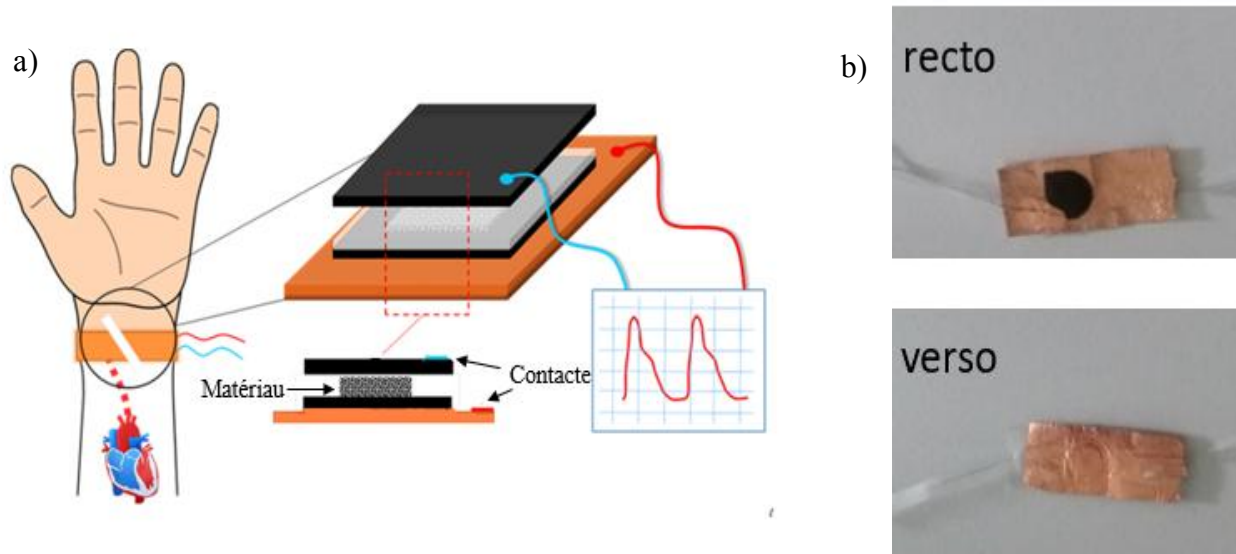


Figure 7.11 : a) Illustration du dispositif pour la détection du pouls cardiaque.

b) Images du capteur.

conducteur.

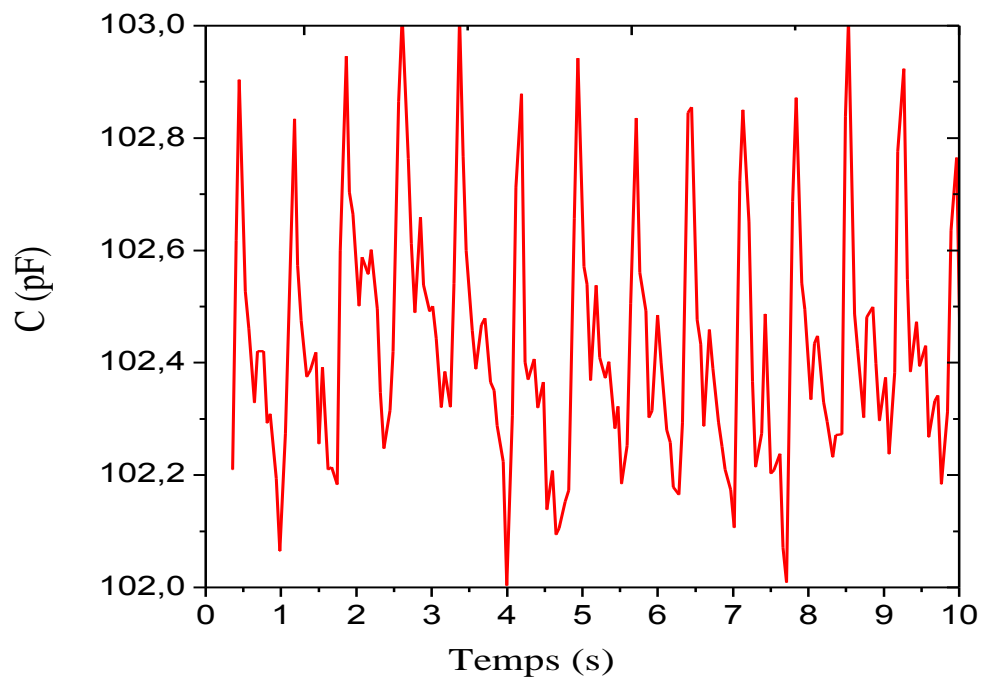


Figure 7.12 : Signaux capacitifs au cours du temps d'une onde de pouls enregistrée au poignet.

Le rythme cardiaque est la conséquence de la contraction des ventricules du cœur. Sa mesure est exprimée en nombre de battements par minutes (bpm).

La figure 7.12 montre la fréquence de pouls d'une personne en bonne santé qui est mesurée à 75 battements/minute (période de 0,8 seconde) avec des ondes de pouls réguliers et répétables.

Pour les personnes en bonne santé, la pression systolique est de 90-120 mmHg [29] (10,5-16 kPa) et la pression diastolique est de 60-70 mmHg [29] (8-10,5 kPa), ce qui signifie que la pression artérielle est comprise entre 60 et 120 mmHg (8-16 kPa). Ces deux pressions sont facilement distinguables sur l'impulsion d'un signal d'onde, car $P_{\text{systolique}}$ est la pression mesurée au sommet de l'onde pulsée et $P_{\text{diastolique}}$ constitue la pression à la ligne de base de l'onde pulsée (figure 7.13).

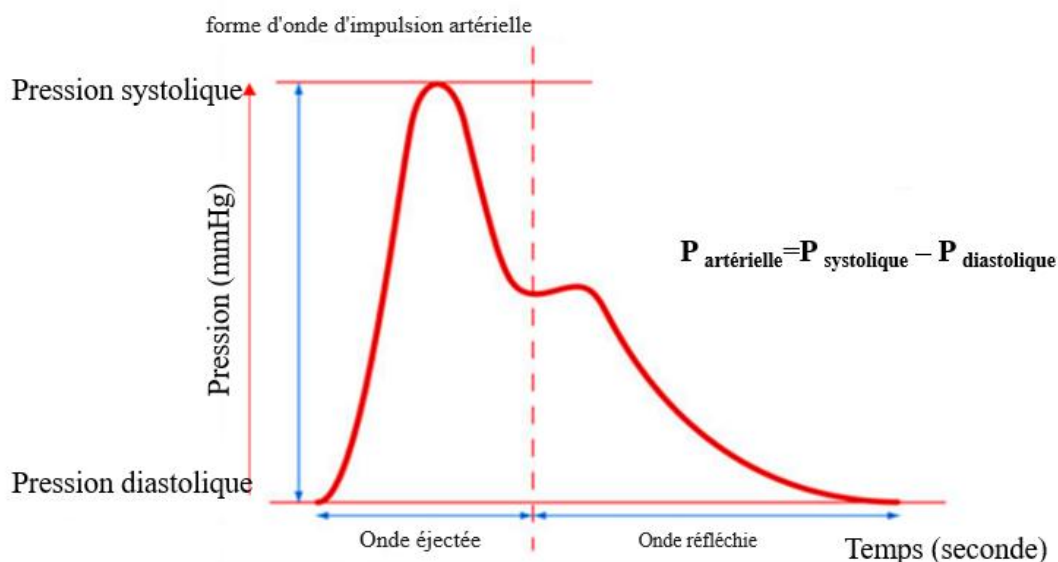


Figure 7.13 : Courbe théorique de la pression artérielle radiale au cours d'un cycle cardiaque.

L'onde de pouls illustrée sur la figure 7.12 est clairement mesurable, car les deux pics sont reconnaissables.

La construction des appareils électroniques portables pour la surveillance des ondes de pouls en temps réel pourrait rendre accessible aux professionnels de santé des informations sur la pression artérielle. Il convient de noter que seulement 1 volt était nécessaire pour mesurer les variations des capacités, cette faible tension permet d'éviter l'utilisation de grosses batteries.

Conclusion générale

Conclusion générale

Dans le cadre de ce travail de fin d'études, nous avons étudié les matériaux électrostrictifs et leurs caractéristiques pour la récupération de l'énergie mécanique de vibration, mais aussi pour leur utilisation comme capteur de pression à haute sensibilité.

La première partie de ce travail est une recherche bibliographique portant sur les polymères électrostrictifs et leurs propriétés mécanique et électriques, ainsi que sur la récupération d'énergie mécanique via ces matériaux.

La deuxième partie représente une étude expérimentale qui porte d'une part sur la synthèse et d'autre part sur la méthodologie de préparation de nos matériaux. Ces derniers ont été préparés par voie émulsion en dispersant de gouttelettes de la phase d'eau (eau + gomme arabique) dans la phase huile (PDMS + agent réticulant + tensioactif). Cette émulsion est appelée « eau-dans-huile » (E/H).

Ensuite, ces matériaux sont caractérisés en mode statique pour relever les paramètres nécessaires (capacité, résistance, conductivité...etc.) dont nous avons besoin pour évaluer la puissance récupérée à partir des vibrations.

À partir de l'évaluation des propriétés des matériaux, un circuit électrique de récupération est présenté. Telle que l'utilisation de ces matériaux dans la récupération de l'énergie est très avantageuse en vue de la quantité d'énergie récupérée par rapport à la puissance dissipée (nous avons récupéré 74,84 nW, cependant la puissance dissipée est à 0,0032 nW) donc nous avons un gain important.

Dans la dernière partie de ce travail, nous avons développé un nouveau capteur de pression capacitif en combinant des composites poreux du noire de carbone/PDMS avec une couche fine isolante. Le matériau présente des propriétés performantes. Il offre des valeurs de sensibilité de $10,18 \text{ kPa}^{-1}$ dans la zone de contrainte de 0 à 1 kPa et de $3,39 \text{ kPa}^{-1}$ dans la zone de 1 à 8 kPa. De plus, nous démontrons la possibilité d'enregistrer en continu les ondes de pulsation artérielle, le capteur est utilisé avec succès pour évaluer la fréquence de pouls et de mesurer les pressions systolique et diastolique.

Références bibliographiques

- [1] L. Eyraud, P. Eyraud, P. Gonnard et M. Troccaz, Matériaux électrostrictifs pour actionneurs, (1988).
- [2] P.-J. COTTINET, Actionnement et récupération d'énergie à l'aide de polymères électroactifs, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2010.
- [3] C. Jean-Mistral, Récupération d'énergie mécanique par polymères électroactifs pour microsystèmes autonomes communicants, Université Joseph Fourier Grenoble I, 2008.
- [4] T. Vu-Cong, C. Jean-Mistral, A. Sylvestre, Impact of the nature of the compliant electrodes on the dielectric constant of acrylic and silicone electroactive polymers, *Smart Materials and Structures*. 21 (2012) 105036. doi:10.1088/0964-1726/21/10/105036.
- [5] S. Hammami, Propriétés physiques et électriques de polymères électroactifs, Université de Carthage, 2017.
- [6] Y. Bar-cohen, Electroactive polymers as artificial muscles - Reality and challenges, in: *American Institute of Aeronautics and Astronautics*, 2001. doi:10.2514/6.2001-1492.
- [7] A. EDDIAI, Caractérisation et modélisation des polymères électro-actifs : Application à la récupération d'énergie, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon, 2013.
- [8] Joël DE ROSNAY, Texte de la 278e conférence de l'Université de tous les savoirs, (2000).
- [9] Alexandru Cornogolub, Nouvelles structures à polymères électroactifs, 2016.
- [10] Electroactive Polymers (EAP) as Artificial Muscles (EPAM) for Robot Applications, (2009). <http://www.hizook.com/blog/2009/12/28/electroactive-polymers-eap-artificial-muscles-epam-robot-applications>.
- [11] O.A. LUNA CORNEJO, FORMULATION DE MATÉRIAUX ÉLÉCTROSTRICTIFS PAR VOIE ÉMULSION POUR LA RÉCUPÉRATION D'ÉNERGIE, UNIVERSITÉ DE BORDEAUX, 2016.
- [12] V. CÂRLESCU, CARACTÉRISATION STATIQUE ET DYNAMIQUE DES POLYMÈRES ELECTROACTIFS DIÉLECTRIQUES POUR APPLICATIONS MÉCATRONIQUE, UNIVERSITÉ TECHNIQUE „GHEORGHE ASACHI” DE IAȘI, 2013.
- [13] W. Komkrisd, Polyuréthanes électrostrictifs et nanocomposites: caractérisation et analyse des mécanismes de couplages électromécaniques, L'institut national des sciences appliquées de Lyon, 2011.
- [14] F. Carpi, D. De Rossi, R. Kornbluh, R.E. Pelrine, P. Sommer-Larsen, *Dielectric Elastomers as Electromechanical Transducers.*, Elsevier Science, 2011. http://www.123library.org/book_details/?id=36982 (accessed May 14, 2018).
- [15] B. JACQUOT, Propriétés mécaniques des Biomatériaux utilisés en Odontologie, (2009).
- [16] Jean-Marc BUREAU, Propriétés diélectriques des polymères, (2016).
- [17] A. KAHOULI, Spectroscopie diélectrique appliquée aux polymères, (2016).
- [18] C. JEAN-MISTRAL, S. BASROUR, Récupération de l'énergie des vibrations mécaniques pour générer de l'électricité, (2010).
- [19] H. NESSER, Fabrication et caractérisation des MEMS composite pour la récupération d'énergie mécanique, UNIVERSITÉ DE BORDEAUX, 2016.
- [20] C.B. Williams, R.B. Yates, Analysis of a micro-electric generator for microsystems, *Sensors and Actuators A: Physical*. 52 (1996) 8–11. doi:10.1016/0924-4247(96)80118-X.
- [21] L.B. Kong, T. Li, H.H. Hng, F. Boey, T. Zhang, S. Li, Waste Mechanical Energy Harvesting (I): Piezoelectric Effect, in: *Waste Energy Harvesting*, Springer Berlin Heidelberg, Berlin, Heidelberg, 2014: pp. 19–133. doi:10.1007/978-3-642-54634-1_2.
- [22] E. Arroyo, Récupération d'énergie à partir des vibrations ambiantes, UNIVERSITÉ DE GRENOBLE, 2012.

Références bibliographiques

- [23] Julie Abergel, Matériaux piézoélectriques à forte déformation pour l'actionnement microsystème, université de Grenoble, 2014.
- [24] Claire JEAN-MISTRAL, Skandar BASROUR, Récupération de l'énergie des vibrations mécaniques pour générer de l'électricité, (2010).
- [25] S. Meninger, J.O. Mur-Miranda, R. Amirtharajah, A. Chandrakasan, J.H. Lang, Vibration-to-electric energy conversion, IEEE Transactions on Very Large-Scale Integration (VLSI) Systems. 9 (2001) 64–76. doi:10.1109/92.920820.
- [26] Eléonore JOUANNY - BOUYER, STABILISATION D'ÉMULSIONS D'INTÉRÊT PHARMACEUTIQUE PAR DES PROTÉINES ET DES POLYSACCHARIDES : exemples de la β -lactoglobuline, de la gomme arabique et de la gomme xanthane, UNIVERSITÉ PARIS-SUD 11, 2011.
- [27] Jean-Paul CANSELIER, Martine POUX, Procédés d'émulsification- Mécanismes de formation des émulsions, (2004).
- [28] G. Pagani, M.J. Green, P. Poulin, M. Pasquali, Competing mechanisms and scaling laws for carbon nanotube scission by ultrasonication, Proceedings of the National Academy of Sciences. 109 (2012) 11599–11604. doi:10.1073/pnas.1200013109.
- [29] P.K. Whelton, R.M. Carey, W.S. Aronow, D.E. Casey, K.J. Collins, C. Dennison Himmelfarb, S.M. DePalma, S. Gidding, K.A. Jamerson, D.W. Jones, E.J. MacLaughlin, P. Muntner, B. Ovbiagele, S.C. Smith, C.C. Spencer, R.S. Stafford, S.J. Taler, R.J. Thomas, K.A. Williams, J.D. Williamson, J.T. Wright, 2017 ACC/AHA/AAPA/ABC/ACPM/AGS/APhA/ASH/ASPC/NMA/PCNA Guideline for the Prevention, Detection, Evaluation, and Management of High Blood Pressure in Adults: A Report of the American College of Cardiology/American Heart Association Task Force on Clinical Practice Guidelines, Hypertension. 71 (2018) e13–e115. doi:10.1161/HYP.0000000000000065.