

N° d'ordre :

REPUBLIQUE ALGERIENNE DEMOCRATIQUE ET POPULAIRE
MINISTERE DE L'ENSEIGNEMENT SUPERIEUR ET DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE

UNIVERSITE MOULOUD MAMMERI DE TIZI-OUZOU

Faculté des Sciences
Département de Chimie



Domaine : **Science de la matière**

Filière : **Chimie**

Spécialité : **Chimie Physique**

Mémoire de Master

Thème

***Elaboration et caractérisation d'un composite à matrice silicone et renfort de phase MAX Ti_3SnC_2 .
Application pour la récupération d'énergie***

Présenté par :

KHELFANE Dalila

Soutenu publiquement, le 17/7/2023, devant le Jury composé de :

CHAOUCHI Ahcène	Professeur	UMMTO	Président
ANNANE Kahina	MCA	UMMTO	Examinatrice
OUABADI Nadia	MCA	UMMTO	Encadreur
SAIDI Malika	MCB	UMMTO	Co-encadreur

Session 2022 / 2023

Avant-propos

Le travail décrit dans ce mémoire s'est déroulé sous la tutelle du département de Chimie de la faculté des Sciences de l'université Mouloud Mammeri de Tizi Ouzou (UMMTO) et au sein du laboratoire de recherche de chimie appliquée et Génie chimique (LCAGC) de ladite université et dont le directeur est le Pr. **Chaouchi** que je remercie pour l'accueil cordial.

J'exprime également mes vifs et sincères remerciements tout particulièrement à ma promotrice madame **OUABADI Nadia**, maitre de conférences classe A (MCA), pour sa formidable énergie, pour avoir encadré ces travaux ainsi que la confiance qu'elle m'a accordée au cours de toute la période de ce travail. Aussi, je rends hommage à mon Co-encadreur madame **SAIDI Malika**, maitre de conférences classe B (MCB), et je tiens à la remercier pour sa longue patience et sa disponibilité au quotidien.

Je réitère ma profonde reconnaissance envers monsieur **CHAOUCHI Ahcène** professeur à l'UMMTO, cette fois-ci pour le rôle de président du jury de ma soutenance, et je suis très honorée qu'il ait accepté.

Qu'il me soit permis de remercier chaleureusement madame **ANNANE Kahina**, maitre de conférences classe A, à l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, pour avoir gentiment accepté d'examiner ce manuscrit pour en évaluer la qualité.

J'adresse mes chaleureux mercîments et ma profonde reconnaissance à madame **RABEHI Saliha**, pour son amabilité, sa gentillesse, son aide inconditionnelle. Merci de m'avoir guidé. Sa présence au laboratoire a été un réconfort.

Je profite de cet espace pour remercier le corps enseignant de notre département de Chimie qui nous a donné une formation de qualité.

Je n'oublie pas, bien sûr toute ma famille pour sa patience, son attention et ses encouragements le long de cette période. Sans elle, ma formation n'aurait pas eu lieu.

Enfin, je tiens à remercier toutes les personnes qui m'ont aidée de près ou de loin.

Dédicaces

A ma raison de vivre, pour l'affection, la tendresse et l'amour dont tu m'as toujours entourée, Pour le sacrifice et le dévouement dont tu as toujours fait preuve, Pour l'encouragement sans limites que tu ne cesses de manifester. Aucun mot, aucune phrase ne peut exprimer mes sentiments profonds d'amour, de respect et de reconnaissance. Que ce modeste travail soit un début de mes récompenses envers toi cher papa.

A ma source de bonheur, pour sa tendresse, ses conseils, ses encouragements et surtout ses prières et sa bénédiction qui m'ont été d'un grand soutien pour mener à bien mes études. Maman, Je te dédie ce mémoire en témoignage de mon profond amour. Puisse Dieu, le tout puissant, te préserver et t'accorder santé, bonheur et longue vie.

A mon frère **Hacène**, aucun mot ne pourrait exprimer l'attachement que j'éprouve pour toi. Je ne te remercierai jamais assez pour ce que tu es pour moi. C'est à toi que je dédie ce modeste travail et sans oublier ma belle sœur, mes neveux **Ilyane** et **Mayas**.

A mes sœurs adorées, je vous aime de tout mon cœur, je vous remercie pour vos encouragements et votre soutien inconditionnel m'a permis d'arriver là où je suis.

A mes chères copines **Celia**, **Assia**, **Kamélia** qui ont été à mes côtés, merci pour votre soutien moral, pour votre immense aide dans les moments difficiles, pour vos encouragements. C'est à vous aussi les meilleures, que je le dédie !!!

Table des matières

Introduction générale.....	P01
Chapitre I : Recherches bibliographiques	
I-1 / Généralités sur les polymères.....	P02
a/ Nature chimique des polymères	P02
b/Origine des polymères	P03
c/ Domaines d'application des polymères	P03
I-1- 1 /Généralités sur le silicone.....	P03
a/ Propriétés du silicone.....	P04
b/Domaines d'applications des silicones.....	P04
I-2 /Généralités sur les phases MAX	P05
I-2- 1 /Historique	P05
I-2- 2 / Structure cristallographique des phasesMAX.....	P06
I-3 /Généralités sur les composites.....	P06
I-3-1 / Constituants des composites	P07
I-3-2 / Matériaux composites à renfort de phase MAX	P08
I-4 / Propriétés des matériaux diélectriques.....	P09
I-4- 1 /Constante diélectrique (permittivité relative)	P09
I-4- 2 /Pertes diélectriques ($\tan \delta$).....	P09
I-4- 3 / Conductivité électrique (σ_{ac})	P09
I-5 /Généralités sur la polarisation	P10
I-5- 1 / Polarisation à l'échelle microscopique	P10
I-5- 2 / Types de Polarisation	P10
a / Polarisation électronique.....	P10
b / Polarisation ionique (ou polarisation atomique).....	P11
c / Polarisation dipolaire (ou polarisation d'orientation)	P11
d / Polarisation interfaciale : (type Maxwell – Wagner)	P11
I-6 / Notion de triboélectricité ou électricité statique.....	P12
Chapitre II : Méthode de synthèse et techniques de caractérisation	
II-1 Synthèse de la phase MAX (Ti_3SnC_2)	P13
II-2 / Préparation du silicone	P13
II-2-1 / Mode opératoire	P13
II-3 / Préparation des composites (silicone +phase MAX).....	P15
II-3-1 / Mode opératoire	P15

II-4 / Techniques de caractérisation	P16
II-4-1 / Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR).....	P17
II-4-2 / Microscopie électronique à balayage (MEB)	P18
II-4-3 / Mesures diélectriques	P18
II-4-4 / Processus de polarisation à l'air libre.....	P19
II-5 / Application pratique : Méthode de récupération d'énergie.....	P20

Chapitre III : Résultats et discussion

III-1 / Caractérisation par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)	P21
III-1-1 / Silicone pur	P21
III-2 / Caractérisation par Microscopie électronique à balayage(MEB)	P22
III-3 / Etude des propriétés diélectriques	P23
III-3-1 / Variation de la permittivité diélectrique	P23
a / En fonction de la fréquence	P23
b / En fonction du taux de Ti_3SnC_2	P24
III-3-2 / Variation des pertes diélectriques	P24
III-3-3 / Variation de la conductivité (σ_{ac})	P25
III-4 / Application dans le domaine de récupération d'énergie	P26
Conclusion générale	P30

Références bibliographiques

Liste des figures et tableaux

Résumé

Introduction générale

La famille des phases MAX de formule chimique $M_{n+1}AX_n$ où M est un métal de transition, A un élément des groupes III_A et /ou IV_A et X représente C ou N, constitue une nouvelle classe de matériaux nanolamellaires découverte par Jeitschko et Nowotny [1-2] dans les années soixante.

Les phases MAX ont suscité un grand intérêt de par leurs propriétés originales chevauchant entre celles des métaux et des céramiques. En effet, ces matériaux ont montré la particularité d'être à la fois rigides et tenaces (bonne tolérance aux sollicitations mécaniques) tout en ayant une bonne conductivité thermique, M. Barsoum et son équipe ont publié en 1996 le premier article montrant les spécificités intéressantes de ces phases [3-4] Notons que malgré l'avancée des recherches sur ces phases, elles restent encore peu connues, ce qui suggère un large panel à développer.

Dans cette optique, le travail fixé au cours de ce mémoire se donne comme objectif l'élaboration d'un composite à renfort de phase MAX, en partant d'une matrice polymère dont l'innocuité en matière de toxicité est parfaitement totale, il s'agit du silicone qui représentera la matrice. L'idée originale est d'utiliser des nanocharges de phase MAX en l'occurrence Ti_3SnC_2 , élaborée par compression isostatique à chaud (CIC) ou High isostatic pressure (HIP) [5]. Le composite à matrice silicone et renfort de Ti_3SnC_2 formé sera testé et étudié afin d'en observer le comportement électrique et diélectrique puis ultérieurement, expérimenté via une application de récupération d'énergie.

Pour ce faire, le manuscrit s'articulera autour de trois chapitres :

- Dans le premier sera exposé l'essentiel des recherches bibliographiques présentant des généralités sur les polymères, les phases MAX, les composites puis, principalement les matériaux de notre étude soient, le silicone et la phase $MAXTi_3SnC_2$. L'essentiel des notions sur les propriétés électriques et diélectriques y sera abordé aussi
- Le deuxième chapitre est dédié à la partie expérimentale qui décrira les techniques d'élaboration et de caractérisation utilisées ainsi que le matériel qui a été nécessaire pour cela. Il y sera question de la méthode de synthèse de la poudre Ti_3SnC_2 puis des procédés adoptés pour l'élaboration des films composites. Ce chapitre sera clos par une description de l'application de récupération d'énergie
- Le dernier chapitre traitera des résultats obtenus lors des différentes analyses et l'interprétation de ces résultats sera discutée
- A l'issue de ce manuscrit, une conclusion générale viendra regrouper l'ensemble des résultats obtenus et les éventuelles perspectives prévues.

Ce chapitre est consacré à la description des éléments de notre étude, le but de celle-ci étant de vérifier l'effet des charges sur les propriétés électriques et diélectriques d'un polymère, ceci en réalisant un composite à matrice polymère (silicone) chargée d'un renfort de type phase MAX (Ti_3SnC_2). Pour ce faire, il est utile d'introduire quelques notions essentielles sur les polymères, les phases MAX et les composites.

I-1 / Généralités sur les polymères

Les polymères sont des matériaux composés de très longues chaînes (macromolécules), elles-mêmes formées de molécules élémentaires (monomères) assemblées entre elles par des liaisons covalentes [6].

Le mot polymère d'origine grecque "polus-meros" est formé de deux mots, "polus" signifiant plusieurs et "meros" signifiant parties.

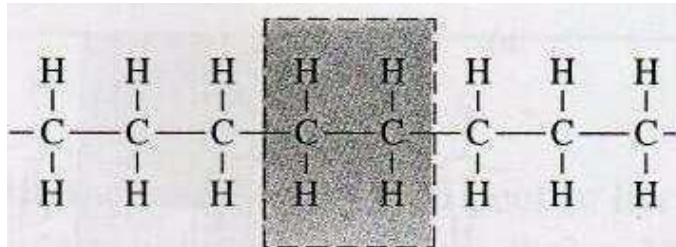


Figure (I-1) : Monomère ($-\text{C}_2\text{H}_4-$)

Les polymères peuvent être inorganiques ou organiques et sont classés selon divers critères, nous nous limiterons à leur nature chimique, leur origine et leurs domaines d'application.

a/ Nature chimique des polymères

Polymères inorganiques

Ils sont constitués soit de chaînes renfermant un seul corps simple, le carbone diamant, carbone graphite, phosphore, soufre,...ou de chaînes renfermant plusieurs hétéroatomes :(silicate, acide poly phosphorique, chlorure polyphosphonitrile, ...)[7].

Polymères organiques

Ils sont réalisés à partir de monomères composés principalement des atomes utilisés en chimie organique tels que le carbone, hydrogène, oxygène et azote (CHON) qui peuvent aussi être combinés avec d'autres éléments comme les halogènes (fluor, chlore, ...).

Remarquons aussi qu'il existe d'autres polymères où l'atome de carbone est remplacé par le silicium (Si), ces polymères constituent la classe des silicones [8].

b/Origine des polymères

Les polymères classés selon leur origine peuvent être:

- Des polymères naturels qui sont des composés organiques formant la matière vivante, comme les protéines, les acides nucléiques, la cellulose, la chitine, ...
- Des polymères obtenus par modification chimique d'un polymère naturel, tel que la méthylcellulose, ...
- Des polymères synthétiques qui sont les matières plastiques, les élastomères, les fibres, les adhésifs, ... [9].

c/ Domaines d'application des polymères

On regroupe les polymères en trois grandes catégories dont,

Les polymères de grande diffusion

Encore appelés polymères de commodité dont la production annuelle s'évalue par millions de tonnes, ils sont devenus d'un emploi quotidien pour tous. Le polyéthylène d'abréviation PE (flacons, sacs poubelle, ...), le polystyrène ordinaire noté PS (isolation, bulles, ...), le polychlorure de vinyle (revêtement PVC, ...) et quelques autres sont à classer dans cette catégorie d'une importance économique considérable [10]

Les polymères techniques

Ceux-ci ont des caractéristiques qui leur permettent de se substituer de plus en plus aux matériaux traditionnels (métaux, céramiques,) pour de nombreuses applications, les polyamides, les polydactyles,font partie de cette famille [10]

Les polymères spéciaux

Appelés aussi polymères de fonction, présentent généralement une propriété qui induit leur utilisation pour une application particulière. C'est dans cette catégorie que se trouvent les polymères conducteurs, photo actifs, thermostables, adhésifs, ... [10].

Notons que les matériaux polymères peuvent être chargés par des renforts pour améliorer leurs propriétés visant ainsi des applications variées selon le type de charges incorporées.

I-1- 1 /Généralités sur le silicone

Le silicone (polysiloxane) est un composé organique de formule chimique $[\text{R}_2\text{Si O}]_n$ où R est un radical de type méthyle $[\text{CH}_3]$,éthyle $[\text{C}_2\text{H}_5]$ ou phényle $[\text{C}_6\text{H}_5]$ [11]qui résulte de l'enchaînement d'atomes de silicium et d'oxygène lui conférant diverses propriétés.

Le silicone, est un élastomère obtenu par synthèse et hydrolyse du chlorosilane suivie de la polycondensation du diméthyledichlorosilane.

Le silicone s'obtient par la réaction entre le silicium et le chlorure de méthyle. C'est le procédé de Rochow qui mène à la formation de ces produits appelés méthylchlorosilanes et dont les propriétés dépendent de la façon dont sont réalisées les chaînes entre les radicaux et le Si-O.

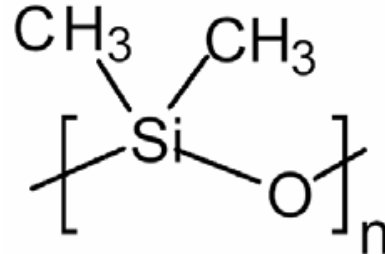


Figure (I-2): Formule semi-développée du silicone

a/ Propriétés du silicone

Les propriétés des silicones sont induites par le squelette riche en silicium et plus particulièrement grâce aux enchainements silicium – oxygène [12-13]. En effet, l'enchainement de ce type d'atomes permet d'apporter aux silicones de bonnes propriétés en termes de:

- Stabilité thermique et résistance face aux conditions oxydantes notamment grâce à une énergie de liaison de Si-O relativement élevée (398 kJ/mol), celle de liaison C-C étant de 353 kJ/mol
- Flexibilité et mobilité des chaînes polymères grâce à un grand angle de valence entre les atomes Si-O-Si (145°)
- Propriétés mécaniques et déformations avec un allongement à rupture important dû à la grande élasticité et flexibilité des chaînes polymères
- Propriétés de surface avec un caractère plus ou moins hydrophobe dû aux groupements apolaires présents sur la chaîne polymère (tel que le Polydiméthylsiloxane PDMS)
- Toxicité (grande innocuité).

b/Domaines d'applications des silicones

Les silicones sont utilisés dans de nombreux domaines d'application tels que:

- La cosmétique: shampoings, crèmes et lotions peuvent contenir des dérivés du silicone pour améliorer leur texture et leur aspect,
- Les équipements électroniques : le silicone est utilisé pour les câbles et les fils électriques, les claviers d'ordinateurs, ...
- Les émulsions : pour l'obtention d'une propriété hydrofuge (ou étanche) aux textiles,
- Les micros fluidiques, les joints, les garnitures et d'autres applications nécessitant une grande biocompatibilité.

I-2 / Généralités sur les phases MAX

I-2- 1 /Historique

Au cours des années soixante, les travaux de Jeitschko, Nowotny [1-2] et leurs collaborateurs ont permis la découverte de nouveaux matériaux s'apparentant aux phases Hsu de Hagg mais cette découverte est restée sans suite.

Ce n'est que depuis une vingtaine d'années que ces phases particulières ont eu un regain d'intérêt et ont été nommées "phases MAX" par Barsom et son équipe qui ont repris leur étude à Drexel, Philadelphie, USA.

En 2006, au laboratoire de Métallurgie physique (LMP), le professeur Dubois et son équipe ont découvert fortuitement une nouvelle phase MAX, en l'occurrence Ti_3SnC_2 [5], alors qu'ils travaillaient sur la synthèse de Ti_2SnC dont ils voulaient obtenir une forme massive.

Les phases MAX sont des matériaux qui constituent une nouvelle classe de matériaux nano lamellaires avec des propriétés intermédiaires entre celles des métaux et des céramiques.

Tableau (I-1): Quelques propriétés des phases MAX

<i>Propriétés métalliques</i>	<i>Propriétés céramiques</i>
Excellents conducteurs électrique et thermique	Résistance à l'oxydation
Très résistants aux chocs thermiques	Bonne résistance aux acides et aux bases
Tolérants à l'endommagement	Bonne résistance à la fatigue
Facilement usinables	Réfractaire à haute température (<1300°C)
Faible dureté	Conservation de l'essentiel des propriétés mécanique à haute température
Ténacité élevée	Grande rigidité et faible densité

Cette famille de ternaires de nitrure et /ou carbure est de formule $M_{n+1} A X_n$ avec l'indice n qui varie de 1 à 3. Cette notation est liée à la nature chimique des constituants des phases MAX, où :

M : représente un métal de transition (Ti,Cr,Zr,Nb,Hf,...),

A : est un élément des groupes III et IVA, tels que Al,Si,P,S,Ga,Ge,As,In,Sn,...

X : représente soit C ou N comme il peut être une combinaison des deux [5].

Au tableau périodique de Mendeleïev ci-contre sont consignés les éléments M, A et X, répertoriant les phases MAX synthétisées dès les années 70.

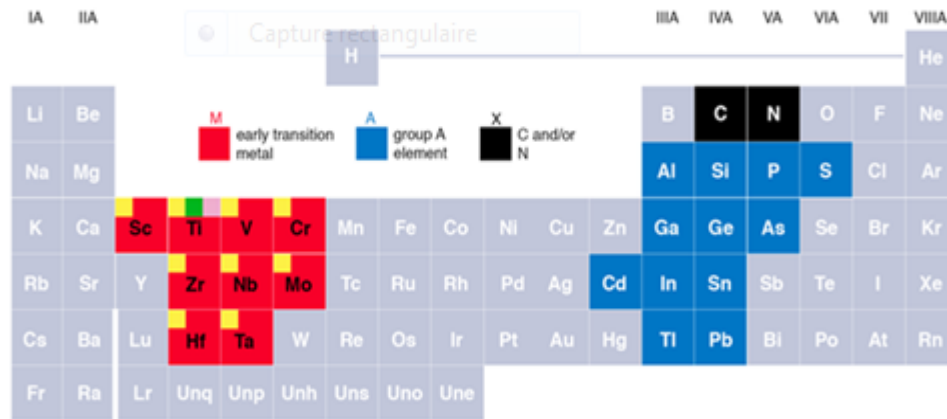


Figure (I-3): Eléments constituant des phases MAX

I-2- 2 / Structure cristallographique des phases MAX

Les phases MAX présentent une structure hexagonale et sont représentées par le groupe d'espace P6₃/mmc. Les mailles hexagonales des phases MAX 211, 312 et 413 sont formées d'octaèdres M₆X organisés en couches entre lesquelles sont intercalées des couches de l'élément A. Les trois mailles se différencient par le nombre de couches d'octaèdres M₆X séparant ces couches d'élément A: on a deux couches d'octaèdres pour la phase 211, trois pour la phase 312 et quatre pour la phase 413 [5].

Autrement dit, selon la valeur de l'indice n, les phases MAX seront désignées comme suit :

- M₂AX pour n =1 ou bien 211
- M₃AX₂ pour n=2 ou bien 312
- M₄AX₃ pour n=3 ou bien 413

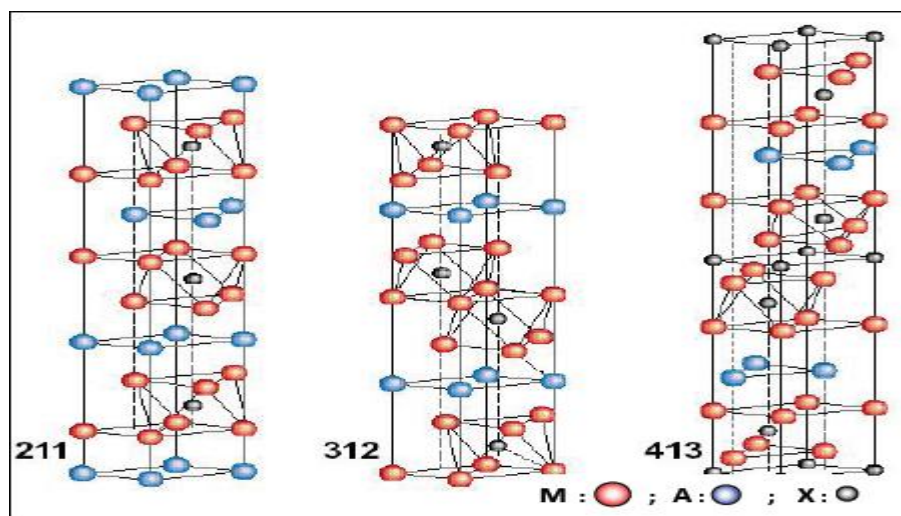


Figure (I-4) : Structure cristalline des phases MAX [1-2]

I-3 /Généralités sur les composites

Un matériau composite est constituée de l'assemblage de deux ou plusieurs matériaux de natures différentes, leur association est complémentaire et permet d'aboutir à un matériau dont les performances recherchées seront supérieures à celles des composants pris séparément.

I-3-1 / Constituants des composites

Un matériau composite est constitué dans le cas le plus général d'une ou plusieurs phases discontinues appelées “**renfort**” qui est habituellement plus dur avec des propriétés mécaniques supérieures à celle de la phase continue appelée “**matrice**” [14]. La figure ci-contre donne un aperçu structural, microscopique et macroscopique d'un composite.

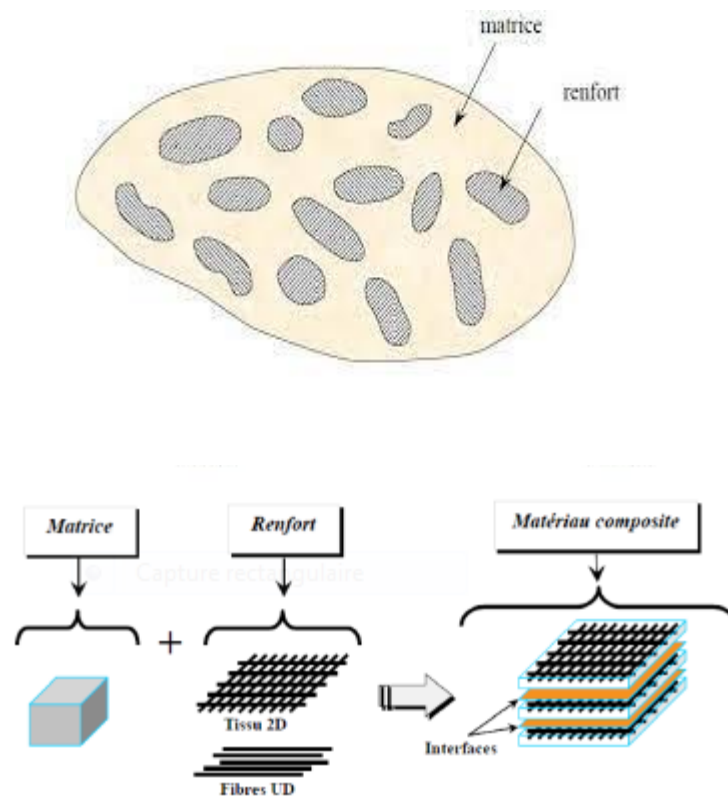


Figure (I-5):Matériau composite [15-16]

La matrice est un matériau qui permet d'assurer la tenue chimique et la cohésion du matériau tout en donnant la forme souhaitée au produit final. La matrice entoure et protège le renfort.

Les renforts (charges) sont généralement des substances solides, inorganiques ou organiques qui sont dispersées dans une matrice sous forme de poudre ou de fibre [17]. Leur rôle dans le matériau composite est essentiellement d'accroître leurs propriétés mécaniques (rigidité, résistance à la rupture, dureté, ...) et d'améliorer leurs propriétés physico-chimiques tels que le comportement au feu et à l'abrasion [18] mais également leurs propriétés électriques.

Il existe aujourd'hui un grand nombre de ces matériaux que l'on classe généralement en trois familles en fonction de la nature de la matrice :

- Composite à matrice organique (CMO)
- Composite à matrice céramique (CMC)
- Composite à matrice métallique (CMM).

En fait, les propriétés des matériaux composites dépendent de beaucoup de facteurs et seront différents selon les associations réalisées entre matrice et renfort. Ces propriétés résultent généralement :

- Des propriétés, de la nature et de la quantité des matériaux constitutifs
- Des constituants eux-mêmes, de la géométrie et de la distribution du renfort
- Des interactions et de la nature de l'interface matrice-renfort, ...

I-3-2 / Matériaux composites à renfort de phase MAX

Peu de travaux ont été développés sur les composites à renfort de phase MAX du fait de la difficulté et la complexité de synthétiser ce type de phases.

- En ce qui concerne les composites à matrice métallique et renfort de phase MAX, les travaux, entre autres, de M. Nechiche et ses collaborateurs en 2016 [19] qui ont synthétisé une nouvelle solution solide de phase MAX $(\text{Ti}_{1-\varepsilon}\text{-Cu}_\varepsilon)_3(\text{Al}, \text{Cu})\text{C}_2$ avec une sélectivité de site presque complète. La preuve expérimentale de l'insertion de Cu dans la structure cristallographique de Ti_3AlC_2 est donnée à la fois par les analyses DRX et TEM-EDXS. Une attaque chimique sélective a été effectuée sur le composite $(\text{Ti}, \text{Cu})_3(\text{Al}, \text{Cu})\text{C}_2$ et $\text{Cu}(\text{Al}, \text{Ti})$ obtenu après traitement thermique pour dissoudre la matrice $\text{Cu}(\text{Al}, \text{Ti})$ afin de mesurer la composition de la solution solide uniquement. Donc ils ont démontré que le métal de transition Cu est principalement situé sur le site A de la nouvelle solution solide phase MAX $(\text{Ti}_{1-\varepsilon}\text{-Cu}_\varepsilon)_3(\text{Al}, \text{Cu})\text{C}_2$.
- En revanche, pour les composites à matrice polymère et renfort de phase MAX, une première tentative [20] d'élaboration a été réalisée au laboratoire LACG en 2018 utilisant le polyuréthane (PU) puis le polypropylène (PP), renforcés successivement par la phase MAX Ti_3SnC_2 de pourcentage massiques différents allant de 0 à 10%. Il s'est avéré qu'en utilisant (PU +1% Ti_3SnC_2) les propriétés électriques et diélectriques ont été améliorées grâce aux charges de phase MAX. Notons aussi que le composite (PU +0,75% Ti_3SnC_2) a donné aussi des résultats satisfaisants.

I-4 / Propriétés des matériaux diélectriques

Un diélectrique est un matériau qui ne contient pas de charges électriques susceptibles de se déplacer à l'échelle macroscopique. Autrement dit, c'est un matériau qui ne peut pas conduire le courant électrique. Ainsi les matériaux diélectriques sont assimilés à des corps isolants pour le courant électrique c'est-à-dire que ce sont des matériaux (en particulier les céramiques) [21] caractérisés par une résistivité très élevée, soit 10^{+8} à $10^{+16}\Omega$ [22].

I-4- 1 /Constante diélectrique (permittivité relative)

La constante diélectrique, appelée aussi permittivité relative (ϵ_r) est une propriété intrinsèque du matériau. Sa valeur dépend de la température et de la fréquence, ainsi elle est liée aux phénomènes de polarisation du diélectrique. La permittivité relative est donnée par l'équation suivante [23] :

$$\epsilon_r = \frac{\epsilon}{\epsilon_0} \text{ Avec } \epsilon = e \times \frac{C_p}{S \times \epsilon_0} \text{ (I-1)}$$

Avec :

ϵ : Permittivité absolue ($\mathbf{F.m^{-1}}$)

S : Surface des électrodes ($\mathbf{m^2}$)

C_p : Capacité en (\mathbf{F})

ϵ_0 : Permittivité absolue du vide avec $\epsilon_0 = 8,85.10^{-12} \mathbf{F.m^{-1}}$

e : Epaisseur de l'électrode.

I-4- 2 /Pertes diélectriques ($\tan \delta$)

Les pertes diélectriques correspondent à l'énergie dissipée dans le matériau lorsque celui-ci est soumis à un champ électrique alternatif [24-25]. Cette énergie est de la forme :

$$E = V \times I \times \cos \varphi \text{ (I-2)}$$

Où φ représente le déphasage entre le courant alternatif appliqué I et la tension V

La notion de pertes diélectrique peut être introduite en utilisant le diagramme de Fresnel ci-contre.

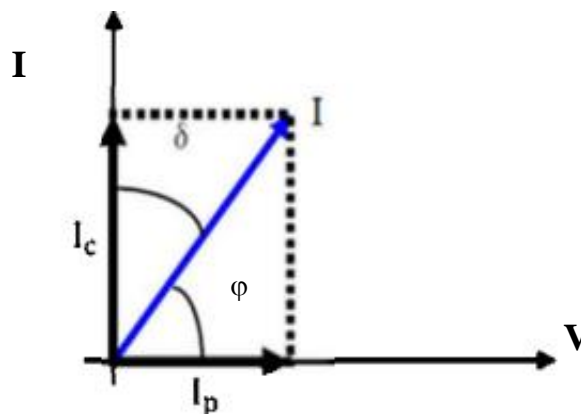


Figure (I-6) : Diagramme de Fresnel

I-4- 3 / Conductivité électrique (σ_{ac})

La conductivité électrique caractérise l'aptitude d'un matériau ou d'une solution à laisser les charges électriques se déplacer librement et donc permettre le passage d'un courant électrique. La conductivité en courant alternatif (σ_{ac}) d'un échantillon diélectrique peut être calculée en utilisant la relation suivante [26].

$$\sigma_{ac} = \omega \times \epsilon_r \times \epsilon_0 \times \tan \delta \quad (\text{I-3})$$

ω : Fréquence angulaire, $\omega = 2\pi f$ (fréquence en Hz)

$\tan \delta$: Tangente de l'angle de pertes

I-5 / Généralités sur la polarisation

I-5- 1 / Polarisation à l'échelle microscopique

La polarisation est un phénomène physique résultant de l'application d'un champ électrique sur des charges électriques liées. Elle correspond à des modifications dans l'organisation des charges électriques notamment par le déplacement des charges et la réorientation des dipôles électriques. En effet, le champ électrique pénètre au cœur du diélectrique et y induit une séparation des barycentres de charges positives et négatives, initialement confondues. Cela se traduit par la formation d'un dipôle électrique. Ainsi, ces dipôles induits s'orientent dans la direction du champ électrique appliqué [25].

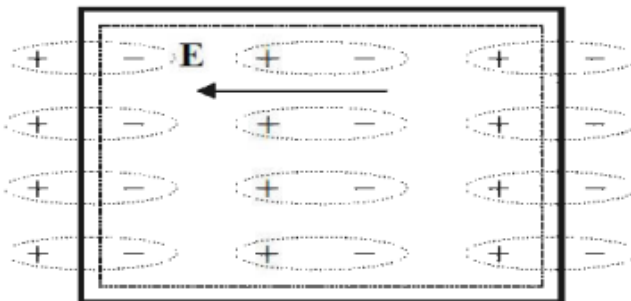


Figure (I-7) : Représentation schématique de la polarisation diélectrique

I-5- 2 / Types de Polarisation

a / Polarisation électronique

L'application d'un champ électrique sur le diélectrique induit un léger déplacement du nuage électronique de l'atome par rapport à son noyau, un dipôle est alors créé. Cette polarisation intervient pour des fréquences supérieures aux fréquences optiques (de l'ordre de 10^{15} Hz [25] c'est à dire l'ultra-violet lointain) et d'après les équations de Maxwell elle donne une permittivité réelle égale au carré de l'indice de réfraction du matériau $\epsilon = n^2$.

b / Polarisation ionique (ou polarisation atomique)

L'application d'un champ électrique sur un diélectrique induit un déplacement des ions positifs par rapport aux ions négatifs. Cette polarisation intervient pour des fréquences inférieures au Téra Hertz ($f < 10^{12}$ Hz) [25].

c / Polarisation dipolaire (ou polarisation d'orientation)

L'application d'un champ électrique sur un diélectrique induit l'orientation des dipôles dans le sens du champ électrique. Cette polarisation intervient pour des fréquences inférieures au Giga Hertz ($f < 10^9$ Hz).

d / Polarisation interfaciale : (type Maxwell – Wagner)

Ce type de polarisation apparaît dans les diélectriques hétérogènes dont les permittivités (ϵ'_1 et ϵ'_2) et les conductivités (σ_1 et σ_2) des matériaux constitutifs 1 et 2 sont différentes. En absence du champ électrique, les charges libres sont dispersées uniformément dans chaque région. Lorsqu'on applique un champ électrique, une accumulation de ces charges peut se produire aux interfaces des différentes phases constituant le matériau comme les joints de grains. La figure ci-contre montre les différents types de polarisation :

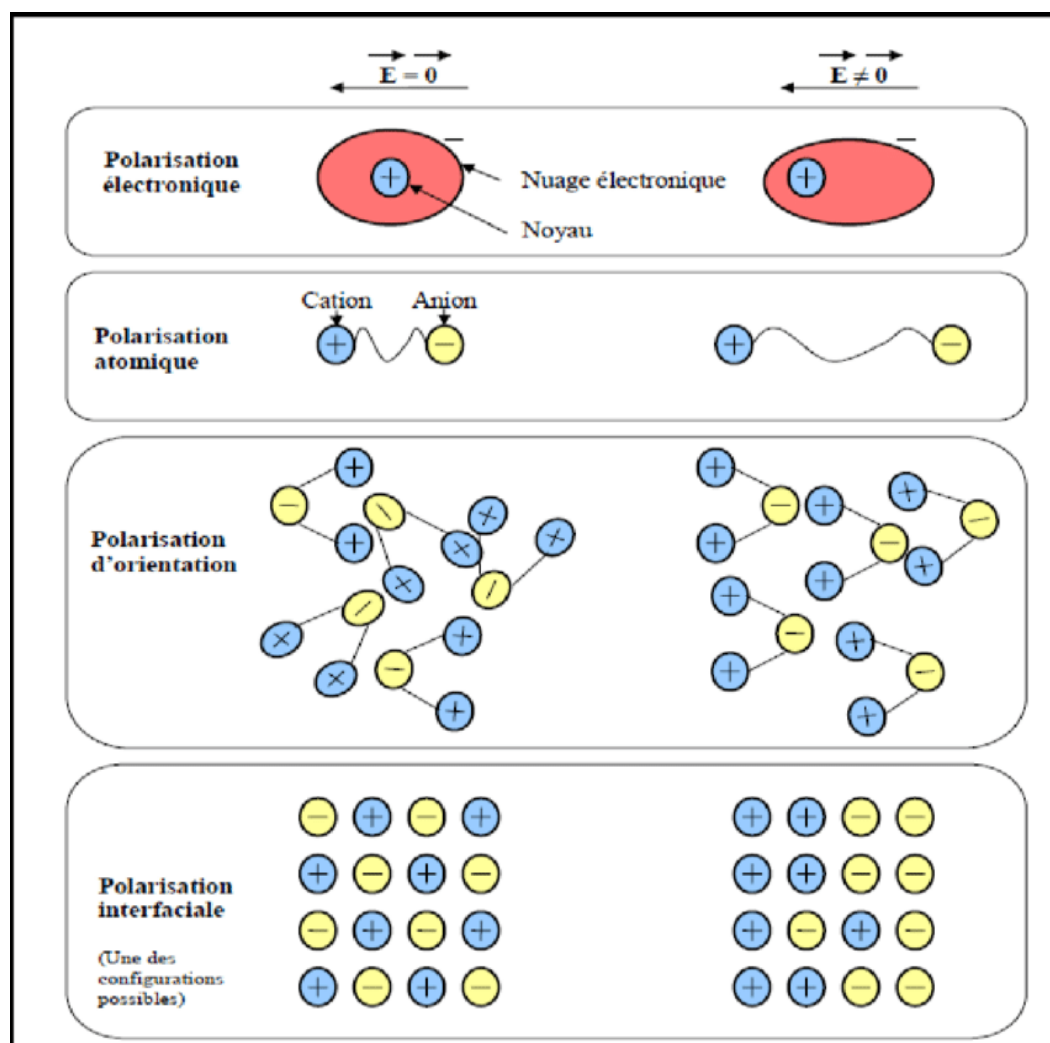


Figure (I-8): Les différents types de polarisation

I-6 / Notion de triboélectricité ou électricité statique

La triboélectricité est un phénomène électrostatique qui se produit en absence de champ électrique, lorsqu'on met en contact deux matériaux différents et qu'une partie des électrons de la surface de contact de l'un des deux matériaux est communiquée à l'autre et que ce transfert subsiste lors de la séparation. L'effet triboélectricité peut être augmenté par un rapport d'énergie mécanique en frottant les matériaux l'un contre l'autre (friction).

La quantité de charge électrique indépendante dépend de plusieurs facteurs, notamment la nature des matériaux, leur état de surface, leur température, la force de contact et la vitesse de séparation. Des chercheurs sont arrivés à stocker cette électricité statique produite et complètement gratuite et l'ont utilisée dans une panoplie de systèmes. En fait, Dans leur laboratoire, les ingénieurs ont réussi à produire ainsi du courant à partir de l'eau coulant d'un robinet, du souffle d'un ventilateur ou du mouvement de va-et-vient de la main, pour alimenter au choix des ampoules électriques, un réveil digital ou recharger un téléphone portable... [26].

L'objectif de ce chapitre est d'exposer les méthodes expérimentales que nous avons exploitées pour mener à bien notre étude ainsi que les différentes techniques de caractérisation utilisées pour explorer les propriétés électriques et diélectriques du composite.

Une explication succincte de l'essai pratique réalisé sur le composite final choisi et consistant en la récupération d'énergie y sera présentée en fin de chapitre.

II-1 Synthèse de la phase MAX (Ti_3SnC_2)

Les phases MAX sont très intéressantes car elles cumulent les propriétés des métaux et celles de céramiques [5].

Pour synthétiser la phase Ti_3SnC_2 on utilise les proportions atomiques $3Ti + Sn + 2C + 10\% Fe$ (le fer joue le rôle de catalyseur)

Il a été montré que :

- ✓ Sans fer, la phase Ti_2SnC_2 est favorisée
- ✓ Avec fer, la phase Ti_3SnC_2 apparaît

Ti_3SnC_2 est produit à haute pression et haute température par compression isostatique à chaud (CIC) ou HIP (High Isostatic Pressure) à 800MPa et 1100°C. Notons qu'au-delà de 1200°C, la phase MAX se dissocie en TiC et Sn

Dans notre travail, nous avons utilisé le renfort Ti_3SnC_2 nanométrique pulvérulent, dans des proportions bien définies, que nous avons inséré dans la matrice silicone pour former des composites (5%, 10 % et 15%) dont nous étudions les propriétés électriques et diélectriques.

II-2 / Préparation du silicone

II-2-1 / Mode opératoire

Les échantillons sont préparés comme suit :

- a) Pesée d'une masse de 1,5g de silicone à l'aide d'une balance électronique,
- b) Etalement d'huile sur le support avant d'y poser des pastilles de silicone,
- c) Chauffage sur plaque réglée à 80°C pendant 10 min pour ramollir le silicone,
- d) Etalement du silicone sur le support et recouvrement avec une plaque de verre,
- e) Application d'un poids pendant 15 min afin d'avoir une surface lisse et fine,
- f) Récupération du film de silicone à l'aide d'une pince après 10 min,
- g) Découpage de carrés de section 4 cm² réalisés en vue de l'analyse infra rouge. Ces analyses permettent d'identifier et de caractériser les différents groupes fonctionnels présents.

Les images suivantes regroupent les étapes du protocole expérimental utilisé pour obtenir les films de la matrice silicone seule.

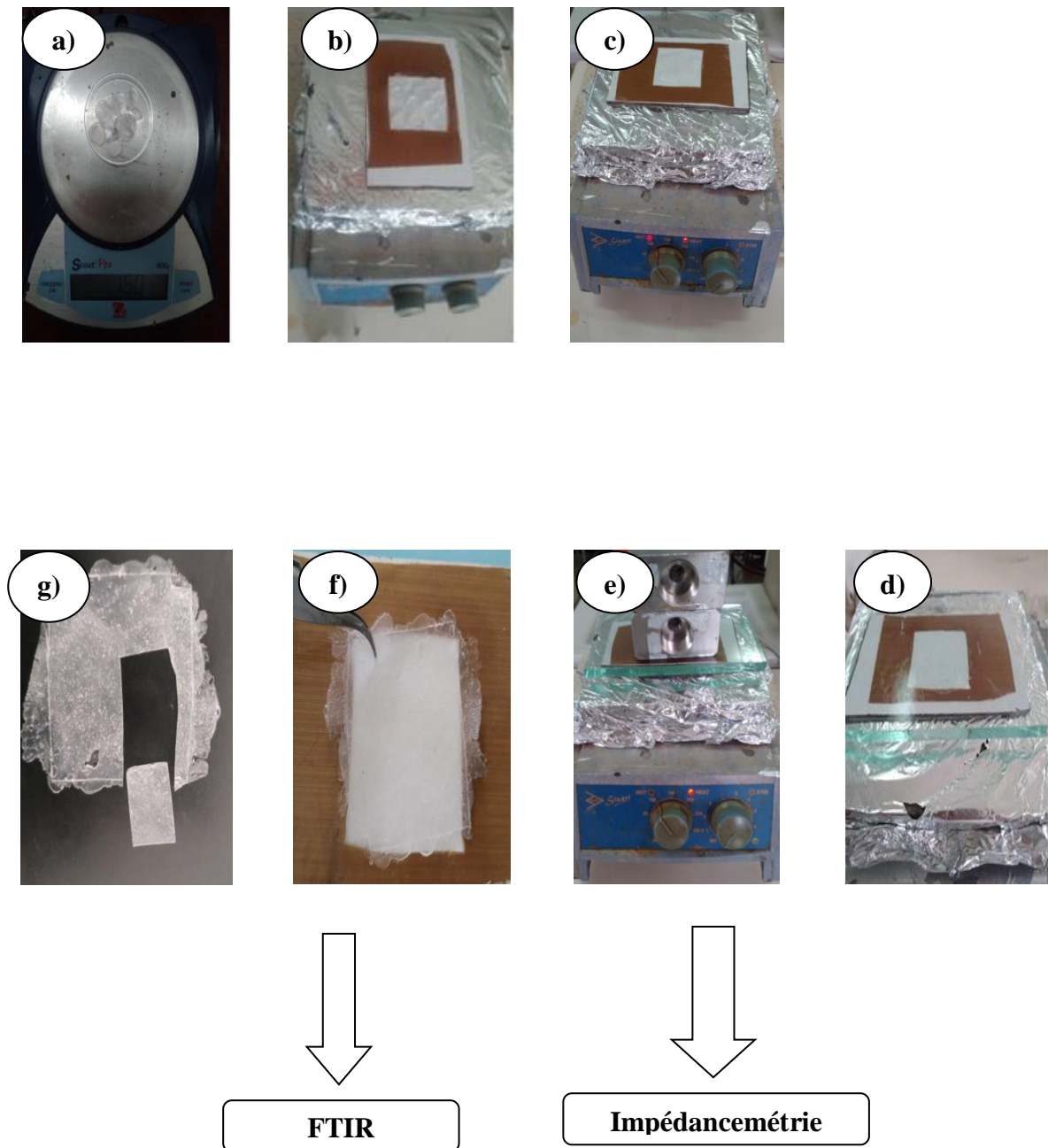


Figure (II-1) : Procédé expérimental de réalisation des films de silicone

II-3 / Préparation des composites (silicone +phase MAX)

Les matériaux utilisés pour la fabrication de nos composites sont:

- ✓ La phase MAX notée Ti_3SnC_2 qui jouera le rôle du renfort,
- ✓ Le silicone commercial, découpé très finement (pastilles) qui jouera le rôle de matrice pour nos composites.

II-3-1 / Mode opératoire

Les différents composites sont à base de silicone (1,5g) auquel nous avons incorporé de la poudre phase MAX Ti_3SnC_2 .

Les quantités nécessaires pour synthétiser chaque échantillon sont calculées comme suit :

$$\left. \begin{array}{l} 1,5 \text{ g de silicone} \longrightarrow 100\% \\ X(g) \longrightarrow Y\% \end{array} \right\} \Rightarrow X (g) = \frac{Y \times 1,5}{100}$$

où,

X(g) est la masse de Ti_3SnC_2

Y(%) est le pourcentage de Ti_3SnC_2

Exemple de calcul pour l'échantillon 10%

$$\left. \begin{array}{l} 1,5 \text{ g de silicone} \longrightarrow 100\% \\ m(g) \text{ de } Ti_3SnC_2 \longrightarrow 10\% \end{array} \right\} \Rightarrow m = \frac{10 \times 1,5}{100} = 0,15 \text{ g}$$

Tableau (II-1) : Correspondance entre (% et masse en gramme) de phase MAX

Pourcentage (%)	10	15
Masse de phase MAX (g)	0,15	0,225

Les matériaux composites silicone/phase MAX sont préparés selon un protocole expérimental réalisé grace aux etapes suivantes :

- a) La première étape consiste à la pesée de 1,5 g de silicone et les masses nécessaires de la poudre Ti_3SnC_2 à l'aide d'une balance électronique,
- b) La seconde étape consiste à étaler l'huile sur le support (éviter l'adhésion) et poser les pastilles de silicone sur une plaque chauffante portée à 80°C,

- c) Incorporation de la masse nécessaire de poudre Ti_3SnC_2 en utilisant un cure-dent afin d'homogénéiser le mélange,
- d) Etalage du mélange sur la plaque, et recouvrement avec une plaque en verre,
- e) Application d'un poids pendant 15min afin d'avoir une surface lisse et mince,
- f) Récupération du film composite à l'aide d'une pince, après 10min,
- g) Découpage en carrés de section $1cm^2$ réalisé en vue de :
 - La polarisation,
 - La métallisation pour la spectroscopie d'impédance (SI),
 - La microscopie électrique à balayage (MEB).

Les images suivantes regroupent les étapes du protocole expérimental utilisé pour obtenir les films de composite.

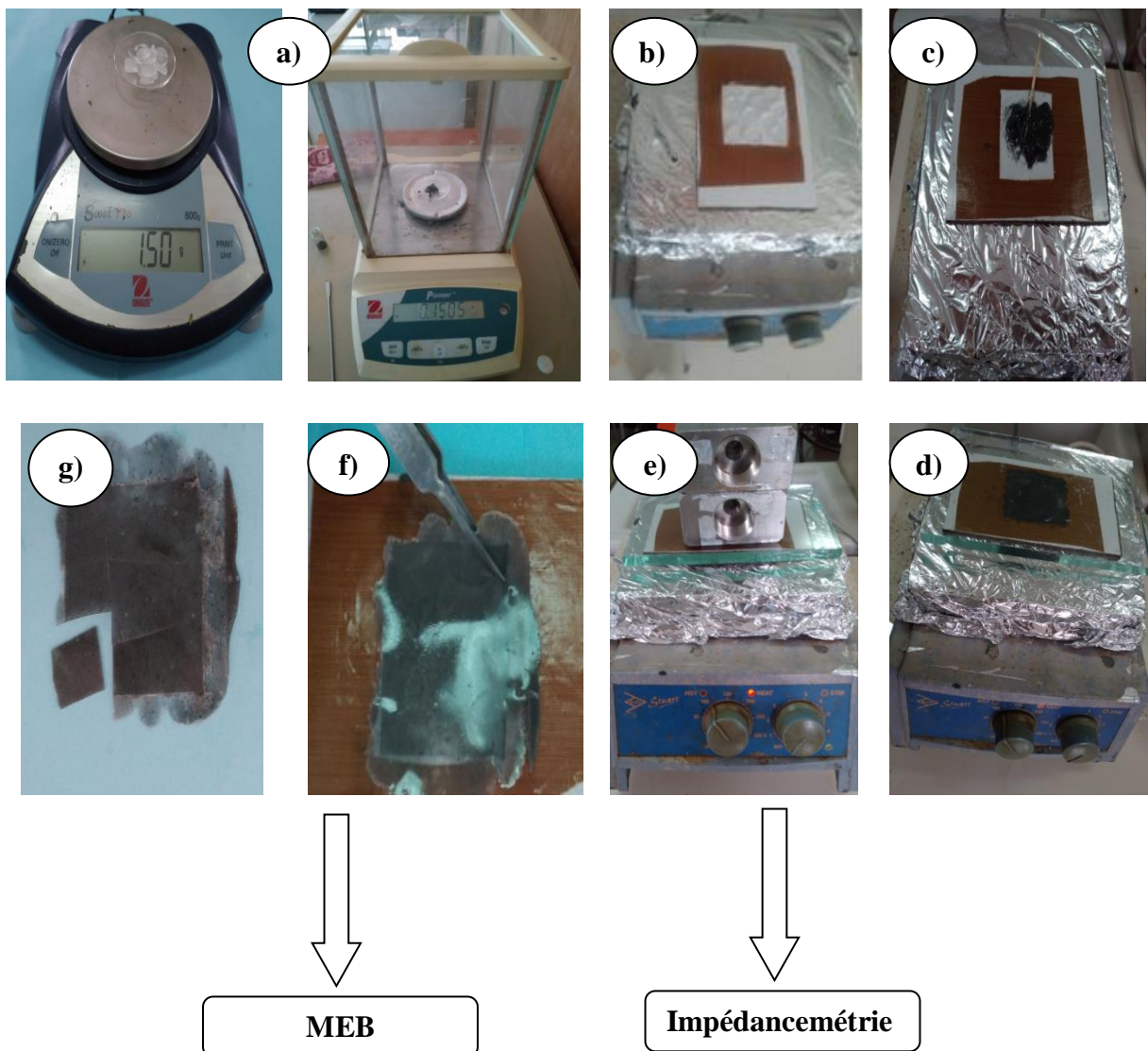


Figure (II-2) : Protocole expérimental de préparation des composites Silicone / phase MAX Ti_3SnC_2

II-4 / Techniques de caractérisation

II-4-1 / Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

Les spectres les plus couramment utilisés en analyse fonctionnelle sont les spectres Infrarouge qui correspondent à la variation simultanée des énergies de vibration et de rotation des liaisons chimiques.

Son principe est basé sur l'absorption d'un rayonnement infrarouge par le matériau analysé dans la gamme de longueurs d'onde allant de 2,5 à 50 μ m. Le champ électrique induit par l'onde électromagnétique peut interagir avec un moment dipolaire d'une entité moléculaire présente dans le matériau. Lorsque la fréquence du champ coïncide avec la fréquence de vibration d'un mode propre de la molécule, l'interaction créée engendre la vibration de certaines liaisons et l'absorption de l'énergie de l'onde excitatrice correspondante. La fréquence à laquelle est absorbé le rayonnement dépend de la nature des liaisons.

Cette technique est très sélective et couramment utilisée pour l'identification des composés mais elle permet également d'obtenir des informations très importantes sur les interactions inter- et/ou intramoléculaires, sur la conformation des molécules et l'organisation de la matière.

L'appareil utilisé dans cette étude est de type SHIMADZU IRAffinity-1S.



Figure (II-3) : Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier de type IRAffinity-1S

II-4-2 / Microscopie électronique à balayage (MEB)

La Microscopie Electronique à Balayage est une technique d'observation de la topographie des surfaces. Elle apporte des informations sur la structure et la texture d'un échantillon mais aussi sur la taille et la forme des grains élémentaires ou agglomérats selon le grossissement choisi.

Elle est fondée sur la détection des électrons secondaires émergents de la surface sous l'impact d'un faisceau très fin d'électrons primaires qui balaye la surface d'un échantillon où se produisent des interactions électrons-matière.



Figure (II-4) : Microscope Electronique à Balayage de type Philips ESEM XL.1

II-4-3 / Mesures diélectriques

L'impédancemétrie est une technique de caractérisation qui permet de distinguer les différents paramètres d'un matériau diélectrique telles que sa capacité électrique, ses pertes diélectriques, sa conductivité et son impédance.

Pour notre analyse, une préparation préalable des échantillons est nécessaire afin d'assurer un meilleur contact avec les électrodes de l'appareil de mesure. Les échantillons (films) sont découpés en rectangulaire de 6cm^2 de surface, puis métallisés avec de l'aluminium autocollant.

Les mesures sont effectuées à l'aide d'un impédancemètre de type HP4284A(cf. figure II-5)piloté par ordinateur, sous faible niveau d'excitation (1volt) et permettant aussi une variation des valeurs de la fréquence (10^2 Hz à 10^6 Hz) à la température ambiante.



Figure (II-5) : Image de l'impédancemètre HP 4284A

II-4-4 / Processus de polarisation à l'air libre

Avant de polariser les échantillons, nous devons les préparer comme suit

- a) Couper les films du composite en rectangle de surface 2×3 cm², du polyamide en $0,4 \times 0,8$ cm² et de l'aluminium autocollant en $1,8 \times 2,6$ cm²
- b) Souder les fils électriques avec de l'étain sur la surface conductrice du polyamide puis le coller avec de l'aluminium autocollant et cela sur les deux faces du composite.

Après avoir préparé les échantillons, on passe à l'étape de la polarisation. Pour cela on place l'échantillon entre deux armatures à l'air libre reliées à un générateur électrique de haute tension et on applique une tension de quelques Kilos volt selon l'épaisseur du film pendant deux heures de temps pour polariser l'échantillon.

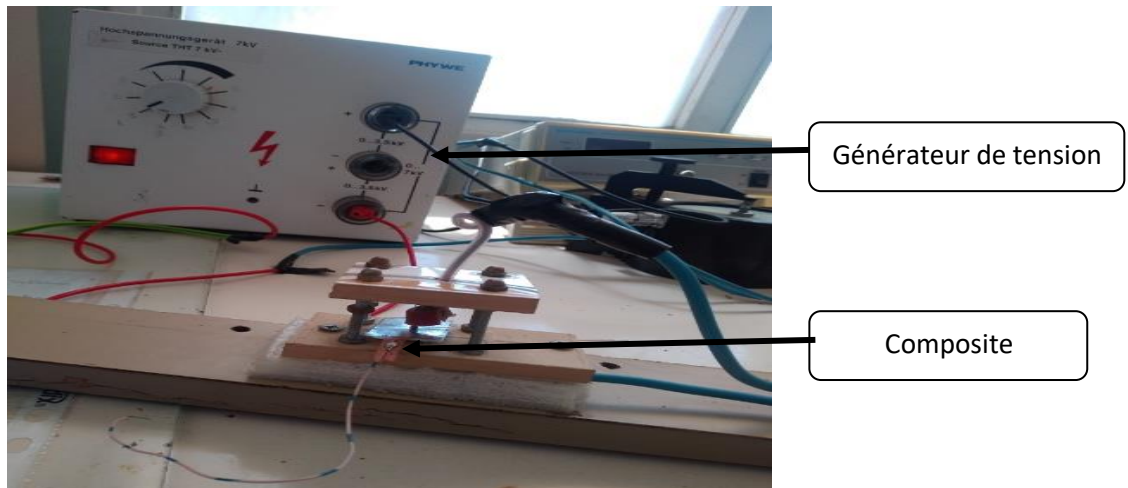


Figure (II-6) : Processus de polarisation des échantillons à l'air libre.

II-5 / Application pratique : Méthode de récupération d'énergie

La méthode utilisée pour la récupération d'énergie à partir des films composites Silicène/Ti₃SnC₂ obtenu est la suivante :

❖ Application de contrainte à la main

La tension générée par les composites lors de l'application d'une contrainte mécanique a été mesurée à l'aide d'un oscilloscope.

La figure ci-contre représente le montage du dispositif utilisé pour l'application de récupération d'énergie.

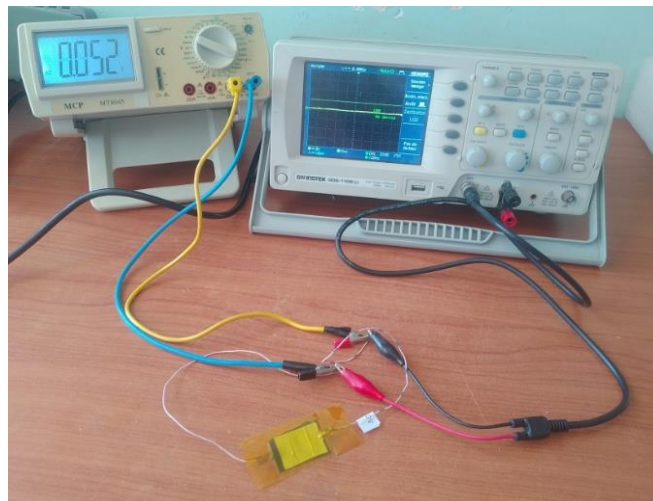


Figure (II-7) : Processus de récupération d'énergie

Ce chapitre présente les résultats des différentes analyses effectuées sur nos échantillons et leurs différentes interprétations. Les échantillons ont été caractérisés par spectroscopie infra rouge à transformée de Fourier et impédancemétrie. Les résultats d'un test d'application dans le domaine de la récupération d'énergie y sont présentés et discutés.

III-1 / Caractérisation par Spectroscopie Infrarouge à Transformée de Fourier (FTIR)

III-1 / Silicone pur

Le spectre FTIR du silicone pur est représenté dans la **figure (III-1)** :

- Les bandes situées entre 1000 à 1018 Cm^{-1} et entre 440 à 800 Cm^{-1} sont assignées à la vibration d'élongation de la liaison **Si-O** [27-28]
- Une bande à 1242 Cm^{-1} est assimilée aux vibrations d'élongations des liaisons **Si-O** de **Si-CH₃** [29].
- Les bandes situées à 1370 et 1460 Cm^{-1} sont attribuées aux vibrations de la déformation asymétrique et symétrique de la liaison **C-H** du groupement **Si-(CH₃)₂** respectivement [30]
- Une bande à 1740 Cm^{-1} est attribuée à des vibrations d'élongations des liaisons **C=O** [28].
- Deux bandes situées à 2916 à 2847 Cm^{-1} sont attribuées respectivement à des vibrations d'élongation symétrique et asymétrique de la liaison **C-H** des groupements **CH₃** [31].

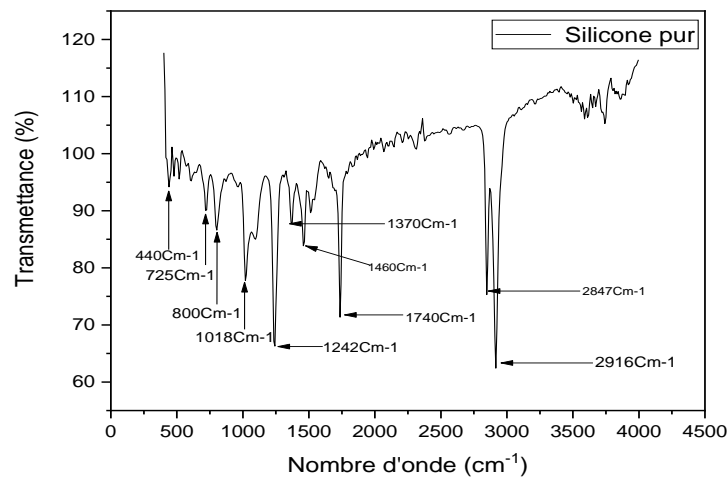


Figure (III-1) : Spectre FTIR du silicone

III-2 / Caractérisation par Microscopie électronique à balayage (MEB)

Les images MEB réalisées sur les composites 5 et 7.5 % Ti₃SnC₂ montrent d'une part l'étalement du silicone suite à l'opération de chauffage à 80°C, ce qui donne des plages étirées. Nous pouvons constater aussi des particules éparcées de la poudre de phase MAX au sein du silicone fondu.

Les figures ci-dessous, sont respectivement attribuées aux compositions 5 puis 7.5%

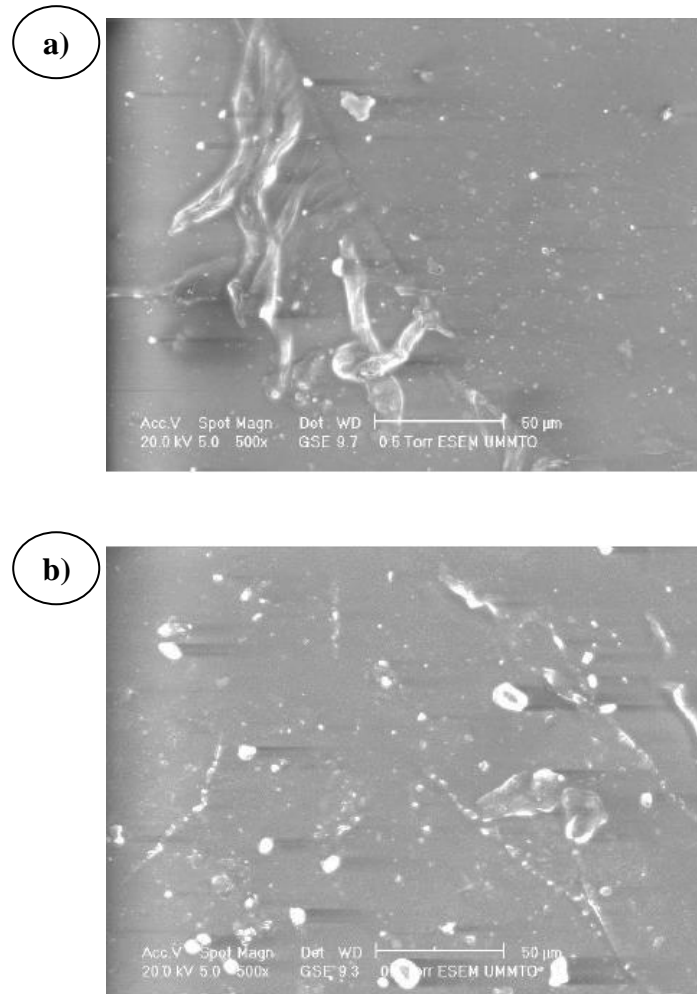


Figure (III-2) : MEB des composites 5 et 7,5% phase MAX

III-3 / Etude des propriétés diélectriques

Suite aux mesures réalisées par impédance sur les composites à base de polymère nanochargé en l'occurrence (Si+X% Ti_3SnC_2) et(Si), les résultats obtenus sont exploités et représentés sur les graphes tracé à l'aide du logiciel graphique Origine.

III-3-1 / Variation de la permittivité diélectrique

a) En fonction de la fréquence

La figure III-2 (a, b, c et d) représente les permittivités obtenues pour chaque composition (Silicone+X% Ti_3SnC_2) et Silicone pur.

Pour de faibles fréquences, des valeurs élevées de la permittivité relative est observée pour les différents composites. Cela peut être expliqué par l'ensemble des phénomènes de polarisation qui interviennent, en plus de la polarisation interrassiale ou de Maxwell [32] [33]. La constante diélectrique dépend du phénomène de polarisation à haute fréquence. Cela laisse à supposer que le caractère dipolaire est renforcé dans les composites grâce aux charges.

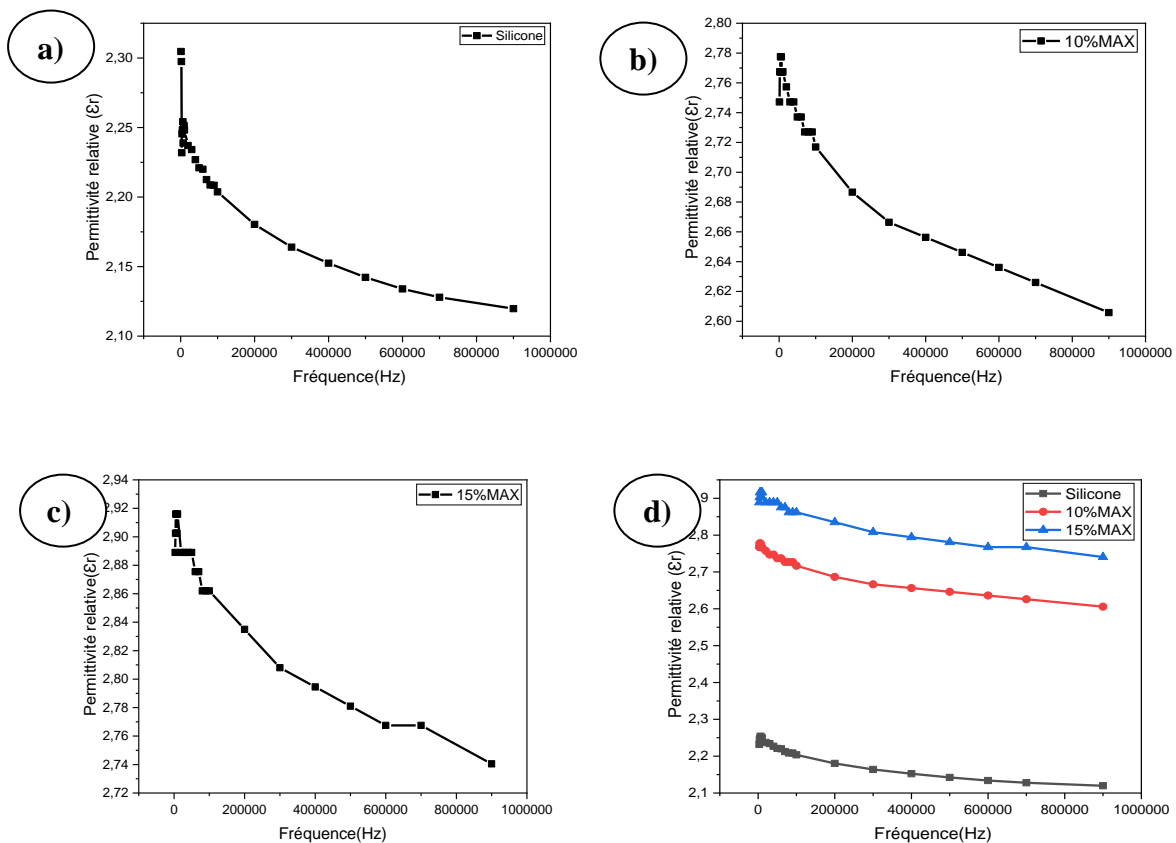


Figure (III-3) : Evolution de la permittivité relative en fonction de la fréquence

a) Silicone, b) 10% MAX, c) 15%MAX, d) 0, 10, 15% MAX

b) En fonction du taux de Ti_3SnC_2

La figure ci-dessous montre la variation de la permittivité des différents échantillons en fonction des pourcentages de Ti_3SnC_2 , à une fréquence de 10 puis 100KHz.

On remarque que la valeur de la permittivité augmente avec l'augmentation du taux de charges de Ti_3SnC_2 . Ceci peut être expliqué par la polarisation interfaciale dans le composite sous l'application d'un champ alternatif [32]

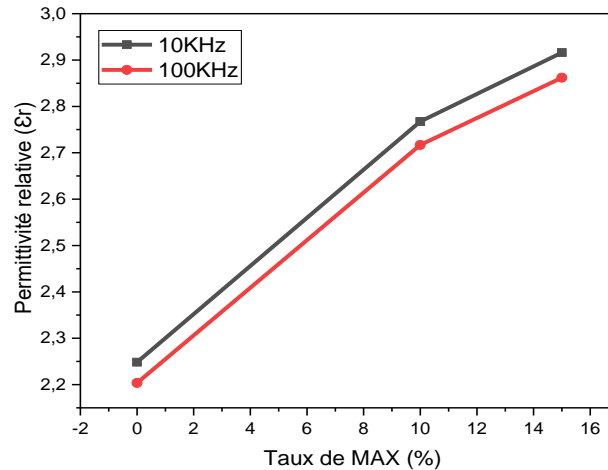


Figure (III- 4) : Evolution de la permittivité en fonction du taux de MAX

III-3-2 / Variation des pertes diélectriques

La figure III-3 (a, b, c et d) montre la variation des pertes diélectriques en fonction de la fréquence pour tous les échantillons. Nous pouvons constater que :

- ❖ Les valeurs des pertes diélectriques augmentent au fur et à mesure que la fréquence augmente.

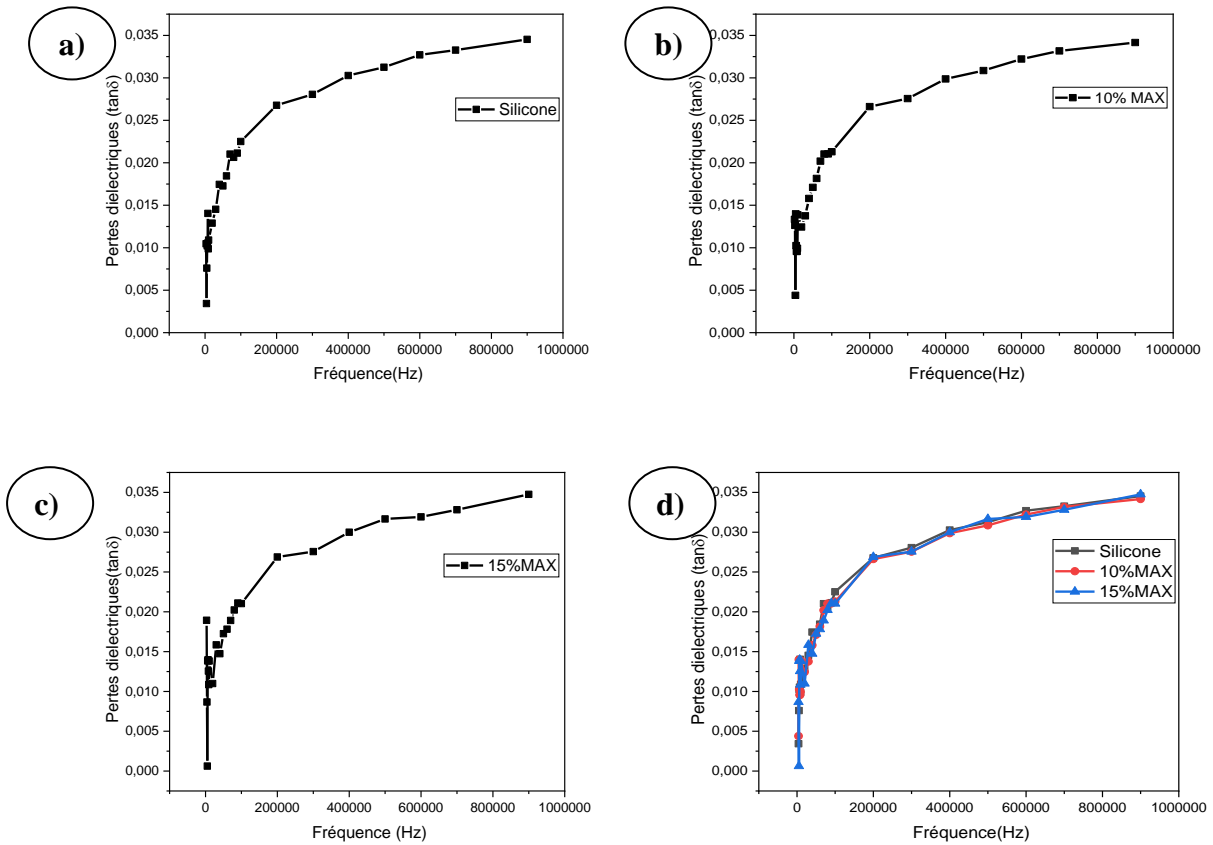


Figure (III- 5) : Evolution des pertes diélectriques en fonction de la fréquence

a) Silicone, b) 10% MAX, c) 15%MAX, d) 0, 10, 15% MAX

III-3-3 / Variation de la conductivité (σ_{ac})

Les courbes de la conductivité des composites à matrice silicone en fonction de la fréquence sont illustrées dans la Figure III-4 (a, b, c et d)

Ces figures montrent que l'évolution de la conductivité en fonction de la fréquence est la même pour les différents composites élaborés.

❖ La conductivité augmente globalement avec l'augmentation de la fréquence.

En revanche, nous constatons que la conductivité augmente avec la quantité des charges Ti_3SnC_2 présentes dans les composites.

L'augmentation du taux de charges paraît être un facteur favorisant l'augmentation de la conductivité

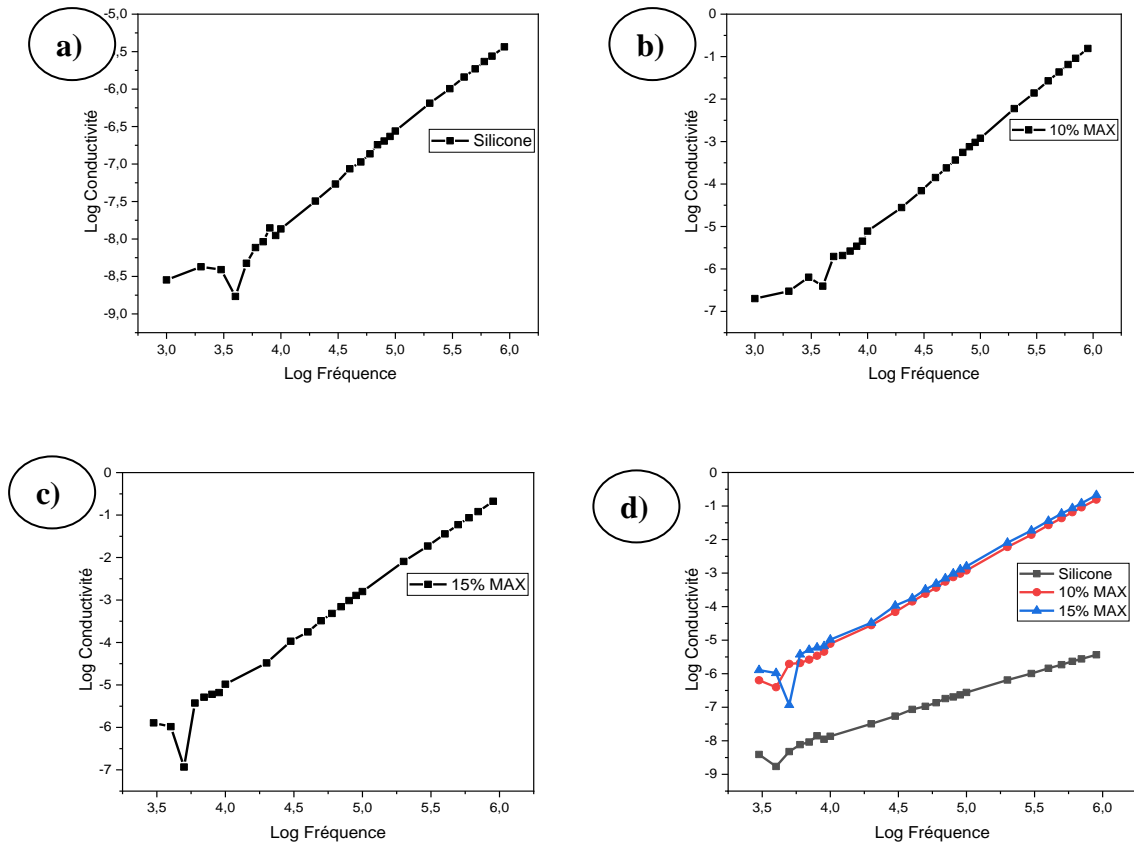


Figure (III- 6) : Evolution de la conductivité en fonction de la fréquence

a) Silicone, b) 10% MAX, c) 15%MAX, d) 0, 10, 15% MAX

III-4 / Application dans le domaine de récupération d'énergie

Une application dans le domaine de la récupération d'énergie a été choisie pour l'exploitation de nos composites élaborés. A cet égard, nous avons proposé la méthode par application de contrainte à la main soit une contrainte juste manuelle.

❖ Composite Silicone+10% Ti_3SnC_2

La figure III-5-a ci-dessous montre la réponse à vide de l'échantillon Silicone + 10% Ti_3SnC_2 . Après l'application d'une force manuelle sur l'échantillon, une tension maximale de 3,40Volt apparait sur l'oscilloscope qui est relié à un multimètre (figure III-5-b).

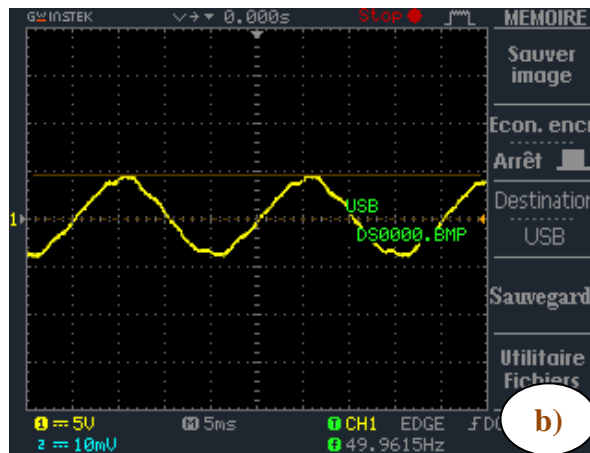
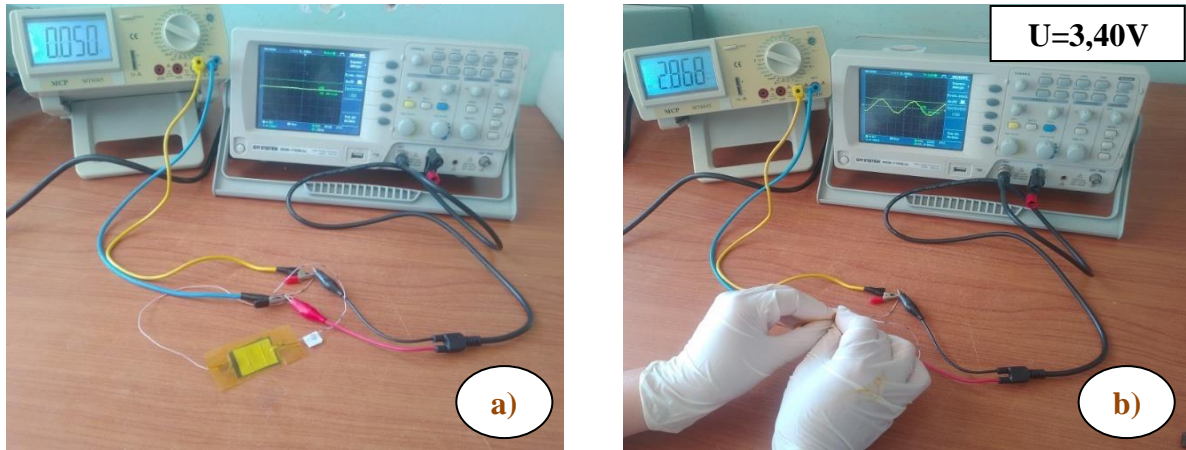


Figure (III-7): Signal de tension obtenue pour le composite silicone +10% Ti_3SnC_2

a) Echantillon au repos, b) Avec application d'une force

❖ Composite Silicone+15% Ti_3SnC_2

La figure III-6-a on observe une tension nulle pour le composite Silicone+15% Ti_3SnC_2 en absence d'une force appliquée.

Quant à la figure III-6-b elle montre une tension maximale de 3,82volt qui apparait sur l'oscilloscope

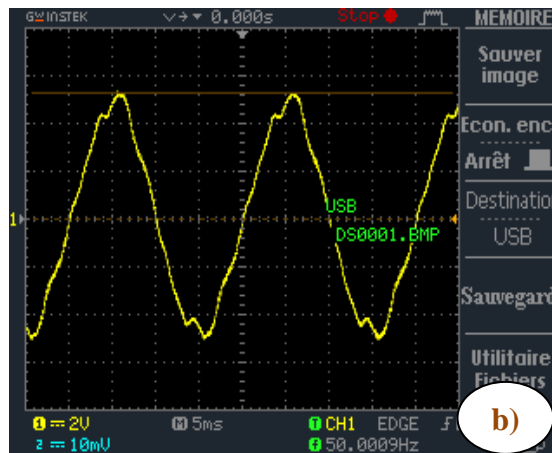
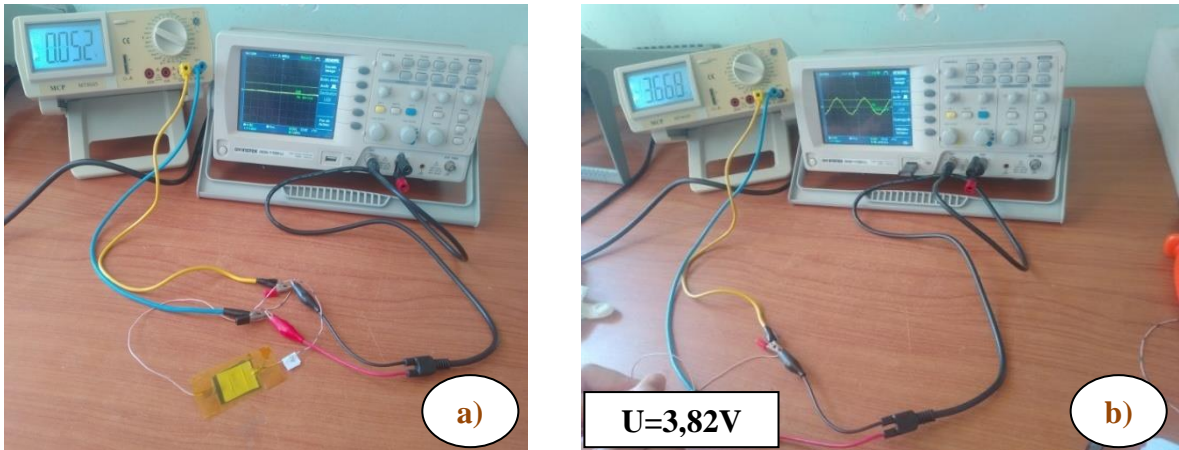


Figure (III-8): Signal de tension obtenue pour le composite silicone +10% Ti₃SnC₂
 a) Echantillon au repos, b) Avec application d’une force

Les valeurs des tensions obtenues sont consignées dans le tableau III-2 ci –contre

Tableau III-1: Valeurs des tensions des échantillons

Echantillons	V_0	V_{multi}	V_{osci}	$V_{effectif}(V)$
10%	0,050	2,86	4,80	3,40
15%	0,052	3,66	5,40	3,82

Les calculs sont effectués avec :

$$V_{effectif} = \frac{V_{max}}{\sqrt{2}}$$

Exemple

Pour l’échantillon 10% :

$$V_{effectif} = \frac{V_{max}}{\sqrt{2}} \quad V_{effectif} = \frac{4,80}{\sqrt{2}} = 3,40 \text{ V}$$

- ❖ On remarque que les deux courbes ont la même allure.
- ❖ Des tensions maximales de 4,80 Volt et de 5,40Volt ont été générées pour les composites respectivement.

D'après ces résultats, on peut conclure qu'une simple application de force est capable de générer un potentiel électrique qui peut alimenter des dispositifs à faible consommation d'une manière autonome.

Conclusion générale

Le travail présenté dans ce manuscrit concerne l'étude du polymère (silicone pur) et l'élaboration des matériaux composites à matrice polymère (silicone) renforcé par la phase MAX noté Ti_3SnC_2 à différents pourcentages massiques (10 et 15%), afin de pouvoir combiner les caractéristiques triboélectriques et électriques des composites pour une application de récupération d'énergie.

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés à la synthèse du silicone pur à partir de différents précurseurs. Ensuite à sa caractérisation par Spectroscopie Infrarouge à Transformé de Fourier.

Les résultats d'analyse FTIR ont montré la présence d'une seule bande d'adsorption vers 1242Cm^{-1} , caractéristique de la liaison **Si-O**.

La deuxième partie de ce travail a été consacrée au processus d'élaboration des matériaux composites à matrice silicone renforcée par la poudre de phase MAX noté Ti_3SnC_2 sous forme de films par compression à chaud.

Les matériaux flexibles élaborés ont été caractérisés par impédancemétrie (permittivité, indice de pertes et conductivité). Les mesures ont été effectuées à température ambiante et à différentes fréquences allant de 10^2 à 10^6 Hz.

La caractérisation par spectroscopie par impédance des films composites métallisés a montré que les propriétés diélectriques et électriques sont influencées par différents paramètres notamment le taux de charges et la fréquence.

- ❖ La permittivité augmente avec la quantité de Ti_3SnC_2
- ❖ La permittivité, la conductivité et les pertes diélectriques sont inversement proportionnelles à la fréquence.

Ces matériaux flexibles ont plusieurs applications dans divers domaines. Au cours de ce travail, nous nous sommes intéressés à la récupération d'énergie. On a réussi à convertir l'énergie mécanique en une énergie électrique. Des tensions de **4,80 Volt** et de **5,40 Volt** ont été générées respectivement par le composite triboélectrique Si/10% en Ti_3SnC_2 et Si/15% en Ti_3SnC_2 . Ces résultats montrent que ces composites peuvent constituer un choix prometteur pour l'alimentation des dispositifs électroniques portables et implantables à faible consommation.

En perspective, nous proposons dans le cadre de la poursuite de ce travail:

- Une meilleure polarisation des échantillons composites pour améliorer les propriétés diélectriques et électriques
- Mise en œuvre d'autres méthodes de synthèse plus prometteuses.

- [1] : W. Jeitschko, H. Nowotny, and F. Benesovsky, “*Kohlen-Stoffhaltige Ternare Verbindungen H-Phase*”, *Monatsh. Chem*, 94, 672, (1963)
- [2] : W. Jeitschko, H. Nowotny and F. Benesovsky, “*Die H-Phasen Ti_2TiC , Ti_2PbC , Nb_2InC , Nb_2SnC und Ta_2GaC* ”, *Monatsh. Chem*, 95, 435, (1964)
- [3] : M. W. Barsoum et T. El-Raghy, “Synthesis and characterization of a remarkable ceramic: Ti_3SiC_2 ”, *J. Am. Ceram. Soc.* 79, 1953, (1996).
- [4] : M. W. Barsoum, "The $Mn_{n+1}AX_n$ Phases: A New Class of Solids: Thermodynamically Stable Nanolaminates", *Progress in Solid State Chemistry*, 28(1-4),pp. 201-281, (2000)
- [5] : N. Serkhane, “*Synthèse, caractérisation microstructurale et propriétés mécaniques de composés nano lamellaires de type MAX*”, Thèse, Université Tizi ouzou Algérie, (2014)
- [6] : I. Zoubir, “*Elaboration et caractérisation d’un matériau composite polymère ZnO*”, Master, Université de Tlemcen Algérie, (2017)
- [7]: S. Amara, “*Etude du mélange PVC/PS état fondu avec additif d’origine minérale Alun*”, Master, Université Med. Khider Biskra, (2017)
- [8]:<https://fr.slideshare.net/RafaelNadal4/chimie-de-polymere>, p3, Avril 2023
- [9] :M. Fontanille, Y. Gnanon, “*chimie des polymeres 3^e édition. Dunod*”, pp6-7, Paris, (2002, 2005, 2010, 2013)
- [10]: S. Mokdad, Y. Ougache,“*Caractérisation électrique et physico –chimique d’un élastomère Silicone utilisé dans une chaîne d’isolateurs*”, Master, Université de Tizi Ouzou Algérie, (2017)
- [11] : <https://lelementarium.fr/product/silicones/>, avril(2023)
- [12] : M. Biron, “*Silicone ou silaxane structure et propriétés*”, technique de l’ingénieur, (2007)
- [13] : F. Buyl,“*Silicone Sealants and Structural Adhesive*”, *International Journal of Adhesions and Adhesives*, (2001)
- [14] : N.Bahlouli, “*comportement mécanique en température du pli élémentaires d’un statifié carbone /époxy*”, Thèse, Ecole normale supérieure, Cachan, (1994)
- [15] : J-M. Berthelot, “*Mécanique des matériaux et structures composites*”, Institut supérieur des matériaux et mécaniques avancé, pp5-6, (2010)
- [16] : S. Mekideche,“*Valorisation des déchets comme constituants des Bio-composite*”, *Génie des Matériaux*, (2018)
- [17]: S. Lasmi, “*Effets des taux de l’agent traitant et de l’agent comptabilisant sur les propriétés des nano composites Polypropylène /Silice*”, Magister, Université de Ferhat Abbas-Sétif, (2018)

- [18]: M. Ainas, “*Elaboration et caractérisation d’un matériau composite biodégradable à base de pomme de pin*”, Master, Université A. Mira– Bejaia, (2017)
- [19] : M. Nechiche, V. Gauthier-Brunet, V. Mauchamp, A. Jouliau, T. Cabioc’h, X. Milhet, P. Chartier, S. Dubois, “*Synthesis and characterization of a new $(Ti_{1-\epsilon}, Cu_{\epsilon})_3 (Al-Cu) C_2 MAX$ phase solid solution*”, Journal of the European Ceramic Society, ECS-10855, Pages8, (2016)
- [20] : N. Terras, “*Etude des propriétés électriques et diélectriques d’un composé nano lamellaire de type MAX combiné à un polymère*”, Master, Université de Tizi-Ouzou, (2018)
- [21] : PR. Welter, “*Matériaux diélectrique, Institut Le Bell*”, 9^{ème} étage nord
- [22] : K. Khalfaoui, “*Effet CuO sur la densification et les propriétés diélectrique et piézoélectrique de la composition $(Na_{0,2}K_{0,44}Li_{0,44}) (Nb_{0,9} Sb_{0,06}Ta_{0,04})O_3$* ”, Magister, Université Mouloud Mammeri Tizi ouzou, (2014)
- [23]: M. Soumiya, “*Synthèse et caractérisation physicochimique de $Ba_{1-x}Mg_xTiO_3$ avec $x=0 ; 0.2 ; 0.4 ; 0.6 ; 0.8 ; 1$* ”, Master, Université Sidi Mohammed Ben Abdallah, FST, Fés, (2013)
- [24] : Y. Chang, Z. Yang, X. Chao, Z. Liu & Z. Wang, “*Synthesis and morphology of anisotropic $NaNbO_3$ seed crystals*”, Materials chemistry and physics 111(2-3), pp.195-200, (2008)
- [25] : R.E. Jaeger, L. Egerton, “*Hot pressing of potassium –sodium niobates*”, Journal of the American ceramic society 45(5), pp209-213, May (1962)
- [26] : [Vers un générateur universel fonctionnant à l’électricité statique ? | Techniques de l’Ingénieur \(techniques-ingenieur.fr\)](#), juillet 2023.
- [27] : Pissetti, F. L, Magosso, H. A, Yoshida, I.V, Gushikem, Y. Myernyi, S. O, Kholim, Y. V.J, “*Colloid Interfacesc*”, 314(38), 2007
- [28] : Silva, F. A. B, Chagas-Silva, F. A, Florenzano, F. H, Pissetti, F. L, “*Ploy(dimethylsiloxane) and poly[vinyltrimethoxysilane-co-2-(dimethylamino) ethyl methacrylate] based Cross-Linked Organic-Inorganic Hybrid Adsorbent for Copper(II)*”, Removal from Aqueous Solution. J. Braz. Chem.27(12), pp2181-2191, Soc. 2016
- [29] : Leah, M. L, Johnson, Gao, L, Shields IV, W, Smith M, Efimenko, K, Cushina K. and Lopez G. P, “*Elastomeric microparticles for acoustic mediated bioseparation*”, J. Nanobiotechnol. 11(22), 2013
- [30] : Jonscher, A. K, “*Dielectric Relaxation in solids*”, Chelsea dielectric press, London, 32(14), 1999
- [31] : Gaboury, S. R, Urban, M. W, “*Quantitative analysis of the Si-H groups formed on poly (dimethylsiloxane) surface : An ATR FTir*”, approach, Polymer(Guildf), 33(23), pp5085-5089, 1992

- [32] : Z. M. Elimat and al, “*Dielectric properties of epoxy/short carbon fiber composites*”, J. Mater. Sci. 45 (2010) 5196–5203
- [33] : B.G. Soares and al, “*Dielectric behavior of polyaniline synthesized by different techniques*”, J. Eur. Polymer. 42 (2006) 676–686.

Liste des figures

Chapitre I : Recherches bibliographiques

Figure (I-1) : Monomère ($-C_2H_4-$)	P02
Figure (I-2): Formule semi-développée du silicone	P04
Figure (I-3): Eléments constituant des phases MAX	P06
Figure (I-4) : Structure cristalline des phases MAX.....	P06
Figure (I-5):Matériau composite	P07
Figure (I-6) : Diagramme de Fresnel	P09
Figure (I-7) : Représentation schématique de la polarisation diélectrique	P10
Figure (I-8): Les différents types de polarisation	P11

Chapitre II : Méthode de synthèse et techniques de caractérisation

Figure (II-1) : Procédé expérimental de réalisation des films de silicone	P14
Figure (II-2) : Protocole expérimental de préparation des composites Silicone / phase MAX Ti_3SnC_2	P16
Figure (II-3) : Spectromètre Infrarouge à Transformée de Fourier de type IRAffinity-1S	P17
Figure (II-4) : Microscope Electronique à Balayage de type Philips ESEM XL.1	P18
Figure (II-5) : Image de l'impédancemètre HP 4284A	P19
Figure (II-6) : Processus de polarisation des échantillons à l'air libre	P20
Figure (II-7) : Processus de récupération d'énergie.....	P20

Chapitre III : Résultats et discussion

Figure (III-1) : Spectre FTIR du silicone	P21
Figure (III-2) : MEB des composites 5 et 7.5 % phase MAX	P22
Figure (III-3) : Evolution de la permittivité relative en fonction de la fréquence	P23
Figure (III- 4) : Evolution de la permittivité en fonction du taux de MAX	P24
Figure (III- 5) : Evolution des pertes diélectriques en fonction de la fréquence	P25

Figure (III- 6) : Evolution de la conductivité en fonction de la fréquence.....	P26
Figure (III-7): Signal de tension obtenue pour le composite silicone +10% Ti_3SnC_2	P27
Figure (III-8): Signal de tension obtenue pour le composite silicone +15% Ti_3SnC_2	P28

Liste des tableaux

Chapitre I : Recherches bibliographiques

Tableau (I-1): Quelques propriétés des phases MAX P05

Chapitre II : Méthode de synthèse et techniques de caractérisation

Tableau (II-1) : Correspondance entre (% et masse en gramme) de phase **MAX** P15

Chapitre III : Résultats et discussion

Tableau III-1: Valeurs des tensions des échantillons P28

Résumé

Notre travail est consacré à l'élaboration des composites à matrice silicone renforcée par des nanoparticules de phase MAX (Ti_3SnC_2) à différentes proportions massiques (10, 15%). Les films ainsi élaborés ont été caractérisés par différentes techniques d'analyse (MEB, FTIR, ...). La caractérisation par impédancemétrie a montré qu'une augmentation en taux de Ti_3SnC_2 engendre une amélioration de la permittivité relative et de la conductivité.

Les composites présentant les meilleures propriétés diélectriques ont été utilisés pour la récupération d'énergie, en l'occurrence Silicone / 15% Ti_3SnC_2 .

Mots clés : Silicone, phase MAX, diélectriques, composites, récupération d'énergie

Abstract

Our work is focused on the solid-state synthesis of silicone polymer and the production of silicone matrix composites reinforced with MAX phase powder (Ti_3SnC_2) in various mass proportions (10, 15%). The films thus produced were characterized by various analytical techniques (SEM, SI, etc.).

Impedancemetry characterization showed that an increase in Ti_3SnC_2 content led to an improvement in the relative permittivity and conductivity of the composites (incorporation (10%, 15% Ti_3SnC_2) and were also proportional to frequency.

Composites with the best dielectric properties were used for energy recovery.

Key words: Silicone, MAX phase, dielectrics, composites and energy recovery