

N° d'ordre :

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

UNIVERSITE MOULOUD MAMMARI DE TIZI-OUZOU

FACULTE DES SCIENCES

DEPARTEMENT DE CHIMIE



DOMAINE : SCIENCES DE LA MATIERE
FILIERE : CHIMIE

MEMOIRE DE MASTER

SPECIALITE : CHIMIE PHYSIQUE

THEME

**Etude des propriétés électriques et diélectriques des
composites à base de silicone chargée de fibres de carbone**

Présenté par : *Nom :* BELKESSAM *Prénom :* Saadia

Soutenu publiquement, le 22/ 07/ 2019, devant le Jury composé de :

<i>Nom et Prénom</i>	<i>Grade</i>	<i>Affiliation</i>	<i>Qualité</i>
<i>M^{me} N. OUABADI</i>	<i>MCB</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Présidente</i>
<i>M^r A. CHAOUCHI</i>	<i>Professeur</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Encadreur</i>
<i>M^{me} M. SAIDI</i>	<i>MCB</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Co-encadreur</i>
<i>M^{me} N.AMAOUZ</i>	<i>MCA</i>	<i>UMMTO</i>	<i>Examinatrice</i>

Remerciements

Ce travail a été mené au Laboratoire de Recherche de Chimie Appliquée & Génie Chimique (LCAGC) de l'Université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou (UMMTO), sous la direction scientifique du Professeur Hocine Smain à qui je témoigne ma sincère et profonde reconnaissance pour m'avoir accueilli au sein de son laboratoire.

Je remercie le bon Dieu de m'avoir guidée vers le chemin de la lumière et du savoir et qui m'a donné la volonté et le courage pour réaliser ce travail.

*Mes vifs et sincères remerciements vont à M^r **CHAOUCHI Ahcene, Professeur** à l'UMMTO pour m'avoir accepté au sein de son laboratoire. Je le remercie pour avoir proposé ce sujet intéressant d'actualité et accepté la charge de m'encadrer, son aide scientifique précieuse, son écoute et surtout pour sa patience. Grâce à vous j'ai beaucoup appris.*

*Je voudrais exprimer mes profondes reconnaissances envers M^{me} **SAIDI Malika, Maître de conférences classe B** à l'UMMTO, pour m'avoir permis de bénéficier de son co-encadrement. Je la remercie autant pour ses prodigieux conseils, sa grande disponibilité, sa grande gentillesse, sa patience et son soutien afin de mener ce travail à bon port. Je vous remercie !*

*Qu'il me soit permis de remercier chaleureusement M^{me} **OUABADINadia, Maître de conférence classe B** à l'université Mouloud Mammeri de Tizi-Ouzou, en acceptant de présider le jury de ma soutenance et d'évaluer mon travail.*

*Je suis honorée par la présence de M^{me} **AMAOUZ Nouara, Maître de conférence classe A** à l'UMMTO, pour l'intérêt qu'elle a porté à cette recherche en acceptant d'examiner et d'analyser ce travail avec diligence et de l'enrichir par ses propositions objectives.*

*Je n'oublie bien évidemment pas de remercier M^{elle} **TOUATI Zohra** ingénieur du laboratoire LCAGC à l'UMMTO, pour m'avoir réalisé des analyses infrarouge, pour sa cordialité, son soutien moral et ses précieux conseils. Merci !*

*Mes remerciements vont à M^r **BOUDINAR Salem, MCB** à l'UMMTO pour les analyses MEB au laboratoire LPCM. Merci pour votre disponibilité.*

*J'adresse mes chaleureux remerciements et ma profonde reconnaissance à M^{me} **BELMAHDI Lila, Enseignante** à l'UMMTO, pour son amabilité, sa gentillesse, son aide inconditionnelle. Merci de m'avoir guidé et tenue compagnie.*

Une pensée toute particulière pour M^r BENABDALLAH Tawfik, Directeur de l'IPSIL, ainsi que son aimable collaboratrice M^{me} GUEDDIH Amina, pour leur accueil, leur modestie, leur soutien moral. Qu'ils trouvent ici l'expression de ma profonde reconnaissance.

Je voudrais exprimer toute mon amitié à tous les membres du laboratoire spécialement CHELLI Zakia et OUGHANEM Mhand, je leur adresse globalement un grand merci pour leurs initiations dans mes premières manipulations, le partage des connaissances scientifiques, leur collaboration, l'esprit d'équipe et la joie de vivre qu'ils font rayonner autour d'eux.

Il m'est enfin agréable de clore cette partie par présenter mes très chaleureux remerciements à mes professeurs, mes ami(e)s, camarades de promotion et à ceux qui ont, d'une manière ou d'une autre, contribués à la réussite de ce travail et qui leurs noms n'ont pas pu figurer sur ces pages..

« Le futur appartient à ceux qui croient à la beauté de leurs rêves. »
Eleanor Roosevelt

Dédicaces

A ma raison de vivre. Pour l'affection, la tendresse et l'amour dont tu m'as toujours entouré. 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 maman chérie.

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. Chère grand-mère, 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 ma sœur adorable, une personne exceptionnelle qui, par son amour, son dévouement, sa patience et son soutien inconditionnel m'a permis d'arriver là où je suis. Chère Sœur ce travail, t'es dédié à toi et à ton cher mari !

A mon frère Nor, 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 !

A ma famille, à mes oncles, ma tante et mes cousins. A mes amis(e) et à tous ceux qui me sont chers.

A vous mes trois anges (Billy, Djidji et Hassina), qui ont toujours été à mes côtés, pour votre soutien moral, pour votre immense aide dans les moments difficiles, pour vos encouragements. C'est à vous les meilleurs que le dédie !

A ma deuxième famille 'SOS Enfant', vous êtes ce qui m'est arrivé du plus beau, je vous adore.

B. Saadia

Liste des symboles

- C** : Capacité (F)
e : Epaisseur du film (m)
E : champ électrique (v/m)
f : Fréquence (Hz)
I : Le courant (A)
I_C : Le courant capacitif de la charge du diélectrique (A)
I_R : Le courant de fuite (A)
m : La masse (g)
P : La puissance (w)
R : La résistance (Ω)
S : La surface (m^2)
tg(δ) : facteur de perte diélectrique
V : La tension (v)
 δ : L'angle de pertes
 σ : Conductivité (s /m)
 π : Constante (3.14)
 ϵ : Permittivité (F/m)
 ϵ_0 : permittivité du vide ($8.85 \cdot 10^{-12}$ F/m)
 ϵ_r : permittivité relative
v : nombre d'onde (cm^{-1})

Liste des figures

Chapitre I

Fig I.1. Illustration de l'effet maxwell.....	3
Fig I.2. Illustration de l'électrostriction	3
Fig I.3. Matériau composite	4
Fig I.4. Représentation de la silicone: a) chaîne linéaire. b) spatiale	5
Fig I.5. Fibres de carbone	5
Fig I.6. Schéma équivalent d'un condensateur	6
Fig I.7. Evolution de la proportion de composites dans les avions commerciaux	9
Fig I.8. Tapis générateur d'énergie	9

Chapitre II

Fig II.1. Mode d'élaboration des composites	12
Fig II.2. Photographie du microscope électronique à balayage Philips ESEM XL 30.....	13
Fig.II.3. Photographie du microscope infrarouge à transformée de Fourier IRAffinity-1S	14
Fig. II.4. Echantillon après métallisation.....	15
Fig.II.5. Photographie de l'appareil de mesures diélectriques	15
Fig.II.6. Photographie de l'échantillon utilisé pour la récupération d'énergie	16
Fig.II.7. Schéma utilisé pour la récupération d'énergie	17

Chapitre III

Fig.III.1. Spectre infrarouge des différents échantillons (0%, 5% et 10% de FC)	18
Fig.III.2. Images MEB des différents échantillons	19
Fig.III.3. La permittivité relative en fonction des pourcentages de FC.....	20
Fig.III.4. La permittivité relative en fonction de la fréquence.....	21
Fig.III.5. La permittivité relative en fonction de la température	22
Fig.III.6. Variation des pertes diélectriques en fonction de la fréquence.....	22
Fig.III.7. Variation des pertes diélectriques en fonction de la température	23
Fig.III.8. Log conductivité en fonction de log fréquence.....	24
Fig.III.9. Variation de $\log(\sigma)$ en fonction de $\log(f)$ à différentes températures.....	24
Fig.III.10. Evolution de la puissance en fonction de la résistance	25
Fig.III.11. Montage de récupération d'énergie a) Méthode pas à pas b) Réponse en tension	26

Fig.III.12. Montage de récupération d'énergie a) Avant d'appliquer une force. b) En appliquant une force **26**

Liste des tableaux

Chapitre I

Tableau I.1. Classification des polymères électroactifs **2**

Tableau I.2. Différents types de polarisation **8**

Chapitre II

Tableau II.1. Pourcentages et masses de FC et de silicone utilisés..... **11**

Chapitre III

Tableau.III.1. Résultat de la récupération d'énergie..... **25**

Sommaire

Liste des Symboles

Liste des Figures

Liste des Tableaux

Sommaire

Introduction Générale 1

Chapitre I: Etude bibliographique

I.1. Introduction.....2

I.2. Les Polymères2

 I.2.a. Définition des polymères.....2

 I.2.b. Les polymères électroactifs2

 I.3. Introduction aux matériaux nanocomposites..... 3

 I.3.a. Définition d'un composite.....4

 I.3.b. Composites à matrice silicone renforcée par les fibres de carbone4

I.4. Matériaux diélectriques6

 I.4.a. la constante diélectrique6

 I.4.b. les pertes diélectriques7

 I.4.c. la conductivité électrique7

 I.4.d. La polarisation7

I.5. Utilisation8

Chapitre II: Partie expérimentale

II.1. Introduction 10

II.1.Procédé d'élaboration 10

II.2.Techniques de caractérisation 13

 II.2.1. La microscopie électronique à balayage (MEB) 13

 II.2.2. Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) 13

 II.2.3. La spectroscopie d'impédance complexe..... 14

II.3. Méthode de récupération d'énergie 16

Chapitre III: Résultats et discussion

III.1. Introduction..... 18

III.2. Analyse par FTIR 18

III.3. Observation au microscope électronique à balayage..... 19

III.4. Etude des propriétés diélectriques 20

 III.4.1. Variation de la permittivité diélectrique 20

III.4.1.a. En fonction du taux de fibres de carbone	20
III.4.1.b. En fonction de la fréquence	21
III.4.1.c. En fonction de la température	21
III.4.2. Variation des pertes diélectriques	22
III.4.2.a. En fonction de la fréquence	22
III.4.2.b. En fonction de la température	23
III.4.3. La conductivité électrique	23
III.5. Récupération d'énergie	25
III.6. Conclusion	27

Conclusion générale	28
----------------------------------	----

Références bibliographiques

Résumé

Introduction générale

En l'espace d'un siècle, les polymères sont devenus incontournables dans notre vie quotidienne. Ils sont utilisés dans une multitude d'applications visant divers secteurs (médical, automobile, aérospatial, électronique,...), et il serait désormais difficile de s'en passer. L'innovation dans ce domaine, pour satisfaire les besoins du consommateur, ne cesse de croître et les polymères conventionnels ne suffisent souvent pas à répondre aux exigences en termes de rapport qualité/prix. D'ailleurs, parmi les créations intéressantes, on compte le développement de matériaux composites à partir d'un polymère. Cette technique est un moyen non négligeable pour améliorer les propriétés diélectriques des polymères en y incorporant des charges conductrices. Ces propriétés prennent effet lorsque les composites formés sont soumis à un champ électrique, ce qui traduira leur capacité à être un bon ou mauvais isolant.

Le présent travail porte sur l'élaboration, par la méthode compression à chaud, des composites à matrice silicone chargée de fibres de carbone à différents pourcentages. Les composites ainsi élaborés seront caractérisés du point de vue microstructurale (microscopie électronique à balayage) et électrique par impédancemétrie.

Ce document s'articule essentiellement autour de trois chapitres.

- ✓ Le premier expose un état de l'art des polymères électroactifs, des charges conductrices et des différentes propriétés caractéristiques des diélectriques.
- ✓ Le deuxième chapitre est consacré à l'élaboration des films composites par compression à chaud et à la description des différentes techniques de caractérisations utilisées. Ce chapitre sera clôt par une application pratique novatrice : *la récupération d'énergie mécanique avec ces polymères électrostrictifs*.
- ✓ Le troisième chapitre présente les différents résultats obtenus, suivis d'une discussion proposant leur interprétation.

A l'issue de ce manuscrit une conclusion générale et des perspectives pour orienter les études futures seront présentées, sur la base des résultats expérimentaux obtenus.

Chapitre I

Partie bibliographique

I.1. Introduction

Afin de présenter plus en détails le contexte de ce travail, ce chapitre introductif s'organise en trois parties. Dans un premier temps, quelques généralités sur les composites chargés à base de polymères sont présentées. Puis on abordera une approche aux matériaux diélectriques. Tout en s'intéressant à l'utilisation et l'application de ces matériaux, on conclura la dernière partie de cette étude bibliographique.

I.2. Les Polymères

I.2.a. Définition des polymères

Les polymères sont des chaînes moléculaires issues de l'assemblage covalent d'un grand nombre d'unités répétitives plus communément appelées monomères par la réaction de polymérisation. Les propriétés des polymères dépendent de la longueur de la chaîne, de la structure chimique et de la nature de la liaison chimique entre les atomes qui le constituent. La viscoélasticité est une propriété très importante des polymères, responsable de leur flexibilité [1,2].

Il existe plusieurs modes de classification des polymères selon divers critères (nature chimique, origine, comportement thermique, domaine d'application...).

Parmi ces polymères, on trouve une catégorie autre ayant des propriétés spécifiques, portant le nom polymères électroactifs.

I.2.b. Les polymères électroactifs

Les polymères électroactifs, ou matériaux intelligents, sont des composés organiques légers, flexibles et capables de répondre à une stimulation électrique par un changement en dimensions, et en formes [3,4,5,6]. Bar-Cohen a développé une classification de ces polymères. Deux grandes catégories se distinguent selon leur actionnement : la famille électronique et la famille ionique [7].

Tableau.I. 1. Classification des polymères électroactifs[7]

Famille électronique	Famille ionique
Polymère ferroélectrique	Gels ionique (IPG)
Elastomère diélectrique (DE)	Composite ionique (IPMC)
Elastomère électrostrictif greffé	Polymère conducteur ionique(CP)
Papier électroactive	Nanotubes de carbone (CNT)
Elastomère cristal liquide (LCE)	Fluide électro-rhéologique
Elastomère électro-viscoélastique	

Dans la présente étude, nous avons synthétisé un composite à matrice silicone chargée en fibres de carbone. Ces deux constituants seront définis en ce qui suit. Mais nous devons préciser que la silicone est un élastomère diélectrique (DE) classé dans la catégorie des polymères électroniques et caractérisé par deux effets :

- ✓ **L'effet Maxwell** est la contrainte résultante du changement de la distribution du champ électrique dans un DE sous déformation et qui est traduit par une attraction coulombienne entre les charges opposées situées sur les électrodes se faisant face [8,9].

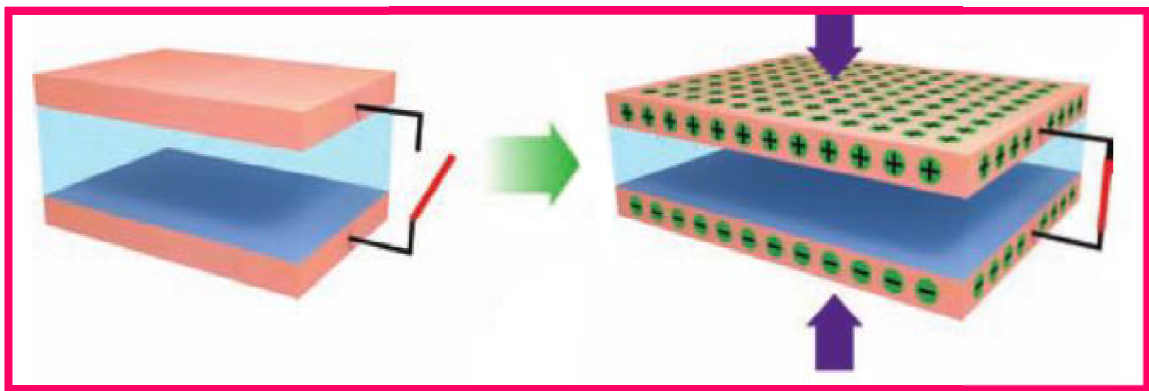


Fig.I.1. Illustration de l'effet maxwell

- ✓ **L'électrostriction** est le résultat d'une variation des propriétés diélectriques d'un matériau élastomère sous déformation et polarisation [8]. Elle s'exprime par l'orientation des dipôles présents dans le diélectrique.

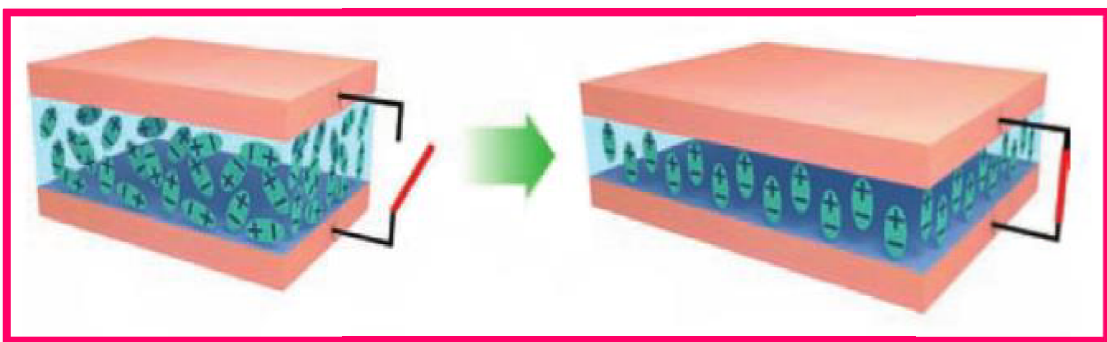


Fig.I.2. Illustration de l'électrostriction [8]

I.3. Introduction aux matériaux composites

Le développement de l'incorporation des charges conductrices (graphène, nanotubes de carbone, fibres de verre, fibres de carbone,...) dans une matrice polymère a ouvert un nouveau et intéressant domaine de la science des matériaux, ces dernières années. Ce qui

permet d'améliorer les propriétés des polymères et d'apporter de nouvelles caractéristiques au matériau résultant. Dans ce sens, plusieurs recherches ont été faites. Citant comme exemple le travail de M. MEDDAD et al [10] qui consiste à augmenter l'activité électromécanique au sein d'un polymère électrostrictif "polyuréthane PU" à l'aide de nano-charge.

I.3.a. Définition d'un composite

On définit alors le matériau composite par l'association de deux éléments, dont l'un s'appelle matrice et l'autre renfort. Ce dernier se présente généralement sous forme de particules, tissus ou structures et assure la tenue mécanique, apporte de nouvelles propriétés et modifie les caractéristiques du produit final. Par contre, la matrice est généralement un polymère qui permet de maintenir le renfort dans ses formes en assurant la cohésion de l'ensemble et participe au transfert des contraintes subit par le matériau final [11].

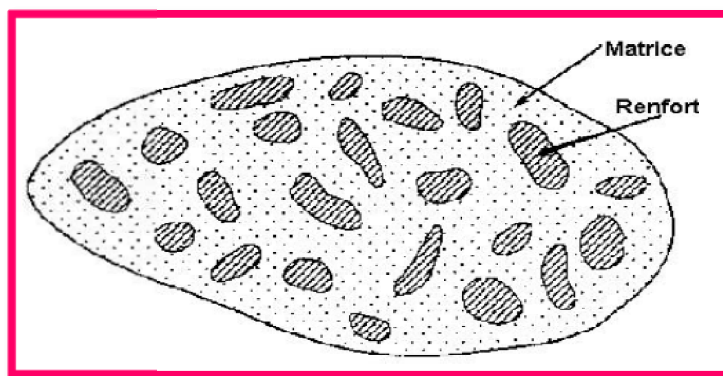


Fig.I.3. Matériau composite

I.3.b. Composites à matrice silicone renforcée par les fibres de carbone

✓ La matrice silicone

On appelle silicone les polymères dont le motif récurrent est représenté par $(-\text{Si}(\text{R},\text{R})-\text{O}-)$ où R est le radical organique.



Fig.I.4. Représentation de la silicone : a) chaîne linéaire. b) spatiale

Grâce à la grande stabilité thermique, la biocompatibilité, la durabilité, la flexibilité, les bonnes propriétés mécaniques et les uniques propriétés d'isolation électrique [12], les élastomères silicones sont largement utilisés dans de nombreux domaines d'application [13,14] tels que l'automobile, l'électronique, le domaine médical, etc.

✓ Les nanocharges de fibres de carbone

C'est la fibre la plus utilisée dans les applications hautes performances. Elle est obtenue à partir d'une fibre précurseur de type Polyacrylonitrile (PAN) [15].

De façon générale, les fibres de carbone tirent leurs propriétés de leur structure graphitique : faible coefficient de frottement, bonne résistance à l'usure, faible coefficient de dilatation thermique linéique (voir négatif), haute tenue en température, bonne conductivité électrique, très bonne stabilité chimique et un haut module d'élasticité [16].



Fig.I.5. Fibres de carbone

I.4. Matériaux diélectriques

Un matériau est dit diélectrique lorsqu'il ne contient pas de charges libres dans sa structure et ne permet pas la circulation d'un courant électrique significatif. Généralement, un diélectrique est assimilé à un isolant électrique, placé entre deux électrodes, se comporte comme un condensateur qui peut emmagasiner de l'énergie électrostatique. Ce dernier comporte [17] :

- Une résistance en série R_s (électrodes et fils de connexion) ;
- Une résistance en parallèle R_p (isolement du diélectrique et résistivité du matériau).

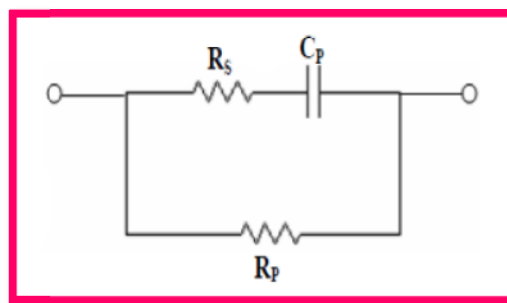


Fig.I.6. Schéma équivalent d'un condensateur

Un diélectrique est défini comme une substance dont la propriété électromécanique fondamentale est d'être polarisable sous l'action d'un champ électrique [18]; cette polarisation conduit à l'apparition de charges électriques localisées qui ne peuvent se déplacer que très faiblement par rapport à leurs positions d'équilibre [19].

I.4.a. La constante diélectrique

La constante diélectrique ou la permittivité diélectrique décrit la réponse d'un milieu donné à un champ électrique appliqué. Elle traduit la façon dont le champ électrique influe sur l'organisation des charges électriques dans un matériau donné, notamment le déplacement des charges et la réorientation des dipôles.

La permittivité est définie comme le rapport entre la norme du champ de déplacement et le champ électrique appliqué. Pour des champs électriques élevés, ce rapport tend vers ϵ_0 .

ϵ_0 est la permittivité du vide, dans le système international, sa valeur est :

$$\epsilon_0 = 8,85 \cdot 10^{-12} \text{ F/m}$$

La permittivité relative, normalisée par rapport à celle du vide est toujours supérieure à 1 et n'a pas d'unité, on peut la trouver par la relation suivante:

$$\epsilon_r = \epsilon / \epsilon_0 \text{ Avec } \epsilon = C \cdot e / S \quad \text{(I.1)}$$

Où : S est la surface des électrodes (m^2)

e est l'épaisseur du diélectrique (m)

C est la capacité en (F)

I.4.b. Les pertes diélectriques

Les pertes diélectriques correspondent à l'énergie dissipée dans le matériau lorsque celui-ci est soumis à un champ électrique [20]. La tangente de l'angle de perte ($\text{tg}\delta$), appelée couramment facteur de dissipation diélectrique, est définie par la relation suivante :

$$\text{tg}\delta = I_R / I_C \quad (\mathbf{I.2})$$

Où : δ est l'angle de perte

I_R est le courant de fuite (A)

I_C est le courant capacitif de la charge du diélectrique (A)

I.4.c. La conductivité électrique

Comme la permittivité du matériau traduit sa capacité à stocker les charges, la conductivité indique sa faculté à les transférer. Dans le cas des matériaux composites chargés par des particules, la conductivité va dépendre du nombre de charges et de leur organisation spatiale c'est à dire:la taille, la géométrie des charges, leur quantité, leur dispersion (taille des agrégats et/ou des agglomérats) ainsi que leur distribution (répartition des objets dans l'ensemble du volume)[10].

I.4.d. La polarisation

En soumettant le matériau à un champ électrique de tels dipôles peuvent être créés. S'ils existaient déjà, cela peut avoir comme effet de tous les aligner dans le même sens. On dit alors que le matériau est polarisé. Ainsi la notion de polarisation diélectrique a été introduite par Michaël Faraday en 1837[21]. Les différents types de polarisation, pouvant co-exister ou apparaître séparément, sont cités ci-dessous :

✓ Polarisation électronique

Ce phénomène est présent dans tous les diélectriques, sans exception et basé sur le fait que sous un champ électrique, le nuage électronique dans chaque atome est déplacé légèrement par rapport au noyau, donnant un dipôle induit.

✓ Polarisation atomique(ionique)

Elle résulte du déplacement individuel des atomes ou des ions. La polarisation atomique crée des dipôles induits ; elle ne provoque pas de pertes d'énergie et intervient pour augmenter la permittivité relative.

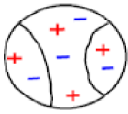
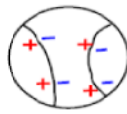

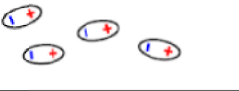
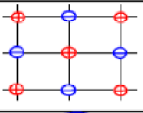
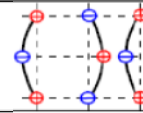


✓ **Polarisation d'orientation (dipolaire)**

Elle est liée à l'orientation, dans le sens du champ électrique, des dipôles permanents dans les milieux polaires.

✓ **Polarisation interfaciale (type Maxwell-Wagner)**

Elle provient de l'accumulation de charges libres à la frontière de deux milieux de permittivités et des conductivités différentes dans les milieux non homogènes.

Tableau.I.2 : Différents types de polarisation

Type de polarisation	$E=0$	$E \neq 0$
Interfaciale (P_c)	 <p>Charges réparties de façon aléatoire</p>	
Dipolaire (P_0)	 <p>Dipôle</p>	
Ionique (P_i)	 <p>⊕ Ion + ⊖ Ion -</p>	
Electronique (P_e)	 <p>Noyau Orbitale S</p>	

I.5. Utilisation

Les matériaux composites à matrice organique et à fibres de carbone trouvent de plus en plus d'applications dans la réalisation de pièces structurales de dimensions diverses dans de nombreux secteurs industriels tels que le spatial, les transports, la construction naval, le bâtiment, les installations d'éolienne... Les matériaux composites renforcés par les fibres de carbone sont surtout largement utilisés dans l'industrie aéronautique [22].

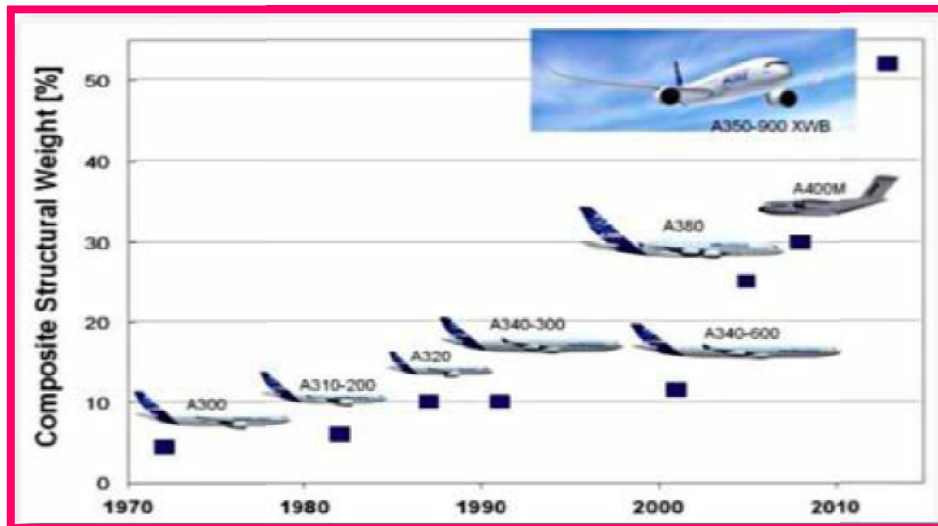


Fig.I.7. Evolution de la proportion de composites dans les avions commerciaux (document Airbus).

Les silicones, en tant que matériaux électroactifs, ouvrent un nouveau panel en matière de récupération d'énergie par conversion d'énergie mécanique en électricité[23], par simple étirement ou contraction. Ils sont ainsi des générateurs d'électricité et servent à alimenter plusieurs systèmes portables. Citons à titre d'exemple : l'implantation de dalles dans le métro de Tokyo au Japon[24] (voir figure I.8). Avec les flux de centaines de milliers de personnes qui les parcourent, ces dalles génèrent une puissance électrique suffisante pour alimenter le système de contrôle des passagers. Dans ce cas, les dalles sont intégrées dans le pavement et les personnes passent naturellement dessus.



Fig.I.8. Tapis générateur d'énergie

Chapitre II

Partie expérimentale

II.1. Introduction

Ce présent chapitre est consacré à la description du mode opératoire et de différentes techniques de caractérisation auxquelles on a fait recours. Il se termine par la méthode et le montage utilisé pour la récupération d'énergie.

II.2. Procédé d'élaboration

Afin de contribuer aux études menées au sein du laboratoire, nous avons orienté notre travail sur la réalisation de composites en utilisant la méthode de "compression à chaud".

Le composite à réaliser est à base de silicone et de fibres de carbone et son processus d'élaboration est décrit ci-dessous.

La première étape consiste à faire tous les calculs de compositions afin de trouver les quantités nécessaires de silicone et de fibres de carbone (FC) à mélanger ;

$$1,5\text{g} \quad \longrightarrow \quad 100\%$$

$$X \text{ g de FC} \quad \longrightarrow \quad 0,5\%$$

$$X = (0,5 \cdot 1,5)/100 = 0,0075$$

On a donc 0,0075g de fibres de carbone représentant 0,5% en masse. Le tableau (II.1.) ci-contre regroupe les différentes valeurs de masses et pourcentages correspondant.

Tableau II.1. Pourcentages et masses de FC et de silicone utilisés

Nom de la composition	Silicone		Fibres de carbone	
	Masse (g)	Pourcentage (%)	Masse (g)	Pourcentage (%)
0FC	1,5000	100	0	0
0,5FC	1,4925	99.5	0,0075	0,5
2FC	1,4700	98	0,0300	2
3FC	1,4550	97	0,0450	3
5FC	1,4250	95	0,0750	5
7FC	1,3950	93	0,1050	7
10FC	1,3500	90	0,1500	10
20FC	1,2000	80	0,3000	20

- La deuxième étape consiste à broyer les fibres de carbone et à couper finement la silicone ;
- La troisième étape est consacrée aux différentes pesées et ce à l'aide d'une balance de précision (10^{-4}) ;
- Sur une plaque chauffante réglée à 100°C , on ramollit la silicone ;
- L'ajout de fibres représente la cinquième étape ;
- Ensuite, on applique une force de 10 KN sur l'ensemble à l'aide d'une presse uni axiale afin d'avoir des films fins ;
- Après refroidissement à l'air libre, on décolle le matériau composite élaboré.

❖ Protocole expérimental



Fig II.1. Mode d'élaboration des composites

II.3. Techniques de caractérisation

Les composites (silicone/FC) une fois élaborés sont caractérisés par diverses techniques:

Le microscope électronique à balayage, la spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier et la spectroscopie d'impédance mètre.

II.3.1. La microscopie électronique à balayage (MEB)

La microscopie électronique à balayage est une technique d'observation de la morphologie des surfaces avec une résolution de quelques nanomètres dans les meilleures conditions.

❖ Principe

Le principe du MEB consiste en un faisceau d'électrons balayant la surface de l'échantillon à analyser qui, en réponse, réémet certaines particules qui sont analysées par différents détecteurs permettant de reconstruire une image en trois dimensions de la surface.

Les observations au MEB de nos échantillons ont été effectuées à l'aide d'un appareil de type Philips ESEM XL 30 à filament de tungstène.



Fig II.2. Photographie du microscope électronique à balayage Philips ESEM XL 30

II.3.2. Spectrométrie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR)

La spectroscopie infrarouge est une technique de caractérisation spectrale permettant d'identifier les groupements moléculaires et d'obtenir de nombreuses informations microscopiques sur leurs formations et leurs éventuelles interactions.

❖ Principe

Le principe de la spectroscopie infrarouge repose sur l'interaction entre des ondes lumineuses et les vibrations des atomes des molécules. Lorsqu'un spectre polychromatique interagit avec un solide ou avec des molécules, on observe une absorption à certaines fréquences propres au solide ou à la molécule. Cette absorption, traduite sous forme de pics, correspond à des fréquences de vibrations (ou « mode de vibration »). Chaque mode de vibration est caractérisé par une énergie particulière.

Nous avons utilisé un spectromètre à transformée de Fourier de type IRAffinity-1S (SHIMADZU).



Fig.II.3. Photographie du microscope infrarouge à transformée de Fourier IRAffinity-1S

II.3.3. Caractérisation diélectrique

Une méthode permettant de distinguer les différents paramètres qui caractérisent les matériaux diélectriques tels que la permittivité relative, les pertes diélectriques et la conductivité, etc.

Avant de commencer les mesures, il faut tout d'abord réaliser une étape primordiale: les films sont découpés en carrés de 1 cm^2 de surface, puis métallisés avec de l'aluminium autocollant [25] (voir la figure II.4.), et ce pour assurer un meilleur contact avec les électrodes de l'appareil. Les échantillons sont alors assimilés à des condensateurs.



Fig. II.4. Echantillon après métallisation

Ces mesures sont effectuées à l'aide d'un impédance mètre de type HP 4284A sous faible niveau d'excitation (1Volt) et tout en variant les valeurs de la fréquence (10^2Hz - 10^6Hz).

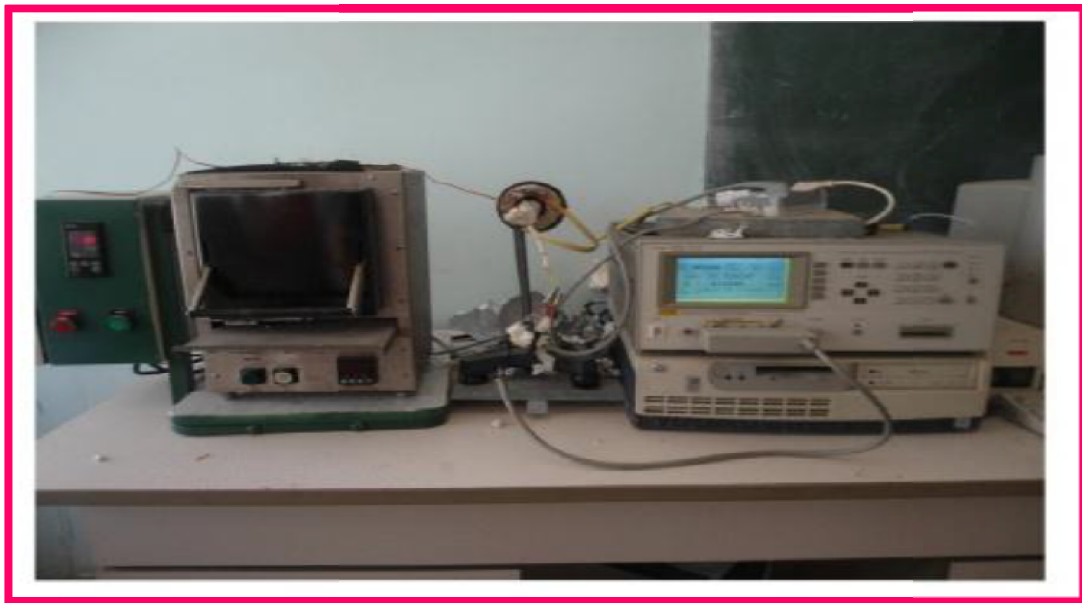


Fig.II.5. Photographie de l'appareil de mesures diélectriques (Impédance mètre HP 4284A)

II.4. Méthode de récupération d'énergie

Dans ce travail, on a choisi comme application la récupération d'énergie par deux méthodes (manuelle et par l'appareil pas à pas). Et pour ce faire, on a commencé par la préparation des échantillons.

- ❖ Les films sont coupés sous forme de rectangles de 3.2 cm^2 ;
- ❖ Des fils électriques sont coupés et soudés avec l'étain ;
- ❖ Des petits rectangles de polyamide sont aussi utilisés entre le film et l'électrode pour récupérer les charges électriques ;
- ❖ Métallisation avec de l'aluminium autocollant servant d'électrodes ;
- ❖ plastification et protection des échantillons par un papier plastique autocollant.

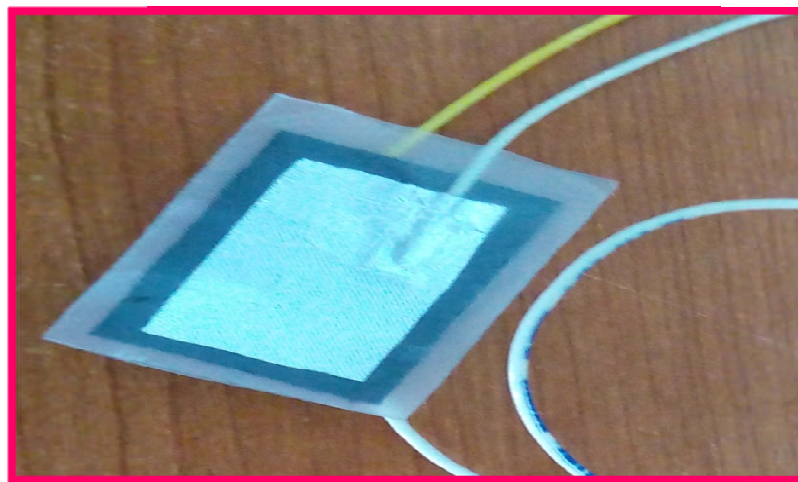


Fig.II.6. Photographie de l'échantillon utilisé pour la récupération d'énergie

Après avoir préparé les échantillons, on réalise le montage suivant en absence de champ électrique et de polarisation (voir la figure II.7). On a utilisé [26]:

- ❖ L'échantillon comme générateur quand on lui applique une force ;
- ❖ Un amplificateur pour convertir les charges en une tension ;
- ❖ un pont de diode pour transformer le courant alternatif en un courant continu afin d'allumer une led (diode électroluminescente);
- ❖ Un ampèremètre lié en série pour lire la valeur du courant ;
- ❖ Un oscilloscope pour visualiser le signal.

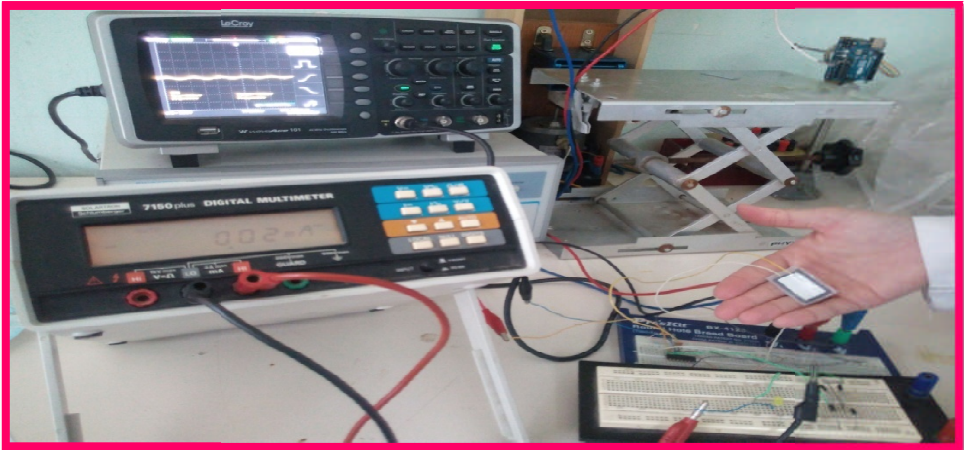


Fig.II.7. Montage utilisé pour la récupération d'énergie

Chapitre III

Résultats et discussion

III.1. Introduction

Après avoir terminé les mesures et collecté les résultats de différentes caractérisations qui ont été menées aux laboratoires, ils seront présentés, interprétés et discutés au cours de ce chapitre, dans la perspective d'établir une corrélation entre les résultats des mesures diélectriques et les analyses chimiques.

III.2. Analyse infrarouge

La figure (III.1.) illustre la variation de la transmittance en fonction du nombre d'onde ν (cm^{-1}) s'étalant sur une plage allant de 500 à 4000 cm^{-1} , pour les trois composites analysés à différents pourcentages de fibres de carbone (0%, 5% et 10%).

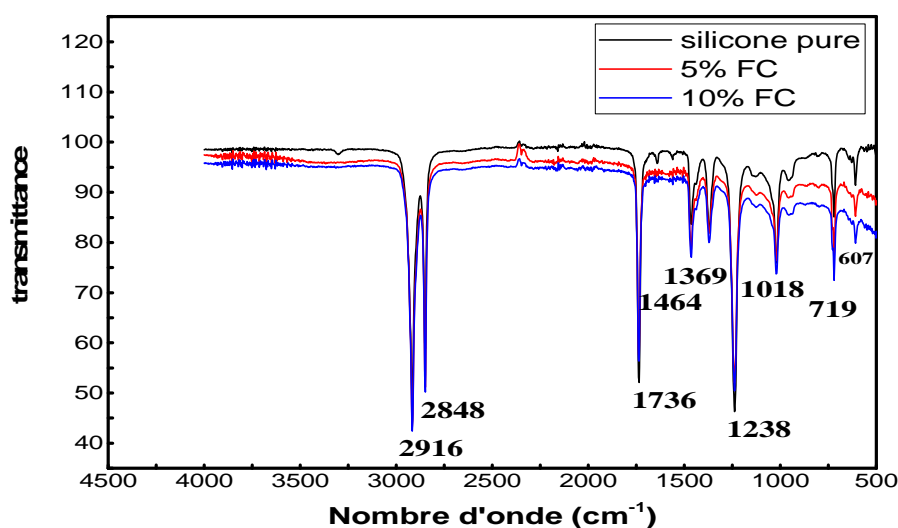


Fig.III.1. Spectre infrarouge des différents échantillons (0%, 5% et 10% de FC)

Le spectre FTIR présente la même allure pour les trois échantillons analysés (pur et chargé de FC 5% et 10%) indiquant l'apparition des mêmes bandes d'absorption à des intensités différentes.

Nous reconnaissons sur le spectre de la figure (III.1) les bandes suivantes :

Les bandes d'absorption comprises entre 600 à 900 et 1000 à 1110 peuvent être attribuées à la vibration d'élongation des Si-O-Si [27]. La bande à 1240 peut être assimilée à la vibration d'élongation de la liaison Si-CH₃ [28]. Les bandes à 1460 et 1370 peuvent être attribuées à la déformation asymétrique et symétrique de la liaison C-H du groupement Si-(CH₃)₂, respectivement [29]. Le pic à 1740 cm^{-1} peut être assigné à la vibration d'élongation de la liaison C=O [29]. Les deux pics au voisinage de 2850 et 2920 cm^{-1} peuvent représenter,

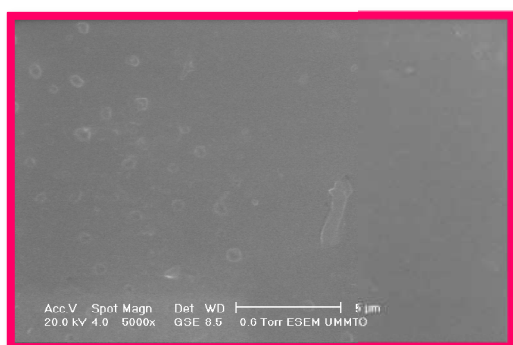
respectivement, l'élongation symétrique et asymétrique de la liaison C-Hdu groupement CH_3 [30].

III.3. Microscopie électronique à balayage

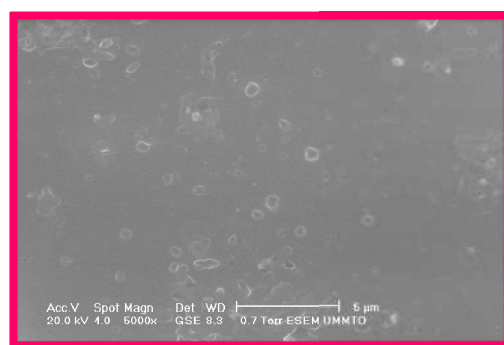
Les microstructures correspondantes aux trois composites (0.5%, 5% et 10% FC) sont représentées sur la figure III.2.

Ces clichés donnent un aperçu de la distribution des particules des fibres de carbone, dans une matrice silicone, grâce à une échelle qui va de quelques micromètres de diamètre à plusieurs dizaines de micromètres. On remarque que cette distribution est homogène, des zones plus dense que d'autres, d'un échantillon à un autre. Ainsi le film avec 10% en FC (c) est le plus dense, or celui qui contient 0.5 % (a) de FC est le moins dense.

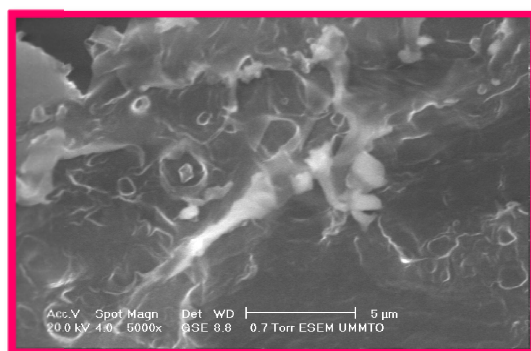
- Les particules n'ont pas de forme extrêmement bien définie mais elles peuvent être assimilées à des sphères.



a) 0.5% FC échelle 5µm



b) 5% FC échelle 5µm



c) 10% FC échelle 5µm

Fig.III.2. Images MEB des différents échantillons

III.4. Etude des propriétés diélectriques

III.4.1. Variation de la permittivité diélectrique

III.4.1. a. En fonction du taux de fibres de carbone

La figure ci-dessous montre la variation de la permittivité des différents échantillons en fonction des pourcentages des fibres de carbone incorporés, à une fréquence de 1KHz.

On remarque que la valeur de la permittivité relative augmente avec l'augmentation de taux de charges de fibres de carbones. Ceci peut être expliqué par la polarisation interfaciale dans le composite sous l'application d'un champ alternatif[31]. Il y a plus d'interfaces de polarisation dans le composite à haute teneur de fibres de carbone, ce qui implique une augmentation de la permittivité ; elle passe de 6,15 pour la silicone pure à 9,77 pour un échantillon chargé à 20% de FC, et ce pour une fréquence de 1MHz.

La présence de charges dans un diélectrique engendre une modification de la distribution interne du champ électrique. Ce phénomène est largement amplifié lorsque des particules conductrices sont dispersées dans la matrice diélectrique car elles sont équivalentes à des dipôles [32] donc elles améliorent les propriétés diélectriques du matériau.



Fig.III.3. La permittivité relative en fonction des pourcentages de FC

III.4.1.b. En fonction de la fréquence

La figure (III.4.) représente la variation de la permittivité des différents échantillons en fonction de la fréquence.

Pour de faibles fréquences, une augmentation 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 interfaciale ou de maxwell [31,33].

La constante diélectrique dépend du phénomène de polarisation, d'où la diminution de la permittivité est expliquée par la diminution de la polarisation à hautes fréquences. Cela laisse à supposer que le caractère dipolaire est renforcé dans les composites grâce aux charges conductrices.

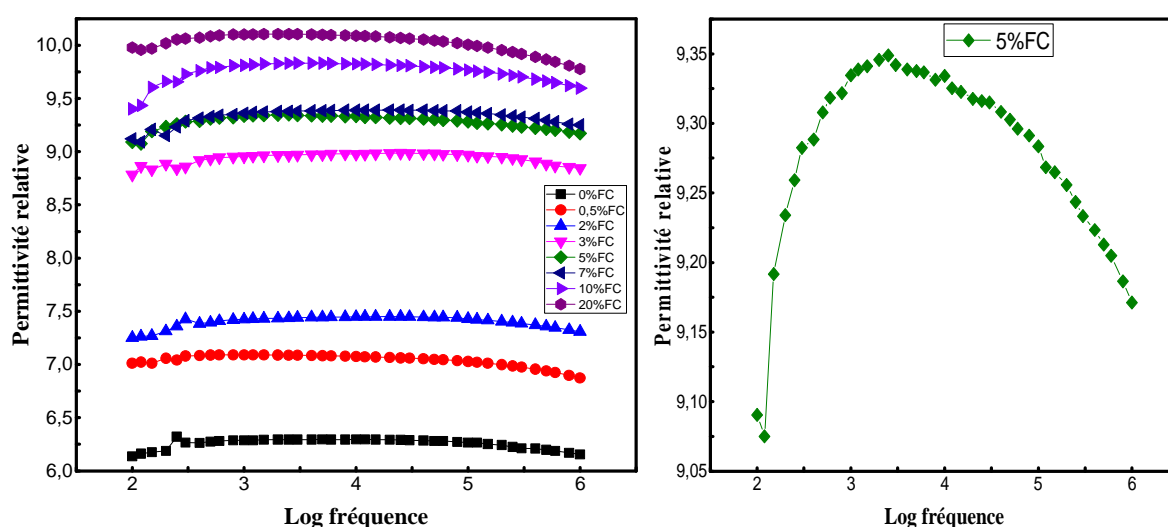


Fig.III.4. La permittivité relative en fonction de la fréquence

III.4.1.c. En fonction de la température

Les courbes présentées sur la figure (III.5.)montrent la variation de la constante diélectrique en fonction de la température pour l'échantillon 7% en FC.

D'après la figure ci-dessous, on constate que la permittivité diminue légèrement en augmentant la température. Elle décroît de 8,5 pour une température de 30°C à 8,4 pour 60°C.

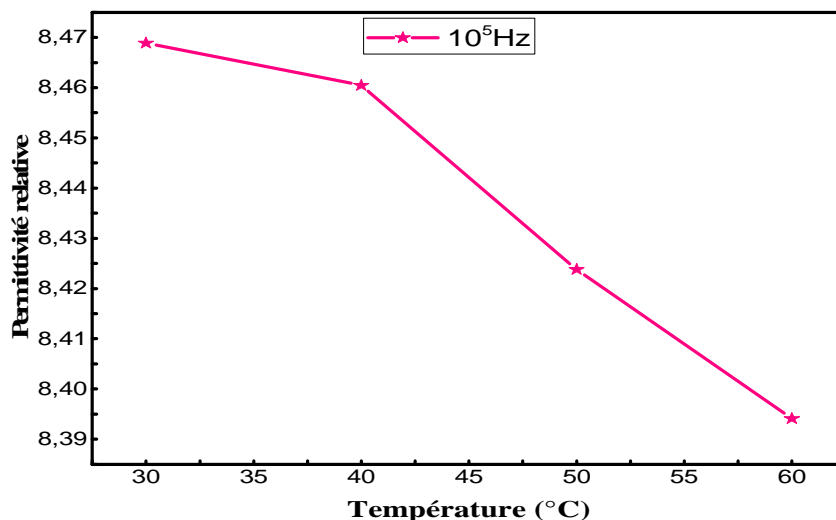


Fig.III.5. La permittivité relative en fonction de la température

III.4.2. Variation des pertes diélectriques

III.4.2.a. En fonction de la fréquence

Les valeurs des pertes diélectriques ($tg\delta$) sont données directement par l'impédance-mètre, en fonction de la fréquence. Ainsi les résultats de cette mesure sont représentés sur la figure (III.6.) et ce pour les différents pourcentages de fibres de carbone.

Pour des fréquences allant de 10^2 à 10^4 Hz, on remarque que les pertes diélectriques diminuent. Au-delà de 10^4 Hz, elles croissent.

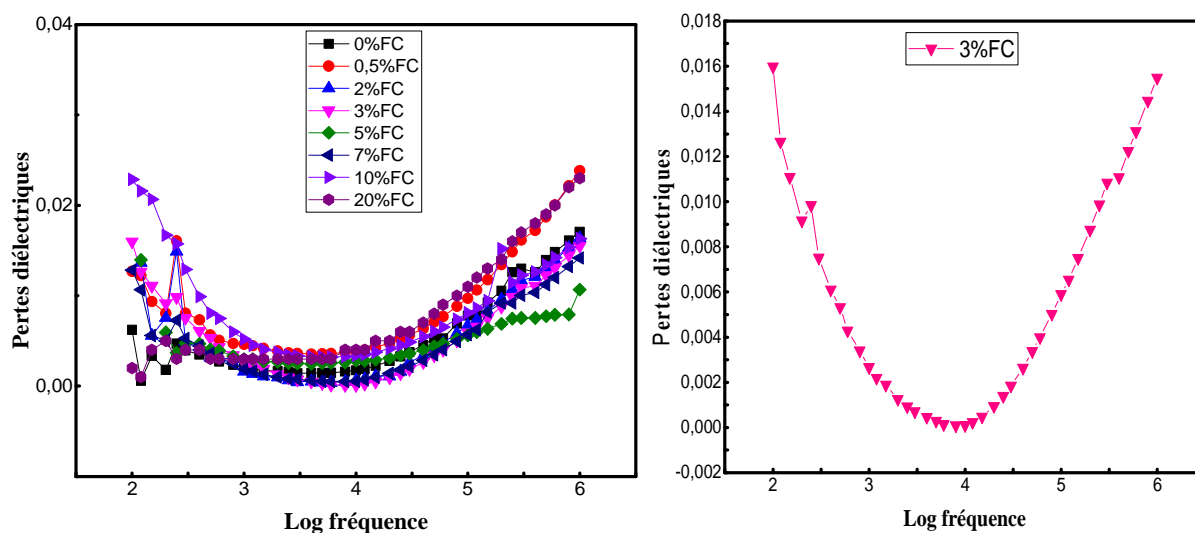


Fig.III.6. Variation des pertes diélectriques en fonction de la fréquence

III.4.2.b. En fonction de la température

Les courbes présentées sur la figure (III.7.) montrent la variation des pertes diélectriques en fonction de la température pour l'échantillon 7% en FC.

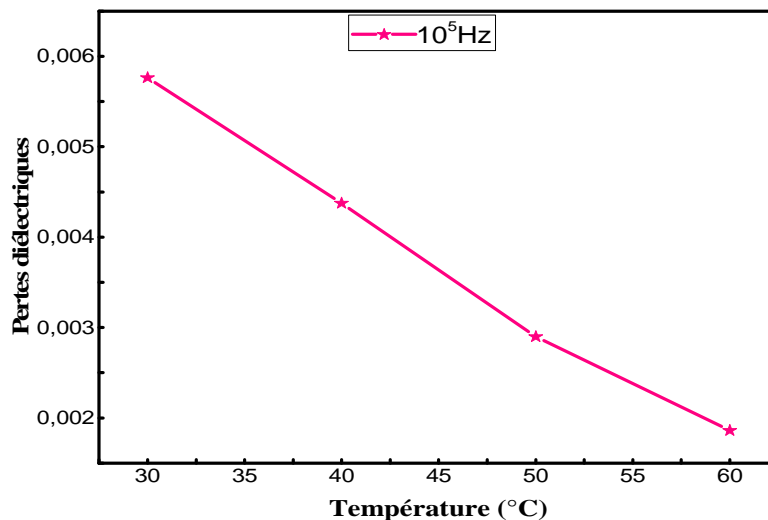


Fig.III.7. Variation des pertes diélectriques en fonction de la température

On constate que les pertes diélectriques diminuent en augmentant la température, tout comme la permittivité relative.

III.5.La conductivité électrique

La variation de la conductivité (σ) en fonction de la fréquence, à différent taux de charges, est représentée sur la figure (III.8.). Ces valeurs sont calculées par la relation suivante :

$$\sigma = 2 \cdot \pi \cdot f \cdot \epsilon_r \cdot \epsilon_0 \cdot \text{tg} \delta \quad \text{(III.1)}$$

π : Constante (3,14)

f: Fréquence (Hz)

ϵ_r : permittivité relative

ϵ_0 : permittivité du vide = $8,85 \cdot 10^{-12}$ F/m

$\text{tg} \delta$: pertes diélectriques

La conductivité reste pratiquement constante pour les fréquences (entre 10^2 et 10^3 Hz). Au-delà, elles augmentent rapidement. On constate aussi que les valeurs de la conductivité varient légèrement en fonction des pourcentages de FC, ce qui induit que le composite reste non conducteur malgré l'ajout des quantités remarquables des fibres, autrement dit on n'est pas arrivé au seuil de percolation [34]. La valeur de ce seuil de percolation dépend en

particulier de la taille et de la géométrie des charges mais également du procédé de mise en œuvre.

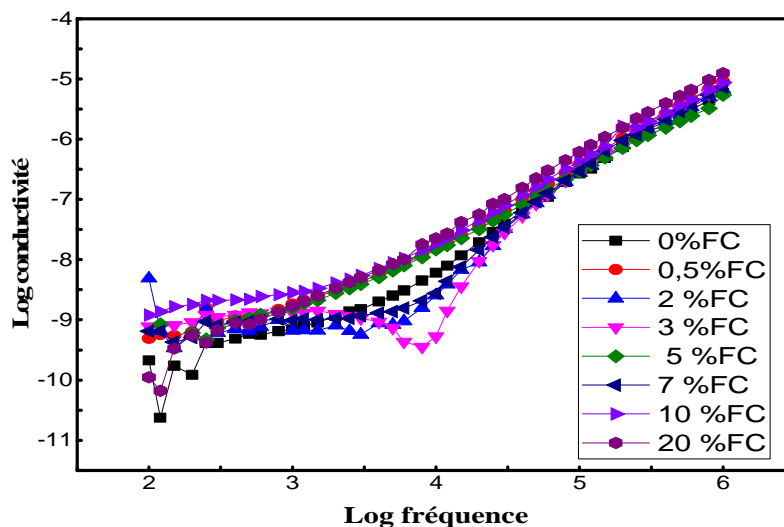


Fig.III.8. Log conductivité en fonction de log fréquence

Par ailleurs, la figure (III.9.) exhibe la variation de la conductivité (σ) en fonction de la fréquence, à différentes températures.

On constate que la conductivité diminue légèrement au fur et à mesure qu'on augmente la température.

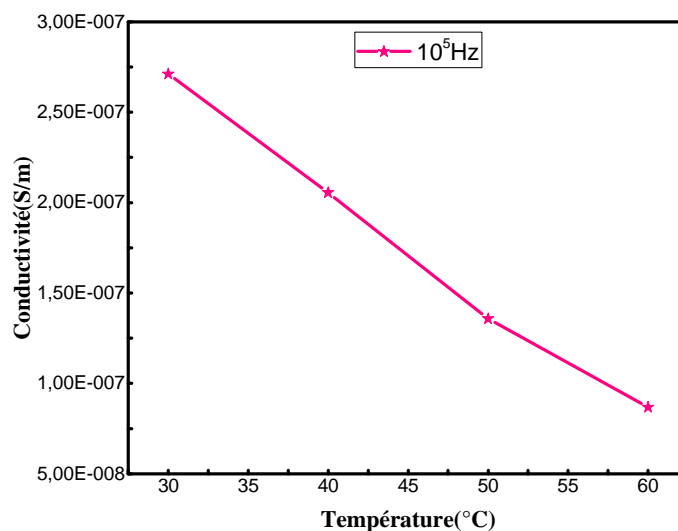


Fig.III.9. Variation de la conductivité en fonction de la température

III.6. Récupération d'énergie

La figure(III.10.) montre l'évolution de la puissance de deux composites (0% et 20%) en fonction de la résistance en appliquant une force à la main sur les différents échantillons. Et ce à l'aide de la loi suivante :

$$P = RI^2 \quad (\text{III.2})$$

P : Puissance (w)

R : Résistance (Ω)

I : Courant (A)

On constate que les deux courbes présentent la même allure.

Pour de faibles résistances, la puissance est presque nulle, à partir d'une valeur de $2.10^6\Omega$ la puissance augmente jusqu'à obtention d'une valeur maximale (un pic), au-delà de cette valeur elle diminue [35,36]. On observe aussi que la valeur de la puissance est plus élevée pour l'échantillon 20%FC, ce qui peut être dû à sa constante diélectrique élevée.

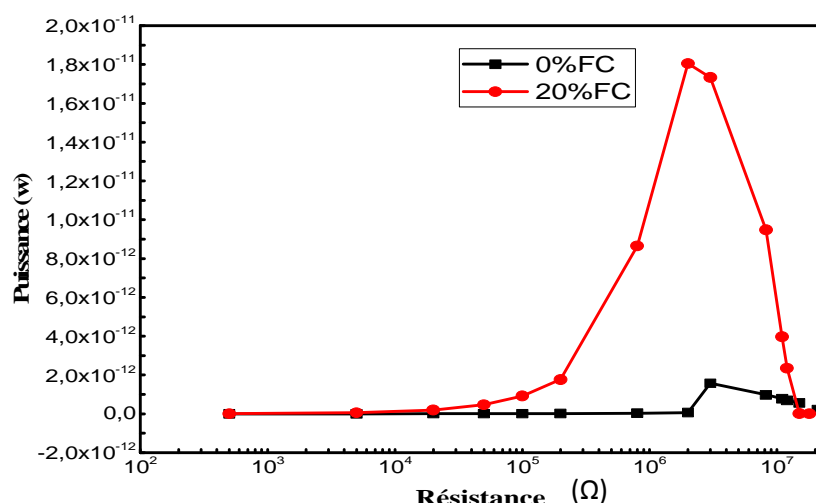


Fig.III.10. Evolution de la puissance en fonction de la résistance

Les valeurs maximales obtenues sont représentées dans le tableau ci-après (tableau.III.1):

Tableau.III.1. Résultat de la récupération d'énergie

Echantillon	Résistance (Ω)	Puissance (w)
Silicone pure	3.10^6	$1,573.10^{-12}$
20 % FC	3.10^6	$1,732.10^{-11}$

La figure(III.11.) montre la réponse en tension lorsqu'on utilise le moteur pas à pas, ainsi que la tension maximale affichée sur l'oscilloscope est de 1,5V (Figure.III.11).

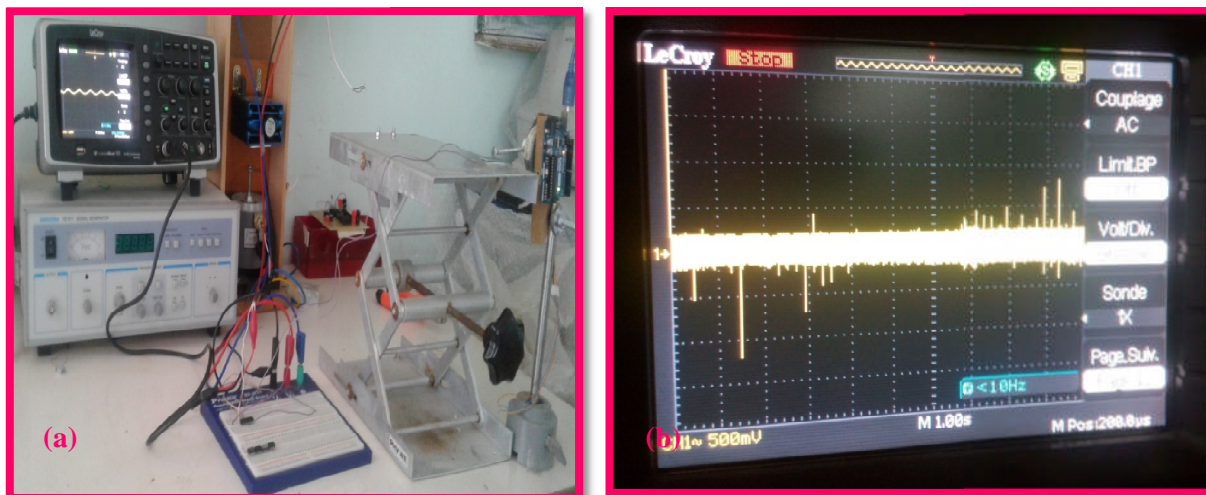


Fig.III.11. Montage de la récupération d'énergie a) Méthode pas à pas b) Réponse en tension

La figure(III.12.a), présente la réponse à vide de l'échantillon 10%FC on observe aucun signal sur l'oscilloscope et la valeur du courant est presque nul 0,002 mA. C'est la raison pour laquelle la led n'est pas allumée.

On voit sur la figure (III.12.b), la led s'allume en appuyant manuellement sur le même échantillon, dans ce cas il joue le rôle de générateur. Une valeur de 1,64 mA s'affiche sur l'ampèremètre et s'accompagne par un signal de tension de 2,5 V (le max du pic). Cette application prouve qu'on a convertit l'énergie mécanique en une énergie électrique.

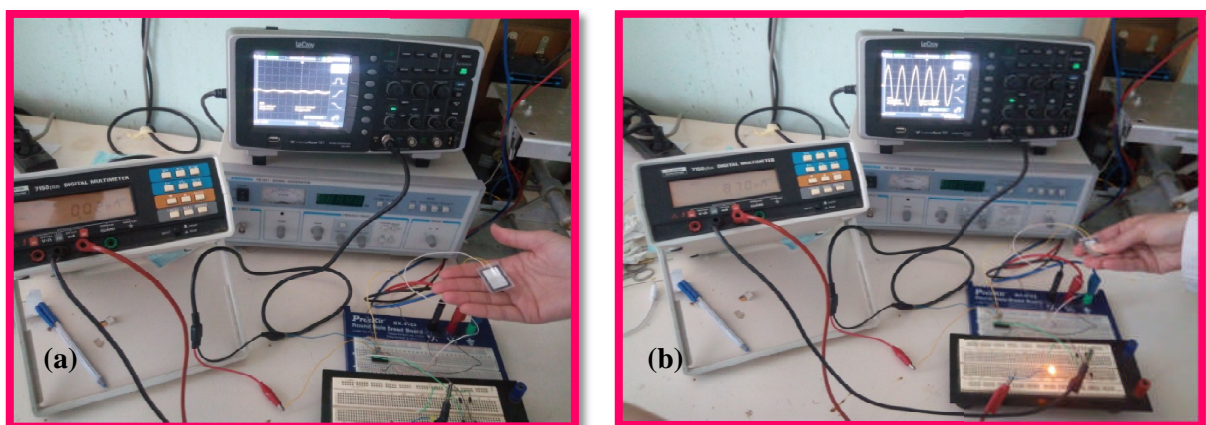


Fig.III.12. Montage de la récupération d'énergie a) Avant d'appliquer une force. b) En appliquant une force

III.7. Conclusion

D'après les résultats précédents, on déduit que :

- ✚ Les propriétés diélectriques des composites élaborés sont influencées par la variation de la fréquence, la température et la teneur en charges conductrices.
- ✚ Le composite préserve son caractère diélectrique même après l'ajout des fibres de carbone, c'est à dire, il reste toujours isolant.

Conclusion générale

Conclusion générale

Nous nous sommes fixés comme but, l'étude des propriétés électriques et diélectriques d'un matériau composite à base de silicone chargée en fibres de carbone. Ce dernier a été préparé par la méthode de compression à chaud. Par la suite, les films obtenus ont été caractérisés par différentes techniques dont les résultats obtenus sont les suivants :

- ❖ Les observations par microscopie électronique à balayage ont montré une distribution homogène des fibres dans le polymère et que la densité des charges est proportionnelle à leur teneur.
- ❖ Les propriétés diélectriques des matériaux composites sont influencées par la fréquence, la température et le taux de charges conductrices incorporées :
 - La permittivité relative, la conductivité et les pertes diélectriques sont en relation de proportionnalité avec le pourcentage de fibres de carbone ajouté.
 - Ces propriétés diminuent en augmentant la température.
 - En ce qui concerne la fréquence, les caractéristiques diélectriques du composite augmentent, sauf la permittivité relative à haute fréquence, cette dernière diminue légèrement.

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 à partir d'un film de 20% en FC et ainsi on a allumé une led.

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

- ✓ La polarisation des échantillons pour améliorer les propriétés diélectriques ;
- ✓ L'association d'un matériau piézoélectrique comme les céramiques à ce composite ;
- ✓ La mise en œuvre d'autres méthodes de synthèse plus prometteuses ;
- ✓ Le changement de type de charges incorporées.

Références bibliographiques

1. S. L. Rosen, "Fundamental principles of polymeric materials", John Wiley and Sons, Inc., New York, 2nd edition, 1982
2. Aklonis J.J, W.J. MacKnight, "Introduction to polymer viscoelasticity", Wiley, New York, 2nd edition, 1983
3. Q. M. Zhang, H. Li, M. Poh, F. Xia, Z.-Y. Cheng, H. Xu, C. Huang, "An all-organic composite actuator material with a high dielectric constant", *J. Nat.* 419 (2002) 284-287
4. Y. Bar-Cohen (Ed.), "Electroactive Polymer (EAP) Actuators as Artificial Muscles - Reality, Potential and Challenges", ISBN 0-8194-4054-X, SPIE Press, Vol. PM98 (March 2001a) 1-671
5. Q. M. Zhang, V. Bharti, X. Zhao, "Giant Electrostriction and Relaxor Ferroelectric Behavior in Copolymer electron-Irradiated Poly(vinylidene fluoride-trifluoroethylene Copolymer)", *J. Sci.* 280(1998) 2101-2104
6. R. Pelrine, R. Kornbluh, Q. Pei, J. Joseph, "High-Speed Electrically Actuated Elastomers with Strain Greater Than 100%", *J. Sci.* 287 (2000) 836-839
7. Y. Bar-Cohen, C. Breazeal, "Biologically-Inspired Intelligent Robots", ISBN 0-8194-4872-9, SPIE Press, Vol. PM122 (March 2003) 1-20
8. Krakovský, T. Romijn, A. Posthuma de Boer, "A few remarks on the electrostriction of elastomers", *J. Appl. Phys.* 85 (1999) 628-629
9. B. Kim, Y.-D. Park, K. Min, J.-H. Lee, S.-S. Hwang, S.-M. Hong, B.-H. Kim, S.-O. Kim, C.-M. Koo, "Electric Actuation of Nanostructured Thermoplastic Elastomer Gels with Ultralarge Electrostriction Coefficients", *J. Adv. Funct. Mater.* 21 (2011) 3242-3249
10. M. Meddad, A. Eddiai, A. Hajjaji, Y. Boughaleb, D. Guyomar, M. Fliyou, "Optimization of the energy harvested by the effect of strain and frequency on an electrostrictive polymer composite", *J. Syn. Met.* 188 (2014) 72-76
11. C. Chaabani, "Composites à fibres de carbone : récupération des fibres par solvolyse hydrothermale. Impact sur la qualité des fibres et valorisation de la phase liquide", Ecole des Mines d'Albi-Carmaux, 2017. France
12. P. Jerschow, "Silicone elastomers", *Rapra review reports*, Report 137, 12 (2001) 1-174
13. J.A. Ha, J.-H. Jang, J.-H. Gil, S.-H. Kim, "The fabrication and performance of a PDMS-based microreformer for application to electronics", *Inter. J. Hydrogen Energy.* 33 (2008) 2059-2063
14. T. Fujii, "PDMS-based microfluidic devices for biomedical applications", *J. Microelec. eng.* 61-62 (2002) 907-914

15. C. Thomas, "Étude des mécanismes d'endommagement des composites fibres de carbone / matrice polyamide : application à la réalisation de réservoirs de stockage de gaz sous haute pression de type IV". École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011. France
16. C. Perron, "Définition et mise en œuvre d'un matériau composite à matrice métallique pour les packagings d'électronique embarquée". Université de Bordeaux, 2017. France.
17. R.Zuo, C.Ye, X.Fang, "Processing and piezoelectric properties of $(\text{Na}_{0.5}\text{K}_{0.5})_{0.96}\text{Li}_{0.04}(\text{Ta}_{0.1}\text{Nb}_{0.9})_{1-x}\text{Cu}_x\text{O}_{3-3x/2}$ lead-free ceramics", J. Amer.Ceram. Soc. 91 (2008) 914–917
18. R.Fournié, R.Coelho, "Diélectriques", Techniques de l'ingénieur, (2008), article D2300.
19. L. Eyraud, "Diélectriques solides anisotropes et ferroélectriques", Paris : Gauthier-Villars, (1967) VIII-183
20. J.C.Mage, M.Labeyrie, "Les matériaux diélectriques pour résonateurs hyperfréquences", L'onde électrique.5(1990) 6-13
21. J.P. Pérez, R. Caples, R. Fleckinger, "Electromagnétisme", Edition Dunod (2002)
22. L.Gendre, F.Daghia, "Matériaux composites et structures composites". Cours Université Paris-Saclay. Edité le 17/05/2011
23. R. Pelrine, R.Kornbluh, J. Eckerle, P.Jeuck, S. Oh, Q. Pei, S. Stanford, "Dielectric Elastomers: Generator Mode Fundamentals and Applications", j.SmartStr.Mater. 4329 (2001)148-156
24. A.Yver, N. Amalric, N. Brochier. "Energies renouvelables et Environnement" Trottoirs et énergies alternatives. INP Toulouse
25. M.Meddad, A.Eddiai, D.Guyomar, S.Belkhiat, A.Hajjaji, K.Yuse, Y.Boughaleb, "Evaluation by fast Fourier transforms analysis of energy harvesting in electrostrictive polymers driven by an electric field and a mechanical excitation". J. Intel. Mater. Syst. and Struct.j.composit.mater. (2012) 1-10
26. M.Meddad, A.Eddiai, A.Charif1, D.Guyomar, A.Hajjaji, "Enhancement of electrostrictive polymer power harvesting using new technique SSHI-Max". J. Opt. Quant. Electron. 48 (2016) 94-103
27. F. L.Pissetti, H.A.Magosso, I.V.P.Yushida, Y.Gushikem, S.O.Myernyi, Y.V.Kholin, "n-Propylpyridinium chloride-modified poly(dimethylsiloxane) elastomeric networks: Preparation, characterization, and study of metal chloride adsorption from ethanol solutions", J. Colloid Interface Sci. 314 (2007) 38-45

28. L.M. Johnson, L.Gao, C.W.Shields, M.Smith, K.Efimenko, K.Cushing, J.Genzer, G.P.Lopez, "Elastomeric microparticles for acoustic mediated bioseparations", *J. Nanobiotechnol.* 11 (2013) 22-39
29. F.A.B.Silva, F.A.Chagas-Silva, F.H.Florenzano, F.L. Pissetti, "Poly(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. Soc.* 27 (2016) 2181-2191
30. S.R.Gaboury, M.W.Urban, "Quantitative analysis of the Si-H groups formed on poly(dimethylsiloxane) surfaces: An ATR FTi.r. approach". *J. Polymer* 33 (1992) 5085-5089.
31. Z. M. Elimat, M.S.Hamideen, K.I.Schulte, H.Wittich, A.De la vega, M.Wichmann, S.Buschhorn, "Dielectric properties of epoxy/short carbon fiber composites", *J. Mater. Sci.* 45 (2010) 5196–5203
32. M.Meddad. "Etude de l'énergie renouvelable dans l'environnement humain pour alimenter les systèmes électroniques portables". Thèse, Université Ferhat Abbas - Setif (2012)
33. B.G. Soares, M.E.Leyva, G.M.O.Barra, D.Khastgir, "Dielectric behavior of polyaniline synthesized by different techniques", *J. Eur. Polymer.* 42 (2006) 676–686
34. B.Agoudjil, A.Boudenne, I. Krupa, L.Ibos,J-C. Majeste, "Propriétés thermophysiques de composites polymère/charges isolantes métallisées". Congrès Français de Thermique, SFT 2007, Les Embiez, 29 mai – 1er juin 2007
35. A.Rjafallah, A.Hajjaji, D.Goyumar, K.Kandoussi, F.Belhora, Y.Boughaleb, "Modeling of polyurethane/lead zirconate titanate composites for vibration energy harvesting",*J. Comp. Mater.* 0(2018) 1–11
36. A.Eddiai, M.Meddad, K.Sbiaai, Y.Boughaleb, A.Hajjaji, D.Guyomar,"A new technique for maximizing the energy harvested using electrostrictive polymer composite", *J. Optic. Mater.* 36 (2014) 13–17

Annexe

I) Variation de la permittivité diélectrique en fonction du taux de fibres de carbone (à 1MHz)

Tableau 1: La permittivité relative (ϵ_r) en fonction des pourcentages de FC

Pourcentages de FC (%)	Permittivité relative ϵ_r
0	6,15419
0,5	6,87456
2	7,3082
3	8,84516
5	9,17118
7	9,2521
10	9,5974
20	9,77743

II) Variation des propriétés diélectriques en fonction de la fréquence

a) La permittivité relative en fonction de la fréquence

Tableau 2: Variation de la permittivité relative (ϵ_r) en fonction de la fréquence à différents taux de charges

Fréquence	Log fréquence	ϵ_r 0%FC	ϵ_r 0,5%FC	ϵ_r 2%FC	ϵ_r 3%FC	ϵ_r 5%FC	ϵ_r 7%FC	ϵ_r 10%FC	ϵ_r 20%FC
100	2	6,13747	7,01182	7,25173	8,78253	9,09051	9,12084	9,40149	9,97875
120	2,07918	6,16231	7,02181	7,26405	8,86449	9,07506	9,09247	9,43499	9,95702
150	2,17609	6,17591	7,01105	7,26882	8,83274	9,19173	9,20866	9,60472	9,9696
200	2,30103	6,18719	7,05883	7,3127	8,88519	9,23404	9,1506	9,65997	10,01936
250	2,39794	6,32085	7,04099	7,35824	8,8415	9,25913	9,23252	9,65567	10,0554
300	2,47712	6,26586	7,07962	7,4264	8,85843	9,28243	9,29065	9,72773	10,0634
400	2,60206	6,26267	7,08496	7,38364	8,91974	9,28841	9,31588	9,7611	10,07027
500	2,69897	6,27558	7,0882	7,39381	8,93243	9,30783	9,3295	9,78824	10,08571
600	2,77815	6,28048	7,09119	7,40939	8,94473	9,31835	9,34313	9,79139	10,09372
800	2,90309	6,28784	7,08954	7,42042	8,95137	9,32175	9,34978	9,80743	10,10115
1000	3	6,28795	7,08905	7,42408	8,95451	9,33453	9,36183	9,81102	10,10115
1200	3,07918	6,28798	7,08974	7,42837	8,95972	9,33866	9,36805	9,81738	10,10287
1500	3,17609	6,2939	7,09018	7,43261	8,96481	9,34109	9,37345	9,82527	10,10515
2000	3,30103	6,29455	7,08869	7,43372	8,96629	9,3457	9,37684	9,82848	10,10401
2500	3,39794	6,29448	7,08763	7,43636	8,96698	9,34877	9,37897	9,83079	10,10458
3000	3,47712	6,2952	7,08666	7,44046	8,97064	9,34198	9,38161	9,83143	10,10401
4000	3,60206	6,29517	7,08452	7,44265	8,97316	9,33874	9,38305	9,83188	10,10172
5000	3,69897	6,29549	7,08282	7,44457	8,97436	9,33753	9,38537	9,83175	10,09944
6000	3,77815	6,29517	7,0806	7,44524	8,97848	9,33664	9,38675	9,82893	10,09658
8000	3,90309	6,2952	7,0778	7,44716	8,97991	9,3313	9,38864	9,82713	10,09314
10000	4	6,29549	7,07513	7,44801	8,97813	9,33405	9,38977	9,82443	10,08914
12000	4,07918	6,29535	7,07323	7,44894	8,97865	9,32523	9,39021	9,82251	10,08628
15000	4,17609	6,2943	7,07032	7,44953	8,98191	9,32256	9,39071	9,81975	10,08228
20000	4,30103	6,29281	7,06611	7,44984	8,98597	9,31762	9,39165	9,81513	10,07484
25000	4,39794	6,29103	7,06227	7,44881	8,98717	9,31609	9,39121	9,81038	10,06912

30000	4,47712	6,28849	7,05915	7,4481	8,98528	9,31495	9,38814	9,80685	10,0634
40000	4,60206	6,2845	7,05434	7,44586	8,9838	9,30824	9,39077	9,79947	10,05368
50000	4,69897	6,28113	7,04924	7,44296	8,98168	9,30265	9,3855	9,79318	10,04396
60000	4,77815	6,28135	7,04471	7,44323	8,97745	9,2961	9,38299	9,7876	10,03595
80000	4,90309	6,2717	7,03658	7,44033	8,97562	9,29125	9,38324	9,77708	10,02108
100000	5	6,26597	7,02825	7,42908	8,96955	9,28348	9,37112	9,76745	10,00678
120000	5,07918	6,2659	7,02113	7,42305	8,95955	9,26843	9,36478	9,75751	9,99477
150000	5,17609	6,25255	7,01182	7,41555	8,95566	9,26487	9,35712	9,74653	9,97875
200000	5,30103	6,24247	6,99778	7,40475	8,94965	9,25573	9,3457	9,73036	9,95588
250000	5,39794	6,22451	6,98654	7,3948	8,9381	9,24351	9,33509	9,71612	9,93643
300000	5,47712	6,21124	6,97541	7,38573	8,92689	9,23332	9,32561	9,70264	9,9187
400000	5,60206	6,21098	6,95664	7,37105	8,90624	9,22336	9,31017	9,68121	9,89067
500000	5,69897	6,19858	6,93973	7,35792	8,88491	9,21285	9,29504	9,6635	9,86608
600000	5,77815	6,18788	6,92452	7,34609	8,86683	9,20484	9,28236	9,64803	9,84492
800000	5,90309	6,16949	6,89758	7,32516	8,85476	9,18647	9,25951	9,62025	9,80831
1000000	6	6,15419	6,87456	7,3082	8,84516	9,17118	9,2521	9,5974	9,77743

b) Variation des pertes diélectriques en fonction de la fréquence

Tableau 3: Variation des pertes diélectriques ($\text{tg}\delta$) en fonction de la fréquence à différents taux de charges

Fréquence (Hz)	Log fréquence	$\text{tg}\delta$ 0%FC	$\text{tg}\delta$ 0,5%FC	$\text{tg}\delta$ 2%FC	$\text{tg}\delta$ 3%FC	$\text{tg}\delta$ 5%FC	$\text{tg}\delta$ 7%FC	$\text{tg}\delta$ 10%FC	$\text{tg}\delta$ 20%FC
100	2	0,00621	0,0127		0,01598	-	0,01283	0,02286	0,002
120	2,07918	5,8E-4	0,01223	0,01366	0,01265	0,01396	0,01066	0,02158	1E-3
150	2,17609	0,00335	0,00934	0,00559	0,01108	-	0,00559	0,02066	0,004
200	2,30103	0,00178	0,00806	0,00755	0,00916	0,00593	0,00501	0,01668	0,005
250	2,39794	0,0047	0,01607	0,01491	0,00984	0,00368	0,00728	0,01575	0,003
300	2,47712	0,00395	0,00805	0,00494	0,00752	0,00474	0,00528	0,01289	0,004
400	2,60206	0,0035	0,00733	0,00431	0,0061	0,00469	0,00444	0,00989	0,004
500	2,69897	0,00338	0,00565	0,00315	0,00533	0,00405	0,0036	0,00806	0,003
600	2,77815	0,00271	0,00506	0,00309	0,0043	0,0039	0,00312	0,00747	0,003
800	2,90309	0,00233	0,00471	0,00303	0,0034	0,0033	0,00249	0,00599	0,003
1000	3	0,00198	0,00464	0,00161	0,00267	0,00299	0,00187	0,00519	0,003
1200	3,07918	0,00188	0,00446	0,00137	0,00219	0,00299	0,00166	0,00452	0,003
1500	3,17609	0,00171	0,00417	0,00107	0,00189	0,00272	0,00129	0,00407	0,003
2000	3,30103	0,00167	0,00389	9,78E-4	0,00126	0,00269	0,00101	0,00374	0,003
2500	3,39794	0,00158	0,00368	6,34E-4	9,33E-4	0,00256	8,11E-4	0,00345	0,003
3000	3,47712	0,00142	0,00361	4,59E-4	7,08E-4	0,00251	7,48E-4	0,00333	0,003
4000	3,60206	0,00144	0,00356	5,29E-4	4,67E-4	0,00245	6,2E-4	0,00325	0,003
5000	3,69897	0,00145	0,00357	4,01E-4	2,95E-4	0,00252	5,23E-4	0,00323	0,003
6000	3,77815	0,00147	0,0036	3,83E-4	1,44E-4	0,00257	5E-4	0,00321	0,003
8000	3,90309	0,0016	0,00372	4,77E-4	8,9E-5	0,00263	4,98E-4	0,00329	0,004
10000	4	0,00173	0,00386	6,2E-4	1,06E-4	0,00284	5,28E-4	0,00339	0,004
12000	4,07918	0,00188	0,00399	7,76E-4	2,36E-4	0,00279	6,99E-4	0,0035	0,004
15000	4,17609	0,00223	0,00429	0,0011	4,79E-4	0,00292	9,61E-4	0,00376	0,005
20000	4,30103	0,00278	0,00476	0,00109	9,49E-4	0,00309	0,00139	0,00416	0,005
25000	4,39794	0,00329	0,00522	0,00162	0,0014	0,00341	0,00181	0,00453	0,006
30000	4,47712	0,00376	0,00563	0,00262	0,00186	0,0036	0,00219	0,00487	0,006
40000	4,60206	0,00453	0,00636	0,00341	0,00264	0,00398	0,00286	0,00547	0,007
50000	4,69897	0,00527	0,00709	0,00416	0,00338	0,00439	0,00348	0,00605	0,008

60000	4,77815	0,00528	0,00769	0,00479	0,004	0,00467	0,00402	0,00654	0,009
80000	4,90309	0,00692	0,00883	0,00586	0,00503	0,00522	0,00493	0,00738	0,01
100000	5	0,00778	0,00971	0,00674	0,0059	0,0056	0,00568	0,00809	0,011
120000	5,07918	0,00778	0,01063	0,00737	0,00655	0,00595	0,00622	0,00864	0,012
150000	5,17609	0,00926	0,01178	0,0083	0,0075	0,00635	0,00819	0,00944	0,013
200000	5,30103	0,01055	0,01342	0,00961	0,00876	0,00688	0,00916	0,01519	0,014
250000	5,39794	0,0126	0,01486	0,0107	0,00987	0,00745	0,00917	0,01145	0,016
300000	5,47712	0,01299	0,01615	0,01168	0,01084	0,00752	0,01005	0,01227	0,017
400000	5,60206	0,0126	0,0172	0,01208	0,01108	0,00754	0,01034	0,01262	0,018
500000	5,69897	0,01396	0,01872	0,01308	0,01224	0,00773	0,01122	0,01342	0,019
600000	5,77815	0,01482	0,02004	0,01393	0,01311	0,00789	0,012	0,01421	0,02
800000	5,90309	0,01611	0,02218	0,01532	0,01447	0,00791	0,01323	0,01533	0,022
1000000	6	0,01705	0,02384	0,01637	0,01548	0,01067	0,01416	0,01632	0,023

c) Variation de la conductivité en fonction de la fréquence

Tableau 4: Variation de la conductivité (σ) en fonction de la fréquence à différents taux de charges

Fréquence (Hz)	Log fréquence	σ 0%FC	σ 0,5%FC	σ 2%FC	σ 3%FC	σ 5%FC	σ 7%FC	σ 10%FC	σ 20%FC
100	2	-9,67402	-9,30553	-	-	-	-	-	-
				8,31155	9,10801		9,18701	-8,92281	9,95499
120	2,07918	-	-9,24215	-	-	-9,07324	-	-8,86714	-
		10,62274		9,17945	9,12617		9,18956		10,17779
150	2,17609	-9,76287	-9,26297	-	-	--	-9,3674	-8,78133	-
				9,47005	9,08829				9,47827
200	2,30103	-9,9124	-9,19905	-	-	-9,21569	-	-8,74692	-
				9,21216	9,04346		9,29269		9,25426
250	2,39794	-9,38419	-8,80362	-	-	-9,32427	-	-8,67504	-
				8,81702	8,91772		9,02971		9,37764
300	2,47712	-9,38418	-9,02201	-	-	-9,13417	-	-8,67978	-
				9,21382	8,95446		9,08738		9,17317
400	2,60206	-9,31246	-8,93753	-	-	-9,01374	-	-8,66852	-
				9,14989	8,91707		9,03614		9,04794
500	2,69897	-9,22968	-8,95331	-	-	-8,98004	-	-8,65893	-9,0753
				9,18826	8,87859		9,03057		
600	2,77815	-9,24647	-8,92173	-	-	-8,91666	-	-8,61267	-
				9,11706	8,89242		9,01244		8,99577
800	2,90309	-9,18596	-8,82837	-	-	-8,864	-	-8,5831	-
				9,00057	8,86826		8,98466		8,87052
1000	3	-9,15905	-8,73846	-	-	-8,80904	-	-8,54805	-8,7736
				9,17817	8,8768		9,01073		

					7				
1200	3,07918	-9,10348	-8,67605	-	-	-8,7304	-	-8,5284	-
				9,16894	8,8821 9		8,98364		8,69435
1500	3,17609	-9,04734	-8,60842	-	-	-8,67468	-	-8,47707	-
				9,17848	8,8509 2		8,99618		8,59734
2000	3,30103	-8,93265	-8,514	-	-	-8,55419	-	-8,38824	-
				9,09252	8,9017 7		8,97898		8,47245
2500	3,39794	-8,85954	-8,44022	-	-	-8,47884	-	-8,32738	-
				9,18371	8,9346 3		8,97598		8,37552
3000	3,47712	-8,82576	-8,36967	-	-	-8,40821	-8,9318	-8,26291	-
				9,24456	8,9751 2				8,29636
4000	3,60206	-8,69657	-8,2514	-	-	-8,29287	-8,8883	-8,14892	-
				9,05785	9,0307 7				8,17152
5000	3,69897	-8,59573	-8,15301	-	-9,1333	-8,18449	-	-8,05443	-
				9,08114			8,86517		8,07471
6000	3,77815	-8,51092	-8,07021	-	-	-8,09716	-	-7,97834	-
				9,02187	9,3653 8		8,80546		7,99565
8000	3,90309	-8,34861	-7,93122	-8,8015	-	-7,96261	-	-7,84278	-
					9,4493 4		8,68217		7,74592
10000	4	-8,21752	-7,81923	-	-	-7,83186	-	-7,73221	-
				8,59067	9,2766 1		8,55981		7,64918
12000	4,07918	-8,10205	-7,725	-	-	-7,76081	-	-7,63913	-
				8,41396	8,8497 9		8,35876		7,57013
15000	4,17609	-7,93117	-7,59721	-	-8,4453	-7,64468	-	-7,51206	-
				8,16707			8,12358		7,37648
20000	4,30103	-7,7118	-7,42755	-	-	-7,49466	-	-7,34329	-
				8,04569	8,0232 4		7,83769		7,25186
25000	4,39794	-7,54111	-7,29079	-	-	-7,35517	-	-7,20985	-
				7,77529	7,7586 5		7,62772		7,07601
30000	4,47712	-7,40424	-7,17879	-	-7,5561	-7,25225	-	-7,09883	-
				7,48763			7,46555		6,99708
40000	4,60206	-7,19838	-7,00099	-	-	-7,0844	-	-6,924	-
				7,24901	7,2781 4		7,22397		6,80561
50000	4,69897	-7,0362	-6,85746	-	-	-6,94525	-	-6,78373	-
				7,06497	7,0743 7		7,04259		6,65113
60000	4,77815	-6,95659	-6,74293	-	-	-6,83961	-	-6,67069	-
				6,92512	6,9222 8		6,90038		6,52115
80000	4,90309	-6,71464	-6,55878	-	-	-6,6666	-	-6,49368	-
				6,71222	6,6972		6,68681		6,35109

					9							
100000	5	-6,56707	-6,4209	-	6,55563	6,53147	-6,53904	-	6,52934	-6,35753	-	6,21341
120000	5,07918	-6,48801	-6,30318	-6,4381	-	6,40752	-6,43417	-	6,41035	-6,25026	-	6,09696
150000	5,17609	-6,31638	-6,16207	-	6,28999	6,25179	-6,3096	-	6,19442	-6,115	-	5,96599
200000	5,30103	-6,13554	-5,98129	-	6,10183	6,05971	-6,14994	-	6,02137	-5,78438	-	5,80986
250000	5,39794	-5,96272	-5,84088	-	5,95864	5,91164	-6,01887	-	5,92467	-5,81093	-	5,65581
300000	5,47712	-5,87122	-5,72634	-	5,84199	5,79217	-5,93617	-	5,80605	-5,70217	-	5,55107
400000	5,60206	-5,75954	-5,57506	-	5,70348	5,65884	-5,81055	-	5,66947	-5,56598	-	5,40254
500000	5,69897	-5,61895	-5,44246	-5,5726	-	5,51976	-5,70372	-	5,53781	-5,4434	-	5,28323
600000	5,77815	-5,51447	-5,33464	-	5,46684	5,41154	-5,61591	-	5,42996	-5,34007	-	5,1827
800000	5,90309	-5,35474	-5,16735	-	5,30207	5,24439	-5,49085	-	5,26392	-5,18322	-	5,01799
1000000	6	-5,23433	-5,04051	-	5,17732	5,11865	-5,26451	-	5,13767	-5,06022	-	4,90315

III) Variation de la permittivité, des pertes diélectriques et de la conductivité en fonction de la température (pour 7%FC à 10⁵Hz)

Tableau 5: Variation de la permittivité relative, les pertes diélectriques et de la conductivité en fonction de la température

Température (°C)	Permittivité relative ϵ_r	Pertes diélectriques $tg\delta$	Conductivité σ
30	8,46886	0,00576	2,71113.10 ⁻⁷
40	8,46045	0,00437	2,05484.10 ⁻⁷
50	8,42379	0,0029	1,35771.10 ⁻⁷
60	8,3941	0,00186	8,67741.10 ⁻⁸

VI) Variation de la puissance en fonction de la résistance

Tableau 6: Variation de la puissance en fonction de la résistance

Résistance(Ω)	Puissance(w) (0%FC)	Puissance(w) (20%FC)
5.10^2	$8,192.10^{-17}$	$5,408.10^{-15}$
5.10^3	$6,3845.10^{-16}$	$5,3045.10^{-14}$
2.10^4	$1,805.10^{-15}$	$1,9602.10^{-13}$
5.10^4	$3,7845.10^{-15}$	$4,7045.10^{-13}$
1.10^5	$6,241.10^{-15}$	$9,216.10^{-13}$
2.10^5	$1,0368.10^{-14}$	$1,7672.10^{-12}$
8.10^5	$2,9768.10^{-14}$	$8,6528.10^{-12}$
2.10^6	$6,962.10^{-14}$	$1,805.10^{-11}$
3.10^6	$1,57323.10^{-12}$	$1,7328.10^{-11}$
$8,2.10^6$	$9,75.10^{-13}$	$9,4792.10^{-12}$
$1,1.10^7$	$7,7616.10^{-13}$	$3,971.10^{-12}$
$1,2.10^7$	$6,9312.10^{-13}$	$2,352.10^{-12}$
$1,5.10^7$	$5,5815.10^{-13}$	$9,6.10^{-15}$
$1,8.10^7$		$2,88.10^{-15}$
$2,1.10^7$	$2,1504.10^{-13}$	

Résumé

Le but de notre travail est l'élaboration et la caractérisation des composites à matrice silicone renforcée par les fibres de carbones à différents taux de fibres (0,5, 2, 3,5, 7, 10 et 20). Nous nous sommes intéressés, particulièrement à l'influence de ces fibres sur les propriétés électriques et diélectriques du matériau composite élaboré.

Après les avoir synthétisés par la méthode de compression à chaud, les échantillons sont caractérisés par différentes techniques (spectrale, morphologique et diélectrique).

Il s'avère que la caractérisation diélectrique des films élaborés a montré que l'incorporation des fibres de carbone engendre une amélioration des paramètres caractéristiques de diélectrique au fur et à mesure que les pourcentages de charge augmentent.

En effet, pour une fréquence de 100Hz, la permittivité relative passe de 6,137 pour la silicone pure à 9,978 pour 20% de renfort en fibres de carbone.

En outre, les échantillons présentant les meilleures propriétés diélectriques ont été, ultérieurement utilisés pour l'application visant la récupération d'énergie.

Pour une résistance de $3 \cdot 10^{+6} \Omega$, la puissance résultante a augmenté ; allant de $1,573 \cdot 10^{-12}$ pour l'échantillon pur jusqu'à $1,805 \cdot 10^{-11}$ pour celui de 20% FC, soit près de 12 fois plus.

Mots clés : Silicone, fibres de carbone, diélectrique, composite, charges conductrices, polymère électroctif.

Abstract

The aim of our work is to develop and to characterize silicone matrix composites reinforced with carbon fibers at different proportions (0.5, 2, 3, 5, 7, 10 and 20). We were particularly interested by these fibers influence on the produced composite material electrical and dielectrical properties.

After being synthesized by the hot compression method, the samples are characterized by different techniques (spectral, morphological and dielectric). Thus, the dielectric characterization of the films composites has shown that the incorporation of carbon fibers leads to an improvement in the characteristic dielectric parameters as the percentages of charge increase. For a frequency of 100Hz, the relative permittivity increased from 6,137 for pure silicone to 9,978 for 20% carbon fibers. Samples with better dielectric properties will then be used for one of the applications of these composites, which is energy recovery: For a resistance of $3 \cdot 10^{+6} \Omega$, the resulting power increases; from $1.5732 \cdot 10^{-12}$ for the pure sample to $1,805 \cdot 10^{-11}$ for the 20% FC sample.

Key words: Silicone, Carbone nanofibers, dielectric, composite, conductress charges, electtractif polymer.