



HAL
open science

Fabrication et caractérisation des MEMS composite pour la récupération d'énergie mécanique

Hussein Nesser

► **To cite this version:**

Hussein Nesser. Fabrication et caractérisation des MEMS composite pour la récupération d'énergie mécanique. Autre. Université de Bordeaux, 2016. Français. NNT : 2016BORD0269 . tel-01443857v2

HAL Id: tel-01443857

<https://theses.hal.science/tel-01443857v2>

Submitted on 16 Jan 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

THÈSE PRÉSENTÉE
POUR OBTENIR LE GRADE DE
DOCTEUR DE
L'UNIVERSITÉ DE BORDEAUX

ÉCOLE DOCTORALE
SPÉCIALITÉ : Electronique

Par M. Hussein NESSER

**Fabrication et caractérisation des MEMS composite pour la
récupération d'énergie mécanique**

Sous la direction de : Mme Hélène DEBEDA et M. Cédric AYELA

Soutenue le 25 novembre 2016

Membres du jury :

Mme. ZAKRI Cécile	Professeur à l'Université de Bordeaux-CRPP	Président
Mme. BARDINAL Véronique	Directrice de recherche CNRS (LAAS,Toulouse)	Rapporteur
M. LEFEUVRE Elie	Professeur à l'université Paris-Sud	Rapporteur
Mme. JEAN-MISTRAL Claire	Maitre de conférences, INSA Lyon	Examineur
M. ROUXEL Didier	Professeur à l'université de Lorraine	Examineur
Mme. DEBEDA Hélène	Maitre de conférences à l'Univ. de Bordeaux-IMS	Directeur de thèse
M. AYELA Cédric	Chargé de recherche CNRS (IMS, Bordeaux)	Co-encadrant de thèse

Remerciements

Ce travail de thèse a été réalisé au Laboratoire de l'Intégration du Matériau au Système (IMS) et financé par l'Agence Nationale pour la Recherche (projet ELENA n ° ANR-12-NANO-0002-03).

A l'issue de la rédaction de cette recherche, je suis convaincu que la thèse est loin d'être un travail solitaire. En effet, je n'aurais jamais pu réaliser ce travail doctoral sans le soutien d'un grand nombre de personnes.

J'exprime ma profonde gratitude à Madame Hélène Dédéda, ma directrice de thèse, pour m'avoir fait confiance pour mener à bien ce sujet de recherche passionnant. Je voudrais lui exprimer toute ma profonde estime pour sa disponibilité, ses précieuses suggestions et les nombreuses discussions qui ont permis l'avancement de ces travaux. Enfin, j'ai été extrêmement sensible à ses qualités humaines d'écoute et de compréhension tout au long de ce travail doctoral.

Je suis reconnaissant envers Monsieur Cédric Ayela pour son excellent encadrement durant ces trois années de thèse, pour l'aide apportée à la réalisation des travaux de recherche et sa rigueur scientifique. Sa contribution intellectuelle dans cette thèse a été un facteur prépondérant de sa réussite. Travailler avec vous a été pour moi un véritable plaisir.

Je tiens à remercier tout particulièrement Madame Isabelle Dufour pour m'avoir accueilli au sein de l'équipe PRIMS. Pour sa gentillesse et pour les débats scientifiques que l'on a partagés et qui ont souvent contribué à l'avancement des travaux en comprenant les phénomènes physiques et le développement des modèles analytiques.

J'associe à ces remerciements les membres du groupe organique et plus particulièrement les membres de l'équipe PRIMS que j'ai eu plaisir à côtoyer durant ces trois années et qui m'ont énormément aidé en ce qui concerne les résultats, les montages et les interprétations.

Je souhaite enfin exprimer ma gratitude envers l'ensemble des personnes avec qui j'ai pu collaborer tout au long de ce projet de thèse. Je commence par mes amis et anciens collègues : Jinkai Yuan, Alan Luna et je n'oublie pas Andrii Dudka. Je remercie également mes collaborateurs de CRPP, LOF et l'équipe puissance pour leurs soutiens dans le cadre du projet ELENA.

Je remercie aussi toutes les personnes qui m'ont aidé au cours de ces trois années, en particulier Pr S.M. Heinrich, Professeur à l'Université Marquette, pour de précieuses discussions sur les calculs analytiques, Dr. N. Alcheikh, pour son aide sur les simulations COMSOL et M. Perroux pour la fabrication du récupérateur multimode obtenu lors de son stage. I. Favre et B. Plano, ingénieurs à l'IMS sont également remerciés respectivement pour l'impression de la masse sismique et les images MEB.

Enfin et pas des moindres, je remercie mes parents et ma chère épouse «Amar» pour leur soutien quotidien indéfectible et leur enthousiasme contagieux à l'égard de mes travaux comme de la vie en général.

Titre : Fabrication et Caractérisation de MEMS composites pour la récupération d'énergie mécanique

Résumé : Les récents progrès dans le domaine des MEMS organiques suscitent un intérêt croissant dans la substitution de micropoutres inorganiques par des micropoutres organiques pour diverses applications. N'ayant été étudiée qu'en mode statique, la réponse électrostrictive des MEMS organiques est présentée pour la première fois en mode dynamique. L'une des originalités de ce travail est de fabriquer un micro-récupérateur d'énergie mécanique avec une approche « tout-organique ». Dans cette thèse, des matériaux nanocomposites à base d'oxyde de graphène réduit (rGO) dispersé dans du poly-diméthyl siloxane (PDMS), sont utilisés pour la récupération de l'énergie mécanique vibratoire avec une transduction électrostrictive. Le dispositif génère une densité de puissance électrique de $8,15 \mu\text{W}/\text{cm}^3$ pour une accélération de 1 g au premier mode de résonance (≈ 17 Hz).

Mots clés : MEMS organique, Récupération d'énergie, Electrostriction, Nanocomposite, CNTs, Oxyde de graphène, Impression, Xurographie.

Title: Fabrication and Characterization of Composite MEMS for mechanical energy harvesting

Abstract: Recent advances in the field of organic MEMS have generated interest in the substitution of inorganic microbeams by organic ones for various applications. Until now, the use of electrostrictive materials is limited to the MEMS operating mostly in static mode. The electrostrictive response of organic MEMS is presented here for the first time in dynamic mode. One of the originality of this work is to produce a micro-mechanical energy harvester fabricated in an all-organic approach. In this thesis, strain sensitive nanocomposite materials based on reduced graphene oxide (rGO) dispersed in polydimethylsiloxane (PDMS) are used for mechanical vibratory energy harvesting with an electrostrictive transducer. With an acceleration of 1 g of the microcantilever base, actuation at the first resonant mode (≈ 17 Hz) generates an electrical power density of $8.15 \mu\text{W}/\text{cm}^3$.

Keywords: Organic MEMS, Energy Harvesting, Electrostrictive, Energy Harvesting, Nanocomposite, CNTs, Graphene oxide, printed, Xurography.

Laboratoire de l'Intégration du Matériau au Système (IMS)

Université de Bordeaux et CNRS, UMR 5218, F-33400 Talence, France

Table des matières

Introduction générale	11
Chapitre 1 : Etat de l'art sur la récupération d'énergie	15
1.1 Généralités	15
1.1.1 Consommation d'énergie et applications	15
1.1.2 Sources d'énergie ambiante	17
La récupération d'énergie éolienne	18
La récupération d'énergie solaire	18
La récupération d'énergie thermique	18
La récupération d'énergie mécanique	18
La récupération d'énergie acoustique	19
La récupération d'énergie biochimique	19
Les techniques de récupération d'énergie électromagnétique	19
1.2 Système de récupération d'énergie mécanique	21
1.2.1 Convertisseur mécanique-mécanique	22
1.2.1.1 Oscillateur mécanique harmonique	22
1.2.1.2 Puissance maximale théorique récupérable	24
1.2.2 Convertisseur électromécanique	25
1.2.2.1 Transducteur piézoélectrique	25
1.2.2.2 Transducteur électromagnétique	27
1.2.2.3 Transducteur électrostatique	28
1.2.2.4 Electrostriction	29
1.3 Technologies MEMS pour la récupération d'énergie mécanique	33
1.3.1 Généralités	33
1.3.1.1 Technologie silicium	33
1.3.1.2 Technologies alternatives	35
1.3.2 Exemples de réalisation pour la récupération d'énergie	39
1.3.2.1 Technologie silicium	39
1.3.2.2 Technologies alternatives : cas des matériaux inorganiques	44
1.3.2.3 Technologies alternatives : cas de matériaux organiques et composites	46
1.4 Synthèse	48
1.5 Références	52
Chapitre 2 : Conception, fabrication et caractérisation de micropoutres polymères	61
2.1 Conception	61
2.1.1 Forme optimale	61
2.1.2 Modélisation analytique	62
2.1.3 Simulation par éléments finis	66
2.1.4 Récupérateur multimodes	68
2.2 Fabrication	72
2.2.1 Procédés	72
2.2.1.1 Couche sacrificielle	73
2.2.1.2 Sérigraphie	73

2.2.1.3	Photolithographie	75
2.2.2	Matériaux	76
2.2.3	Procédé de fabrication	78
2.2.3.1	Masques	78
2.2.3.2	Etapes de fabrication	79
2.3	Caractérisation mécanique	83
2.3.1	Conditions expérimentales	83
2.3.2	Mesure de la fréquence de résonance	85
2.3.3	Caractérisation de la déformation et de la puissance récupérable	86
2.3.4	Récupérateur multimodes	88
2.4	Conclusion	90
2.5	Annexes	92
2.6	Références	97
Chapitre 3 : Intégration du matériau électrostrictif dans des MEMS organique		99
3.1	Introduction	99
3.2	Micro-structuration par xurographie	100
3.3	Les différentes couches constituant le MEMS électrostrictif	101
3.3.1	Substrat flexible	102
3.3.2	Electrode inférieure	103
3.3.3	Matériaux électrostrictifs.	103
3.3.3.1	PDMS/CNT	104
3.3.3.2	Emulsion de PDMS/CNT	105
3.3.3.3	PDMS/rGO	107
3.3.3.3.1	Procédure de fabrication de PDMS/ rGO	107
3.3.3.4	Méthode de dépôt du matériau électrostrictif.	110
3.3.3.4.1	Sérigraphie	111
3.3.3.4.2	Dépôt par spray-coating	112
3.3.3.4.3	Doctor blade	113
3.3.3.4.4	Synthèse	114
3.4	Electrode supérieure	115
3.4.1	Nanotubes de carbone	118
3.4.2	Graisse d'argent	119
3.4.3	Nanofils d'argent	119
3.4.4	Polymère conducteur PEDOT:PSS	119
3.4.5	Etude de la conductivité des électrodes sous déformation	121
3.4.6	Synthèse	123
3.5	Procédé de fabrication : structure finale	124
3.6	Caractéristiques électriques	127
3.7	Test en mode statique : variation de capacité sous déformation	127
3.8	Conclusion	131
3.9	Annexes	133
3.9.1	Annexe 1 : Equipements utilisés	133

3.9.1.1	Microrobot : MicroBot, Imina Technologies SA	133
3.9.1.2	Analyseur d'impédance	133
3.9.2	Annexe 2 : Nanofils d'argent	134
3.9.3	Annexe 3 : PEDOT:PSS	135
3.10	Références	136
Chapitre 4 : Caractérisation du transducteur électrostrictif : vers la récupération d'énergie vibratoire		139
4.1	Introduction	139
4.2	Réponse électrostrictive dynamique par analyse gain/phase	139
4.2.1	Mesure gain/phase par demi-pont de Wheatstone	140
4.2.1.1	Montage et principe	140
4.2.1.2	Tension de sortie du demi-pont et sensibilité	141
4.2.2	Optimisation de la sensibilité du demi-pont de Wheatstone	142
4.2.3	Mesures électriques et optiques	144
4.3	Optimisation de la structure : vers des structures trapézoïdales	146
4.4	Concentration optimale	150
4.5	Influence de la température et la tension de polarisation sur la réponse dynamique	150
4.5.1	Influence de de température et de la tension sur les propriétés électriques du matériau électrostrictif	150
4.5.2	Influence de la tension et de la température sur la fréquence de résonance	152
4.6	Récupération d'énergie mécanique	156
4.6.1	Principe de conversion d'un générateur électrostatique.	157
4.6.1.1	Cycle à tension constante	157
4.6.1.2	Cycle à charge constante.	157
4.6.2	Variation de capacité en dynamique	158
4.6.3	Electronique de conditionnement pour conversion électrostatique	161
4.6.3.1	Circuit primitif	162
4.6.3.2	Circuit de pompe de charge	163
4.6.4	Loi de la variation de la capacité par rapport au cycle mécanique.	164
4.6.5	Test de récupération d'énergie avec circuit primitif	166
4.7	Conclusion	171
4.8	Annexe	172
4.8.1	Annexe1 : Expression de la tension V_s de sortie du demi-pont de Wheatstone (paragraphe 2.1)	172
4.8.2	Annexe 2 : Proportionnalité entre accélération et déformation (paragraphe 6.2)	173
4.9	Références	175
Conclusion générale		179

Introduction générale

Les systèmes fonctionnant avec des piles ne parviennent pas à répondre aux exigences de nombreuses applications nécessitant une longue durée de vie et aucune intervention humaine récurrente. Des besoins pour les réseaux de capteurs autonomes, pour des microsystèmes dans le domaine du médical, la robotique, etc., peuvent par exemple être cités. L'Internet des objets (IoT), concept informatique émergent, décrit également une structure générale dans laquelle des objets physiques sont connectés par Internet sans intervention humaine. Des opérateurs autonomes fonctionnant à long terme sont des éléments clés pour la réalisation de tels réseaux complexes. Ces derniers comportant des dispositifs potentiellement capables de récupérer leur énergie nécessaire à partir de sources ambiantes, ils constituent un besoin de nouvelles technologies de conversion d'énergie renouvelable de nos jours croissante. La consommation électrique de ces (micro)systèmes ayant diminué (<1 mW) suite à leur réduction d'échelle, il devient alors possible de les alimenter en utilisant uniquement l'énergie ambiante. Dans ce contexte, une attention croissante s'est portée ces deux dernières décennies sur la récupération d'énergie à partir de sources d'énergie ambiantes telles que la lumière, la chaleur et les vibrations mécaniques. La récupération d'énergie mécanique est l'une des approches les plus prometteuses pour pouvoir alimenter des microsystèmes électromécaniques (MEMS MicroElectroMechanicalSystems) sans fil ou les réseaux de capteurs autonomes, en utilisant les vibrations mécaniques très présentes autour de nous (être humain, machine à laver, voiture automobile, etc.). Dans la plupart des cas, cette énergie mécanique peut être convertie en électricité à l'aide de trois systèmes de transduction électromécanique : électrostatique, électromagnétique et piézoélectrique. Des nombreuses études concernent l'utilisation d'éléments piézoélectriques pour la récupération d'énergie à petite échelle car ces matériaux présentent une densité d'énergie relativement élevée et un fort couplage électromécanique intrinsèque. Cependant, ces matériaux (céramiques piézoélectriques notamment) sont souvent rigides et peu déformables sous l'effet des vibrations. Pour de nombreuses applications pour lesquelles une basse fréquence et une large gamme d'excitation mécanique sont nécessaires (mouvement humain par exemple), le couplage du matériau piézoélectrique à certaines de ces sources d'excitation produit une énergie mécanique faible. Pour ces applications, les matériaux électrostrictifs composites dont le module de Young se situe dans la gamme de quelques MPa à des centaines de MPa, semblent très attractifs notamment pour assurer une bonne adaptation mécanique, grâce à leur flexibilité supérieure à celle de matériaux piézoélectriques polymères. Outre ces grandes capacités de déformation, les polymères électrostrictifs sont peu onéreux à réaliser et simples à mettre en œuvre. En outre, fonctionnant sous une tension de polarisation faible, ils peuvent être obtenus sous différentes formes et sur de grandes surfaces.

Dans ce cadre, le projet ELENA (Electrostriction géante de nanomatériaux mous pour la récupération d'énergie) initié en 2012 et financé par l'Agence Nationale de la Recherche (ANR), concerne la récupération d'énergie par effet électrostrictif grâce aux vibrations mécaniques pour l'alimentation de MEMS sans fil et des réseaux de capteurs autonomes. Le but est d'obtenir une densité de puissance de sortie de l'ordre de quelques dizaines de

$\mu\text{W}/\text{cm}^3$. Le consortium bordelais impliqué pour cette ANR est pluri-disciplinaire puisqu'il regroupe trois laboratoires académiques ayant des expertises en chimie, physique, conception, fabrication de MEMS et électronique : le Centre de Recherches Paul Pascal CRPP porteur de ce projet, le Laboratoire du Futur LOF, le laboratoire d'Intégration du Matériau au Système IMS et la compagnie Solvay qui exerce des activités dans le domaine de l'électronique organique. Pour la récupération d'énergie, le choix s'est porté sur des capacités variables à base de nanomatériaux électrostrictifs. L'originalité de ce projet consiste à développer et intégrer dans des résonateurs MEMS des matériaux électrostrictifs composites innovants possédant un coefficient d'électrostriction géant et une constante diélectrique très élevée. Des matériaux nanocomposites à base de polymère poly-diméthyl siloxane (PDMS) chargé de nanoparticules conductrices (nanotubes de carbone (CNT) ou oxyde de graphène réduit (rGO)), ont été formulés. Ce projet de recherche multidisciplinaire a été organisé en 4 tâches comme illustré Figure 1.1, pour réaliser la chaîne complète de développement, de la formulation de matériaux électrostrictifs à leur intégration dans des dispositifs MEMS et la gestion de l'énergie associée.

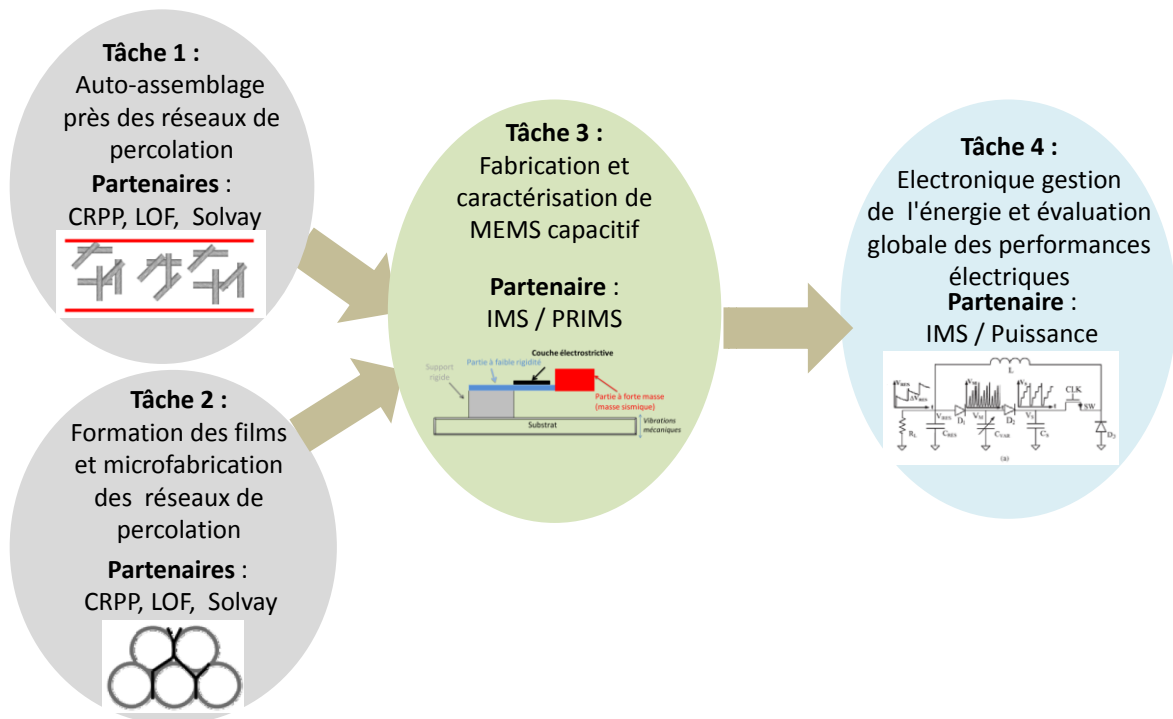


Figure 1.1 : Le projet ELENA est divisé en 4 tâches de travail : production de matériaux électrostrictifs (tâches 1 et 2), fabrication et caractérisation des MEMS organiques (tâche 3) et électronique associée (tâche 4)

Ma thèse s'inscrit dans le cadre de la tâche 3. L'équipe PRIMS (PRInted Microelectromechanical Systems) du laboratoire IMS à laquelle j'appartiens, conçoit et réalise des microsystèmes imprimés pour différentes applications. Nous devons assumer la réalisation d'un dispositif électrostrictif MEMS permettant de générer une puissance électrique à partir de l'énergie vibratoire. Mon travail de thèse s'est porté sur la conception, la fabrication et la caractérisation mécanique et électrique de MEMS organiques flexibles utiles pour l'application de récupération d'énergie. L'objectif est de pouvoir intégrer les matériaux

électrostrictifs développés au CRPP et au LOF dans des MEMS avec des méthodes simples, rapides et peu coûteuses pour obtenir un récupérateur d'énergie efficace. Des résonateurs de type micropoutre sont couramment utilisés comme convertisseur mécanique. La plupart des résonateurs proposés jusqu'à présent sont réalisés à partir d'un matériau inévitablement coûteux à base de silicium et des techniques de micro-usinage associées. Les récents progrès dans le domaine des MEMS organiques ont suscité un intérêt dans la substitution de microleviers inorganiques par des microleviers organiques pour diverses applications en raison de leur faible coût, une déformation mécanique élevée et une fabrication simplifiée, notamment par l'utilisation de méthodes d'impression. À ce jour, la réponse électrostrictive dans des MEMS organiques n'a été observée qu'en configuration de flexion statique. Dans ce mémoire, nous présentons la première transduction électrostrictive en mode dynamique en utilisant un procédé de fabrication innovant et à faible coût, respectueux de l'environnement. L'une des originalités de ce travail est de réaliser un micro-récupérateur d'énergie mécanique dans une approche tout-organique. Ce travail s'articule autour de trois principaux objectifs:

- L'optimisation du comportement mécanique d'un convertisseur mécanique-mécanique de type micropoutre organique.
- L'intégration des matériaux composites électrostrictifs dans des MEMS et leurs caractérisations en mode statique et dynamique.
- La validation du potentiel de ces microstructures pour la récupération d'énergie avec une transduction capacitive.

Dans le premier chapitre, un état de l'art sur les différents types de récupérateurs d'énergie ambiante selon les sources sera proposé en nous orientant vers les convertisseurs de type électromécanique. Les systèmes de récupération d'énergie mécanique seront détaillés en présentant les différents types de transducteurs électromécaniques et bien sûr la transduction électrostrictive. Les technologies MEMS pour la récupération d'énergie mécanique dont les technologies silicium et les technologies alternatives avec diverses techniques de fabrication, seront présentées. Enfin, une comparaison qualitative de différents types de générateurs électromécaniques sera effectuée en termes de densité de puissance, de conditions de fonctionnement et de potentiel d'intégration.

Dans le second chapitre, nous nous intéresserons au convertisseur mécanique-mécanique qui sera un dispositif intermédiaire entre l'énergie ambiante et le transducteur à base de matériaux électrostrictifs. Il se compose d'une micropoutre flexible rattachée à une masse sismique à son extrémité libre. Une étude de simulation par éléments finis et l'optimisation du convertisseur mécanique-mécanique seront menées afin d'avoir une microstructure présentant une large déformation en surface à une fréquence de résonance faible, compatible avec les vibrations ambiantes. Une méthode originale de fabrication, combinant la photolithographie et la sérigraphie, sera développée pour la fabrication de notre dispositif. Les caractéristiques mécaniques des micropoutres comportant la fréquence de résonance du premier mode de flexion hors plan et la déformation produite par la structure à la résonance seront ensuite déterminées. La conception, la fabrication et la caractérisation d'une structure mécanique multimode composée de cinq micropoutres devra permettre de couvrir une gamme de

vibrations de 300 Hz dans la même gamme de fréquence que celle des sources de vibrations ambiantes.

Le troisième chapitre sera dédié aux études faites sur l'intégration des matériaux électrostrictifs dans des MEMS organiques. Le microdispositif réalisé sur un substrat flexible sera constitué d'une micropoutre composée du matériau électrostrictif pris en sandwich entre deux électrodes. Plusieurs types de dépôt seront explorés pour la réalisation de la couche électrostrictive à base de PDMS: tournette, sérigraphie, dépôt à la raclette et pulvérisation. Une grande partie de l'étude a été consacrée au choix des électrodes devant répondre à de multiples critères en termes d'adhérence, de flexibilité et de maintien de la conductivité sous contrainte mécanique. Des mesures électriques en mode statique permettront de valider les choix technologiques. Enfin, la structuration du dispositif sera réalisée par une méthode simple, pratique, écologique et bas coût : la xurographie (principe de découpe numérique).

Enfin, une fois le procédé de fabrication optimisé, des mesures électriques en mode dynamique réalisées sur un récupérateur d'énergie vibratoire seront présentés dans le chapitre 4. Les différents types de micropoutre seront testés à l'aide d'un pot vibrant sous des accélérations contrôlées, puis insérés dans un circuit primitif de conditionnement continu pour évaluer la puissance électrique qui pourra être récupérée avec ces nanomatériaux. L'influence de la géométrie des micropoutres tout comme la concentration des charges dans les nanocomposites sur l'énergie récupérable sera aussi étudiées. L'effet des paramètres tels que la tension de polarisation et la température ont aussi été observés.

Chapitre 1 : Etat de l'art sur la récupération d'énergie

1.1 Généralités

La récupération d'énergie, appelée en anglais « energy harvesting », est le processus d'obtention de l'énergie utilisable à partir de sources environnementales qui nous entourent.

1.1.1 Consommation d'énergie et applications

En 2013, la consommation d'énergie mondiale est de 21500 TWh et l'énergie renouvelable représente moins de 15% du total. La consommation d'énergie va continuer d'augmenter avec le temps pour atteindre 45000 TWh en 2050. Cette énergie est utilisée dans des domaines variés pour alimenter divers appareils avec une gamme de puissance allant du mégawatt (MW) au nanowatt (nW) :

- Les applications « mégawatts » concernent l'alimentation des domaines résidentiels et industriels. Les sources renouvelables classiques appropriées pour ces applications sont l'énergie potentielle hydraulique grâce à la force gravitationnelle de chute d'eau [1]), l'énergie solaire grâce aux panneaux photovoltaïques [2], [3] et l'énergie éolienne [4].
- Les applications allant du milliwatt au microwatt comprennent les applications nécessitant de faibles puissances telles que les capteurs ou réseaux de capteurs alimentés par des cellules solaires [5], les vibrations alimentant les montres bracelets [6], les thermopiles micro-usinées intégrées dans un corps humain [7], les générateurs piézoélectriques intégrés dans une chaussure [8], etc.
- Les applications nanowatts associées à des objets de dimensions moléculaires et microscopiques sont basées sur les nanotechnologies émergentes. Des exemples de récupération d'énergie pour de telles applications sont les nanofils piézoélectriques, les nanotubes de carbone, les cellules photovoltaïques à base d'hétérojonction nanométrique [9] [10], les récupérateurs de bruit pour les nanocapteurs [11], etc.

La puissance récupérable est souvent limitée par la taille du système de récupération d'énergie. Afin de maintenir le faible encombrement imposé par les dimensions des microsystèmes, nous retiendrons que la densité de puissance de sortie maximum d'un tel système de récupération d'énergie est de l'ordre de 10-100 mW/cm³. Les microstructures de récupération d'énergie ne peuvent donc pas alimenter un ordinateur portable ou un Smartphone. Elles conviennent par contre parfaitement pour donner l'énergie nécessaire au fonctionnement de capteurs simples de pression, d'accélération ou de température, pour envoyer un SMS, alimenter une montre électrique ou un émetteur Bluetooth, par exemple. Un microrécupérateur peut aussi transmettre 100 bits de données à 10 mètres, cette opération répétée 100 fois par seconde consomme alors 100µW [12]. La Figure 1.1 présente des

exemples des récepteurs de puissance disponibles dans notre vie quotidienne avec la puissance de fonctionnement associée variant entre 100 nW et 35 W.

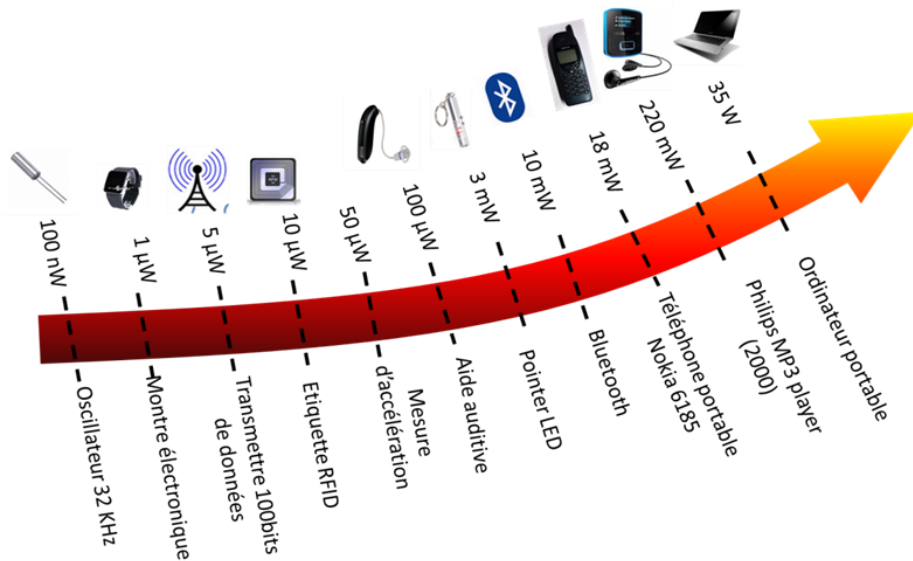


Figure 1.1 : Quelques exemples de dispositifs électroniques du quotidien et leur puissance de fonctionnement

Les réseaux de capteurs sans fil (Wireless Sensor Networks WSNs en anglais) peuvent aussi être alimentés par des microrécupérateurs d'énergie. Ce sont des réseaux spontanés constitués de nœuds déployés en grand nombre en vue de collecter et de transmettre des données vers un ou plusieurs points de collecte, et cela de façon autonome. Les nœuds de capteurs composant le réseau possèdent généralement de faibles capacités de calcul, de mémoire et nécessitent ainsi une consommation d'énergie faible, de quelques mW. Le schéma de principe du noyau d'un nœud de capteurs sans fil typique est représenté Figure 1.2. Il se compose généralement d'un microcapteur, un microcontrôleur, un émetteur, un récepteur, une antenne, un réservoir pour le stockage d'énergie ainsi qu'une source d'alimentation et un circuit de gestion de l'énergie.

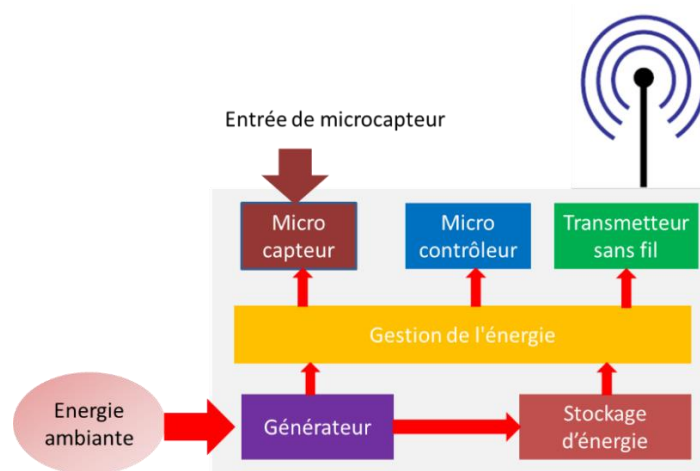


Figure 1.2 : Schéma de principe du noyau d'un nœud de capteurs sans fil typique nécessitant quelques mW de puissance pour leur alimentation et fonctionnement

Les WSNs fonctionnant avec des piles ne parviennent pas à répondre aux exigences de nombreuses applications nécessitant des durées de vie du réseau sur des décennies ou plus. L'utilisation de piles présente un inconvénient majeur lié à la perte d'énergie [13]. C'est la raison pour laquelle les recherches s'orientent vers l'utilisation de WSNs qui ont la capacité d'extraire de l'énergie à partir du milieu environnant.

1.1.2 Sources d'énergie ambiante

Il existe sur terre de nombreuses sources d'énergie ambiante capables d'être transformées en énergie électrique (Figure 1.3) :

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



Figure 1.3 : Sources d'énergie disponibles sur terre

Les principes de conversion de l'énergie disponible sur terre sont variés et dépendront de la source d'énergie ambiante et de la méthode de transformation de cette énergie en électricité (Figure 1.4).

La récupération d'énergie éolienne est le processus de conversion du flux d'air (par exemple, le vent) en énergie électrique. L'énergie éolienne est déjà utilisée à grande échelle. A noter qu'en 2013, la production mondiale d'électricité éolienne a atteint 636,78 TWh, en augmentation de 21,8 % par rapport à 2012 ; elle représentait 2,7 % de la production totale d'électricité [14]. Souvent de grandes dimensions, il existe cependant des éoliennes miniatures capables d'alimenter les WSNs et les microsystèmes [15]–[17].

La récupération d'énergie solaire est le processus de conversion des photons provenant de sources telles que la lumière solaire ou artificielle en électricité. L'énergie solaire peut être exploitée en utilisant des cellules photovoltaïques. Celles-ci sont réalisées à partir d'hétérojonctions constituées de deux matériaux semi-conducteurs, l'un de type n et l'autre de type p. Un champ électrique est formé dans la zone de contact entre ces deux matériaux, dite jonction p-n. Divers prototypes de récupérateurs photovoltaïques sont décrits dans la littérature [18]–[20]. Le photovoltaïque est l'un des principaux moyens de récupération d'énergie vendu commercialement. Fin 2015, la puissance totale raccordée sur l'ensemble du territoire français est de 6,192 GW soit une progression de 16,9 % depuis fin 2014 [21].

La récupération d'énergie thermique est classée en deux catégories :

- *La récupération d'énergie thermoélectrique* est le processus de création d'énergie électrique à partir de gradients thermiques en utilisant des générateurs thermoélectriques (thermoelectric generator TEG en anglais). L'élément central d'un TEG est une thermopile formée par des ensembles de deux conducteurs dissemblables placés entre une plaque chaude et une froide et connectés en série. Un récupérateur thermoélectrique est basé sur l'effet Seebeck [22] : les deux conducteurs réagissent différemment à la différence de température, créant ainsi un flux de chaleur à travers le générateur thermoélectrique. Ceci produit ainsi une différence de tension qui est proportionnelle à la différence de température entre les plaques chaudes et froides.
- *La récupération d'énergie pyroélectrique* est le processus de génération de tension lors de l'échauffement ou le refroidissement de matériaux pyroélectriques. Les variations de température de ces matériaux modifient les positions des atomes dans la structure cristalline du matériau pyroélectrique, ce qui produit une dissymétrie des charges et par suite une tension. Quelques exemples de ce type de récupérateur pour les WSNs sont décrits dans la littérature [23], [24].

La récupération d'énergie mécanique est le processus de conversion d'énergie mécanique en énergie électrique qui s'établit en utilisant par exemple des vibrations, des contraintes mécaniques, la déformation de la surface d'un capteur, des moteurs à haute pression, etc. Le principe de la récupération d'énergie mécanique est de convertir l'énergie des déplacements et des oscillations mécaniques d'un composant de type masse-ressort monté à l'intérieur du convertisseur d'énergie, en énergie électrique [25]. Cette récupération d'énergie

mécanique est basée principalement sur trois principes de transduction : piézoélectrique, électrostatique et électromagnétique, qui seront présentés partie 1.2.2 de ce chapitre.

La récupération d'énergie acoustique est le processus consistant à convertir les ondes acoustiques élevées et continues de l'environnement en énergie électrique au moyen d'un transducteur acoustique ou un résonateur. Cependant, la puissance acoustique récupérée est faible et une telle énergie ne peut être récupérée que dans des environnements très bruyants. Des exemples de systèmes de récupération d'énergie acoustique peuvent être trouvés dans [26]–[28].

La récupération d'énergie biochimique est le processus de conversion de l'oxygène et des substances endogènes en électricité par l'intermédiaire de réactions électrochimiques [29]. Les cellules de biocarburants agissant comme enzymes actives et les catalyseurs peuvent être en particulier utilisés pour transformer l'énergie biochimique en énergie électrique. Par exemple, les fluides du corps humain comprennent de nombreux types de substances qui ont un potentiel de récupération [30]. Des prototypes capables d'alimenter des dispositifs microélectroniques ont été mis au point récemment [31], [32].

Les techniques de récupération d'énergie électromagnétique peuvent être classées en deux catégories : RadioFréquence (RF) et résonante.

- *La récupération d'énergie RF* est le processus de conversion des ondes électromagnétiques RF en électricité en utilisant une antenne de redressement. L'énergie peut être récupérée soit à partir de l'énergie RF provenant de sources telles que la radio, la télévision, les téléphones portables et les communications WiFi, ou à partir de signaux électromagnétiques générés à une longueur d'onde spécifique. Pour ce type de récupération d'énergie la puissance générée dépendra de la distance entre l'émetteur RF et le récupérateur.
- *La récupération d'énergie résonante* est basée sur le processus de transfert de l'énergie électrique entre deux bobines résonant à la même fréquence.

Par exemple, des travaux sur les récupérateurs d'énergie sans fil RF pour un réseau de capteurs déployés à l'intérieur d'un réacteur nucléaire ont exploité le concept de transfert d'énergie non radiatif pour recharger périodiquement la batterie de nœuds de capteurs [20], [21].

Toutes les techniques de récupération d'énergie décrites précédemment pourraient être combinées et utilisées simultanément sur une seule plate-forme appelée récupérateur d'énergie hybride [35].

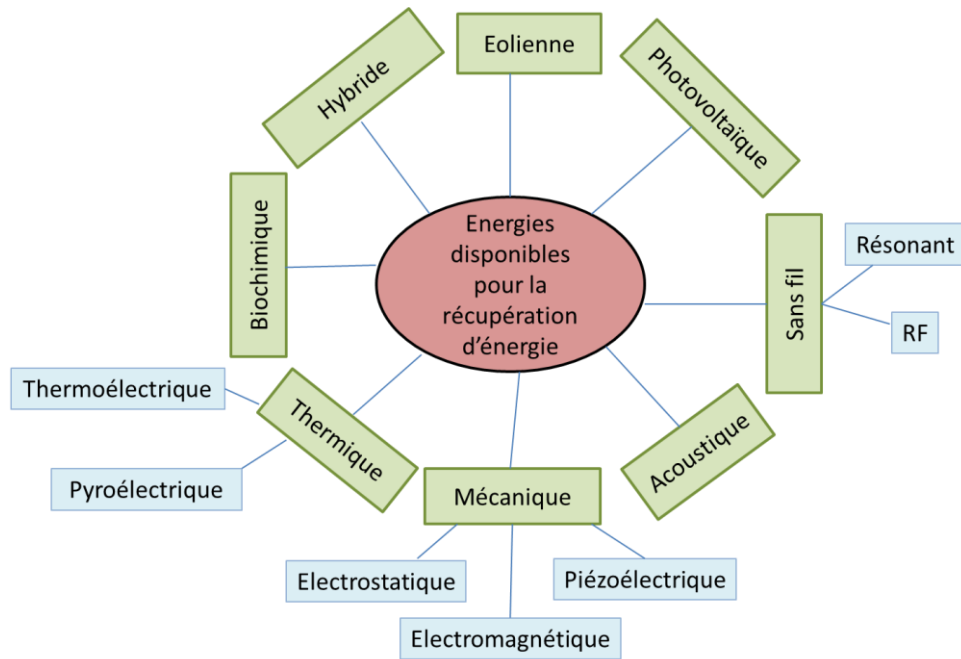


Figure 1.4 : Les différents types d'énergie disponibles dans l'environnement, inspiré de [36]

Le Tableau 1.1 permet de comparer les densités de puissance obtenues avec les différentes sources d'énergie présentées précédemment.

Tableau 1.1 : Comparatif des densités de puissance obtenues avec différentes sources d'énergie

Références	Source d'énergie	Densité de puissance ($\mu\text{W}/\text{cm}^3$)
[37], [38]	Photovoltaïque	15000 à l'extérieur (soleil) A l'intérieur: <10
[38]	Thermoélectrique	1000 à 10000
[39]	Eolienne	380 pour une vitesse de 5 m/s
[37]	RF	0,1 pour GSM 900/1800 MHz
[40], [41]	Mécanique	1 à 1000
[42]	Acoustique	0,96 @ 100 dB

Nous nous intéressons au cours de ce travail à la récupération d'énergie mécanique à partir des vibrations ambiantes qui sont très présentes dans les environnements où les réseaux de capteurs sans fil peuvent potentiellement être déployés. Ce principe de conversion est une approche d'autant plus intéressante que la densité de puissance générée est relativement élevée comparée à d'autres sources d'énergie ambiante. La source d'énergie mécanique vibratoire peut être générée par l'être humain en mouvement ou par n'importe quelle structure vibrante. La fréquence de l'excitation mécanique dépendra de la source. Elle sera de quelques dizaines de Hz pour les mouvements humains, alors que pour les vibrations de machines, la

gamme de fréquence sera 30-1000 Hz, avec des amplitudes de vibration pouvant être faibles (<0,1 g). Le Tableau 1.2 résume les caractéristiques de plusieurs sources vibratoires rencontrées communément [43]. Les vibrations nous entourant générant généralement des amplitudes de vibration faible, le système de récupération d'énergie mécanique sera utilisé généralement à la résonance pour générer un maximum d'énergie. La structure d'un tel système est présentée paragraphe suivant.

Tableau 1.2 : Sources d'énergie vibratoires utiles pour la récupération d'énergie mécanique

Sources de vibrations	Accélération (g)	Fréquence (Hz)
Socle d'une machine trois axes	1,00	70
Robot de cuisine	0,65	121
Sèche-linge	0,35	121
Four micro-ondes	0,22	121
Ventilations dans un bureau	0,02 à 0,15	60
Machine à laver	0,05	109
Réfrigérateur	0,01	240

1.2 Système de récupération d'énergie mécanique

Un système de récupération d'énergie vibratoire est constitué de plusieurs parties (Figure 1.5). Le convertisseur mécanique-mécanique est généralement un oscillateur mécanique de fréquence de résonance précise. La fréquence de résonance est la fréquence f_0 pour laquelle une excitation donnée produit le plus grand déplacement. Le spectre de résonance est encore caractérisé par le facteur de qualité, le rapport entre la fréquence de résonance f_0 et la bande-passante Δf à - 3dB et détermine alors la finesse du pic de résonance. Le convertisseur mécanique-mécanique transfère ensuite l'énergie des vibrations environnementales au transducteur électromécanique. Trois types de transducteurs sont couramment utilisés : piézoélectrique, électromagnétique et électrostatique. Dans certains systèmes, le convertisseur mécanique-mécanique de capture des vibrations et le transducteur sont un seul élément. Le transducteur génère une puissance électrique qui sera traitée par un circuit électronique de conditionnement avant d'être stockée puis utilisée par une charge électronique dépendant des applications.

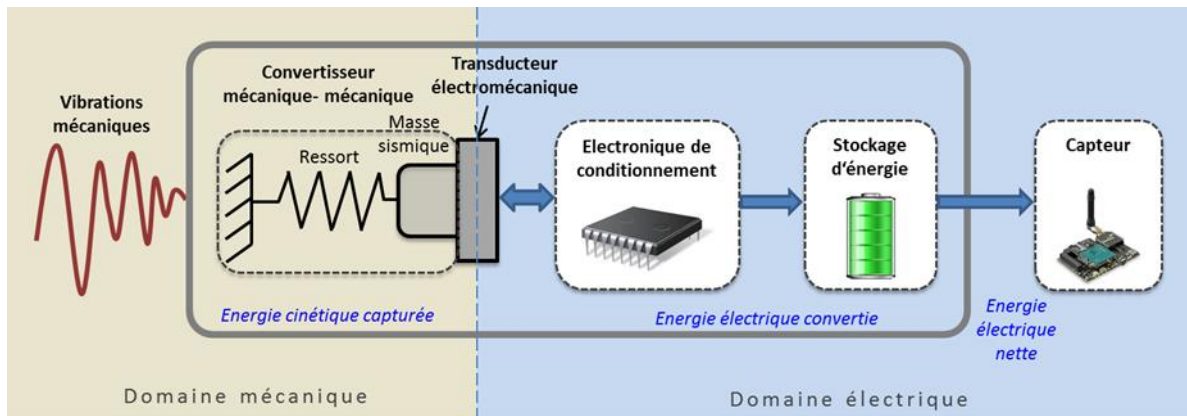


Figure 1.5: Schéma du système de récupération d'énergie vibratoire ambiante

1.2.1 Convertisseur mécanique-mécanique

Les convertisseurs mécanique-mécanique sont généralement des systèmes classiques de type masse-ressort, modélisés par une équation différentielle du second ordre. Le modèle général des récupérateurs d'énergie mécanique a été développé par Williams et Yates [44]. Ce modèle permet notamment de déterminer la puissance maximale théorique récupérable d'un système de récupération d'énergie vibratoire à partir des paramètres du système et des caractéristiques des vibrations ambiantes, principalement la fréquence et l'amplitude.

1.2.1.1 Oscillateur mécanique harmonique

La Figure 1.6 montre le modèle générique d'un tel générateur constitué d'une masse sismique m et d'un ressort de raideur k . Lorsque le générateur est sous vibration, la masse sismique se trouve déphasée par rapport au cadre du générateur.

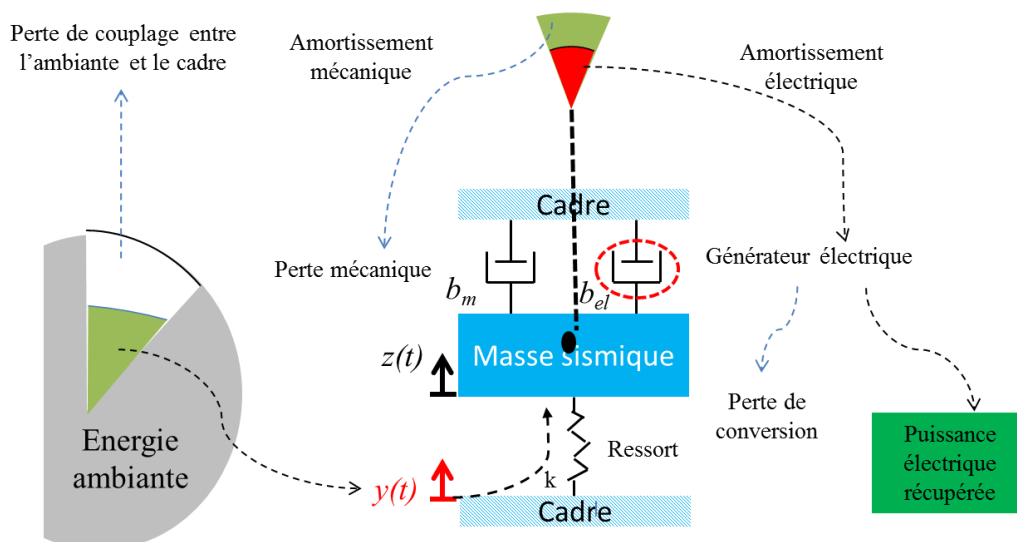


Figure 1.6 : Principe de fonctionnement d'un oscillateur harmonique de type masse-ressort : de l'énergie ambiante vers la puissance récupérée (inspirée de [45])

Définissons par D le coefficient d'amortissement qui est la somme d'un coefficient d'amortissement mécanique b_m et d'un coefficient d'amortissement électrique b_{el} , i.e $D(t) = (b_m + b_{el})y(t)$ est le déplacement du cadre de générateur et $z(t)$ est le mouvement relatif de la masse par rapport au cadre. Pour une excitation sinusoïdale, $y(t)$ peut être écrit sous la forme $y(t) = Y \sin \omega t$, où Y est l'amplitude de la vibration et ω est la pulsation de la vibration. Ceci conduit à l'équation différentielle (équation 1.1) du mouvement de la masse par rapport au cadre du générateur calculée à partir des forces dynamiques sur la masse.

$$mz''(t) + b_m z'(t) + b_{el} z'(t) + kz(t) = -my''(t) \quad (1.1)$$

La solution de cette équation différentielle de second ordre dans le domaine fréquentiel est :

$$|Z| = \frac{\omega^2 |Y|}{\sqrt{(\omega_0^2 - \omega^2)^2 + [2(\xi_{el} + \xi_m)\omega_0\omega]^2}} \quad (1.2)$$

Avec $\xi_m = \frac{b_m}{2m\omega_0}$ et $\xi_{el} = \frac{b_{el}}{2m\omega_0}$ les coefficients d'amortissement des forces mécanique et électrique respectivement. $\xi = \xi_{el} + \xi_m$ le facteur d'amortissement total, $\omega_0 = \sqrt{\frac{k}{m}}$ la fréquence de résonance harmonique. Le facteur $\omega^2 |Y| = A_0$ est l'accélération extérieure appliquée sur le cadre.

D'après la Figure 1.7 et l'équation 1.2 il est clair que l'amplitude de la masse sismique $|Z|$ est maximale à la résonance (Z_0). L'amplitude maximale est inversement proportionnelle à l'amortissement. Aussi, plus la fréquence de résonance sera faible, plus l'amplitude sera élevée.

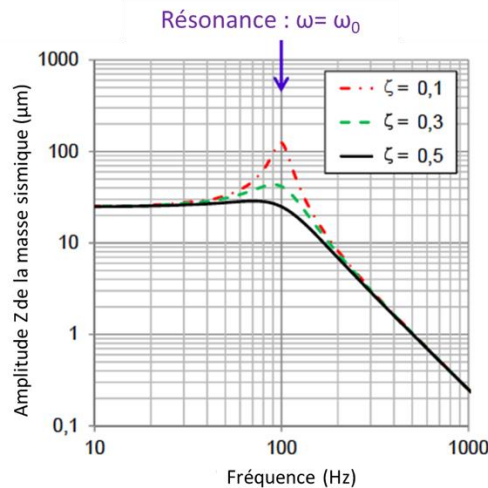


Figure 1.7 : Evolution de l'amplitude des vibrations d'un générateur de type masse-ressort en fonction de la fréquence ($m = 1 \text{ g}$, $f_0 = \frac{\omega_0}{2\pi} = 100 \text{ Hz}$, $\xi_m = \xi_{el}$, $A_0 = 9,81 \text{ m/s}^2 = 1 \text{ g}$) [45]

Le facteur de qualité Q peut alors être défini comme étant le rapport de l'amplitude de la masse sismique Z_0 sur l'amplitude de l'excitation Y_0 à la résonance :

$$Q = \left. \frac{z}{y} \right|_{\omega=\omega_0} = \frac{m\omega_0}{b_{el} + b_m} = \frac{1}{2(\xi_{el} + \xi_m)} = \frac{1}{2\xi} \quad (1.3)$$

Le facteur de qualité Q sera d'autant plus grand que le facteur d'amortissement total ξ sera faible. Cela présente l'avantage d'avoir une amplitude d'oscillation de la masse sismique Z_0 importante donc une énergie transformée à la masse sismique plus élevée.

1.2.1.2 Puissance maximale théorique récupérable

La puissance mécanique totale qui peut être récupérée par la masse sismique grâce aux vibrations ambiantes est :

$$P_{mec} = mZ'(t)Z''(t) \quad (1.4)$$

Cette puissance devient, dans le cas d'un mouvement sinusoïdal :

$$P_{mec} = \frac{1}{2}Z_0^2\omega^3 \sin(2\omega t) \quad (1.5)$$

A cause de la perte électrique provoquée par le transducteur, seule une partie de cette énergie mécanique présente dans la masse sismique sera transformée en énergie électrique. La génération de l'énergie électrique dépend de l'amortissement électrique du mouvement de la masse sismique. Alors la puissance électrique maximale qui peut être récupérée est :

$$P_{el}(t) = b_{el}(t).Z'(t)^2 = 2\xi_{el}m\omega_0 Z'(t)^2 \quad (1.6)$$

En remplaçant $Z'(t)$ par sa valeur, l'équation 1.6 devient :

$$P_{el}(\omega) = \frac{m\xi_{el}(\omega/\omega_0)^3 1/\omega}{[1 - (\omega/\omega_0)^2]^2 + 4(\xi_m + \xi_{el})^2(\omega/\omega_0)^2} A_0^2 \quad (1.7)$$

La puissance électrique maximale qui peut être récupérée à la résonance mécanique $\omega=\omega_0$ du générateur mécanique et à une accélération extérieure d'amplitude constante A_0 est alors :

$$P_{el,max}(\omega = \omega_0) = \frac{m\xi_{el}}{4\omega_0(\xi_m + \xi_{el})^2} A_0^2 \quad (1.8)$$

Cette étude théorique montre que la puissance maximale électrique (eq.1.8) est inversement proportionnelle au facteur d'amortissement, c'est à dire proportionnelle au facteur Q . Par conséquent, il faudra, à la conception d'un convertisseur mécanique-mécanique avoir un facteur de qualité élevé et faire fonctionner le convertisseur à sa fréquence de résonance. Mais la Figure 1.8 illustre l'influence des coefficients d'amortissement et de la fréquence de vibration sur la puissance électrique générée, pour un convertisseur de masse 1 g. On peut constater que, pour des générateurs avec un faible facteur d'amortissement, la puissance de sortie diminue de manière plus significative si la fréquence de fonctionnement est éloignée de la résonance des générateurs. Lorsque le facteur d'amortissement est plus élevé, le pic de puissance diminue alors que sa largeur augmente. Le dispositif devient alors moins sensible aux décalages de fréquence par rapport à la résonance.

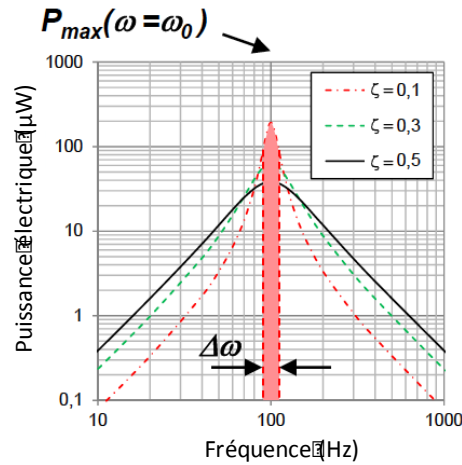


Figure 1.8: Evolution de la puissance électrique de sortie d'un générateur résonant type masse-ressort ($m = 1g, f_0 = \frac{\omega_0}{2\pi} = 100 \text{ Hz}, \xi m = \xi \ell, A_0 = 9,81 \text{ m/s}^2 = 1 \text{ g}$) [45]

1.2.2 Convertisseur électromécanique

Le principe des 3 mécanismes de transduction électromécanique les plus couramment utilisés pour la récupération d'énergie vibratoire, électromagnétique, piézoélectrique et électrostatique, sont présentés dans les paragraphes qui suivent (Figure 1.9).

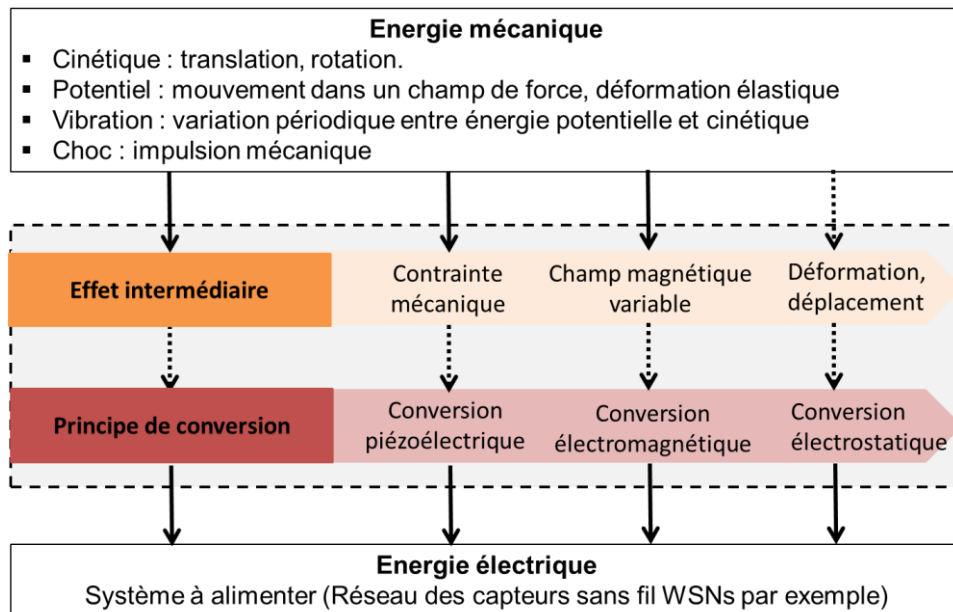


Figure 1.9: Schéma du système global dédié à la conversion d'énergie vibratoire en énergie électrique

1.2.2.1 Transducteur piézoélectrique

Les matériaux piézoélectriques ont la propriété de se polariser électriquement ou subir un changement de polarisation lorsqu'ils sont soumis à une contrainte. On parle d'effet piézoélectrique direct. Pour l'effet piézoélectrique inverse, l'application d'un champ

électrique extérieur entrainera une déformation du matériau piézoélectrique (Figure 1.10.a). Ce phénomène a été découvert en 1880 par Jacques et Pierre Curie. L'effet piézoélectrique apparaît pour de nombreux matériaux sous forme cristalline ou céramique, ou même pour des polymères. Citons le quartz (SiO_2), des céramiques telles que le titanate zirconate de plomb (PbZrTiO_3), l'oxyde de zinc (ZnO) ou le nitrure d'aluminium (AlN) sous forme de films minces, ou enfin plus récemment le copolymère PVDF-TrFE.

Les grandeurs mécaniques (déformation et contrainte) peuvent être reliées aux grandeurs électriques (champ électrique et déplacement électrique) grâce aux équations tensorielles constitutives de la piézoélectricité. Il est alors possible d'utiliser de manière simplifiée les relations :

$$\varepsilon = \frac{\sigma}{Y} + d.E \quad (1.9)$$

$$D = e.E + d\sigma \quad (1.10)$$

Avec d le coefficient piézoélectrique, ε la déformation mécanique, σ la contrainte mécanique, Y le module de Young, e la permittivité diélectrique, D le déplacement électrique et E le champ électrique. Les générateurs piézoélectriques travaillent généralement en mode 33 ou en mode 31, le premier mode correspondant à une déformation dans le même sens que la polarisation du matériau piézoélectrique, alors que pour le second, la déformation du matériau est perpendiculaire à la polarisation.

Parmi toutes les méthodes des conversions, les transducteurs piézoélectriques ont reçu beaucoup d'attention pour des récupérateurs d'énergie à l'échelle millimétrique et micrométrique, en raison de leur configuration simple dans des microsystèmes résonants. Cela justifie pourquoi la piézoélectricité sera souvent citée dans notre état de l'art sur les microsystèmes pour la récupération d'énergie. Un récupérateur d'énergie typique à base de matériau piézoélectrique est constitué d'une partie poutre (le ressort) sur laquelle sera déposé le matériau piézoélectrique électrodé. Une masse sismique enfin attachée en bout de la poutre comme illustré Figure 1.10.b. Une mise en résonance de la poutre hors plan (selon la direction z) entrainera une déformation plan du film piézoélectrique qui se traduira par l'apparition de charges converties en tension.

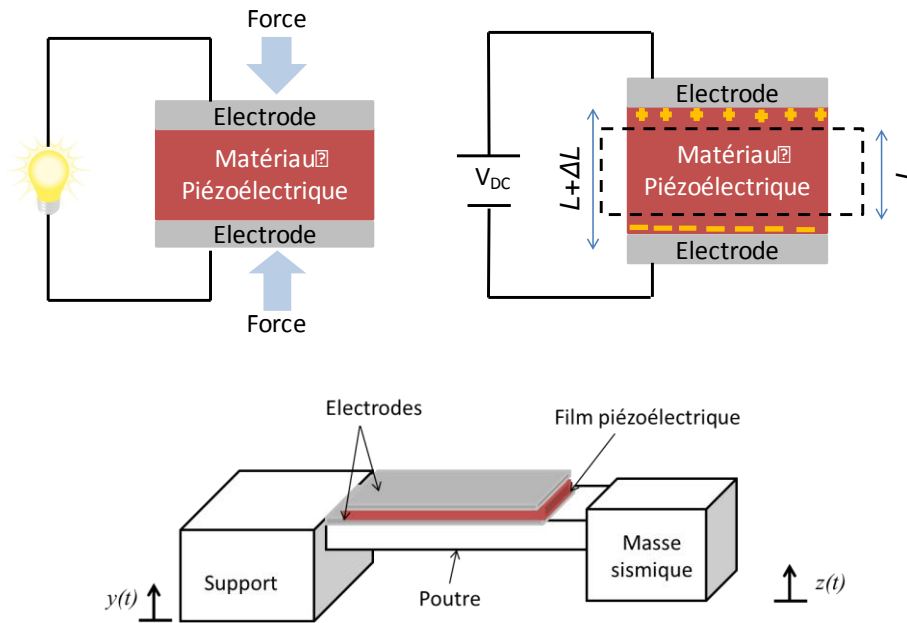


Figure 1.10 : (a) Effet piézoélectrique direct (gauche) et indirect (droite) ; (b) forme typique d'un générateur piézoélectrique

1.2.2.2 Transducteur électromagnétique

Le convertisseur électromagnétique est basé sur la loi d'induction de Faraday découverte par Michael Faraday en 1831. Le déplacement d'un conducteur électrique dans un champ magnétique avec un flux variable $d\phi / dt$ génère une tension induite U aux extrémités du conducteur (Figure 1.11).

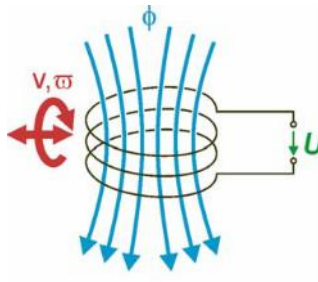


Figure 1.11 : Loi de Faraday ; v et ω sont respectivement la vitesse et la pulsation de l'aimant

La tension U apparaissant au niveau de la bobine est déterminée par la loi de Faraday :

$$U = -\frac{d\phi}{dt} \quad (1.11)$$

Pour la récupération d'énergie mécanique vibratoire, deux types de transducteurs électromagnétiques sont rencontrés. Pour le premier, un champ magnétique est créé par un aimant permanent fixe et une bobine conductrice rattachée à une masse oscillante se déplaçant dans le champ magnétique (Figure 1.12.a). Pour le second système, la bobine est fixe alors que la masse magnétique est mobile (Figure 1.12.b).

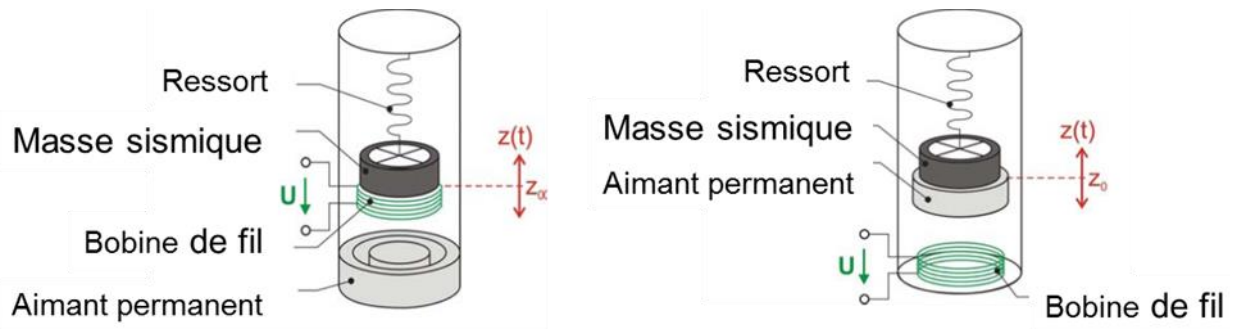


Figure 1.12 : Deux architectures de transducteurs électromagnétiques [46]

Pour le cas de la bobine mobile au travers d'un champ magnétique perpendiculaire, la tension maximale induite est proportionnelle à l'intensité du champ magnétique \vec{B} et peut s'exprimer comme suit :

$$U = -NlB \frac{dz}{dt} \quad (1.12)$$

Avec dz/dt la vitesse du mouvement relatif, l la longueur de la bobine, N le nombre de spires de la bobine et B l'intensité du champ magnétique. Le coefficient de couplage électromagnétique k vaut alors : $k = N \cdot l \cdot B$.

1.2.2.3 Transducteur électrostatique

Les générateurs électrostatiques sont constitués d'un condensateur variable avec leurs deux armatures isolées électriquement par l'air, le vide ou un isolant (Figure 1.13). Une de ces deux armatures est fixe et l'autre est mobile.

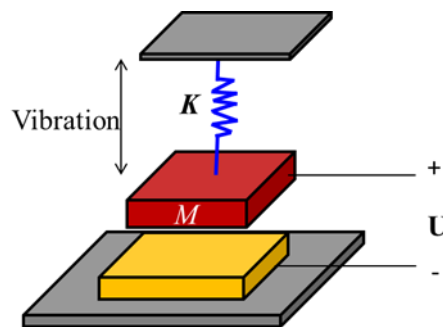


Figure 1.13 : Schéma général d'un générateur électrostatique avec une armature fixe (en jaune) et la seconde mobile (en rouge)

Dans le cas le plus simple, la vibration mécanique externe provoque une variation de la distance d entre les deux armatures. Ceci entraîne une variation de la capacité C définie par :

$$C = \frac{Q}{U} = e \frac{S}{d} \quad (1.13)$$

Où U est la tension, Q est la charge, e est la permittivité du matériau isolant, S est la surface d'une armature et d est la distance entre les deux armatures.

L'énergie stockée dans le condensateur est donnée par l'équation 1.14 :

$$E = \frac{1}{2}QU = \frac{1}{2}CU^2 = \frac{1}{2}Q^2C \quad (1.14)$$

Afin d'en extraire l'énergie, les armatures doivent être chargées et les vibrations mécaniques travaillent contre les forces électrostatiques présentes dans le dispositif.

Il existe différents types de transducteurs électrostatiques dont les différences sont liées aux types de matériau isolant utilisé, aux géométries des armatures et à leurs déplacements. Le déplacement de l'armature mobile du condensateur peut se produire dans le plan ou hors du plan du substrat. Pour les deux topologies, la capacité sera modifiée en faisant varier soit la distance entre les électrodes soit la surface de recouvrement des électrodes. Des exemples de géométries ayant permis d'améliorer le rapport de puissance/surface seront donnés paragraphe 3.2. Une évolution récente est de modifier les propriétés de l'isolant utilisé, comme la permittivité. Dans notre travail nous avons sélectionné ce type de conversion électrostatique par l'utilisation de matériaux électrostrictifs dont le principe est détaillé dans le paragraphe suivant.

1.2.2.4 Electrostriction

Les matériaux électrostrictifs appartiennent à la famille des « matériaux intelligents ». En général, les matériaux électrostrictifs sont des transducteurs électromécaniques qui convertissent l'énergie électrique en énergie mécanique. Dans ce cas, ils jouent le rôle d'actionneurs. Bien que plus rare, ces matériaux peuvent utiliser un mécanisme de transduction électromécanique réversible : ils peuvent aussi transformer l'énergie mécanique en énergie électrique. Dans ce type d'opération, ils agissent en mode générateur. Souvent élaborés à base de matériaux polymères, ce type de générateur est très approprié pour fonctionner à basse fréquence (mouvement humain) et à haute tension d'excitation en raison de leur flexibilité par rapport aux matériaux piézoélectriques.

Il existe principalement deux types de polymères électrostrictifs : ionique et diélectrique. Les polymères électrostrictifs ioniques sont basés sur la migration des ions positifs et négatifs aux électrodes supérieures et inférieures, lorsqu'une tension est appliquée. Cependant, un tel phénomène ne peut pas être appliqué avec succès à la récupération d'énergie, à cause de pertes électriques élevées. Les polymères diélectriques sont eux basés sur l'orientation des dipôles dans la matrice de polymère [47], [48]. Cette nature diélectrique donne donc de faibles pertes et peut être utilisée pour la récupération d'énergie. Pour augmenter l'effet électrostrictif de tels matériaux, la recherche s'oriente ces dernières années vers des matériaux nanocomposites intégrant des particules de taille nanométrique. Ils sont généralement constitués d'une matrice polymère isolante remplie par des particules conductrices (nanotube de carbone, graphène, carbure de silicium, polyaniline conducteur, cuivre nanométrique...). Ce type de matériau reçoit une attention récente dans le domaine de la récupération d'énergie parce qu'il présente de grands changements de capacité sous déformation (Figure 1.15), ce qui permettra d'avoir une récupération d'énergie efficace.

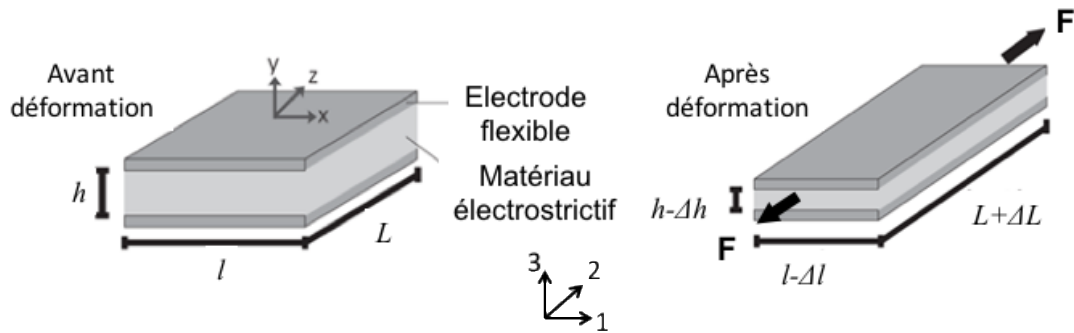


Figure 1.14: Couche électrostrictive entre deux électrode flexible : avant et après déformation mécanique

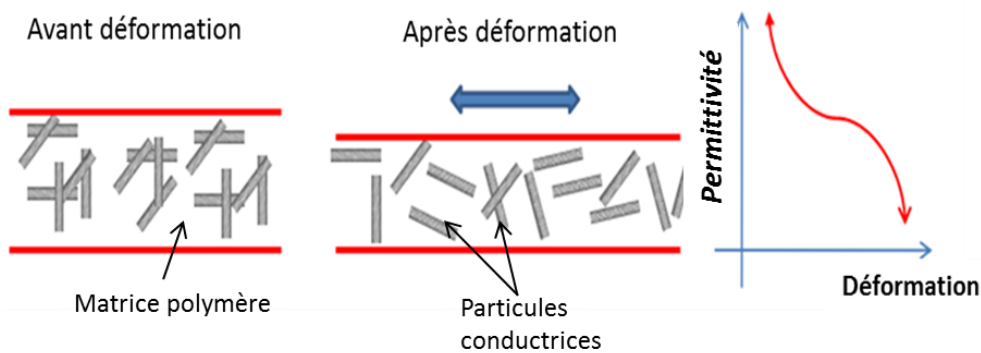


Figure 1.15: Schéma de principe montrant l'effet d'électrostriction dans des matériaux nanocomposites

Pour que le polymère électrostrictif fonctionne en mode générateur, il faut l'intégrer en sandwich entre deux électrodes afin de former un condensateur plan. Dans ce cas, le matériau électrostrictif présente un changement de ses propriétés diélectriques lorsqu'une déformation est appliquée (Figure 1.145). Cela implique un changement de la capacité due à la variation de la permittivité du matériau et non pas de l'effet géométrique comme indiqué dans l'équation 1.15 :

$$C = e_0 e_r \frac{S}{d} \quad (1.15)$$

Où e_0 est la permittivité du vide, e_r est la permittivité relative du matériau électrostrictif, S est la surface de l'électrode, et d est la distance entre les deux électrodes.

Pour mieux comprendre d'où vient cette variation de permittivité, il est intéressant d'étudier l'équation constitutive de l'électrostriction. En effet, l'application d'un champ électrique conduit à l'apparition de charges sur les électrodes, ce qui exerce une contrainte de Maxwell sur le matériau [49]. Alors que dans l'effet inverse, le mécanisme de conversion est expliqué par une meilleure orientation des dipôles en raison de l'application d'une contrainte mécanique [47]. Dans le cas d'un film polymère électrostrictif isotrope soumis à une contrainte T_i et à un champ électrique appliqué entre les deux électrodes (direction E_3), les grandeurs électriques sont le long de la polarisation axe 3 (Figure 1.14). L'électrostriction est

définie par un couplage quadratique entre le champ électrique \vec{E} et la déformation appliquée S [47]–[49]:

$$S_i = s_{ii}^E T_i + M_{3i} E_3^2 \quad (1.16)$$

$$D_3 = e_{33} E_3 + 2M_{3i} E_3 T_i \quad (1.17)$$

Où s_{ii} représente le coefficient de compliance élastique, M_{3i} le coefficient électrostrictif, T_i la contrainte, E_3 les composantes du champ électrique, D_3 les composantes de la densité de flux électrique et e_{33} les coefficients linéaires de la permittivité diélectrique du matériau.

Par conséquent, le coefficient électrostrictif M_{3i} est défini par la variation de la permittivité diélectrique lorsqu'une contrainte mécanique est appliquée [50] :

$$M_{3i} = \frac{\Delta e_{3i} e_0}{2T_i} \quad \vec{E}_3 = E_3 \vec{e}_3 \quad (1.18)$$

Où e_0 est la permittivité du vide, Δe_r est la variation de la permittivité relative due à une contrainte mécanique externe T_i et le champ électrique dans la 3^{ème} direction (axe vertical).

Le défi est ainsi d'obtenir des matériaux qui présentent une grande permittivité diélectrique et une grande sensibilité à la contrainte (coefficient d'électrostriction important). Comme déjà noté, il existe deux types de matériaux électrostrictifs : les polymères diélectriques purs et les polymères chargés de nanoparticules conductrices. A titre d'exemple, Cheng *et al.* [51] et Huang *et al.* [52] ont étudié les propriétés électrostrictives de plusieurs matériaux de type polymères diélectriques purs comme le fluorure de polyvinylidène (PVDF), le fluorure de polyvinylidène, trifluoroéthylène (PVDF-TrFE) et le terpolymère fluorure de polyvinylidène, trifluoroéthylène, 1, 1-chlorofluoroéthylène (PVDF-TrFE-CFE) ; les valeurs mesurées de M_{33} pour PVDF-TrFE-CFE sont autour de $1.9 \times 10^{-19} \text{ m}^2/\text{V}^2$ à 1Hz, tandis que les valeurs M_{13} (contrainte appliquée selon l'axe 1) vont jusqu'à $5 \times 10^{-18} \text{ m}^2/\text{V}^2$ à la même fréquence. Guillot *et al.* [53] ont également étudié l'actionnement des polymères polyuréthane PU pour diverses épaisseurs, afin de déterminer le coefficient électrostrictif M_{33} à 2 kHz. Les valeurs sont largement distribuées : la plus basse est d'environ $9 \times 10^{-19} \text{ m}^2/\text{V}^2$ et la plus élevée est d'environ $7 \times 10^{-17} \text{ m}^2/\text{V}^2$.

L'augmentation de la permittivité diélectrique et du coefficient d'électrostriction par l'ajout de particules a été quant à elle le sujet de plusieurs études au cours de ces dernières années [54]–[60]. Les résultats obtenus pour des polymères conventionnels PU et (PVDF-TrFE-CFE) chargés par différents types de nanoparticules conductrices sont donnés Tableau 1.3.

Tableau 1.3 : Principaux résultats obtenus avec les polymères PU et P (VDF-TrFE-CTFE), avec et sans nanoparticules conductrices

Référence	Polymère	Charges	Permittivité diélectrique	Fréquence de mesure (Hz)	M_{33} (m^2/V^2) $\times 10^{-18}$	Fréquence de mesure (Hz)	Densité de puissance (nW/cm^3)
[61]	PU	-	4,7	20	1,91	20	1113
[62]	PU	SiC	5,1	20	4,11	20	0,4
[63]	PU	nCu	7,8	20	12,56	20	1,78
[61]	PU	PANI	12,4	20	1,60	20	1544
[64]	P(VDF-TrFE-CFE)	-	27,3	20	5,75	100	7200
[48]	P(VDF-TrFE-CFE)	CNT	95	0,1	2400	0,1	-
[65]	P(VDF-TrFE-CFE)	PANI	2000	100	150	1	-

P(VDF-TrFE-CFE) : fluorure de polyvinylidène, trifluoroéthylène, 1, 1-chlorofluoroéthylène; PU : polyurethane
SiC : carbure de silicium, nCu : cuivre nanométrique, CNT : nanotube de carbone, PANI : polyaniline conducteur

L'utilisation des matériaux nanocomposites dans le domaine de la récupération d'énergie est très avantageuse et l'ajout de nanoparticules conductrices se traduit par une augmentation de l'énergie récupérée. Voici quelques exemples : Cottinet *et al.* [62] ont montré que l'ajout de 1% en masse de nanopoudre de carbone à la matrice de PU permet de récupérer une densité de puissance de 1 nW/cm^3 sous un champ électrique de polarisation de $5 \text{ V}/\mu\text{m}$, tandis que la densité de la puissance d'un composite à base de PU avec 3% en masse de poudre de cuivre est de $1,78 \text{ nW/cm}^3$ [63]. Jaaoh *et al.* [61] ont étudié le comportement électrostrictif et la performance en récupération d'énergie vibratoire de la polyaniline conductrice (PANI) formulée dans du polyuréthane (PU) à faible seuil de percolation. Dans ce cas, la PANI conductrice dispersée dans le PU a pu fournir une densité de puissance élevée pouvant atteindre $1544,6 \text{ nW/cm}^3$ pour une concentration de 2% en masse, et une bonne efficacité de conversion électromécanique. Cependant, l'approche composite tend à légèrement réduire la flexibilité du matériau et les charges ont tendance à former des agglomérats. Le terpolymère polymère électrostrictif P(VDF-TrFE-CTFE) a enfin permis d'obtenir une densité de puissance très élevée (7200 nW/cm^3) sous un champ de polarisation de $5 \text{ V}/\mu\text{m}$ [64].

En raison de la nature capacitive des polymères électrostrictifs, il est possible d'appliquer directement les cycles électrostatiques pour la récupération l'énergie [66]. Un générateur à base de matériau électrostrictif peut donc être considéré comme un système électrostatique, tant au niveau du principe de conversion (cycle à tension constante et cycle à charge constante) que par rapport à l'électronique associée (détaillée chapitre IV) et le système de stockage.

1.3 Technologies MEMS pour la récupération d'énergie mécanique

Grâce à la réduction des échelles des fonctions élémentaires dans le domaine de la microélectronique, les systèmes de récupération d'énergie tendent à se miniaturiser. Il existe une relation fondamentale entre l'énergie récupérée et la taille du générateur. La puissance récupérée est proportionnelle à la taille du système et à son amplitude du déplacement dans le cas de la récupération d'énergie mécanique, et il est clair que les dispositifs micrométriques récupèrent moins d'énergie que les systèmes de plus grande taille. L'efficacité du processus de transduction est alors affectée lors du passage à une échelle micrométrique. Il sera cependant difficile de réduire la taille des transducteurs électromagnétiques alors que les transducteurs piézoélectriques sont mieux adaptés à une miniaturisation, en raison de leur configuration simple et leur efficacité de conversion [67], [68].

La forme typique de transducteur électromécanique miniaturisé dédié à la récupération d'énergie est le plus souvent une poutre avec une masse sismique au bout comme nous le verrons dans le paragraphe qui suit.

1.3.1 Généralités

Un MEMS (MicroElectromechanical System) est un composant comprenant au moins un élément mécanique, utilisant l'électricité comme source d'énergie, en vue de réaliser une fonction de capteurs (pression, accélération, masse,...) ou actionneurs (moteurs), et avec au moins une structure présentant des dimensions micrométriques. La fonction du système est en partie assurée par la forme de cette structure et les matériaux qui la composent. Le matériau le plus populaire utilisé pour les MEMS est le silicium qui est un semi-conducteur. Le coût associé au silicium et à ses procédés de fabrication peut freiner leur développement à petite échelle, notamment pour les marchés de niche. De plus, le silicium peut pour certaines applications présenter des inconvénients tels que la biocompatibilité, un module d'Young élevé... Pour ces raisons, les recherches s'orientent vers de nouveaux matériaux, notamment les matériaux organiques et les technologies associées permettant leur mise en forme. Nous allons dans ce paragraphe présenter la technologie silicium et des technologies alternatives pouvant être utilisées pour la microstructuration de MEMS. Puis nous donnerons quelques exemples de réalisations pour la récupération d'énergie, le plus souvent des MEMS de type micropoutre.

1.3.1.1 Technologie silicium

Le silicium et ses matériaux associés (métaux, oxydes, etc.) sont utilisés depuis les années 90 pour assurer les fonctions mécaniques de structures suspendues dont la mise en forme se réalise selon deux méthodes : micro-usinage de volume et celui de surface.

Pour le micro-usinage de volume, le MEMS est réalisé par gravure directe du silicium (Figure 1.16.a), et différentes couches de « masquage » permettront des gravures localisées afin de réaliser les formes escomptées. Les gravures utilisées pour donner au silicium les formes désirées peuvent être réalisées soit en utilisant des solutions chimiques, on parle de gravure

dite « humide » (isotrope), soit par le biais d'un plasma d'ions réactifs avec la technique « DRIE » (Dry Reactive Ion Etching) appelée gravure sèche (anisotrope). Un exemple de MEMS de type micropoutre fabriqué par micro-usinage de volume en utilisant un substrat SOI (Silicon On Insulator) est présenté Figure 1.16.b..

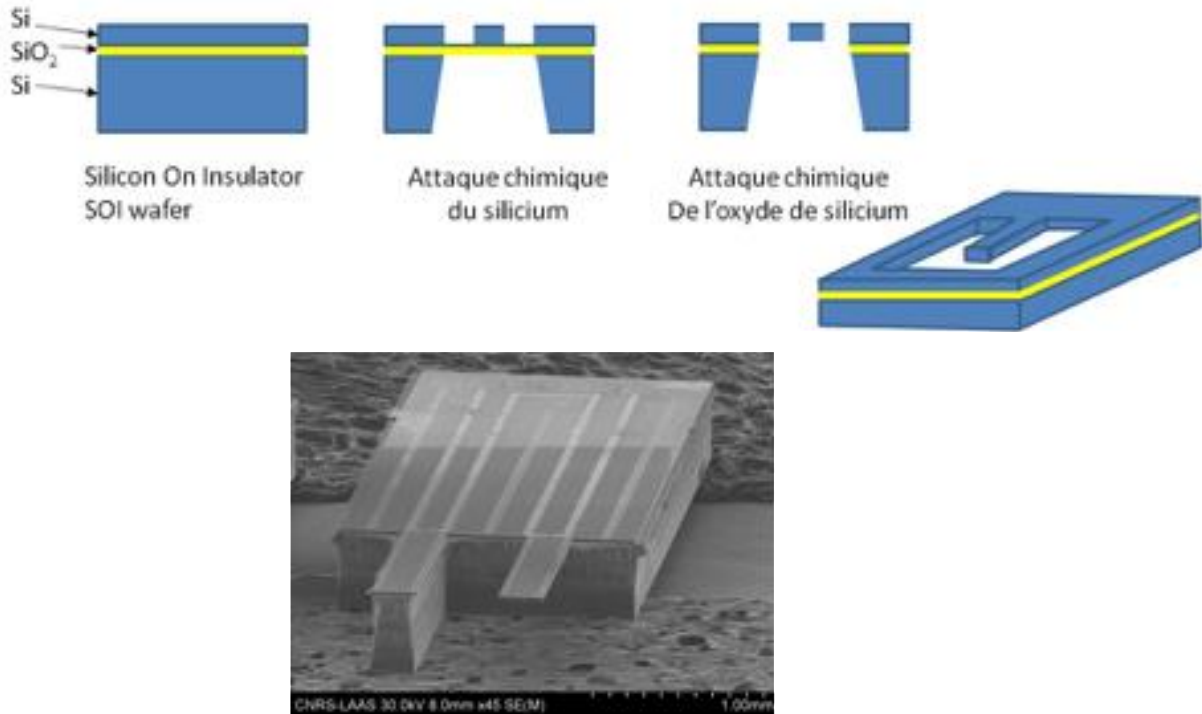


Figure 1.16 : (a) Procédé de micro-usinage de volume du silicium utilisant un substrat Silicon On Insulator (SOI) (b) Microstructures silicium fabriquées au CNRS-LAAS incluant une micropoutre libérée et une autre non libérée [69]

Le micro-usinage de surface est réalisé par différentes étapes de dépôts et de gravure de couches (Figure 1.17). Dans ce cas, le silicium est utilisé uniquement comme substrat, il ne sera pas attaqué. Les matériaux utilisés pour les couches minces structurales (Si polycristallin, métaux ou autre), et les couches sacrificielles (couches de masquage ou servant de support gravé pendant le procédé) peuvent être de différentes natures (polymères, métaux, céramiques, etc.). Ces différentes couches peuvent être déposées par différents procédés tels que la « CVD » (Chemical Vapor Deposition), la « PVD » (Physical Vapor Deposition), le dépôt à la tournette (« spin-coating »), la pulvérisation (« spray-coating ») etc.

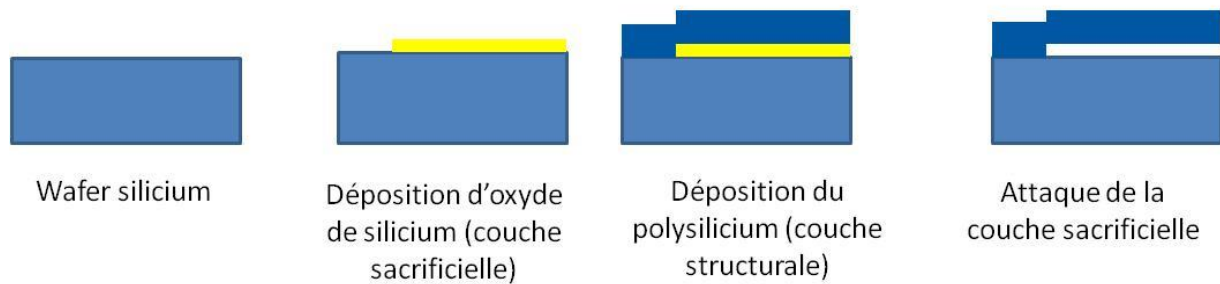


Figure 1.17 : Micro-usinage de surface basé sur les propriétés d'attaque sélective des matériaux - application à la réalisation d'une micropoutre silicium

1.3.1.2 Technologies alternatives

Afin de répondre aux exigences du marché (performances des MEMS, matériaux ou coûts), des procédés autres que les technologies MEMS silicium sont apparus. Ils permettent la fabrication collective de MEMS en valorisant des matériaux autres que le silicium. Les microstructures obtenues peuvent être entièrement libres ou « ancrées » sur des substrats de nature diverse.

Des matériaux organiques photosensibles peuvent par exemple être structurés et mis en forme avec les techniques issues de la microélectronique telles que la photolithographie. Cependant, des méthodes alternatives ont vu le jour pour s'affranchir du besoin de photosensibilité des matériaux synthétiques et organiques. L'utilisation de moules dans lesquels le polymère est coulé est fréquente. D'autres techniques peuvent être préférées, citons les techniques d'impression (jet d'encre, roll to roll, nanoimpression, sérigraphie, etc), l'ablation laser, l'utilisation de masques mécaniques (« stencil »), la « LIGA », la xurographie etc. Quelques techniques alternatives au silicium utilisées pour la réalisation de MEMS qui nous sont apparues les plus pertinentes sont décrites dans les paragraphes suivants. Les techniques choisies par la suite dans le cadre de cette thèse sont : la sérigraphie, la photolithographie et la xurographie.

La photolithographie peut servir pour la structuration de la partie micropoutre avec des dimensions précises. La résolution peut aller jusqu'à 1 μm . La photolithographie est utilisée aussi bien pour les technologies silicium que pour les technologies polymères. Ce procédé de fabrication particulièrement simple à mettre en œuvre consiste à façonner par une exposition aux ultraviolets (UV) une résine photosensible (Figure 1.18.a). Avec cette méthode, il est possible de fabriquer des microstructures polymères et composites pour diverses applications [69], [70]. Un capteur piézorésistif à base de composite CNT/ SU-8 a été par exemple développé au Laboratoire IMS avec une micropoutre en forme de U pour optimiser la mesure de déformation (Figure 1.18.b) [71]. Le procédé utilise la technique de la couche sacrificielle pour libérer la micropoutre du substrat.

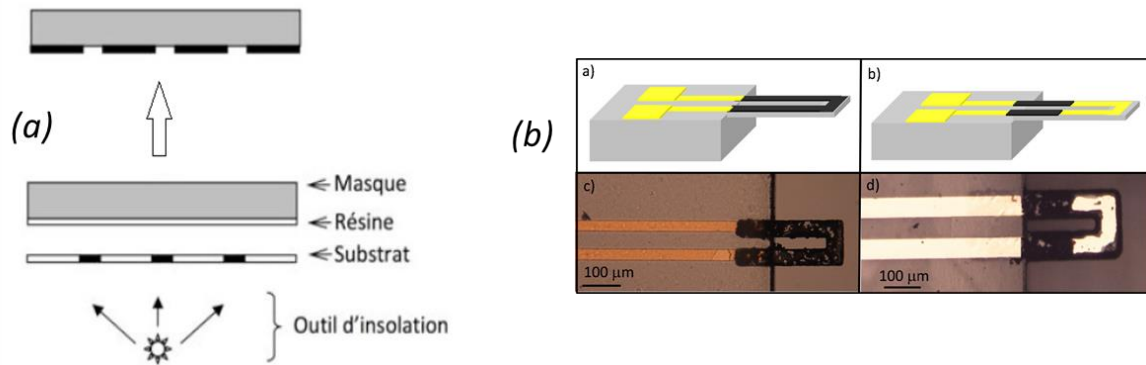


Figure 1.18 : (a) Principe de microstructuration d'une résine négative par photo lithographie (b) micropoutre en forme de U en CNT/SU-8 utilisée comme capteur de déformation [71]

La technique d'impression par sérigraphie consiste à déposer au travers d'un masque une pâte (encre) contenant le matériau d'intérêt, sur un substrat. Le masque est un écran constitué de fils d'aciers et qui est partiellement recouvert d'une résine photosensible (émulsion) qui a été structurée par photolithographie. Le motif du dépôt imprimé sera donc celui défini par l'émulsion recouvrant l'écran (Figure 1.19.a). Cette technique de fabrication collective est caractérisée par un faible coût et permet de valoriser les propriétés de nombreux matériaux. La résolution est limitée à environ 100 μ m. Cette technique a été utilisée au Laboratoire IMS [72] pour réaliser des micropoutres piézoélectriques pour la détection de gaz. Le procédé utilise aussi la technique de la couche sacrificielle pour désolidariser partiellement la micropoutre du substrat d'alumine (Figure 1.19.b).

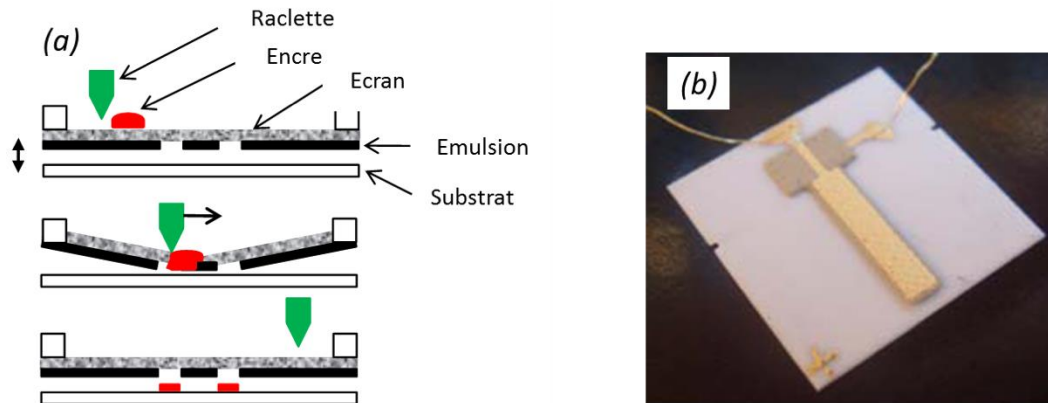


Figure 1.19 : (a) Principe du dépôt par sérigraphie (b) Photo d'une micropoutre piézoélectrique à base $PbZrTiO_3$ pris en sandwich entre deux électrodes d'or aussi imprimées (dimension $8 \times 2 \times 0,1 \text{ mm}^3$) [72]

Le procédé LIGA (acronyme allemand signifiant Lithographie, Galvanoformung=électrodéposition, Abformung=moulage) est utilisé pour la réalisation de gabarits en matériaux polymères ou de structures telles que des micropoutres polymères. Ce procédé couche épaisse permet de réaliser des microstructures ayant un rapport de forme très élevé, avec une résolution horizontale de l'ordre du micron et une épaisseur allant de la centaine de microns au millimètre. Les étapes du procédé LIGA sont illustrées Figure 1.20a [73]. Les résolutions obtenues ($\sim 3 \mu\text{m}$) sont permises par l'exposition d'une résine PMMA à un rayonnement X de très haute énergie issu d'un synchrotron. La « poor » LIGA est la

version simple de la technique LIGA où la résine PMMA et les rayons X sont remplacés respectivement par la résine SU-8 et les rayons UV. Un exemple de réalisation de micromoteur avec la « poor » LIGA est donné Figure 1.20b.

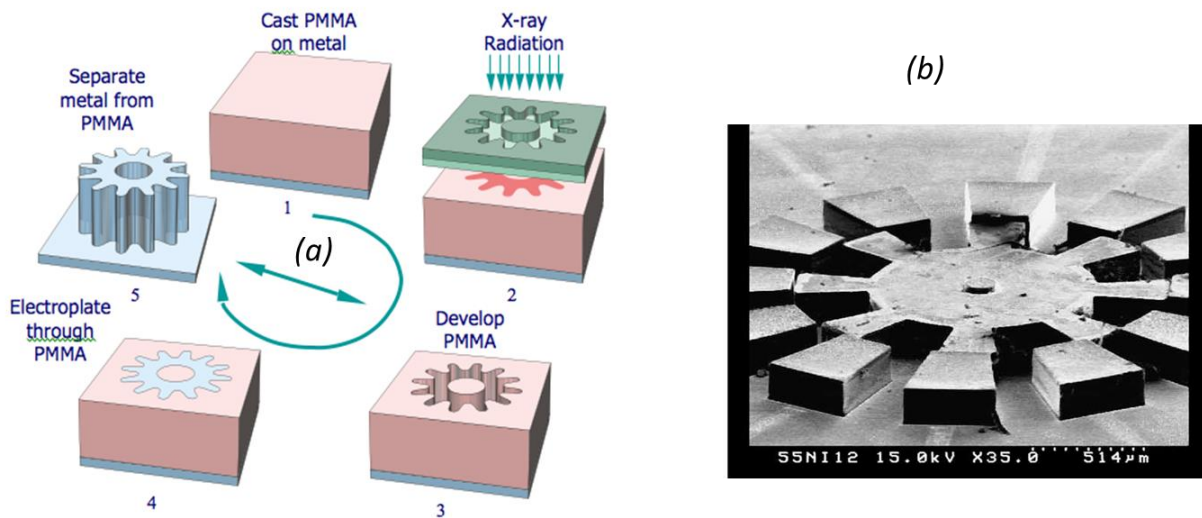


Figure 1.20 : Etapes de fabrication du procédé LIGA permettant d'obtenir des MEMS avec un rapport de forme élevé (b) micro moteur électrostatique fabriqué par « poor » LIGA en SU-8 [74]

L'ablation laser UV est une technique prometteuse pour la structuration de matériaux synthétiques et naturels grâce à sa rapidité et son coût. Elle présente aussi l'avantage d'être propre par rapport aux technologies silicium. Cette technique est basée sur la rupture des liaisons chimiques grâce à l'énergie des photons couplée à une réaction thermique. Les étapes de fabrication et un exemple de réalisation d'un MEMS fabriqué avec cette technique sont présentés Figure 1.21 [75], [76].

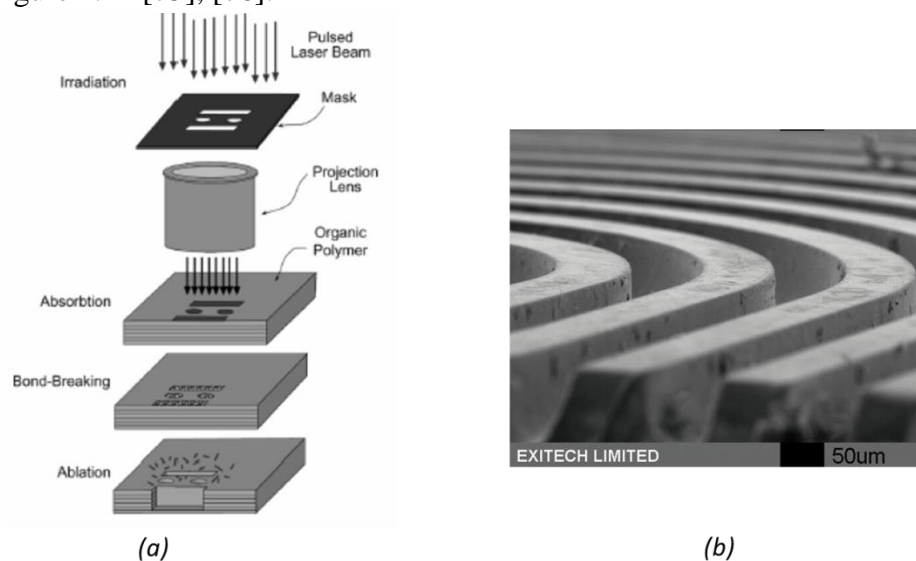


Figure 1.21 : Principe de la technique d'ablation laser (b) canaux microfluidiques en polyester fabriqués par cette technique [75], [76]

L'impression par jet d'encre est une technique de dépôt utilisée pour les matériaux en phase liquide. Alors que l'ablation laser ou la photolithographie sont des techniques soustractive, l'impression à jet d'encre est considérée comme une technique additive qui permet de réduire le nombre d'étapes de fabrication (Figure 1.22).

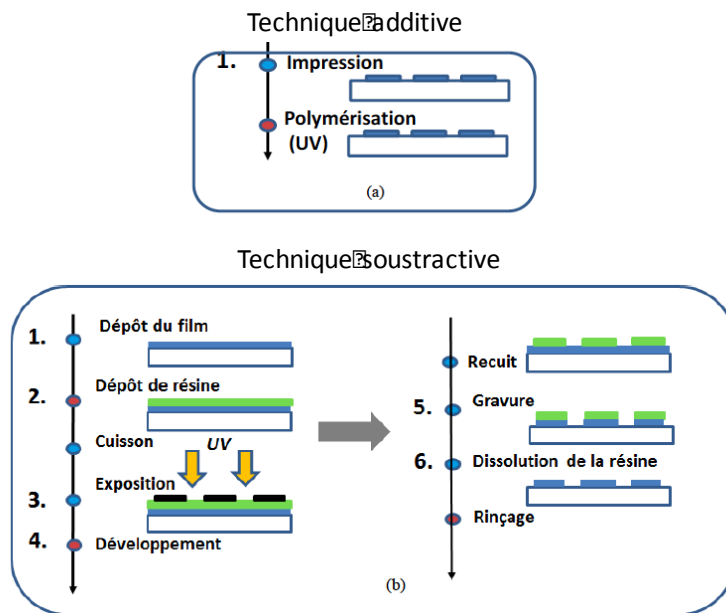


Figure 1.22 : Procédé d'impression, technique additive versus le procédé conventionnel soustractif de photolithographie

Le principe de base de l'impression par jet d'encre est la transformation de liquides en gouttelettes à la limite de la buse sous des tensions superficielles imposées (Figure 1.23.a). L'éjection de gouttelettes à partir de la buse est réalisée de manière continue ou par intermittence. L'expulsion contrôlée de gouttelettes sur le substrat peut être réalisée en utilisant une tête d'impression soit thermique soit piézoélectrique. La résolution de cette technique est de 10 à 200 μm et dépend du matériau déposé [77]. Un exemple de réalisation d'un capteur de gaz fabriqué avec cette technique est présenté Figure 1.23.b.

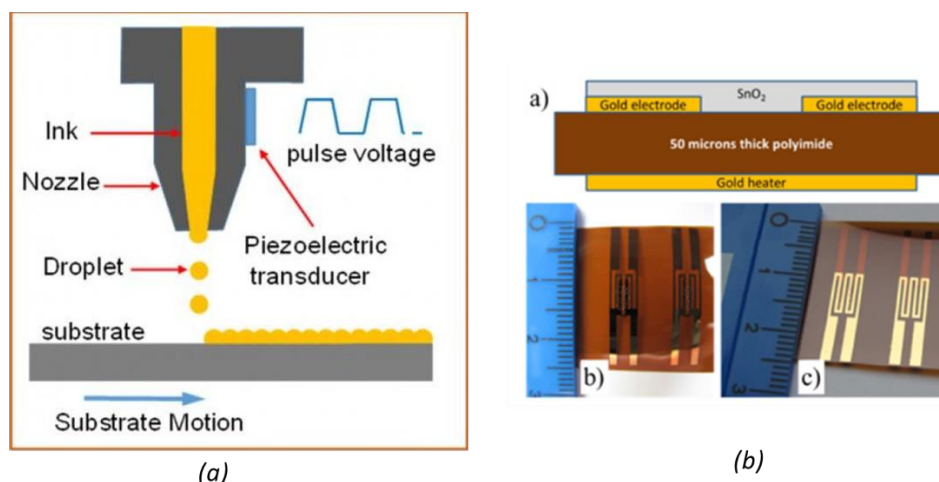


Figure 1.23 : Principe de l'impression par jet d'encre avec tête d'impression piézoélectrique (b) capteur de gaz imprimé par jet d'encre sur substrat plastique [78], [79]

Le Tableau 1.4 permet de comparer les différentes techniques présentées, ainsi que celles que nous utiliserons pour la réalisation de notre microgénérateur résonant de type micropoutre.

Tableau 1.4 : Comparaison entre les différentes méthodes alternatives de microstructuration de MEMS

Méthode de fabrication	Rapidité	Epaisseur humide (μm)	Résolution (μm)	Complexité	Exemples de matériaux structurés
Jet d'encre	☹	1-5	<50	☹	Céramiques, métaux, composites, polymères, etc
Flexographie	☺☺☺	1-10	<50	☺	composites, polymères.
Nanoimpression	☺	ND*	0.1	☺☺☺	Monomères et polymère
Ablation laser	☹	ND	10	☹	Céramiques, métaux, composites, polymères, etc
LIGA	☹	ND	3	☹	Résines (PMMA, SU-8...) ou métaux (Ni, Cu, etc)
Sérigraphie	☺	1-100	100	☺	Céramiques, métaux, composites, polymères, etc.
Photolithographie	☹	0.5 μm	0.7 μm	☹	Résine photosensible

(*) ND : Non Défini

1.3.2 Exemples de réalisation pour la récupération d'énergie

1.3.2.1 Technologie silicium

Les deux principes de micro-usinage utilisés par la technologie silicium (paragraphe 1.3.1.1) peuvent être utilisés pour la réalisation de micro-générateurs, le plus souvent électrostatiques avec des électrodes de type « peigne ». La Figure 1.24 résume les différentes géométries typiques utilisées pour ces micro-générateurs électrostatiques. Les zones sombres représentent les zones fixes, tandis que les zones plus claires représentent les structures mobiles, libres de se déplacer. Pour toutes les configurations, les changements de capacité sont dus à des effets géométriques purs. Pour le convertisseur dans le plan à chevauchement variable « *in plane overlap* » (Figure 1.24.a), la variation de la capacité est due à la variation de la surface de recouvrement entre les électrodes interdigitées. Pour le convertisseur dans le plan à entrefer variable « *in plane gap closing* » (Figure 1.24.b), la variation de capacité est due à des changements d'espace entre les doigts des plaques. Enfin, pour le convertisseur de type hors plan « *out of plane gap closing* » (Figure 1.24.c), l'augmentation de la capacité est due à la réduction de la distance entre les armatures.

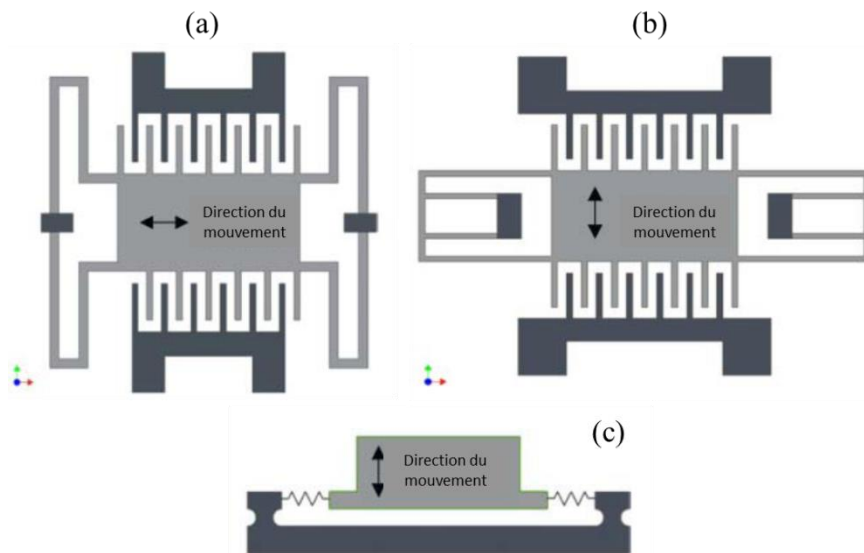


Figure 1.24 : Formes typiques utilisées pour un micro-générateur électrostatique : (a) «In plane overlap » (b) « In plane gap closing » (c) « Out of plane gap closing » [67]

Nguyen *et al.* [80] et Basset *et al.* [81] ont utilisé l'approche du micro-usinage de volume pour réaliser des micro-générateurs électrostatiques en utilisant un substrat Si épais comme couche structurale (Figure 1.25). Cela rend la zone du condensateur défini par les unités du peigne plus grande ainsi que le poids de la masse d'oscillation. Le dispositif MEMS présente une surface d'environ 1 cm^2 . La puissance maximale convertie est de $1,8 \text{ mW}$ à la pression atmosphérique pour une vibration harmonique de 1 g à 150 Hz et 30 V de tension de polarisation. Le micro-usinage de surface a été utilisé par Bartsh *et al.* [82] et Tvedt *et al.* [83]. L'avantage de ce procédé est qu'il possède une haute résolution, permettant d'avoir un faible écartement entre les doigts du peigne, ne dépassant pas quelques micromètres. En outre, ce procédé ne nécessite qu'un seul masque sans aucune étape d'assemblage, ce qui rend le procédé potentiellement faible coût.

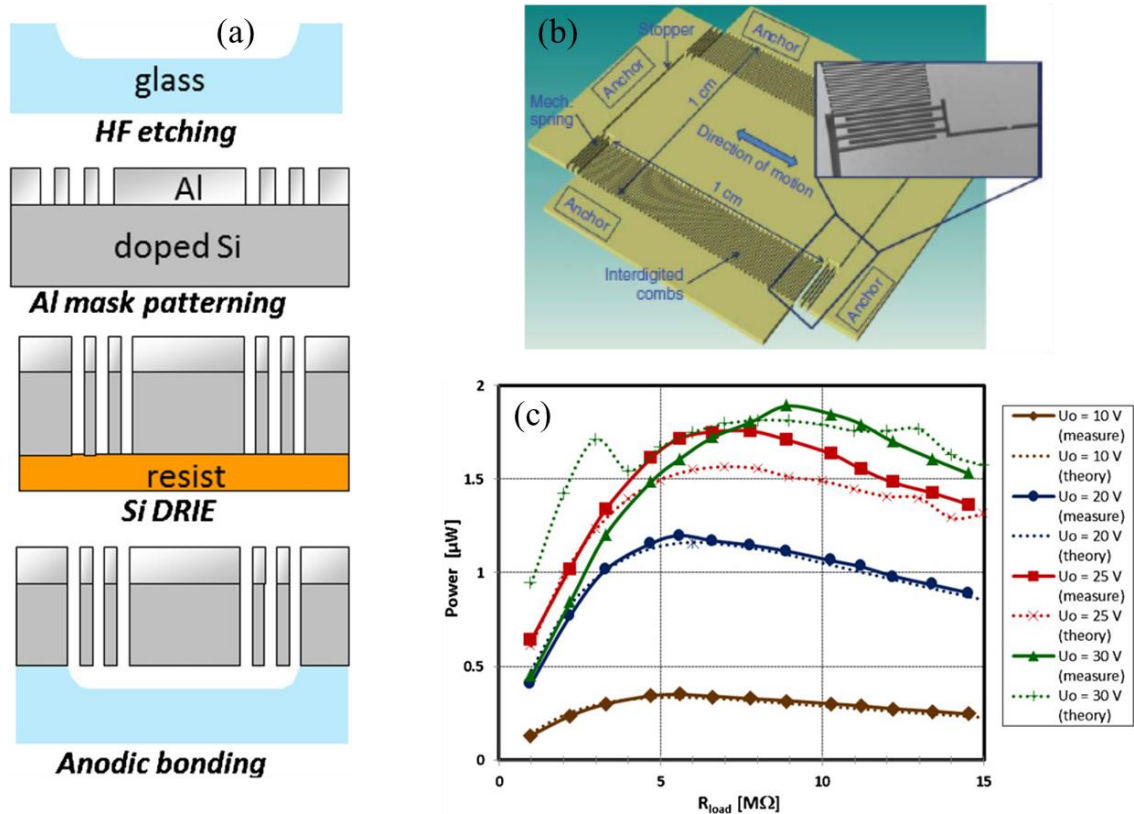


Figure 1.25 : (a) Etapes de fabrication du micro-générateur électrostatique par micro-usinage de volume (b) vue schématique en 3D du dispositif à condensateur variable, (c) puissances récupérées (valeurs expérimentales et théoriques) en fonction de la résistance de charge pour une accélération de 1 g et avec diverses tensions de polarisation [81]

Comme déjà évoqué, l'un des inconvénients des générateurs électromagnétiques est qu'ils ne sont pas adaptés à la miniaturisation. Pour les quelques réalisations, le rendement est faible comparé aux autres types de générateurs. La micro-fabrication de bobines conductrices avec des dimensions micrométriques est assez courante et utilise la photolithographie pour structurer les métaux en couche mince tels que le cuivre, l'or etc. La micro-fabrication de matériaux magnétiques permanents de haute qualité à des dimensions à l'échelle du micromètre est plus difficile [84]. Des approches communes comprennent la galvanoplastie, la pulvérisation, ou des méthodes pour micro-former des poudres collées ensemble. La Figure 1.26 montre un exemple de micro-générateur électromagnétique fabriqué en utilisant un aimant NdFeB de poudre collé et une architecture de vibration hors plan. Ce dispositif de volume allant de 4 jusqu'à 15 mm³ génère une tension en circuit ouvert de 13,9 μV_{rms} à la fréquence de résonance de 530 Hz et une accélération de 1 g. Ceci correspond à une puissance de sortie maximum de 23 pW [85]. Miki *et al* ont fabriqué un macrogénérateur électromagnétique en utilisant des aimants NdFeB pulvérisés et une architecture de vibration dans le plan. La puissance récupérée avec cette structure a été améliorée à 760 pW avec une amplitude de vibration de 48 μm crête à crête à 94,9 Hz [86].

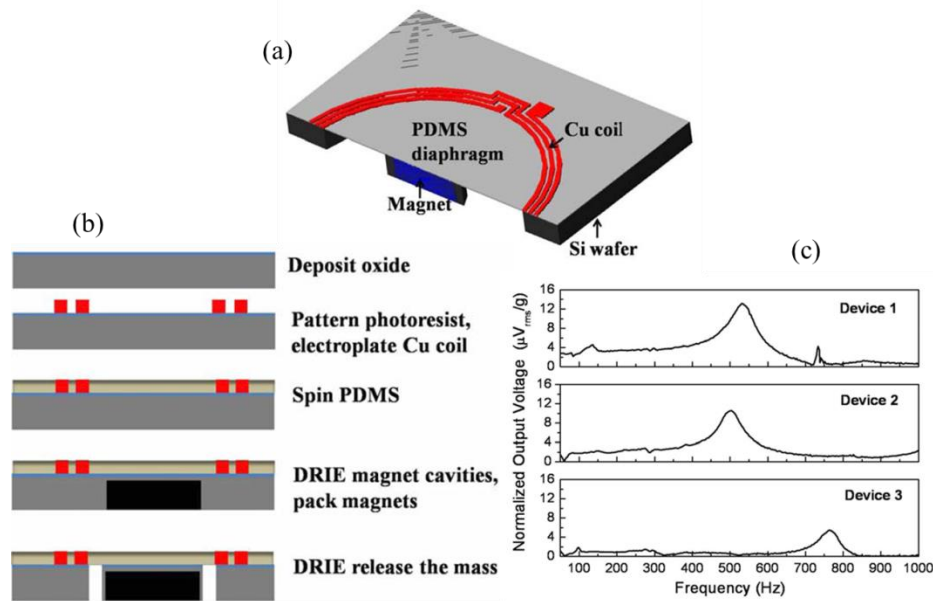


Figure 1.26 : (a) Vue en coupe 3D du récupérateur d'énergie électromagnétique (b) étapes de fabrication du micro-générateur électromagnétique (c) tension générée en circuit ouvert pour trois dispositifs de dimensions différentes [86]

L'intégration de matériaux piézoélectriques pour la réalisation de MEMS pour la récupération d'énergie est quant à elle plus aisée et représente le plus grand nombre d'applications en récupération d'énergie mécanique. Un micro-générateur piézoélectrique typique est une structure multicouche constituée de plusieurs parties : une micropoutre qui joue le rôle de support déformable, une couche piézoélectrique et ses électrodes et enfin une masse sismique rattachée à l'extrémité libre de la poutre. Le silicium est souvent utilisé pour la micropoutre et la masse sismique, en utilisant pour la plupart des cas un substrat SOI et le micro-usinage de volume [87]–[93]. Aktakka *et al.* ont ainsi fabriqué des structures unimorphes PZT/Si et bimorphes PZT/Si/PZT de type micropoutre [89]–[91]. La masse sismique utilisée est soit en silicium ou en tungstène. Ce convertisseur avec une masse sismique de tungstène produit 205 mW à 1,5 g à une fréquence de résonance de 154 Hz. Le volume du dispositif actif est élevé puisqu'il est de $7 \times 7 \times 0,55 \text{ mm}^3$ [89], [94]. Du ZnO peut aussi être utilisé comme transducteur piézoélectrique. Une poutre ZnO/Si a été fabriquée par Wank *et al* [93] et permet de récupérer une puissance de $0,98 \mu\text{W}$ à une fréquence de résonance élevée de 1300 Hz pour une accélération de 1 g. Les étapes de fabrication de ce MEMS ZnO/Si ainsi que ses performances sont illustrées Figure 1.27.

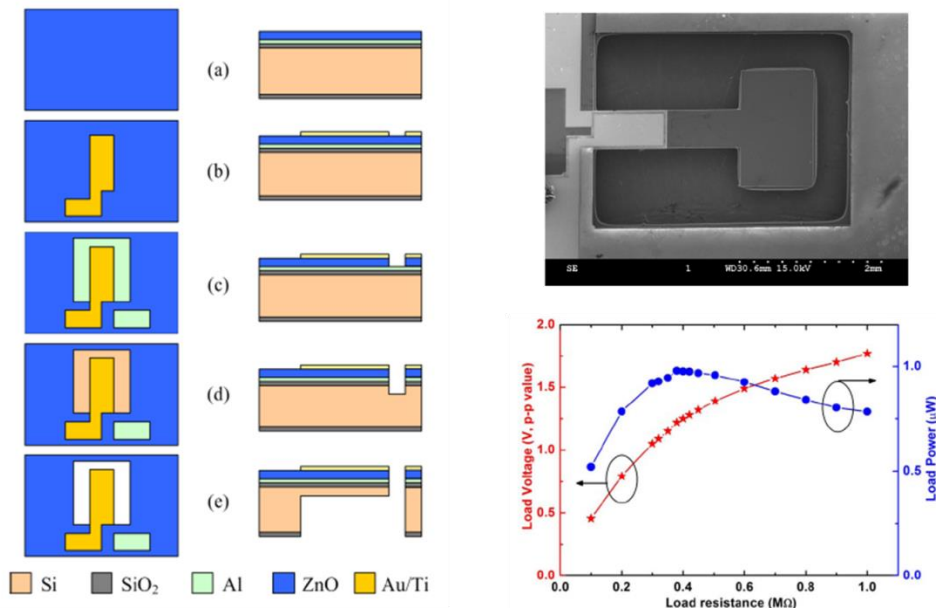


Figure 1.27 : (1) Etapes de fabrication par micro-usinage de volume d'une micropoutre piézoélectrique à base ZnO : (a) dépôts des différentes couches : SiO₂, Al et ZnO ; (b) fabrication de l'électrode supérieure par lift-off; (c) gravure humide du film ZnO ; (d) attaque chimique de Al, SiO₂ et Si (e) libération de la micropoutre par DRIE face arrière. (2) Image MEB de la micro-poutre Si/ZnO (3) Tension et puissance en fonction de la résistance de charge obtenues à la résonance mécanique de la micro-poutre et sous une accélération de 1 g [93]

D'autres formes de micro-récupérateurs piézoélectriques peuvent être fabriqués tels que des spirales, des serpentins, zigzags, etc [95]–[98]. Lu *et al.* ont par exemple développé un disque de silicium micro-usiné (servant de masse sismique) avec des ressorts piézoélectriques en sandwich présentant une fréquence de résonance de 15- 42 Hz et un facteur de qualité de 39 - 55. Les étapes de fabrication du disque sont présentées Figure 1.28. Le film PZT et ses électrodes sont déposés sur un substrat SOI respectivement par procédé sol-gel et pulvérisation cathodique, avant d'être gravés. Le disque de silicium est finalement libéré par attaque plasma RIE de la face arrière de la plaquette après gravure face avant pour définir la forme du disque. La taille finale du dispositif est relativement élevée : 6 mm×6mm ×0,4mm. Il peut récupérer à sa résonance une puissance de 0,57 µW pour une accélération de 0,1 g [92].

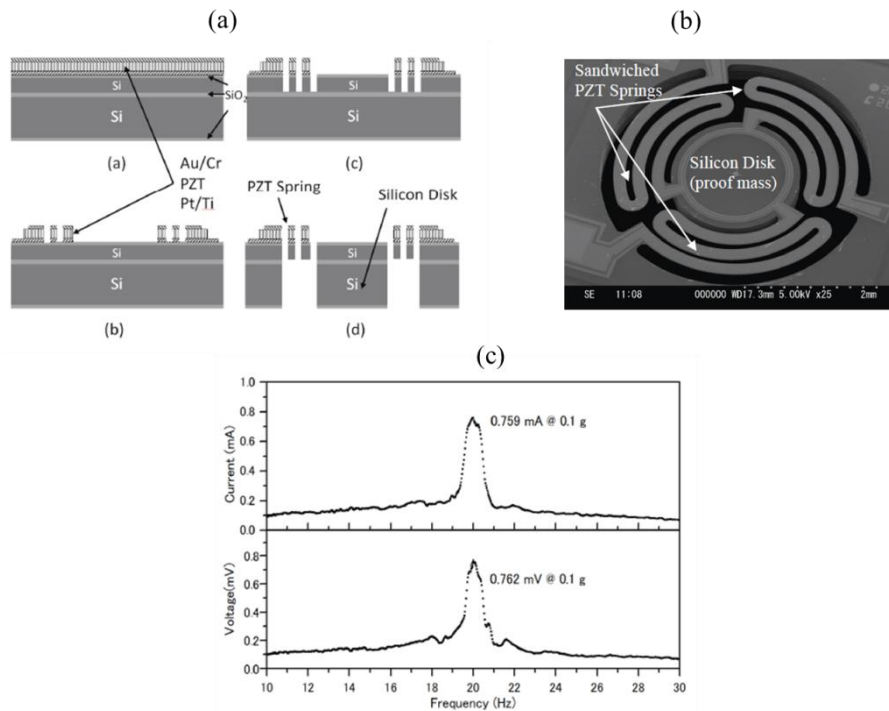


Figure 1.28 : Disque Si /PZT pour la récupération d'énergie : (a) étapes de fabrication ; (b) image MEB du disque de diamètre 2 mm avec des ressorts piézoélectriques pris en sandwich ; (c) tension et courant mesurés pour une accélération de 0,1 g [92]

1.3.2.2 Technologies alternatives : cas des matériaux inorganiques

Des matériaux inorganiques autres que le silicium peuvent être utilisés comme masse sismique ou comme supports mécaniques des matériaux actifs pour améliorer les performances des récupérateurs d'énergie. La masse sismique peut être ainsi fabriquée avec des matériaux plus lourds que le silicium, pour réduire la fréquence de résonance et augmenter la déformation. Le tungstène, le nickel ou l'alliage fer-nickel, assemblés à l'extrémité libre d'une micropoutre de silicium peuvent être préférés [89], [99]. Frang *et al.* [100] ont conçu et fabriqué un générateur avec une poutre composite et une masse métallique en nickel. La dimension de la partie micropoutre incluant la couche piézoélectrique de PZT est de $2 \times 0,6 \times 0,013 \text{ mm}^3$. La fabrication de ce dispositif se fait avec des techniques telles que le sol-gel pour le dépôt de film de PZT, la gravure RIE sèche et la gravure chimique humide pour la structuration de la micropoutre en Si. Par la suite, la masse sismique de nickel, fabriquée par « poor » LIGA, est apposée sur la micropoutre à l'aide d'une colle. La fréquence de résonance de ce générateur est d'environ 608 Hz et la puissance de sortie de $2,16 \mu\text{W}$ à 1 g.

Des micro-poutres avec une couche épaisse piézoélectrique de PZT imprimée par sérigraphie sur des supports d'acier inoxydable, d'aluminium ou de cuivre métalliques sont également proposées pour les générateurs de récupération d'énergie [101], [102]. Les supports métalliques, plus souples que le silicium, permettent d'atteindre plus de déformation sous vibration. Chen *et al* utilisent ces micro-générateurs piézoélectriques pour alimenter un capteur de température sans fil. Le récupérateur d'énergie piézoélectrique de type poutre acier inoxydable/PZT délivre une puissance de 400 mW à 120 Hz pour une accélération de 1.5 g

[101]. Un autre exemple illustre un bimorphe avec des couches de PZT ou PZN-P3LZT déposées sur un substrat d'aluminium par « doctor blade ». Cette structure génère $82 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ à la fréquence de résonance de 66,2 Hz pour une accélération de 1,5 g [103].

Zhu *et al* [102] ont réalisé un noeud de capteurs intelligents autoalimentés composé d'un générateur piézoélectrique bimorphe (Figure 1.29.a.b), un circuit de conditionnement de puissance, des capteurs et un émetteur RF. Ce capteur intelligent auto-alimenté « smart tag » a des dimensions similaires à une carte de crédit et peut être facilement intégré dans diverses applications telles que la surface d'un avion. Le générateur est fabriqué par sérigraphie d'une couche épaisse de PZT sur de l'acier inoxydable. Les couches isolantes diélectriques ainsi que les électrodes sont aussi sérigraphiées. Expérimentalement, le générateur produit une puissance de sortie efficace maximale de $240 \mu\text{W}$ lorsqu'il est excité à des vibrations avec une fréquence de 67 Hz et une amplitude crête de 0,4 g (Figure 1.29.c). Une puissance plus importante a pu être obtenue par Roundy *et al.* [104] à partir de deux couches PZT de part et d'autre d'une feuille en acier de taille $6.5 \times 6.5 \times 3.2 \text{ mm}^3$. La masse sismique est fabriquée à partir d'un alliage relativement dense de tungstène de 1 cm^3 de volume. La puissance générée est de 375 mW à une accélération de 2,5 g à 120 Hz. La structure fabriquée et une courbe de performance sont illustrées Figure 1.30.

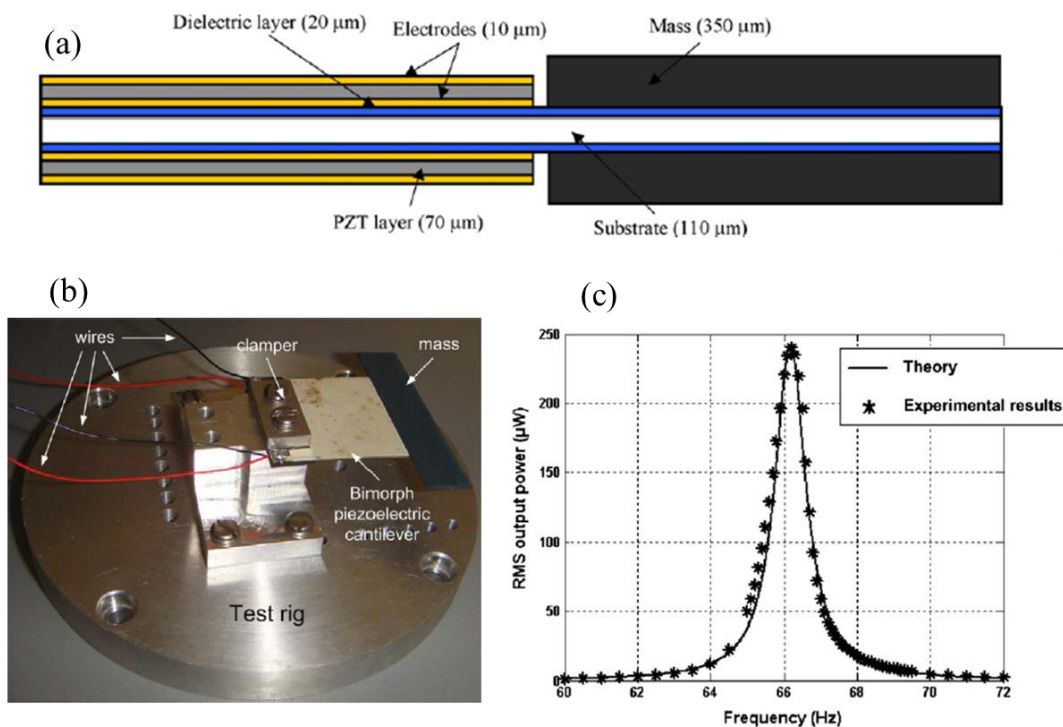


Figure 1.29 : (a) Vue en coupe du générateur piézoélectrique bimorphe (b) photo du générateur sous test de vibration, (c) puissance électrique récupérée (mesures et théorie) fonction de la fréquence mécanique de la structure sous une accélération de 1g [105]

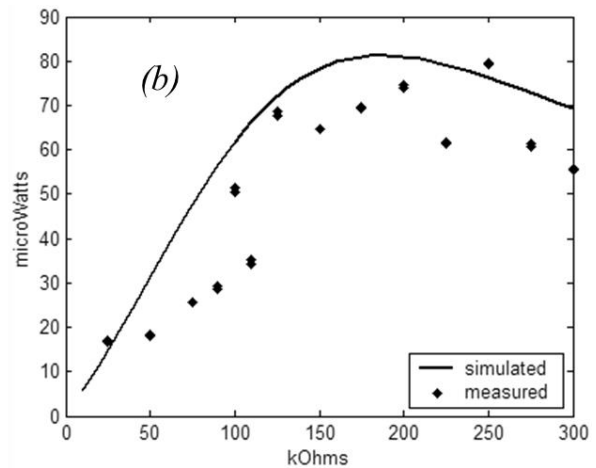
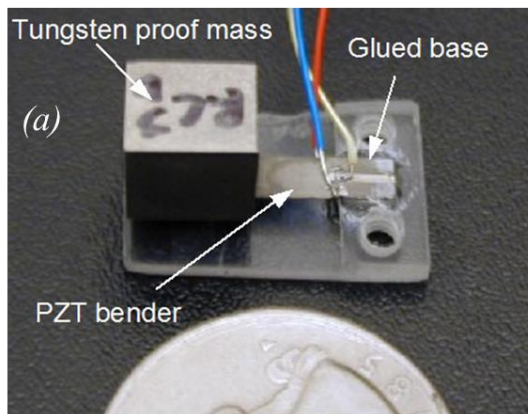


Figure 1.30: (a) Récupérateur d'énergie constitué de 2 couches de PZT imprimées de part et d'autre d'une feuille d'acier et d'une masse sismique en tungstène (b) puissance générée mesurée et simulée en fonction de la résistance de charge [104]

1.3.2.3 Technologies alternatives : cas de matériaux organiques et composites

Les matériaux polymères offrent de nombreux avantages en termes de coût, facilité de mise en forme, bio-compatibilité, propriétés mécaniques variées, technologie à faible coût et simplicité de mise en forme, etc. Pour ces raisons, la recherche s'oriente vers des systèmes de récupération d'énergie 100% organiques. Ce paragraphe présente des exemples des convertisseurs électromécaniques en polymère proposés dans la littérature. Pour ces convertisseurs, lorsqu'ils sont de type micropoutre avec une masse sismique au bout, la flexibilité des matériaux (faible module d'Young) permettra d'obtenir une déformation élevée de la couche active intégrée sur la surface de la poutre. Alors, l'interaction avec les vibrations ambiantes sera plus efficace. A titre d'exemple, une micropoutre à base de matériau nanocomposite (nanoparticules de ZnO dispersées dans la résine photosensible SU-8) est présentée Figure 1.31, fabriquée par Prashanthi *et al.* [106] pour des applications de récupération d'énergie. Cette intégration conserve non seulement les propriétés piézoélectriques et semi-conductrices du ZnO, mais permet aussi de maintenir la photosensibilité de la SU-8 pour faciliter la fabrication par photolithographie en éliminant les étapes coûteuses de gravure. La puissance de sortie maximale produite par cette poutre de volume $250 \times 50 \times 4,7 \mu\text{m}^3$ est de $25 \mu\text{W}$ pour une résistance de charge de $100 \text{ k}\Omega$ à une fréquence de résonance de 4 kHz (fréquence élevée pour une application de récupération d'énergie).

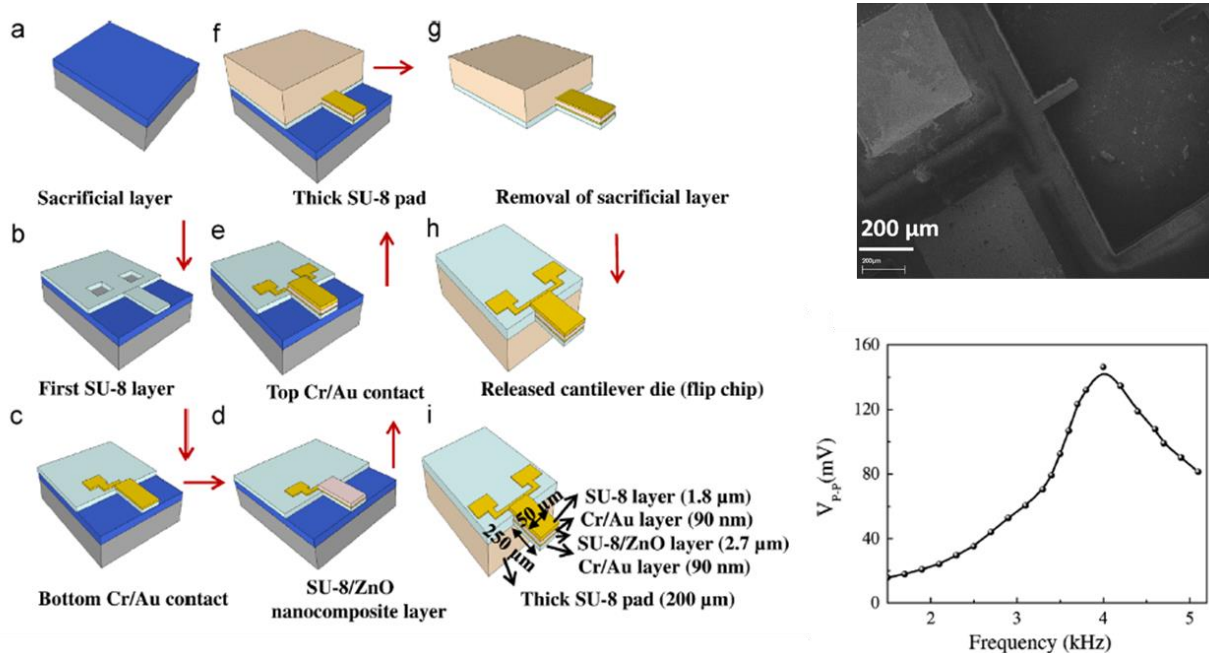


Figure 1.31 : (a) Etapes de fabrication d'une micropoutre flexible à base de SU-8 et nanoparticules de ZnO ; (b) image MEB de la micropoutre nanocomposite et tension générée en fonction de la fréquence de vibration [106]

Le PVDF (poly (fluorure de vinylidène)) et ses copolymères dérivés sont maintenant largement utilisés pour la récupération d'énergie piézoélectrique à l'aide de matériaux polymères [107]. Ken *et al.* ont intégré une structure bimorphe dans une paire de chaussures fabriquée par stratification de deux feuilles de PVDF de 28 μm avec un substrat plastique d'épaisseur 1 mm entre les deux films. Une puissance de 0,6 mW est fournie en marchant [108]. Talemí *et al.* [109] ont fabriqué un dispositif piézo/pyroélectrique tout polymère en utilisant le PVDF comme matériau actif et le PEDOT (Poly(3,4-éthylènedioxythiophène)) comme matériau pour l'électrode de recouvrement. Le matériau actif est déposé sur un morceau en plastique de dimension millimétrique et de forme poutre rectangulaire. Ce dispositif est capable de générer un niveau utilisable de courant de sortie (> 3,5 μA) lorsqu'il est mis en vibration à l'aide de l'inhalation et l'exhalation humaine.

Le procédé de moulage peut aussi être utilisé pour fabriquer des générateurs piézoélectriques composites de type micropoutre à base de résine époxy et de PZT. La transduction est assurée par un disque PZT de 100 μm noyé dans un moule silicone rempli de résine époxy permettant de réaliser une forme rectangulaire ou triangulaire [110]. Dans un autre exemple, un matériau composite constitué d'un monocristal de matériau piézoélectrique $(1-x)\text{Pb}(\text{Mg}_{1/3}\text{Nb}_{2/3})\text{O}_{1-x}\text{PbTiO}_3$ (PMN-PT) de taille de $7,4 \times 3 \times 110 \text{ mm}^3$ a été déposé sur un morceau de PDMS structuré sous forme de micropoutre avec une masse sismique. Ce dispositif peut fournir une puissance de 0,3 mW à une fréquence d'environ 1,3 kHz [111].

On peut trouver aussi des réalisations de MEMS capacitifs organiques pour la récupération d'énergie mécanique où des films minces polymères (polyamide, P(VDF-TrFE-CFE) ou polyuréthane), qui sont des polymères électrostrictifs, sont pris en sandwich entre des électrodes pouvant aussi être organiques [112]. Comme illustré Figure 1.32, des films minces

des 3 types de polymères électrostrictifs d'environ 25 μm d'épaisseur peuvent être obtenus par dépôt à la tournette sur un substrat en verre. Après libération du verre, les films polymères sont placés entre deux électrodes rectangulaires en cuivre de surface $20 \times 20 \text{ mm}^2$ et 100 μm d'épaisseur (Figure 1.32.a). La puissance récupérée obtenue augmente avec la fréquence de vibration appliquée (Figure 1.32.b). Une puissance maximale de $10 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ à 10 Hz est obtenue pour le terpolymère P(VDF-TrFE-CFE) (Figure 1.32.b). [112].

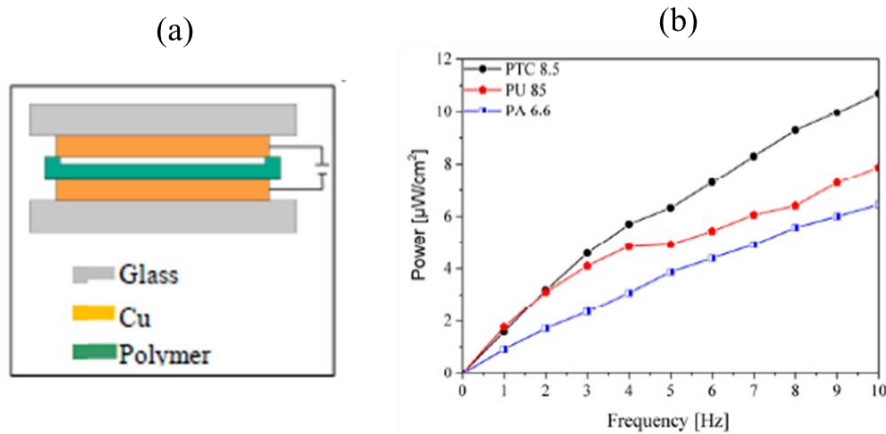


Figure 1.32 : (a) Principe de compression du polymère déposé entre 2 électrodes (b) puissance récupérée en fonction de la fréquence pour différents polymères : polyamide (PA 6.6), le poly (fluorure de vinylidène-trifluoroéthylène-1,1- chlorofluoroéthylène) (P (VDF-TrFE-CFE)) avec un rapport molaire de 61,7/29,8/8,5% en mole (PTC 8,5) et le polyuréthane thermoplastique (PU 85) [112]

1.4 Synthèse

Chaque type de transducteur présente des avantages et des inconvénients, selon les conditions de fonctionnement (amplitude des vibrations, fréquence, volume, etc.). Un excellent état de l'art des différents types de transducteurs ainsi que leur comparaison est fourni dans cette étude [113]. Une comparaison qualitative de ces techniques en termes de densité de puissance, des conditions de fonctionnement, du potentiel d'intégration et d'autres critères est résumée Tableau 1.5.

Tableau 1.5 : Comparatif des différents types de générateurs électromécaniques [113]

Type de conversion	Avantages	Inconvénients
Piézoélectrique	<ul style="list-style-type: none"> - Compatible avec l'intégration dans MEMS - Fortes puissances générées - Aucune énergie initiale requise 	<ul style="list-style-type: none"> - Dépolarisation - Faible couplage pour les polymères - Fragilité des couches piézoélectriques céramiques - Haute impédance - Prépolarisation
Electromagnétique	<ul style="list-style-type: none"> - Fort couplage - Pas de matériaux intelligents 	<ul style="list-style-type: none"> - Intégration dans MEMS difficile - Faibles puissances générées
Electrostatique	<ul style="list-style-type: none"> - Compatible avec l'intégration dans MEMS - Fort couplage 	<ul style="list-style-type: none"> - Source de tension ou charge externe requise - Circuit de conditionnement complexe - Densité de puissance faible

Ces dernières années, les transducteurs piézoélectriques ont retenu le plus l'attention des recherches pour deux raisons principales [114], [115] :

- Possibilité de miniaturisation à petite échelle, pour obtenir des milli et micro-récupérateurs d'énergie avec une configuration simple.
- Rendement de puissance électrique relativement élevé avec des puissances allant de dizaines à des centaines de microwatts (Tableau 1.6). La génération efficace et élevée d'énergie avec un transducteur piézoélectrique est souvent obtenue avec des structures résonantes de type ressort-masse.

Par contre, l'inconvénient majeur de ce type de transducteur reste toujours l'exigence d'une tension de prépolarisation très élevée (entre 50 et 150 MV/m) qui doit être appliqué au matériau avant l'utilisation. Dans ce contexte, le Tableau 1.6 permet de comparer les performances de systèmes de récupération d'énergie à base de matériaux piézoélectriques.

Tableau 1.6 : Générateur piézoélectrique : état de l'art

Référence	Fréquence (Hz)	Accélération (g)	Volume (cm ³)	Puissance (μW)	Densité de puissance (mW cm ⁻³)
[116]	120	0,24	1	375	0,37
[117]	13,9	13,2	0,000024	1	41,14
[118]	1368	4,00	0,0005	2	3,97
[119]	528	0,39	0,00099	1,1	1.11
[120]	1509	1	0,00031	0,731	2,39
[121]	13,5	-	4,32	825	0,2

Les générateurs électromagnétiques sont eux plus performants à l'échelle macroscopique que microscopique [122]. En particulier, les MEMS pour récupération d'énergie avec transduction électromagnétique ne sont pas capables de produire des niveaux de puissance suffisants en raison d'un couplage électromagnétique faible. Ces convertisseurs électromagnétiques présentent par contre l'avantage d'une mise en œuvre simple en macroscopique, avec des éléments technologiquement bien connus et performants. Ils permettent de générer de forts niveaux de courant au détriment de tensions faibles. Ces systèmes sont en outre bien adaptés à des vibrations de forte amplitude et de faible fréquence (1-20 Hz), telles que celles liées au mouvement du corps humain. Ils ont une bonne densité de puissance et ne nécessitent pas de conditionnement complexe. Le Tableau 1.7 donne les caractéristiques de quelques exemples de prototypes utilisant ce mode de conversion.

Tableau 1.7 : Générateur électromagnétique : état de l'art

Référence	Fréquence (Hz)	Accélération (g)	Volume (cm³)	Puissance (μW)	Densité de puissance (mW cm⁻³)
[123]	8080	0.39	0,0342	0,148	0,00048
[124]	100	3	50	830	0,0166
[125]	320	4,7	0,24	1000	4,1
[126]	1	0,3	306	37000	0,121
[127]	124	0,5	1,8	205	0,114
[128]	45	-	15	27000	1,8

Le transducteur électrostatique présente de nombreux avantages : la technologie utilisant l'effet électrostatique est bien adaptée pour l'intégration dans des MEMS, l'efficacité est peu dépendante de la fréquence, mais plutôt du taux de variation de la capacité. La miniaturisation permet en effet d'obtenir des densités de puissance importantes et ce, même pour des déplacements relatifs de faible amplitude. Le plus gros inconvénient des convertisseurs électrostatiques est la nécessité d'une source de tension externe pour charger les armatures [129]. Certains systèmes surmontent ce problème en utilisant des électrets pour avoir des condensateurs possédant une charge électrique quasi permanente [130], [131]. Par comparaison avec les deux modes de transduction précédents, piézoélectriques et électromagnétiques, la puissance générée par un convertisseur électrostatique est en général plus petite. Le Tableau 1.8 donne quelques exemples de résultats obtenus avec des systèmes électrostatiques.

Tableau 1.8 : Générateur électrostatique : état de l'art

Référence	Fréquence (Hz)	Accélération (g)	Volume (cm³)	Puissance (μW)	Densité de puissance (mW cm⁻³)
[132]	100	0.23	0,1	11	0,11
[133]	50	0.3	18	1000	0,05
[134]	250	0,24	0,061	0,061	0,0001
[114]	150	1,5	0,048	2,3	0,048
[136]	352	7	0,187	9,8	0,052
[137]	100	1	12,6	1800	0,11

Bien que les niveaux de puissance offerts par les transducteurs électrostatiques ne soient pas élevés (maximum quelques milliwatts), et bien qu'ils aient besoin d'une polarisation électrique initiale, les convertisseurs électrostatiques sont considérés comme les générateurs d'énergie les plus prometteurs pour les futurs systèmes miniaturisés autonomes. En effet, les transducteurs électrostatiques ne possèdent pas le problème de durée de vie courte, et ils peuvent générer des tensions élevées tout en ayant une très petite taille.

Au cours de ce travail, nous chercherons à augmenter la densité de puissance qui peut être générée par un générateur électrostatique en utilisant les propriétés physiques de matériaux électrostrictifs dont les variations de capacité dues aux changements de permittivité sous déformation, clairement supérieures à celles obtenues par variation de géométrie. La difficulté d'obtention de variations de capacité supérieures au nano Farad avec un condensateur classique requiert néanmoins une attention particulière vis-à-vis des capacités parasites. Les condensateurs variables fabriqués avec des matériaux électrostrictifs présentent plusieurs avantages par rapport aux autres récupérateurs d'énergie mécanique piézoélectriques ou électromagnétiques. Les matériaux électrostrictifs peuvent être facilement intégrés dans les MEMS et fonctionnent à une tension de polarisation faible. Des technologies MEMS alternatives à la technologie silicium peuvent permettre de réaliser une micro-poutre composite avec masse sismique, et d'intégrer ainsi le matériau composite. L'utilisation de ce type de matériau n'est pas aussi répandue que les matériaux piézoélectriques. Cependant, de plus en plus de laboratoires de recherche commencent à s'intéresser à ce type de conversion en raison, d'une part, des progrès réalisés dans le domaine des matériaux, avec notamment une amélioration du couplage électromécanique. D'autre part, contrairement aux matériaux piézoélectriques qui fonctionnent bien mais seulement pour des fréquences relativement élevées, les matériaux électrostrictifs sont des alternatives intéressantes de par leur faible rigidité mécanique qui permet de fonctionner à basse fréquence (<100 Hz) et à très basse fréquence (< 1 Hz). Ils ne nécessitent de plus pas de tension de prépolarisation importante avant leur utilisation contrairement aux matériaux piézoélectriques. Compte tenu de ces avantages des transducteurs électrostrictifs, qui seront de plus fabriqués grâce à des technologies bas coût alternatives à la technologie Silicium, nous espérons offrir une solution alternative de MEMS efficace dans le domaine de la récupération d'énergie.

1.5 Références

- [1] C. C. Warnick, « Hydropower engineering », 1984.
- [2] Y. Hamakawa, « Photovoltaic power », *Sci Am United States*, vol. 256, n° 4, 1987.
- [3] D. Prasad et M. Snow, *Designing with solar power: a source book for building integrated photovoltaics (BiPV)*. Routledge, 2014.
- [4] T. Ackermann et others, *Wind power in power systems*, vol. 140. Wiley Online Library, 2005.
- [5] J. Taneja, J. Jeong, et D. Culler, « Design, modeling, and capacity planning for micro-solar power sensor networks », in *Proceedings of the 7th international conference on Information processing in sensor networks*, 2008, p. 407–418.
- [6] T. E. Starner, « Powerful change part 1: batteries and possible alternatives for the mobile market », *Pervasive Comput. IEEE*, vol. 2, n° 4, p. 86–88, 2003.
- [7] Z. Wang, V. Leonov, P. Fiorini, et C. Van Hoof, « Micromachined thermopiles for energy scavenging on human body », in *Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, 2007. TRANSDUCERS 2007. International*, 2007, p. 911–914.
- [8] N. S. Shenck et J. A. Paradiso, « Energy scavenging with shoe-mounted piezoelectrics », *IEEE Micro*, n° 3, p. 30–42, 2001.
- [9] E. S. Aydil, D. J. Norris, U. Kortshagen, et X. Zhu, « Photovoltaic Devices Based on Nanoparticles and Nanowires », in *NSF Nanoscale Science and Engineering Grantees Conference*, 2006, p. 1–3.
- [10] A. El Aroudi, M. Lopez-Suarez, E. Alarcon, R. Rurali, et G. Abadal, « Nonlinear dynamics in a graphene nanostructured device for energy harvesting », in *Circuits and Systems (ISCAS), 2013 IEEE International Symposium on*, 2013, p. 2727–2730.
- [11] I. Neri, F. Travasso, H. Vocca, et L. Gammaitoni, « Nonlinear noise harvesters for nanosensors », *Nano Commun. Netw.*, vol. 2, n° 4, p. 230–234, 2011.
- [12] S. Boisseau, « Récupération d'énergie vibratoire à électrets », Université de Grenoble, 2011.
- [13] I. Buchmann, « Batteries in a portable world: A handbook on rechargeable batteries for non-engineers . Cadex Electronics Inc », *Richmond Can.*, 2001.
- [14] « Énergie éolienne — Wikipédia ». [En ligne]. Disponible sur: https://fr.wikipedia.org/wiki/%C3%89nergie_%C3%A9olienne. [Consulté le: 26-juill-2016].
- [15] E. Sardini et M. Serpelloni, « Self-powered wireless sensor for air temperature and velocity measurements with energy harvesting capability », *Instrum. Meas. IEEE Trans. On*, vol. 60, n° 5, p. 1838–1844, 2011.
- [16] Y. Xia *et al.*, « A hybrid flapping-leaf microgenerator for harvesting wind-flow energy », in *2016 IEEE 29th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS)*, 2016, p. 1224–1227.
- [17] F. Fei, J. D. Mai, et W. J. Li, « A wind-flutter energy converter for powering wireless sensors », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 173, n° 1, p. 163–171, 2012.
- [18] S. Ayazian, V. A. Akhavan, E. Soenen, et A. Hassibi, « A photovoltaic-driven and energy-autonomous CMOS implantable sensor », *Biomed. Circuits Syst. IEEE Trans. On*, vol. 6, n° 4, p. 336–343, 2012.

- [19] C.-Y. Chen et P. H. Chou, « DuraCap: a supercapacitor-based, power-bootstrapping, maximum power point tracking energy-harvesting system », in *Proceedings of the 16th ACM/IEEE international symposium on Low power electronics and design*, 2010, p. 313–318.
- [20] T. Bourgeteau, « Development of hybrid photocathodes for solar hydrogen production », Ecole Polytechnique, 2015.
- [21] « RTE/SER/ERDF/ADEeF (panorama de l'électricité renouvelable - décembre 2015) - Google Scholar ». [En ligne]. Disponible sur: <https://scholar.google.fr/scholar?hl=fr&q=RTE%2FSER%2FERDF%2FADEeF+%28panorama+de+l%E2%80%99%C3%A9lectricit%C3%A9+renouvelable+-+d%C3%A9cembre+2015%29&btnG=&lr=>. [Consulté le: 26-juill-2016].
- [22] N. S. Hudak et G. G. Amatucci, « Small-scale energy harvesting through thermoelectric, vibration, and radiofrequency power conversion », *J. Appl. Phys.*, vol. 103, n° 10, p. 101301, 2008.
- [23] X. Lu et S.-H. Yang, « Thermal energy harvesting for WSNs », in *Systems Man and Cybernetics (SMC), 2010 IEEE International Conference on*, 2010, p. 3045–3052.
- [24] F. Akhtar et M. H. Rehmani, « Energy replenishment using renewable and traditional energy resources for sustainable wireless sensor networks: A review », *Renew. Sustain. Energy Rev.*, vol. 45, p. 769–784, 2015.
- [25] P. D. Mitcheson, E. M. Yeatman, G. K. Rao, A. S. Holmes, et T. C. Green, « Energy harvesting from human and machine motion for wireless electronic devices », *Proc. IEEE*, vol. 96, n° 9, p. 1457–1486, 2008.
- [26] Y. Zhu, S. R. Moheimani, et M. R. Yuce, « A 2-DOF MEMS ultrasonic energy harvester », *Sens. J. IEEE*, vol. 11, n° 1, p. 155–161, 2011.
- [27] S. Horowitz et M. Sheplak, « Micromachined Acoustic Energy Harvesters », *Micro Energy Harvest.*, p. 271–295, 2015.
- [28] F. U. Khan et others, « State of the art in acoustic energy harvesting », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 25, n° 2, p. 23001, 2015.
- [29] C.-Y. Sue et N.-C. Tsai, « Human powered MEMS-based energy harvest devices », *Appl. Energy*, vol. 93, p. 390–403, 2012.
- [30] F. Davis et S. P. Higson, « Biofuel cells—recent advances and applications », *Biosens. Bioelectron.*, vol. 22, n° 7, p. 1224–1235, 2007.
- [31] B. J. Hansen, Y. Liu, R. Yang, et Z. L. Wang, « Hybrid nanogenerator for concurrently harvesting biomechanical and biochemical energy », *ACS Nano*, vol. 4, n° 7, p. 3647–3652, 2010.
- [32] C. Xu, C. Pan, Y. Liu, et Z. L. Wang, « Hybrid cells for simultaneously harvesting multi-type energies for self-powered micro/nanosystems », *Nano Energy*, vol. 1, n° 2, p. 259–272, 2012.
- [33] S. C. Mukhopadhyay, « Wearable sensors for human activity monitoring: A review », *Sens. J. IEEE*, vol. 15, n° 3, p. 1321–1330, 2015.
- [34] W. K. Kumar, A. Kumar, et A. Bindal, « Design and simulation of a power harvesting framework using a micro-cantilever and an integrated DPL type BAW resonator », in *Computer, Communication and Control (IC4), 2015 International Conference on*, 2015, p. 1–8.
- [35] C. Park et P. H. Chou, « Ambimax: Autonomous energy harvesting platform for multi-supply wireless sensor nodes », in *Sensor and Ad Hoc Communications and Networks*,

2006. *SECON'06. 2006 3rd Annual IEEE Communications Society on*, 2006, vol. 1, p. 168–177.
- [36] S. Basagni, M. Y. Naderi, C. Petrioli, et D. Spenza, « Wireless sensor networks with energy harvesting », *Mob. Ad Hoc Netw. Cut. Edge Dir. Basagni M Conti Giordano Stojmenovic Eds Hoboken NJ John Wiley Sons Inc*, p. 703–736, 2013.
- [37] M. Belleville *et al.*, « Energy autonomous sensor systems: Towards a ubiquitous sensor technology », *Microelectron. J.*, vol. 41, n° 11, p. 740–745, 2010.
- [38] R. J. M. Vullers, R. van Schaijk, I. Doms, C. Van Hoof, et R. Mertens, « Micropower energy harvesting », *Solid-State Electron.*, vol. 53, n° 7, p. 684–693, 2009.
- [39] M. Kochlan, S. Zak, J. Micek, et J. Milanova, « Control unit for power subsystem of a wireless sensor node », in *Computer Science and Information Systems (FedCSIS), 2015 Federated Conference on*, 2015, p. 1239–1246.
- [40] Y. K. Tan et S. K. Panda, « Energy harvesting from hybrid indoor ambient light and thermal energy sources for enhanced performance of wireless sensor nodes », *Ind. Electron. IEEE Trans. On*, vol. 58, n° 9, p. 4424–4435, 2011.
- [41] S. Roundy, P. K. Wright, et J. Rabaey, « A study of low level vibrations as a power source for wireless sensor nodes », *Comput. Commun.*, vol. 26, n° 11, p. 1131–1144, 2003.
- [42] R. Bhat, « Acoustic Energy Harvesting ».
- [43] S. Roundy, P. K. Wright, et J. Rabaey, « A study of low level vibrations as a power source for wireless sensor nodes », *Comput. Commun.*, vol. 26, n° 11, p. 1131–1144, 2003.
- [44] C. B. Williams et R. B. Yates, « Analysis of a micro-electric generator for microsystems », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 52, n° 1, p. 8–11, 1996.
- [45] P. Woias, « Energy harvesting ». FSRM-Workshop, 24-avr-2015.
- [46] R. Amirtharajah et A. P. Chandrakasan, « Self-powered signal processing using vibration-based power generation », *Solid-State Circuits IEEE J. Of*, vol. 33, n° 5, p. 687–695, 1998.
- [47] M. Lallart, J.-F. Capsal, G. Sebald, P.-J. Cottinet, et D. Guyomar, « Converse electrostrictive effect in dielectric polymers », *Sens. Actuators B Chem.*, vol. 190, p. 259–264, 2014.
- [48] M. Lallart, P.-J. Cottinet, D. Guyomar, et L. Lebrun, « Electrostrictive polymers for mechanical energy harvesting », *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.*, vol. 50, n° 8, p. 523–535, 2012.
- [49] J.-F. Capsal, J. Galineau, P.-J. Cottinet, D. Guyomar, et others, « Evaluation of macroscopic polarization and actuation abilities of electrostrictive dipolar polymers using the microscopic Debye/Langevin formalism », *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 45, n° 20, p. 205401, 2012.
- [50] L. Liu, Y. Liu, Z. Zhang, B. Li, et J. Leng, « Electromechanical stability of electro-active silicone filled with high permittivity particles undergoing large deformation », *Smart Mater. Struct.*, vol. 19, n° 11, p. 115025, 2010.
- [51] Z.-Y. Cheng *et al.*, « Transverse strain responses in electrostrictive poly (vinylidene fluoride-trifluoroethylene) films and development of a dilatometer for the measurement », *J. Appl. Phys.*, vol. 86, n° 4, p. 2208–2214, 1999.
- [52] C. Huang *et al.*, « Poly (vinylidene fluoride-trifluoroethylene) based high performance electroactive polymers », *Dielectr. Electr. Insul. IEEE Trans. On*, vol. 11, n° 2, p. 299–311, 2004.

- [53] F. M. Guillot et E. Balizer, « Electrostrictive effect in polyurethanes », *J. Appl. Polym. Sci.*, vol. 89, n° 2, p. 399–404, 2003.
- [54] C. Jean-Mistral, S. Basrour, et J. J. Chaillout, « Comparison of electroactive polymers for energy scavenging applications », *Smart Mater. Struct.*, vol. 19, n° 8, p. 85012, 2010.
- [55] C. Putson *et al.*, « Effects of copper filler sizes on the dielectric properties and the energy harvesting capability of nonpercolated polyurethane composites », *J. Appl. Phys.*, vol. 109, n° 2, p. 24104, 2011.
- [56] P.-J. Cottinet, D. Guyomar, M. Lallart, B. Guiffard, et L. Lebrun, « Investigation of electrostrictive polymer efficiency for mechanical energy harvesting », *Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control IEEE Trans. On*, vol. 58, n° 9, p. 1842–1851, 2011.
- [57] B. Guiffard, L. Seveyrat, G. Sebald, et D. Guyomar, « Enhanced electric field-induced strain in non-percolative carbon nanopowder/polyurethane composites », *J. Phys. Appl. Phys.*, vol. 39, n° 14, p. 3053, 2006.
- [58] D. Guyomar, C. Richard, A. Badel, E. Lefeuvre, et M. Lallart, « Energy harvesting using non-linear techniques », in *Energy Harvesting Technologies*, Springer, 2009, p. 209–266.
- [59] L. Petit, B. Guiffard, L. Seveyrat, et D. Guyomar, « Actuating abilities of electroactive carbon nanopowder/polyurethane composite films », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 148, n° 1, p. 105–110, 2008.
- [60] X. Yin, Q. Liu, J. Galineau, P.-J. Cottinet, D. Guyomar, et J.-F. Capsal, « Enhanced Electromechanical Performances in Plasticizer Modified Electrostrictive Polymers », *Eur. Polym. J.*, 2016.
- [61] D. Jaah, C. Putson, et N. Muensit, « Enhanced strain response and energy harvesting capabilities of electrostrictive polyurethane composites filled with conducting polyaniline », *Compos. Sci. Technol.*, vol. 122, p. 97–103, 2016.
- [62] P.-J. Cottinet, D. Guyomar, B. Guiffard, C. Putson, et L. Lebrun, « Modeling and experimentation on an electrostrictive polymer composite for energy harvesting », *Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control IEEE Trans. On*, vol. 57, n° 4, p. 774–784, 2010.
- [63] C. Putson *et al.*, « Effects of copper filler sizes on the dielectric properties and the energy harvesting capability of nonpercolated polyurethane composites », *J. Appl. Phys.*, vol. 109, n° 2, p. 24104, 2011.
- [64] P.-J. Cottinet *et al.*, « Analysis of AC-DC conversion for energy harvesting using an electrostrictive polymer P (VDF-TrFE-CFE) », *Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control IEEE Trans. On*, vol. 58, n° 1, p. 30–42, 2011.
- [65] V. Bobnar, A. Levstik, C. Huang, et Q. M. Zhang, « Enhanced dielectric response in all-organic polyaniline–poly (vinylidene fluoride-trifluoroethylene-chlorotrifluoroethylene) composite », *J. Non-Cryst. Solids*, vol. 353, n° 2, p. 205–209, 2007.
- [66] Y. Liu, K. L. Ren, H. F. Hofmann, et Q. Zhang, « Investigation of electrostrictive polymers for energy harvesting », *Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control IEEE Trans. On*, vol. 52, n° 12, p. 2411–2417, 2005.
- [67] S. P. Beeby, M. J. Tudor, et N. M. White, « Energy harvesting vibration sources for microsystems applications », *Meas. Sci. Technol.*, vol. 17, n° 12, p. R175, 2006.
- [68] M. Renaud, K. Karakaya, T. Sterken, P. Fiorini, C. Van Hoof, et R. Puers, « Fabrication, modelling and characterization of MEMS piezoelectric vibration harvesters », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 145, p. 380–386, 2008.
- [69] I. Dufour *et al.*, « The microcantilever: A versatile tool for measuring the rheological properties of complex fluids », *J. Sens.*, vol. 2012, 2011.

- [70] C. Liu, « Recent developments in polymer MEMS », *Adv. Mater.*, vol. 19, n° 22, p. 3783–3790, 2007.
- [71] D. Thuau, C. Ayela, P. Poulin, et I. Dufour, « Highly piezoresistive hybrid MEMS sensors », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 209, p. 161–168, 2014.
- [72] P. Clément, E. Llobet, C. Lucat, et H. Debéda, « Gas discrimination using screen-printed piezoelectric cantilevers coated with carbon nanotubes », *Procedia Eng.*, vol. 120, p. 987–992, 2015.
- [73] « Fabricating MEMS and Nanotechnology ». [En ligne]. Disponible sur: <https://www.mems-exchange.org/MEMS/fabrication.html>. [Consulté le: 27-juill-2016].
- [74] C.-H. Ho, K.-P. Chin, C.-R. Yang, H.-M. Wu, et S.-L. Chen, « Ultrathick SU-8 mold formation and removal, and its application to the fabrication of LIGA-like micromotors with embedded roots », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 102, n° 1, p. 130–138, 2002.
- [75] E. Schwartz, « Roll to roll processing for flexible electronics », *Cornell Univ. MSE*, vol. 542, p. 1–24, 2006.
- [76] « Laser micromachining for manufacturing MEMS devices - 4559_8.PDF ». .
- [77] H. Siringhaus *et al.*, « High-resolution inkjet printing of all-polymer transistor circuits », *Science*, vol. 290, n° 5499, p. 2123–2126, 2000.
- [78] X. Lin, J. Kavalakkatt, M. C. Lux-Steiner, et A. Ennaoui, « Inkjet-Printed $\text{Cu}_2\text{ZnSn}(\text{S}, \text{Se})_4$ Solar Cells », *Adv. Sci.*, vol. 2, n° 6, p. n/a-n/a, juin 2015.
- [79] M. Rieu *et al.*, « Inkjet Printed SnO_2 Gas Sensor on Plastic Substrate », *Procedia Eng.*, vol. 120, p. 75–78, 2015.
- [80] D. S. Nguyen, E. Halvorsen, G. U. Jensen, et A. Vogl, « Fabrication and characterization of a wideband MEMS energy harvester utilizing nonlinear springs », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 20, n° 12, p. 125009, 2010.
- [81] P. Basset *et al.*, « Electrostatic vibration energy harvester with combined effect of electrical nonlinearities and mechanical impact », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 24, n° 3, p. 35001, 2014.
- [82] U. Bartsch, A. Trautmann, P. Ruther, J. Gaspar, et O. Paul, « Electrostatic transducers for micro energy harvesting based on SOI technology », in *TRANSDUCERS 2007-2007 International Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference*, 2007, p. 141–144.
- [83] L. G. W. Tvedt, D. S. Nguyen, et E. Halvorsen, « Nonlinear behavior of an electrostatic energy harvester under wide-and narrowband excitation », *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 19, n° 2, p. 305–316, 2010.
- [84] D. P. Arnold et N. Wang, « Permanent magnets for MEMS », *Microelectromechanical Syst. J. Of*, vol. 18, n° 6, p. 1255–1266, 2009.
- [85] N. Wang et D. P. Arnold, « Fully batch-fabricated MEMS magnetic vibrational energy harvesters », *Proc Power-MEMS*, p. 348–351, 2009.
- [86] S. Miki *et al.*, « Electromagnetic energy harvester by using buried NdFeB », in *Micro Electro Mechanical Systems (MEMS), 2012 IEEE 25th International Conference on*, 2012, p. 1221–1224.
- [87] J. C. Park, J. Y. Park, et Y.-P. Lee, « Modeling and Characterization of Piezoelectric-Mode MEMS Energy Harvester », *Microelectromechanical Syst. J. Of*, vol. 19, n° 5, p. 1215–1222, 2010.

- [88] R. Elfrink *et al.*, « Vacuum-packaged piezoelectric vibration energy harvesters: damping contributions and autonomy for a wireless sensor system », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 20, n° 10, p. 104001, 2010.
- [89] E. E. Aktakka, R. L. Peterson, et K. Najafi, « Thinned-PZT on SOI process and design optimization for piezoelectric inertial energy harvesting », in *Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference (TRANSDUCERS), 2011 16th International*, 2011, p. 1649–1652.
- [90] E. E. Aktakka, R. L. Peterson, et K. Najafi, « Multi-layer PZT stacking process for piezoelectric bimorph energy harvesters », *Diamond*, vol. 10, p. 8000, 2011.
- [91] E. E. Aktakka, R. L. Peterson, et K. Najafi, « A CMOS-compatible piezoelectric vibration energy scavenger based on the integration of bulk PZT films on silicon », in *Electron Devices Meeting (IEDM), 2010 IEEE International*, 2010, p. 31–5.
- [92] J. Lu, L. Zhang, T. Yamashita, R. Takei, N. Makimoto, et T. Kobayashi, « A Silicon Disk with Sandwiched Piezoelectric Springs for Ultra-low Frequency Energy Harvesting », in *Journal of Physics: Conference Series*, 2015, vol. 660, p. 12093.
- [93] P. Wang, S. Shi, et H. Du, « Fabrication and performance of ZnO piezoelectric cantilever for vibration energy harvesting », in *Piezoelectricity, Acoustic Waves, and Device Applications (SPAWDA), 2015 Symposium on*, 2015, p. 147–151.
- [94] K. Najafi, T. Galchev, E. E. Aktakka, R. L. Peterson, et J. McCullagh, « Microsystems for energy harvesting », in *Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference (TRANSDUCERS), 2011 16th International*, 2011, p. 1845–1850.
- [95] I. Paprotny, R. White, et P. K. Wright, « Modeling, design and fabrication of (10×10×4 mm³) MEMS AC energy scavenger for smart grid applications », in *Proc. 10th Int. Workshop Micro Nanotechnol. Power Generat. Energy Convert. Appl*, 2010, p. 107–110.
- [96] E. Fleurent-Wilson, T. E. Pollock, W.-J. Su, D. Warrier, et A. Salehian, « Wrinkle localization in membrane structures patched with macro-fiber composite actuators: Inflatable space antenna applications », *J. Intell. Mater. Syst. Struct.*, vol. 25, n° 15, p. 1978–2009, 2014.
- [97] M. A. Karami, B. Yardimoglu, et D. J. Inman, « Coupled out of plane vibrations of spiral beams for micro-scale applications », *J. Sound Vib.*, vol. 329, n° 26, p. 5584–5599, 2010.
- [98] M. A. Karami et D. J. Inman, « Analytical modeling and experimental verification of the vibrations of the zigzag microstructure for energy harvesting », *J. Vib. Acoust.*, vol. 133, n° 1, p. 11002, 2011.
- [99] H.-B. Fang *et al.*, « Fabrication and performance of MEMS-based piezoelectric power generator for vibration energy harvesting », *Microelectron. J.*, vol. 37, n° 11, p. 1280–1284, 2006.
- [100] H.-B. Fang *et al.*, « Fabrication and performance of MEMS-based piezoelectric power generator for vibration energy harvesting », *Microelectron. J.*, vol. 37, n° 11, p. 1280–1284, 2006.
- [101] J. J. Chen, Y. C. Lien, C. L. Kuo, et W. J. Wu, « Self-powered wireless temperature sensor with piezoelectric energy harvester fabricated with metal-MEMS process », in *Nano/Micro Engineered and Molecular Systems (NEMS), 2015 IEEE 10th International Conference on*, 2015, p. 619–622.
- [102] D. Zhu, S. P. Beeby, M. J. Tudor, et N. R. Harris, « A credit card sized self powered smart sensor node », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 169, n° 2, p. 317–325, 2011.

- [103] Y. Bai, H. Hughes, T. W. Button, C. Meggs, Y. Jiang, et C. Ou, « Piezoelectric free-standing thick-film structures for material characterization and energy harvesting applications », in *Applications of Ferroelectric, International Symposium on Integrated Functionalities and Piezoelectric Force Microscopy Workshop (ISAF/ISIF/PFM), 2015 Joint IEEE International Symposium on the*, 2015, p. 67–70.
- [104] S. Roundy et P. K. Wright, « A piezoelectric vibration based generator for wireless electronics », *Smart Mater. Struct.*, vol. 13, n° 5, p. 1131, 2004.
- [105] D. Zhu, S. P. Beeby, M. J. Tudor, et N. R. Harris, « A credit card sized self powered smart sensor node », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 169, n° 2, p. 317–325, 2011.
- [106] K. Prashanthi, N. Miriyala, R. D. Gaikwad, W. Moussa, V. R. Rao, et T. Thundat, « Vibrational energy harvesting using photo-patternable piezoelectric nanocomposite cantilevers », *Nano Energy*, vol. 2, n° 5, p. 923–932, 2013.
- [107] H. Li, C. Tian, et Z. D. Deng, « Energy harvesting from low frequency applications using piezoelectric materials », *Appl. Phys. Rev.*, vol. 1, n° 4, p. 41301, 2014.
- [108] C. J. Kendall, « Parasitic power collection in shoe mounted devices », Citeseer, 1998.
- [109] P. Talemi, M. Delaigue, P. Murphy, et M. Fabretto, « Flexible polymer-on-polymer architecture for piezo/pyroelectric energy harvesting », *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 7, n° 16, p. 8465–8471, 2015.
- [110] F. Goldschmidtboing, B. Muller, et P. Woias, « Optimization of resonant mechanical harvesters in piezo-polymer-composite technology », *Proc PowerMEMS*, p. 28–29, 2007.
- [111] A. Mathers, K. S. Moon, et J. Yi, « A vibration-based PMN-PT energy harvester », *Sens. J. IEEE*, vol. 9, n° 7, p. 731–739, 2009.
- [112] F.-A. Costache *et al.*, « Polymer Energy Harvester for Powering Wireless communication Systems », *Procedia Eng.*, vol. 120, p. 333–336, 2015.
- [113] S. P. Beeby, M. J. Tudor, et N. M. White, « Energy harvesting vibration sources for microsystems applications », *Meas. Sci. Technol.*, vol. 17, n° 12, p. R175, 2006.
- [114] A. Bilbao, D. Hoover, J. Rice, et J. Chapman, « Ultra-low power wireless sensing for long-term structural health monitoring », in *SPIE Smart Structures and Materials+ Nondestructive Evaluation and Health Monitoring*, 2011, p. 798109–798109.
- [115] I. Neri, F. Travasso, R. Mincigrucci, H. Vocca, F. Orfei, et L. Gammaitoni, « A real vibration database for kinetic energy harvesting application », *J. Intell. Mater. Syst. Struct.*, p. 1045389X12444488, 2012.
- [116] S. J. Roundy, « Energy scavenging for wireless sensor nodes with a focus on vibration to electricity conversion », University of California, Berkeley, 2003.
- [117] Y. B. Jeon, R. Sood, J.-H. Jeong, et S.-G. Kim, « MEMS power generator with transverse mode thin film PZT », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 122, n° 1, p. 16–22, 2005.
- [118] M. Marzencki, Y. Ammar, et S. Basrour, « Integrated power harvesting system including a MEMS generator and a power management circuit », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 145, p. 363–370, 2008.
- [119] J. C. Park, J. Y. Park, et Y.-P. Lee, « Modeling and Characterization of Piezoelectric-Mode MEMS Energy Harvester », *Microelectromechanical Syst. J. Of*, vol. 19, n° 5, p. 1215–1222, 2010.
- [120] I. Kanno, T. Ichida, K. Adachi, H. Kotera, K. Shibata, et T. Mishima, « Power-generation performance of lead-free (K, Na) NbO₃ piezoelectric thin-film energy harvesters », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 179, p. 132–136, 2012.

- [121] M. Guan et W.-H. Liao, « Design and analysis of a piezoelectric energy harvester for rotational motion system », *Energy Convers. Manag.*, vol. 111, p. 239–244, 2016.
- [122] F. Lu, H. P. Lee, et S. P. Lim, « Modeling and analysis of micro piezoelectric power generators for micro-electromechanical-systems applications », *Smart Mater. Struct.*, vol. 13, n° 1, p. 57, 2003.
- [123] S. Kulkarni *et al.*, « Design, fabrication and test of integrated micro-scale vibration-based electromagnetic generator », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 145, p. 336–342, 2008.
- [124] S. C. Yuen, J. M. Lee, W. J. Li, et P. H. Leong, « An AA-sized vibration-based microgenerator for wireless sensors », *Pervasive Comput. IEEE*, vol. 6, n° 1, p. 64–72, 2007.
- [125] M. El-Hami *et al.*, « Design and fabrication of a new vibration-based electromechanical power generator », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 92, n° 1, p. 335–342, 2001.
- [126] H.-J. Jung, I.-H. Kim, D. Y. Min, S.-H. Sim, et J.-H. Koo, « A hybrid electromagnetic energy harvesting device for low frequency vibration », in *SPIE Smart Structures and Materials+ Nondestructive Evaluation and Health Monitoring*, 2013, p. 86881I–86881I.
- [127] Y. Lei, Z. Wen, et L. Chen, « Simulation and testing of a micro electromagnetic energy harvester for self-powered system », *AIP Adv.*, vol. 4, n° 3, p. 31303, 2014.
- [128] Y. Tang et A. Khaligh, « A Multiinput Bridgeless Resonant AC–DC Converter for Electromagnetic Energy Harvesting », *Power Electron. IEEE Trans. On*, vol. 31, n° 3, p. 2254–2263, 2016.
- [129] P. Wang, K. Tanaka, S. Sugiyama, X. Dai, X. Zhao, et J. Liu, « A micro electromagnetic low level vibration energy harvester based on MEMS technology », *Microsyst. Technol.*, vol. 15, n° 6, p. 941–951, 2009.
- [130] S. Boisseau, G. Despesse, T. Ricart, E. Defay, et A. Sylvestre, « Cantilever-based electret energy harvesters », *Smart Mater. Struct.*, vol. 20, n° 10, p. 105013, 2011.
- [131] F. Peano et T. Tambosso, « Design and optimization of a MEMS electret-based capacitive energy scavenger », *IEEEASME J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 14, n° 3, p. 429–435, 2005.
- [132] S. J. Roundy, « Energy scavenging for wireless sensor nodes with a focus on vibration to electricity conversion », University of California, Berkeley, 2003.
- [133] G. Despesse, J. J. Chaillout, T. Jager, F. Cardot, et A. Hoogerwerf, « Innovative structure for mechanical energy scavenging », in *Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems Conference, 2007. TRANSDUCERS 2007. International*, 2007, p. 895–898.
- [134] P. Basset, D. Galayko, A. M. Paracha, F. Marty, A. Dudka, et T. Bourouina, « A batch-fabricated and electret-free silicon electrostatic vibration energy harvester », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 19, n° 11, p. 115025, 2009.
- [135] V. Dorzhiev, A. Karami, P. Basset, F. Marty, V. Dragunov, et D. Galayko, « Electret-free micromachined silicon electrostatic vibration energy harvester with the Bennet's Doubler as conditioning circuit », *Electron Device Lett. IEEE*, vol. 36, n° 2, p. 183–185, 2015.
- [136] K. Sonoda, T. Onishi, K. Minami, K. Kanda, T. Fujita, et K. Maenaka, « Electrostatic Energy Harvester Utilizing Bipolar Charging for High Output Power », *電気学会論文誌 E センサ・マイクロマシン部門誌*, vol. 135, n° 3, p. 91–97, 2015.

- [137] M. Perez, S. Boisseau, P. Gasnier, J. Willemin, M. Geisler, et J. L. Reboud, « A cm scale electret-based electrostatic wind turbine for low-speed energy harvesting applications », *Smart Mater. Struct.*, vol. 25, n° 4, p. 45015, 2016.

Chapitre 2 : Conception, fabrication et caractérisation de micropoutres polymères

Nous nous intéressons dans ce chapitre à des résonateurs mécaniques polymères qui doivent être optimisés pour une future intégration de matériaux piézoélectriques ou électrostrictifs pour la récupération de l'énergie mécanique vibratoire environnementale. Afin d'être efficaces, ces MEMS résonants doivent présenter une déformation globale élevée sur toute leur surface supérieure et une faible fréquence de résonance en présence de vibrations extérieures caractérisées par une accélération relativement faible (<1 g) et une faible fréquence (<500 Hz) [1]. De nombreux modèles de microstructures MEMS sont efficaces en tant que résonateur mécanique : les formes allant d'une micropoutre avec une masse sismique en son extrémité à des formes plus complexes : spirale, serpent, zigzag ou poutre inclinée aidant à diminuer la fréquence de résonance [2]–[5]. Nous considérerons ici le système micropoutre-masse qui est le résonateur mécanique le plus simple. Ce résonateur sera fabriqué en utilisant une méthode de fabrication originale, bien adaptée pour les fabrications en série, combinant photolithographie et sérigraphie. Cette technologie alternative sélectionnée guidera également le choix des matériaux pour adapter la fréquence de résonance et les grandeurs de déformation. Les dimensions des micropoutres organiques seront d'abord optimisées analytiquement et par simulation par éléments finis en fonction des contraintes technologiques et de l'application. Des micropoutres de forme trapézoïdale comportant une masse sismique à leur extrémité seront choisies en raison de leur faible fréquence de résonance et de leur déformation en surface élevée et constante par rapport aux autres géométries [6]–[9].

La fabrication des micro-structures organiques sera ensuite détaillée. Les caractéristiques mécaniques des micropoutres fabriquées seront enfin mesurées en particulier la fréquence de résonance de vibration du premier mode de flexion hors plan et la déformation induite dans la structure à la résonance. Cette déformation mesurée permettra d'estimer la puissance qui peut être récupérée dans le cas d'une conversion électrostrictive. Nous terminerons ce chapitre par la réalisation d'un convertisseur mécanique multimodes composé de 5 micropoutres conçu pour couvrir une gamme de vibrations de 300 Hz autour de la fréquence de sources de vibrations ambiantes classiques.

2.1 Conception

2.1.1 Forme optimale

La majorité des convertisseurs d'énergie vibratoires développés à ce jour est basée sur un système mécanique résonant de type masse-ressort qui optimise l'énergie mécanique ambiante qui peut être récupérée. Avec ce type de système mécanique, l'énergie mécanique ambiante récupérée est d'autant plus grande que le déplacement de la masse sismique l'est. La forme générale de ce type de convertisseur est une micropoutre constituée de 3 parties comme

représenté Figure 2.1 : une partie poutre suspendue de faible rigidité fixée à un support rigide d'un côté et rattachée de l'autre côté par une masse sismique lourde (extrémité libre). Ce type de micro-structure génère une large déformation sur sa surface supérieure lorsqu'elle est soumise à des vibrations. La masse sismique ajoutée au bout de la micropoutre permet d'autre part de minimiser et de contrôler la fréquence de résonance des micro-structures, tout en augmentant leurs déformations à la résonance.

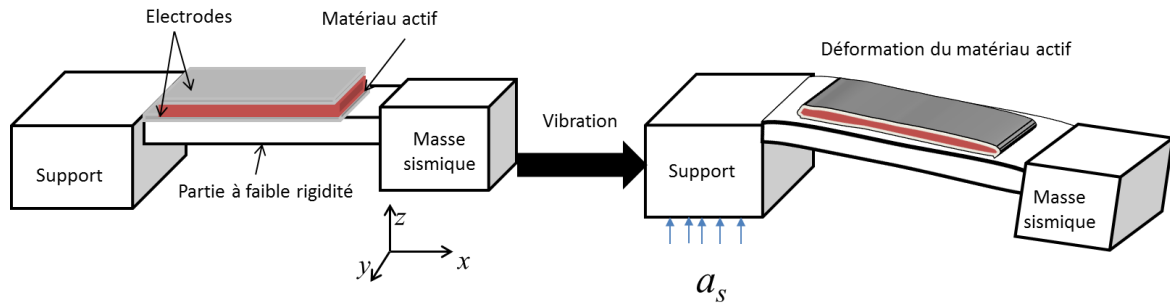


Figure 2.1 : Schéma d'une micropoutre avec et sans déformation ; a_s est l'accélération appliquée sur le support fixe de la micropoutre

Cette forme générale va dans un premier temps être étudiée par modélisation analytique, dans le cas de formes simples rectangulaires et triangulaires. L'analyse par éléments finis permettra ensuite d'optimiser la géométrie de la micropoutre en s'intéressant notamment à la forme trapézoïdale qui, si elle intègre un matériau piézoélectrique ou électrostrictif, permettra une récupération efficace de l'énergie ambiante. Il faudra de plus que la micropoutre soit caractérisée par une basse fréquence de résonance réglable et égale à la fréquence des vibrations de la source.

2.1.2 Modélisation analytique

La déformation ε selon x peut s'exprimer en fonction de la courbure w par :

$$\varepsilon = \frac{h}{2} \frac{dw^2}{dx^2} \quad (2.1)$$

Prenons le cas d'une structure micropoutre de forme triangulaire au bout de laquelle une force est appliquée. La courbure s'exprime alors par :

$$w_{Triangle} = \frac{6FL}{Eb_0h^3} x^2 \quad (2.2)$$

Où est E le module d'Young de la micropoutre, L sa longueur, h son épaisseur, b_0 la largeur de sa base à l'encastrement avec $x=0$ (Figure 2.2) et F est la force d'inertie équivalente à l'extrémité libre de la micropoutre due à la vibration du support. Cette force est proportionnelle à l'accélération a_s du support et à la masse ponctuelle M_{eff} équivalente de la masse sismique à l'extrémité libre de la micropoutre : $F = M_{eff}a_s$.

Par contre, si la micropoutre est de forme rectangulaire, alors la déflexion s'exprime par :

$$w_{Rectangle} = \frac{6F}{Eb^3h^3}x^2\left(L - \frac{x}{3}\right) \quad (2.3)$$

A partir des équations précédentes, les expressions analytiques de la déformation en fonction de la longueur selon x de la micropoutre (Figure 1) s'expriment alors comme suit pour les cas des micropoutres simples rectangle et triangle :

$$\varepsilon_{Rectangle}(x) = \frac{6F}{Eb_0h^2}(L - x) \quad (2.4)$$

$$\varepsilon_{Triangle}(x) = \frac{6FL}{Eb_0h^2} \quad (2.5)$$

Ces expressions montrent que la déformation présente sur la surface supérieure de la micropoutre de forme triangulaire est indépendante de x , contrairement au cas de la micropoutre rectangulaire. Pour cette dernière, la déformation à l'encastrement est la même que celle de la poutre triangulaire puis décroît linéairement en fonction de x pour tendre vers zéro à l'extrémité libre de la micropoutre.

Calculons maintenant la puissance électrique théorique produite par un générateur intégrant une couche électrostrictive sur la surface de ces deux types de micropoutres. La capacité du condensateur constitué de deux électrodes (surface b_0L_0) avec un matériau d'épaisseur h_0 de permittivité diélectrique relative (e_{rr}) est exprimée par :

$$C_0 = e_0 e_{rr} \frac{b_0 L_0}{h_0} \quad (2.6)$$

Avec e_0 la permittivité diélectrique relative du vide.

Si la structure est mise sous vibration, elle se déforme et la capacité va tout d'abord être modifiée à cause de la variation de géométrie due à la déformation :

$$C_{géométrie} = e_0 e_{rr} \frac{b_0 L_0}{h_0} (1 + \varepsilon_x) = C_0 (1 + \varepsilon_x) \quad (2.7)$$

D'autre part, si le matériau est électrostrictif, la capacité sera aussi changée à cause de la variation de la permittivité relative. On définit le coefficient d'électrostriction M par la relation :

$$M = \frac{e_r - e_{rr}}{2E_{mat}\varepsilon_x} \quad (2.8)$$

Où E_{mat} est le module de Young du matériau électrostrictif, e_r est la permittivité relative du matériau, e_{rr} la valeur de permittivité relative au repos, ε_x la déformation appliquée. Donc :

$$C_{\text{électrostrictif}} = \frac{e_0(2E_{\text{mat}}\varepsilon_x M + e_{rr})b_0 L_0}{h_0} = C_0 \left(1 + \frac{2E_{\text{mat}}\varepsilon_x M}{e_{rr}}\right) \quad (2.9)$$

La capacité évolue donc à cause des 2 phénomènes (géométrie et électrostriction):

$$C = C_0 \left(1 + \frac{2E_{\text{mat}}\varepsilon_x M}{e_{rr}}\right) (1 + \varepsilon_x) \quad (2.10)$$

L'effet de l'électrostriction dominera pour de bons matériaux électrostrictifs et on peut définir un coefficient de jauge K tel que :

$$C \cong C_0(1 + K\varepsilon_x) \quad (2.11)$$

Avec :

$$K = \frac{2E_{\text{mat}}M}{e_{rr}e_0} \quad (2.12)$$

La couche électrostrictive est ainsi caractérisée par une capacité initiale C_0 qui va changer au cours de la vibration de la micropoutre. Les transducteurs de type électrostatique nécessitent des circuits d'interface d'adaptation pour commander la charge et la décharge de la capacité du transducteur et gérer l'énergie convertie de manière optimale [10], [11].

Cherchons maintenant la variation d'énergie électrostatique au niveau du condensateur au cours de la vibration mécanique de la structure, en partant de la formule de l'énergie électrostatique stockée dans le condensateur $W = Q^2/2C$. Prenons ce condensateur initialement chargé sous une charge Q_0 grâce à une tension U_0 et admettons qu'il conserve sa charge électrique Q_0 au cours du cycle de vibration mécanique. Si la valeur de capacité de ce condensateur passe d'une valeur maximale C_{max} à une valeur minimale C_{min} ce cycle de vibration mécanique génère la variation d'énergie électrostatique suivante :

$$\Delta W = \frac{Q_0^2}{2} \left(\frac{1}{C_{\text{min}}} - \frac{1}{C_{\text{max}}} \right) \quad (2.13)$$

Définissons par $W_0 = \frac{Q_0^2}{2C_{\text{max}}}$ l'énergie initiale emmagasinée par le condensateur dont la capacité vaut C_{max} , l'équation 2.14 peut-être alors réécrite sous la forme :

$$\Delta W = W_0 \left(\frac{C_{\text{max}}}{C_{\text{min}}} - 1 \right) = \frac{U_0^2}{2} C_{\text{min}} \left(\frac{C_{\text{max}}}{C_{\text{min}}} - 1 \right) \quad (2.14)$$

On peut montrer, pour un circuit de type pompe de charge, que la puissance maximale que pourrait convertir le circuit est [12], [13] :

$$P_{\text{max}} = \frac{1}{4} U_0^2 \Delta C \frac{\Delta C}{C_0} f_e \quad (2.15)$$

Où $C_0 = C_{min}$ est la capacité initiale, ΔC est la variation de capacité sous déformation, U_0 est la tension externe utilisée pour charger le condensateur variable à $t = 0$.

Cherchons la variation de capacité sous déformation. Si la déformation n'est pas constante sur la surface supérieure de la micropoutre, la permittivité est non uniforme au niveau de la capacité que l'on peut assimiler à des capacités « en parallèle ». Si la variation de géométrie est négligée par rapport à la variation de la permittivité, la capacité totale sur toute la surface et sa variation est :

$$C = \iint e_0 e_r(x, y) \frac{dx dy}{h_0} \quad (2.16)$$

$$C = \iint e_0 e_{rr} A \varepsilon_x(x, y) \frac{dx dy}{h_0} = \frac{e_0 e_{rr} A}{h_0} \iint \varepsilon_x(x, y) dx dy \quad (2.17)$$

$$\Delta C = \frac{e_0 e_{rr} K}{Lh} \int_0^L \varepsilon(x) b(x) dx \quad (2.18)$$

$$\frac{\Delta C}{C_0} = K \frac{\int_0^L \varepsilon(x) b(x) dx}{\int_0^L b(x) dx} \quad (2.19)$$

Dans le cas d'une micropoutre rectangulaire, $b(x)$ est constante et la variation de capacité sous déformation devient :

$$\Delta C = \frac{K e_0 e_{rr} b}{Lh} \int_0^L \varepsilon(x) dx \quad (2.20)$$

$$\frac{\Delta C}{C_0} = K \frac{\int_0^L \varepsilon(x) dx}{L} \quad (2.21)$$

Dans le cas d'une micropoutre trapézoïdale, $b(x)$ n'est pas constante alors que $\varepsilon(x)$ l'est et l'expression devient :

$$\Delta C = \frac{K e_0 e_{rr} \varepsilon_{triangle}}{Lh} \int_0^L b(x) dx \quad (2.22)$$

$$\frac{\Delta C}{C_0} = K \varepsilon_{triangle} \quad (2.23)$$

En utilisant les équations 2.4, 2.5, 2.15, 2.20, 2.21, 2.22, 2.23, les puissances théoriques maximales pouvant être récupérées par les deux types de structure triangulaire et rectangulaire sont :

$$P_{\max \text{ triangle}} = 2P_{\max \text{ rectangle}} = \frac{9 e_0 e_r K^2 F^2 L^2 V_0^2 f_e}{4 E^2 h^5 b_0} \quad (2.24)$$

La puissance générée par la structure micropoutre triangulaire est théoriquement deux fois plus élevée que celle générée par la structure rectangulaire, ce qui justifie le choix d'une forme triangulaire pour l'application de récupération d'énergie à base de MEMS électrostrictif. Cependant, l'intégration de la masse sismique sur une micropoutre triangulaire n'étant pas possible d'un point de vue technologique, une micropoutre de forme trapézoïdale sera étudiée par la suite (triangle dont la petite base est non négligeable). Ce type de structure étant difficile à étudier analytiquement, les simulations par éléments finis effectuées pour une micropoutre trapézoïdale sont proposées paragraphe suivant.

2.1.3 Simulation par éléments finis

Les géométries étudiées sont schématisées Figure 2.2. La largeur de la petite base du trapèze b_1 est de 100 μm . Les simulations par éléments finis sont effectuées en utilisant COMSOL Multiphysics. Pour ces simulations, la micropoutre est constituée d'un polymère viscoélastique dont le module de Young est sous forme complexe ($E = E' + iE''$). Les paramètres du matériau polymère utilisé sont les suivants : masse volumique $\rho = 1150 \text{ kg/m}^3$, coefficient de Poisson $\nu = 0,4$, et module de Young $E = 3,9 + i 0,05$ (GPa). Ces propriétés sont celles communément trouvées pour la résine époxy SU-8 [14]. Pour augmenter la déformation sur la surface de la micropoutre et réduire sa fréquence de résonance, une masse sismique de masse volumique élevée $\rho_m = 4500 \text{ kg/m}^3$ est placée à l'extrémité libre de la micropoutre. Son module d'Young et son coefficient de Poisson sont respectivement $\nu_m = 0,4$ et $E_m = 10$ GPa. La fréquence de résonance de la micropoutre est simulée à l'aide d'une analyse harmonique. Le module "Mécanique des solides" est utilisé pour résoudre la simulation mécanique. La micro-structure est fixe à l'une de ses extrémités tandis que l'autre extrémité est libre de se déplacer. L'excitation du support par une accélération verticale de 1 g assure la vibration des micro-structures hors plan. Plusieurs micropoutres de dimensions différentes ont été testées. Les dimensions finales des micropoutres choisies par rapport à leurs fréquences de résonance et leurs déformations optimales sont indiquées Figure 2.2.

Les fréquences de résonance simulées et les profils de déformation obtenus pour les structures sélectionnés Figure 2.2 sont donnés Figure 2.3 et Figure 2.4. La diminution de la fréquence de résonance grâce à l'ajout de la masse sismique à l'extrémité de la micropoutre est clairement visible. La fréquence de résonance la plus faible est obtenue pour la forme trapézoïdale avec la masse sismique. La Figure 2.4 montre par ailleurs que la déformation de la micropoutre trapézoïdale est uniforme sur toute sa surface. La déformation globale sur toute la surface sera donc plus importante que celle de la micropoutre rectangulaire, comme souhaité pour l'application. D'après ces résultats, la structure trapézoïdale intégrant une masse sismique est donc choisie car elle répond au cahier des charges pour une récupération d'énergie efficace (faible fréquence de résonance, déformation élevée et constante).

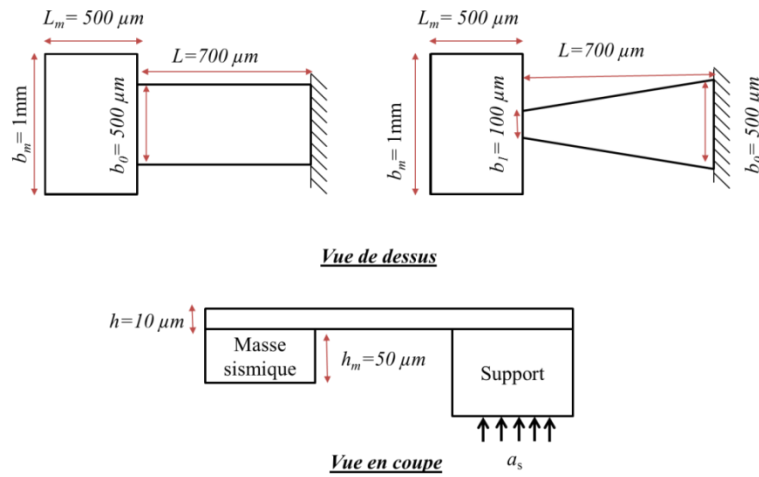


Figure 2.2 : Vue de dessus et vue en coupe des micropoutres simulées de forme rectangulaire (gauche) et trapézoïdale (droite)

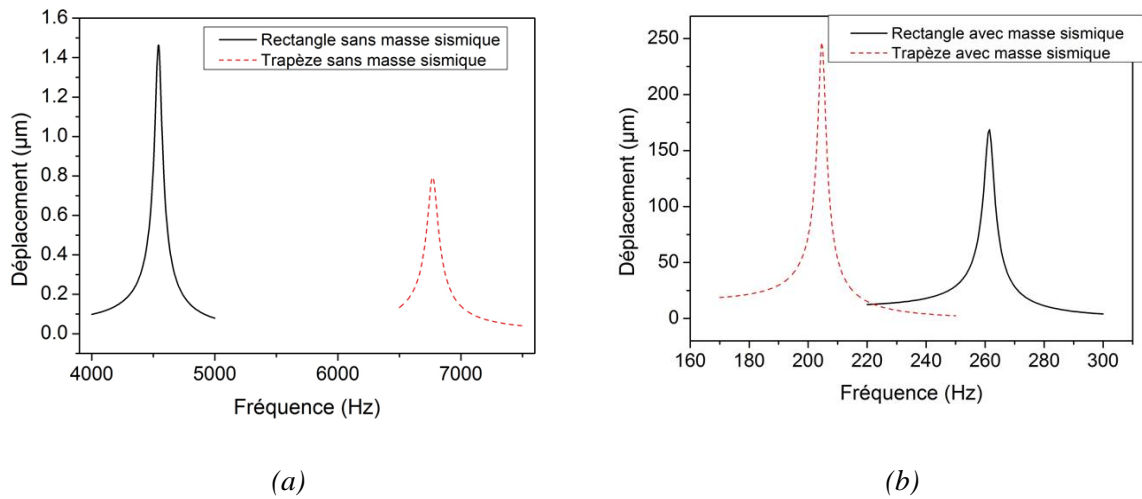


Figure 2.3 : Spectres de résonance (premier mode en flexion) simulés par COMSOL Multiphysics pour des micropoutres de formes rectangulaire et trapézoïdale (a) sans masse sismique et (b) avec masse sismique. Les dimensions sont spécifiées Figure 2.2; l'accélération du support est de 1 g

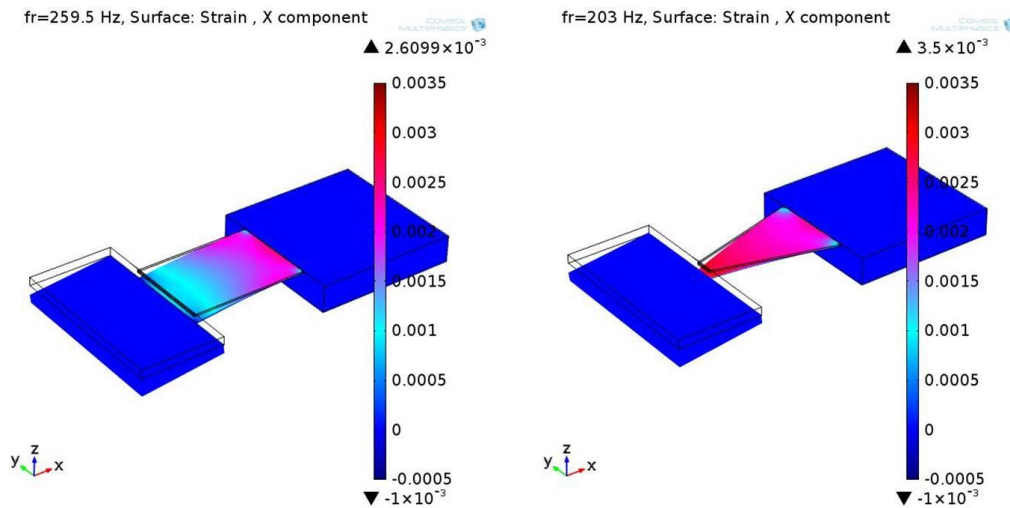
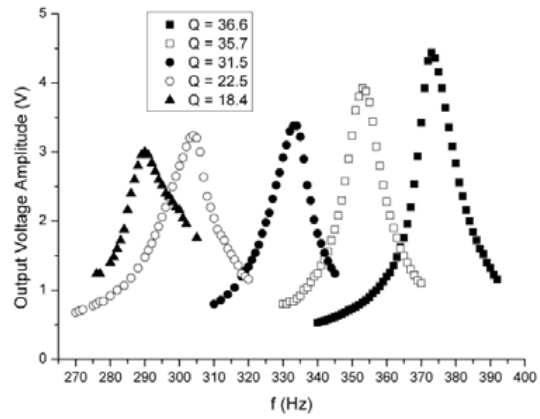
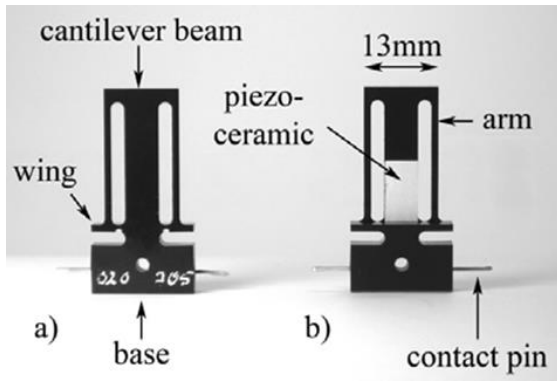


Figure 2.4 : Profils de déformation sur la surface supérieure de la microstructure rectangulaire et trapézoïdale simulées par COMSOL Multiphysics. Les dimensions sont spécifiées figure 2.2; l'accélération de support est de 1 g

2.1.4 Récupérateur multimodes

Les fréquences de vibrations de sources environnementales sont généralement comprises entre 50 Hz et 500 Hz. Nos micropoutres conçues fonctionnent à une fréquence unique et ont donc une bande passante pratique limitée sur laquelle l'énergie peut être récupérée. Les solutions proposées pour augmenter la plage de fréquence sont multiples : élargissement de la bande passante du générateur à l'aide d'un ensemble de structures résonant chacune à une fréquence différente, limitation de l'amplitude du générateur par une butée physique, ou encore exploitation du système ressort non-linéaire (par exemple magnétique) de structures bistables [15]. Eichhorn *et al.* ont réalisé une étude sur le décalage de la fréquence de résonance en utilisant une précontrainte mécanique. Un récupérateur d'énergie accordable à base de micropoutre a été conçu et fabriqué. La micropoutre est constituée d'un polymère composite piézoélectrique jusqu'au milieu de la micropoutre. L'autre moitié jusqu'à l'extrémité de la micropoutre est constituée uniquement d'un matériau polymère (Figure 2.5.a). Deux ailes relient l'extrémité de la micropoutre et les bras. La force de réglage est appliquée par un cadre en aluminium associé avec une vis et un ressort en acier. Le serrage d'une vis génère la compression sur le ressort qui applique la force sur les bras. La force est transmise par les ailes et finalement appliquée à l'extrémité libre de la micropoutre. Un décalage de résonance de 380 Hz vers 292 Hz a été obtenu en appliquant une précontrainte de 22,75 N en dessous de la limite de rupture, comme représenté Figure 2.5.b [16].

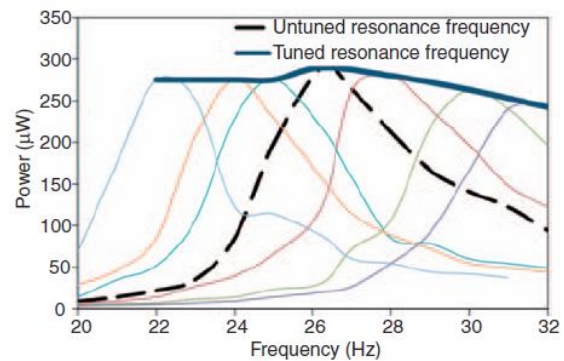
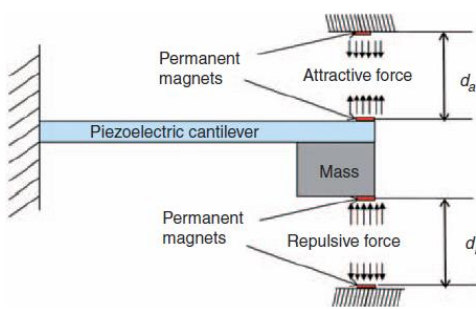


(a)

(b)

Figure 2.5 : (a) Générateur avec bras (côté supérieur et inférieur) (b) courbes de résonance avec diverses précontraintes [16]

L'application d'une force magnétique pour modifier la rigidité effective du récupérateur est une autre option pour le réglage de résonance. Challa *et al.* ont proposé un tel récupérateur accordable, comme le montre la Figure 2.6.a. Deux aimants sont fixés à l'extrémité libre de la poutre en porte à faux, tandis que deux autres aimants sont positionnés sur la partie supérieure et inférieure de l'enceinte du dispositif. Tous les aimants sont alignés verticalement, de sorte que les forces magnétiques attractives et répulsives puissent être générées de chaque côté de la poutre. En réglant la distance entre les aimants par un mécanisme vis-ressort, la force magnétique peut être modifiée ce qui induit une rigidité supplémentaire à la poutre et sa fréquence de résonance est ainsi ajustable. La puissance de sortie du prototype avec un volume de 50 cm^3 est de $240\text{-}280 \text{ }\mu\text{W}$ pour une accélération de $0,08 \text{ g}$ sur toute la plage de fréquences de $22\text{-}32 \text{ Hz}$ (Figure 2.6.b) [17].



(a)

(b)

Figure 2.6 : (a) Schéma du dispositif de récupération d'énergie accordable résonante (b) puissance expérimentale en fonction de la fréquence de résonance accordée [17]

Une large gamme de fréquence peut aussi être simplement couverte par une disposition parallèle de structures sous forme de réseau de micropoutres de différentes géométries [18], [19]. Shahruz *et al.* ont conçu un récupérateur d'énergie qui comprend des micropoutres piézoélectriques avec différentes longueurs et différentes masses sismiques attachées à une

base commune. Il est capable de résonner à des fréquences différentes sans nécessiter d'ajustement. Chaque micropoutre a une fréquence de résonance unique, et leur association en un seul système crée un filtre passe-bande mécanique (Figure 2.7.a) En choisissant correctement la longueur et la masse sismique de chaque micropoutre, l'ensemble du dispositif peut fournir une réponse en tension sur une plage de fréquence large (Figure 2.7.b) [20], [21]. Par exemple, Bai *et al.* ont conçu un récupérateur d'énergie piézoélectrique fonctionnant à basse fréquence et avec une large bande de fréquences en utilisant un réseau de 10 micropoutres à base de PZT [22]. La puissance de sortie mesurée varie de 19,4 à 51,3 nW dans une bande de fréquence de fonctionnement comprise entre 30 et 47 Hz et avec une accélération de 1 g.

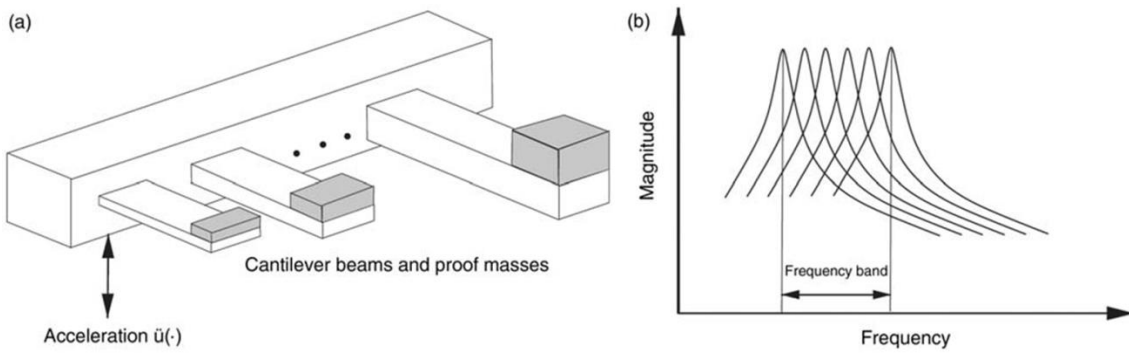


Figure 2.7 : (a) Réseau de micropoutres avec différentes géométries (b) spectre de résonance du réseau de micropoutres[20]

Sur le même principe, le but de cette section est d'explorer la possibilité de concevoir un récupérateur d'énergie multimodes composé d'une matrice de systèmes micropoutre-masse. Nous avons ciblé une gamme de vibrations comprise entre 200 Hz et 600 Hz, et ajusté les géométries de la masse sismique et de la micropoutre pour couvrir cette gamme de fréquences. La première équation à prendre en compte est la fréquence de résonance d'une micropoutre avec masse sismique :

$$f_r = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{m_{eff} + M_{eff}}} \quad (2.25)$$

Où k est la raideur de la micropoutre, m_{eff} sa masse efficace pour le premier mode de résonance (flexion) et M_{eff} la masse effective de la masse sismique (masse ponctuelle à l'extrémité libre de la micropoutre équivalent à l'effet de la masse sismique). Afin de tenir compte de la complexité de la structure, un modèle spécifique a été développé en collaboration avec Pr. Heinrich de Marquette University (Milwaukee, USA). La masse effective ponctuelle M_{eff} adaptée de [23] est supérieure à la masse sismique initiale M due à des excentricités horizontales et verticales et à l'inertie de rotation :

$$M_{eff} = M \left(1 + \beta_0 \bar{e}_x + \beta_1 (\bar{e}_x^2 + \bar{e}_z^2 + \bar{e}_j^2) \right) \quad (2.26)$$

Avec

$$\bar{e}_x = \frac{e_x}{L} \quad \bar{e}_z = \frac{e_z}{L} \quad \bar{e}_J = \sqrt{\frac{J}{ML^2}} \quad (2.27)$$

Et (β_0, β_1) sont des paramètres qui dépendent de la forme de la micropoutre de forme trapézoïdale ou rectangulaire. Pour le cas d'un rectangle $\beta_0 = 3$, $\beta_1 = 9/4$. Dans le cas d'une masse sismique parallélépipédique (Figure 2.1) :

$$e_x = \frac{L_m}{2} \quad e_z = \frac{h_m}{2} \quad J = \frac{M}{12}(L_m^2 + h_m^2) \quad (2.28)$$

Avec L_m la longueur de la masse sismique et h_m son épaisseur. Alors :

$$\begin{aligned} M_{eff} &= M \left(1 + \beta_0 \frac{L_m}{2L} + \beta_1 \left(\left(\frac{L_m}{2L} \right)^2 + \left(\frac{h_m}{2L} \right)^2 + \frac{1}{12} \left(\left(\frac{L_m}{L} \right)^2 + \left(\frac{h_m}{L} \right)^2 \right) \right) \right) \\ &= M \left(1 + \beta_0 \frac{L_m}{2L} + \beta_1 \frac{4}{3} \left(\left(\frac{L_m}{2L} \right)^2 + \left(\frac{h_m}{2L} \right)^2 \right) \right) \end{aligned} \quad (2.29)$$

L'expression de M_{eff} pour tenir compte de l'excentricité verticale supplémentaire est donc :

$$M_{eff} = M \left(1 + \frac{3}{2} \left(\frac{L_m}{L} \right) + \frac{3}{4} \left(\frac{L_m}{L} \right)^2 + \frac{3}{4} \left(\frac{h_m}{L} \right)^2 \right) \quad (2.30)$$

En supposant enfin que la masse sismique est beaucoup plus lourde que celle de la micropoutre, m_{eff} peut être négligée :

$$f_r = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{M_{eff}}} \quad (2.31)$$

Dans le cas d'une micropoutre rectangulaire, la rigidité vaut $k = 3EI / L^3$, avec $I = \frac{b_0 h^3}{12}$ le moment d'inertie de la micropoutre, L sa longueur, b_0 sa largeur et h son épaisseur.

A partir de ces équations, on remarque clairement l'effet de la géométrie de la micropoutre et de la masse sismique sur la fréquence de résonance. Un balayage en fréquences est donc possible, en choisissant les dimensions appropriées de la micropoutre et de la masse sismique. On peut supposer que pour une géométrie donnée et donc une fréquence de résonance, la récupération d'énergie maximale est générée sur une bande passante de largeur f_r/Q . Avec un facteur de qualité $Q = 40$ [24] et une fréquence de résonance de 500 Hz, chaque pic de fréquence de résonance doit être ainsi séparé de 10 Hz pour la conception du récupérateur multimode pour avoir un recouvrement de pics suffisants. À partir des équations ci-dessus, un code Matlab a été développé pour optimiser les dimensions du réseau de micropoutres et de manière à éviter de refaire tous les calculs structure par structure pour une nouvelle valeur de paramètre. C'est ainsi que pour balayer une certaine gamme de fréquences tous les 10 Hz

environ, les fréquences de toutes les structures ont été calculées afin de ne garder que la plus proche de la fréquence cible.

L'idéal est de modifier la géométrie selon deux approches :

- pour une première approche permettant de couvrir une gamme large, le rapport de longueur de la micropoutre sur la longueur de la masse sismique (L/L_m) varie pour modifier la fréquence de résonance sur une grande gamme de 100-150 Hz (pics 1, 2 et 3 sur la Figure 2.8); le rapport largeur de la petite base de la micropoutre sur la largeur de la masse sismique (b_0/b_m) est fixé à 0,80.
- pour une deuxième approche permettant de couvrir une faible gamme, le rapport (b_0/b_m) est modifié pour un rapport L/L_m fixe et égal à 0,86. Ceci permet de régler avec précision la fréquence de résonance sur une petite gamme de fréquence de 10 Hz (pics 2' et 2'' près du pic 2 sur la Figure 2.8).

Ces calculs montrent que par simple réglage de la géométrie des micropoutres constituant le récupérateur multimodes, il est possible de couvrir la gamme de fréquences des vibrations.

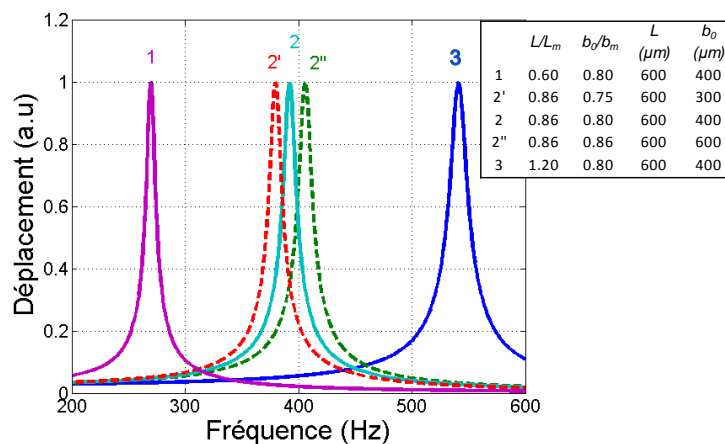


Figure 2.8 : Spectres de résonance calculés pour le récupérateur multimodes composé de 5 systèmes {micropoutre - masse}; $h = 10 \mu m$ et $h_m = 50 \mu m$

2.2 Fabrication

2.2.1 Procédés

Les micropoutres organiques sont fabriquées en associant la photolithographie (pour la partie poutre suspendue) à la technique de sérigraphie (pour la partie masse sismique et le support). Le procédé de la couche sacrificielle permet de libérer les micropoutres. Ces deux méthodes sont des procédés alternatifs à la fabrication silicium classique généralement utilisée dans la fabrication des MEMS. La principale difficulté liée à la combinaison de ces procédés concernera la jonction des trois parties de la micropoutre (partie faible rigidité, partie lourde et support).

2.2.1.1 Couche sacrificielle

La technique de la couche sacrificielle permet de rendre mobile certaines couches structurales. La couche sacrificielle peut être de différente nature (Ti, SiO₂, Cu, Cr, films polymères, etc.) et peut être dissoute ou attaquée chimiquement (solvants, acides, etc.), physiquement (gravure sèche) ou thermiquement. L'élimination de cette couche ne doit pas altérer les couches structurales. Pour cette raison, le matériau utilisé pour le film sacrificiel est choisi en fonction de la compatibilité de la solution de gravure qui lui est associée avec les autres éléments de la structure qu'on veut libérer. Pour la réalisation de micropoutres, la micropoutre pourra rester solidaire du substrat et détachée partiellement, ou elle pourra être réalisée à « l'envers » et libérée totalement du substrat (Figure 2.9). Pour ce dernier cas, la micropoutre pourra être ensuite reportée sur un autre substrat, par collage manuel ou par report flip-chip [25]. Dans notre cas, nous utiliserons la deuxième méthode pour libérer notre microstructure.

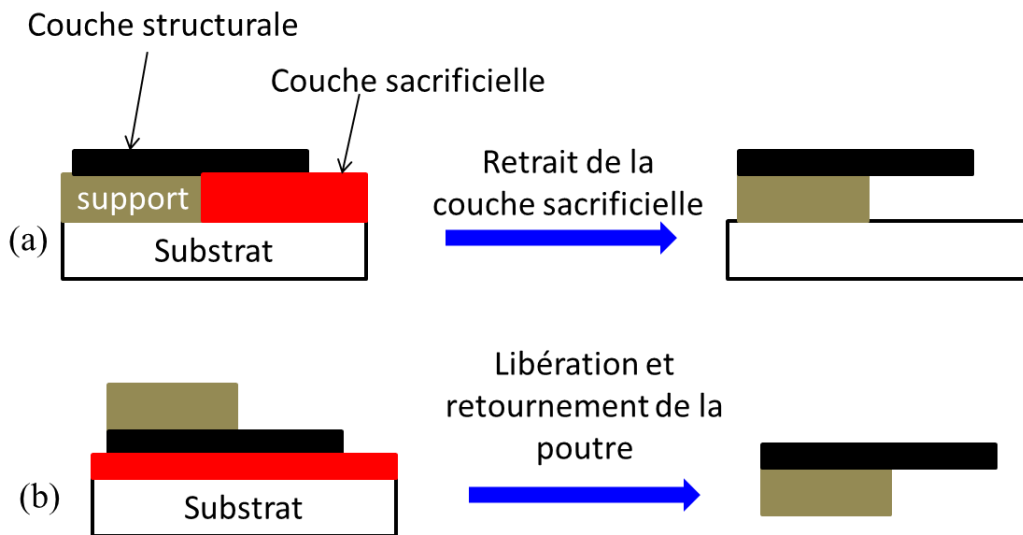


Figure 2.9 : Deux principes de l'utilisation de la couche sacrificielle, (a) Micropoutre partiellement libérée, et (b) totalement libérée (b)

2.2.1.2 Sérigraphie

La sérigraphie est une technique d'impression attractive pour son faible investissement sur l'équipement et le large choix des matériaux, y compris les pâtes à imprimer et les substrats. Des couches inorganiques, composites ou organiques peuvent être imprimées pour des applications microélectronique standards, mais aussi pour d'autres applications telles que l'électronique flexible, avec les cellules solaires par exemple [26] ou les MEMS [27].

Le principe de la sérigraphie consiste à faire passer de l'encre (pâte formée d'un mélange de poudre et de liant organique) au travers des mailles d'un écran (Figure 2.10.a). L'écran est constitué par un cadre sur lequel est tendue une toile en fils d'acier partiellement recouverte d'une résine photosensible pour définir les motifs à imprimer. Les étapes de fabrication d'un écran sont données en annexe 1. La définition et l'épaisseur du dépôt imprimé dépend

principalement de la finesse de la toile (donnée en meshes = nombre de fils par pouce) et de l'épaisseur de la résine photosensible (Figure 2.10.b). Pour reproduire les motifs de l'écran sur le substrat, l'encre est enduite sur la toile puis étalée à l'aide d'une raclette. Une fois l'encre déposée, elle subira un traitement thermique dépendant de sa composition initiale. Le type d'encre déposée dépend des applications (fonction conductrice, résistive ou isolante) et du substrat. On distingue deux types d'encres : les encres dites « minérales » dont la cuisson s'effectue généralement entre 500 et 1100°C et les encres dites « polymères » développées pour des applications basse température, dont la consolidation par polymérisation s'effectue en dessous de 200°C. Ces traitements thermiques permettent d'assurer l'accrochage de la couche sur le substrat et sa cohésion. Les encres polymères qui permettent de réaliser des dépôts sur substrats plastiques ou papier de par leur traitement thermique à basse température prennent de plus en plus d'importance. Nous utiliserons ce type d'encre pour la préparation de nos micropoutres, plus précisément pour la réalisation de la masse sismique et du support de la micropoutre. Les encres minérales de type vitro-céramique seront quant à elles utilisées pour la réalisation de mires d'alignement sur le substrat Silicium. Ces mires cuites à haute température (850°C) seront en effet très résistantes aux agressions chimiques survenant lors des étapes ultérieures du procédé.

Avec ce procédé d'impression, la définition est de 50 lignes/cm avec des épaisseurs variant entre 1 et 100 μm (classiquement 20-30 μm). La technologie de sérigraphie présente une résolution limitée à 100 μm . A noter que des pochoirs (« stencil »), feuilles métalliques gravées, peuvent remplacer les écrans notamment pour l'impression de crème à braser pour le report de composants montés en surface (CMS) ou pour la réalisation de bossages (« bumps ») pour les puces billées (« flip-chip »).

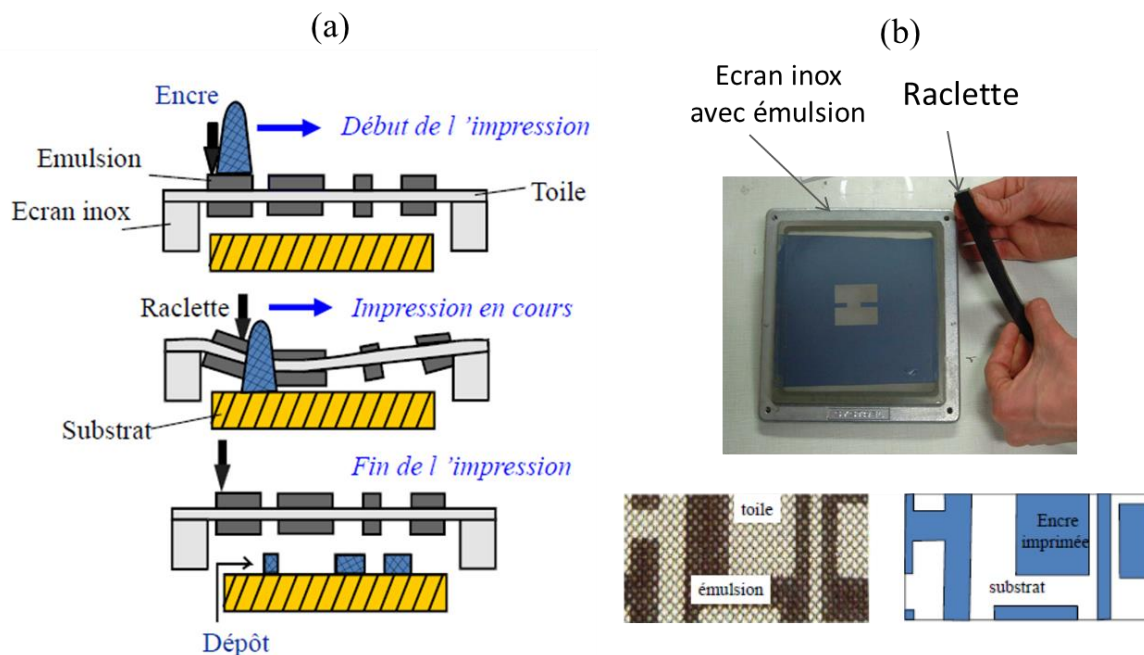


Figure 2.10 : (a) Principe de la sérigraphie (b) écran de sérigraphie, toile partiellement recouverte de l'émulsion photosensible et motif d'encre imprimée associé

2.2.1.3 Photolithographie

Les principales étapes de photolithographie conduisant à la structuration d'un film mince de résine photosensible sont illustrées sur la Figure 2.11. Ces résines sensibles aux UV peuvent être de polarité positive ou négative. Quelque soit leur polarité, il est nécessaire qu'elles soient déposées uniformément sur le substrat de silicium, le plus souvent à l'aide d'une tournette (« spin-coating »). Le dépôt peut se faire également par « spray-coating » ou par « doctor blade » (Figure 2.11.a). Une fois déposée, la résine subit une étape de recuit effectuée afin d'évacuer les solvants contenus dans la solution. La mise en forme du matériau se fait ensuite par exposition aux UV de longueur d'onde classiquement de 365 nm, au travers d'un photomasque dont les parties opaques protègent cette même résine du rayonnement lumineux (Figure 2.11.b). Cette insolation n'a pas le même effet pour les résines de polarité positive que pour celles de polarité négative. Dans le premier cas, l'insolation provoque la dégradation des parties exposées. A l'inverse, dans le cas de résine négative prépolymérisée, l'insolation aboutit à la polymérisation complète des parties exposées. Les parties indésirables de chacune de ces deux résines sont ensuite retirées du substrat par gravure dans un solvant spécifique (Figure 2.11.c). La résine négative telle que le SU-8 (résine époxyde) est par exemple utilisée pour la fabrication de canaux microfluidiques pour ses rapports de forme importants [28]. Les résines positives telles que des gammes AZ ou Shipley [29] servent souvent de masques pour la mise en forme de microleviers en silicium dont les différentes étapes sont décrites dans la partie qui suit. Grâce à cette technique, il est aisé de contrôler la taille et l'épaisseur de la microstructure, la résolution est de l'ordre de 1 μm .

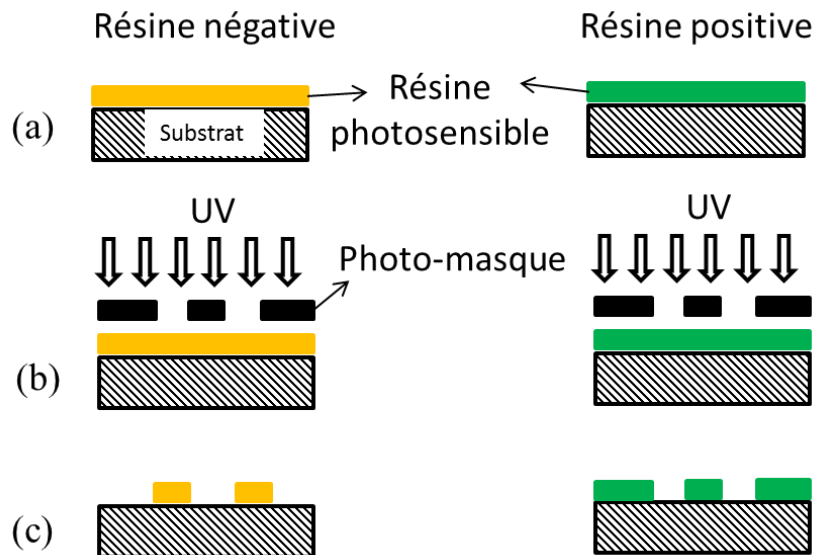


Figure 2.11 : Structuration de résines photosensibles négative ou positive par photolithographie. a) Dépôt de la résine à la tournette. b) insolation de la résine au travers d'un photomasque. c) gravure humide de la résine

2.2.2 Matériaux

Les matériaux polymères ont été utilisés dans les MEMS à plusieurs titres, y compris des substrats, films minces structuraux, films minces actifs, films promouvant l'adhérence et l'emballage, et la fonctionnalisation chimique des surfaces [30]. Parmi ces matériaux polymères, les plus utilisés sont le parylène, le polyimide, les résines acryliques polyméthacrylate de méthyle (PMMA), les époxydes photosensibles (SU-8) et l'élastomère PDMS. D'autres matériaux peuvent aussi être sélectionnés pour des applications spécifiques tels que les polymères à cristaux liquides (LCP) [31], les élastomères à cristaux liquide (LCE) [32], les polymères biodégradables [33], les hydrogels fonctionnels [34], la paraffine [35] et enfin les polymères conducteurs ou piézoélectriques [36]. Le tableau 1 présente les matériaux polymères utilisés en MEMS organiques avec les méthodes de dépôt et les applications associées [37].

Tableau 2.1 : Matériaux polymères utilisés pour les MEMS organiques avec leurs méthodes de dépôt et quelques exemples d'applications

Matériaux	Méthode de dépôt	Applications
Parylène	Dépôt chimique en phase vapeur	Micropompes ; capteurs de pression et de contrainte ; microfluidique
Polyimide	Tournette	Substrats de capteurs ; microfluidique
Acryliques	Moulage	Canaux microfluidiques;
Polydiméthylsiloxane PDMS	Moulage, tournette	Canaux microfluidiques, pompes et vannes
Polymère à cristaux liquides	Attaque chimique	Capteurs de débit
Polymère biodégradable	Moulage	Dispositifs d'administration de médicaments
Epoxyde SU-8	Photolithographie Tournette	Micro usinage, microfluidique ...
Polyuréthane PU	Moulage	Couche structurale
Elastomères nanocomposites	Moulage, sérigraphie, tournette	Capteurs et actionneurs

Pour notre application, le choix des matériaux a été guidé par leurs propriétés mécaniques telles que le module d'Young, la masse volumique et d'autres propriétés comme l'adhérence sur le substrat et la compatibilité avec la couche sacrificielle utilisée. Il est nécessaire d'autre part de tenir compte de la compatibilité des méthodes de fabrication et l'aptitude à déposer et structurer le motif choisi. Le Tableau 2.2 présente les matériaux sélectionnés, leurs propriétés mécaniques et les procédés de dépôt et de micro-structuration associés.

Tableau 2.2 : Les méthodes de fabrication et les matériaux choisis pour la fabrication de la micropoutre

Technologie		Matériaux
Couche sacrificielle	Tournette	Omnicoat ®
Micropoutre	Photolithographie	Résine époxyde photosensible (SU-8) $E' = 3,9 \text{ GPa} ; \rho = 1150 \text{ kg/m}^3$
Support et masse sismique	Sérigraphie	Composite époxyde / Ag (ESL1901-SD) $E_m = 10 \text{ GPa}; \rho_m = 4500 \text{ kg/m}^3$

La photorésine SU-8 est une formulation photosensible composée principalement de résine époxyde. Elle présente des propriétés chimiques, mécaniques et physiques intéressantes : une bonne résistance chimique et mécanique, une excellente adhésion sur la plupart des substrats et une bonne isolation électrique et thermique. Elle présente de plus un faible module de Young et une masse volumique faible, ce qui est adapté pour fournir une bonne déformation. La résine SU-8 est ainsi utilisée pour la partie poutre de faible rigidité.

La masse sismique est obtenue par impression d'une encre à base d'époxy chargée de nanoparticules d'argent Ag (Figure 2.12). Sa masse volumique élevée permet d'avoir une masse sismique lourde pour un petit volume. Par comparaison à la résine SU-8, une masse sismique fabriquée avec l'encre époxy chargée à l'Ag est 4 fois plus lourde qu'une masse sismique en SU-8 de même volume. Cette encre de sérigraphie ESL1901-SD est fournie par la société ElectroScience Laboratory, sa fiche technique est donnée annexe 2. Nous avons évalué sa masse volumique en sérigraphiant puis séchant 3 rectangles d'encre ESL1901-SD de longueur = 2,4 cm et de largeur = 2,2 cm sur un substrat céramique d'alumine (Figure 2.12.a). Une fois l'épaisseur mesurée e avec un profilomètre à stylet ($e \sim 30\text{-}40 \mu\text{m}$), et la masse d'encre déposée pesée à l'aide d'une microbalance ($m_1 = 0,0971 \text{ g}$, $m_2 = 0,1005 \text{ g}$, $m_3 = 0,1027 \text{ g}$), la masse volumique de chaque échantillon a été calculée par la formule $\rho = m/V$ où m représente la masse du rectangle et V son volume. Une masse volumique moyenne de $4533 \pm 223 \text{ kg/m}^3$ a été obtenue pour 3 rectangles identiques. Nous avons pu en déduire les pourcentages volumiques de particules d'argent et d'époxy qui sont environ 39,2% et 60,8% respectivement. Cette encre est également utilisée pour le support pour simplifier le procédé de fabrication.

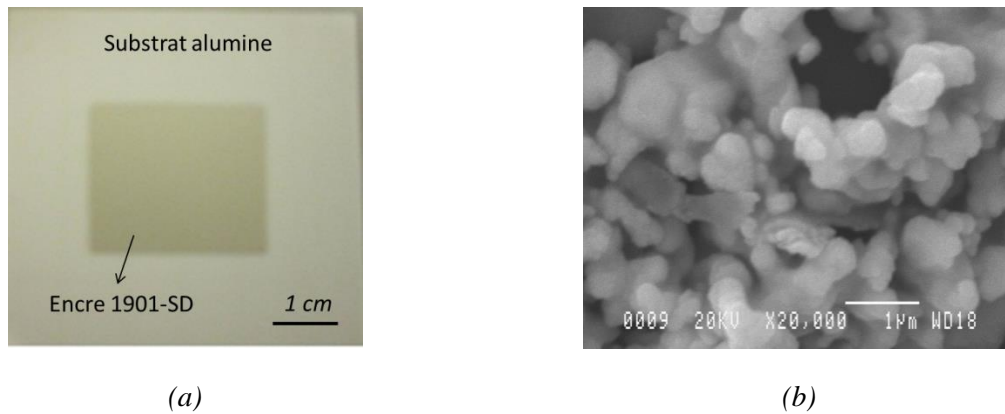


Figure 2.12 : (a) Photo d'un carré d'encre ESL1901-SD sérigraphié (b) image MEB de l'encre ESL1901-SD permettant de visualiser les nanoparticules d'argent dispersées dans la résine époxyde

2.2.3 Procédé de fabrication

2.2.3.1 Masques

Les motifs des différents éléments de la micropoutre et les mires d'alignement dessinés par le logiciel « CLEWIN » sont représentés Figure 2.13. Soixante-dix-huit micropoutres sont réalisées sur un substrat de silicium. Chaque colonne du masque (Figure 2.13) représente une série de poutres identiques. Dans un même lot, 3 structures rectangulaires de largeurs différentes ($b_0 = 200\mu\text{m}$, $400\mu\text{m}$ et $500\mu\text{m}$) et 3 structures de forme trapézoïdale présentant des dimensions de bases différentes : T1 ($b_0 = 400\mu\text{m}$, $b_1 = 200\mu\text{m}$), T2 ($b_0 = 450\mu\text{m}$, $b_1 = 150\mu\text{m}$) et T3 ($b_0 = 500\mu\text{m}$, $b_1 = 100\mu\text{m}$) sont fabriquées. Le masque avec les motifs de micropoutres transparents est utilisé pour insoler la SU-8 qui est une résine négative (Figure 2.13.a). Par contre les masques présentant des motifs noirs sont utilisés pour insoler des résines positives (Figure 2.13.b-c). Au bord de chaque motif de micropoutre du masque de photolithographie, apparaissent deux rectangles qui serviront de couches d'accroche des autres couches imprimées par la suite par sérigraphie. Quatre mires d'alignement de diamètre $20\mu\text{m}$ sont enfin prévues sur chaque masque permettant l'alignement des différents niveaux. Tous ces motifs sont ensuite imprimés sur des calques pour servir à la fabrication des écrans de sérigraphie et à la photolithographie.

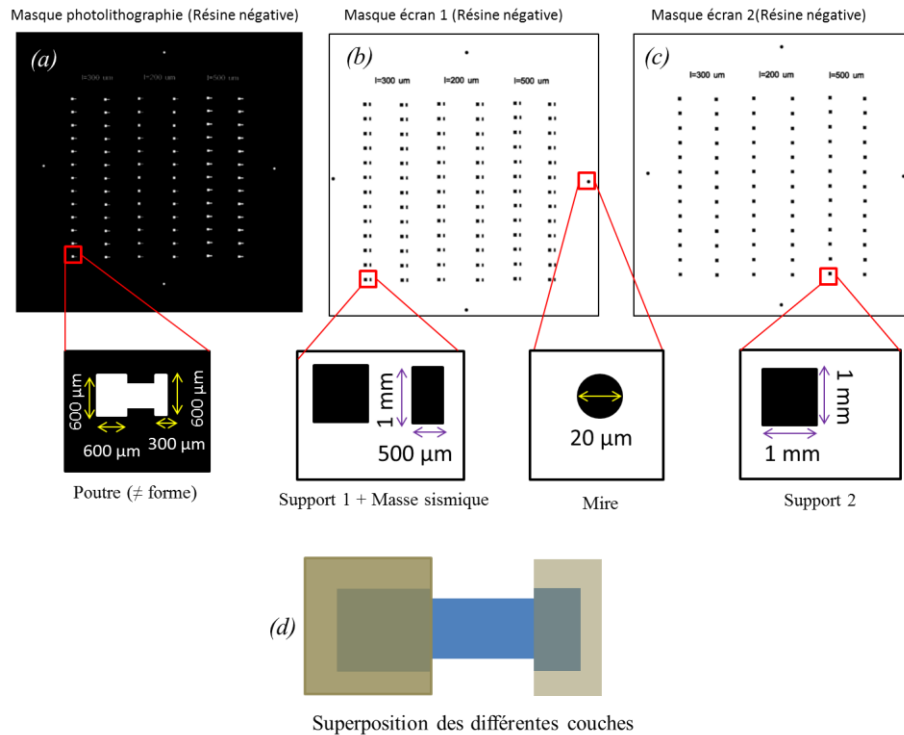


Figure 2.13 : (a-c) Motifs des différents éléments de la micropoutre (d) chevauchement des motifs en 3 étapes

2.2.3.2 Etapes de fabrication

Les étapes de fabrication sont illustrées dans le Tableau 2.3. Un substrat de silicium de diamètre 4 pouces servant de support de fabrication est dans un premier temps nettoyé par UV-ozone pendant 8 min (Tableau 2.3.I.a). Les dimensions souhaitées étant relativement petites, la précision d'alignement lors de l'ajout de chaque couche est primordiale. Pour cela, on utilise un système de mires. L'objectif est de pouvoir aligner à chaque étape un motif de référence de manière à ce que tous les autres motifs puissent se superposer idéalement. Quatre mires circulaires sont déposées de manière symétrique par sérigraphie en utilisant une encre minérale diélectrique de couleur verte (vitro-céramique, voir annexe 3). Une fois sérigraphiée, cette encre est séchée 20 min à 120 °C puis cuite 10 minutes à 850 °C. Elle adhère alors parfaitement au substrat Si grâce à sa partie vitreuse et résiste à tout nettoyage ultérieur à l'aide de solvants (Tableau 2.3.I.b). Le substrat Si est ensuite recouvert d'une couche sacrificielle permettant la libération de la structure à la fin du procédé : l'Omnicoat® (MicroChem, USA) de 160 nm d'épaisseur, qui est déposé par tournette sur le substrat. Deux dépôts successifs sont nécessaires pour atteindre l'épaisseur finale avec une étape de séchage de 1 min à 200 °C après chaque revêtement (Tableau 2.3.I.c).


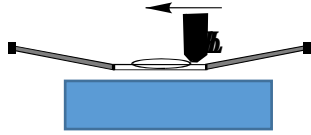

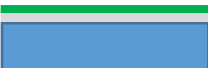
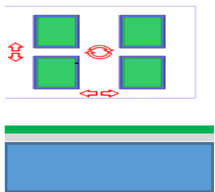
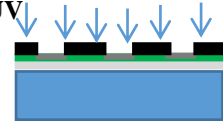

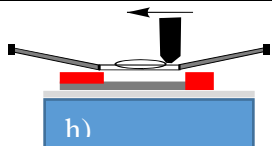
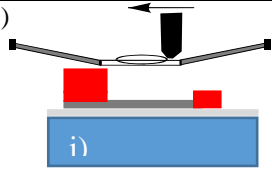
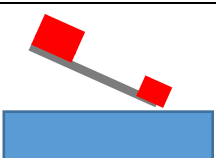
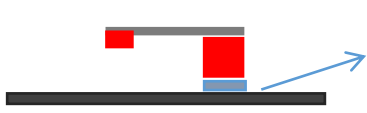
Une couche de SU-8 (SU-8 3005 de MicroChem, USA), de 10 μm d'épaisseur est ensuite déposée à la tournette (vitesse = 1000 *tr/min*, tps = 60 s) au-dessus de la couche sacrificielle afin de structurer la partie micropoutre. Cette couche est d'abord cuite pendant 3 minutes à 95 °C (Tableau 2.3.I.d). L'étape suivante consiste à aligner les mires du wafer avec celles du masque des micropoutres. Les mires vitro-céramiques vertes étant réfléchissantes, il est

possible de superposer les motifs en les faisant coïncider avec ceux du masque (Tableau 2.3.I.e). Une fois l'alignement réalisé, la couche SU-8 est exposée aux UV avec une dose de 150 mJ.cm^{-2} en utilisant un aligneur de masque manuel (MJB4, Suss Microtec Corp., Allemagne) (Figure 2.14.a). La couche de SU-8 subit alors une cuisson de 1 min à 65°C (« post exposure bake ») puis 3 min à 95°C (Tableau 2.3.I.f). La couche est enfin développée avec le propylène glycol mono-éther-acétate (PGMEA, Microchem, USA) (Tableau 2.3.I.g). Une fois la partie micropoutre structurée, la masse sismique et le support sont sérigraphiés. La sérigraphieuse DEK semi-automatique (Horizon 03iX) est capable d'aligner automatiquement les mirettes de l'écran avec celles du wafer par un système de reconnaissance avec une précision de $1 \mu\text{m}$ (Figure 2.14.b). La pâte à base d'Ag-époxy (ESL1901-SD) est déposée à travers un écran de 325 meshes revêtu d'une émulsion photosensible de $50 \mu\text{m}$ d'épaisseur (Tableau 2.3.II.a). Cela devrait conduire à une masse sismique d'environ $40 \mu\text{m}$ d'épaisseur, une fois la pâte à l'Ag polymérisée pendant 15 min à 120°C . Une réduction d'environ 20% en épaisseur de la couche est alors observée suite à l'évaporation des solvants. Une seconde étape d'impression est réalisée pour consolider le support, pour atteindre une épaisseur finale d'environ $100 \mu\text{m}$. (Tableau 2.3.II.b). Les micropoutres de forme rectangulaire ou trapézoïdale avec masse sismique sont finalement libérées par dissolution pendant 7 min de l'Omnicoat® dans le développeur Microposit® MF 319 Developer (DOW Electronic Materials) (Tableau 2.3.III.a).

Avant les tests, les microstructures sont collées sur un substrat Si en utilisant une pâte de polymère diélectrique vendue par ElectroScience Laboratoire (ESL242-SB) (Tableau 2.3.III.b). La Figure 2.15 montre des images MEB des microstructures rectangulaires et trapézoïdales fabriquées avec succès tandis que la Figure 2.15.b montre le profil d'épaisseur le long de l'axe longitudinal de la structure (ligne A'A).

Il est clair d'après la Figure 2.15 que la partie micropoutre SU-8 de la structure est bien définie avec des bords droits et des dimensions exactes. La technique de photolithographie est bien adaptée à ces dimensions et même pourra descendre en résolution ($1 \mu\text{m}$). Par contre, des problèmes de définition de la masse sismique et du support ont été rencontrés. Des formes arrondies apparaissent pour la masse sismique et le support imprimé par sérigraphie. Ce défaut de fabrication est en partie lié à la limite en résolution pour la technique de sérigraphie et à la rhéologie de la pâte ESL1901-SD utilisée. De plus, un problème d'étalement et de mouillabilité de l'encre composite sur la SU-8 rend difficile la fabrication d'une masse sismique de même dimension que le typon. L'épaisseur finale du support et de la masse sismique a finalement diminué de 40% après le séchage de l'encre. Et contrairement à la partie SU-8 lisse, la masse sismique et le support présentent une rugosité de surface attribuée à un mauvais lissage de la pâte après sérigraphie. Tous ces paramètres ajoutés rendent difficile le calcul précis de la masse réelle de la masse sismique.

Tableau 2.3: Etapes de fabrication des micropoutres; (I) couche sacrificielle par tournette, dépôt des mires et la structuration de SU-8 : tournette + insolation UV + développement (II) support et masse sismique par sérigraphie + durcissement et support par sérigraphie + durcissement (2^{ème} couche) (III) dissolution de la couche sacrificielle

Structuration de la poutre par photolithographie		
<p>a)</p>  <p>Substrat silicium vierge (Diamètre = 100 mm, épaisseur 0,5mm)</p>	<p>b)</p>  <p>- Dépôt des mires d'alignement par sérigraphie (encre diélectrique ESL4702, cuisson à 850° C pendant 10 min)</p>	<p>c)</p>  <p>- Dépôts successifs de couche Omnicoat® à la tournette (vitesse= 1000tr/min, tps=80s) - dépôt 1, recuit 1 min à 200° C (e ≈ 80 nm), - dépôt 2, recuit 1 min à 200° C (e ≈ 80 nm),</p>
<p>d)</p>  <p>- Dépôt SU-8-3005 d'épaisseur 10µm à la tournette (vitesse= 1000 tr/min, tps = 60s) - Recuit 95 °C pendant 3 min pour évacuer les solvants.</p>	<p>e)</p>  <p>- Alignement optique des mires sérigraphiées avec celles du masque de photolithographie.</p>	<p>f)</p>  <p>- Polymérisation par Insolation UV par aligneur de masque ($\lambda = 365 \text{ nm}$, 14 s) - Post-recuit 1 min à 65 °C puis 3 min à 95°C.</p>
<p>g)</p>  <p>- Développement de la partie non insulée-dans le PGMEA pendant 3 min sous agitation</p>		
Structuration du support et de la masse sismique		
<p>a)</p>  <p>h)</p> <p>typon 1</p> <p>- Sérigraphie couche 1 (support + masse) avec l'encre ESL1901-SD d'épaisseur ~ 50µm, écran 325 meshes + émulsion 50 µm - Séchage 15 min, 120 °C</p>	<p>b)</p>  <p>i)</p> <p>typon 2</p> <p>- Sérigraphie couche 2 (support) avec l'encre ESL1901-SD d'épaisseur ~ 100 µm, écran 200 meshes + émulsion 100 µm - Séchage 15 min, 120 °C</p>	
Libération des poutres et report sur substrat		
<p>a)</p>  <p>- Dissolution de l'Omnicoat® dans le solvant microdeposit MF319® (développeur Omnicoat®) pendant 7 min.</p>	<p>b)</p>  <p>Colle Polymère diélectrique (ESL242-SB)</p> <p>Report sur un substrat silicium par collage avec l'encre polymère diélectrique (ESL242-SB, sa fiche technique est donnée annexe 3), séchage à 150°C pendant 15 min,</p>	

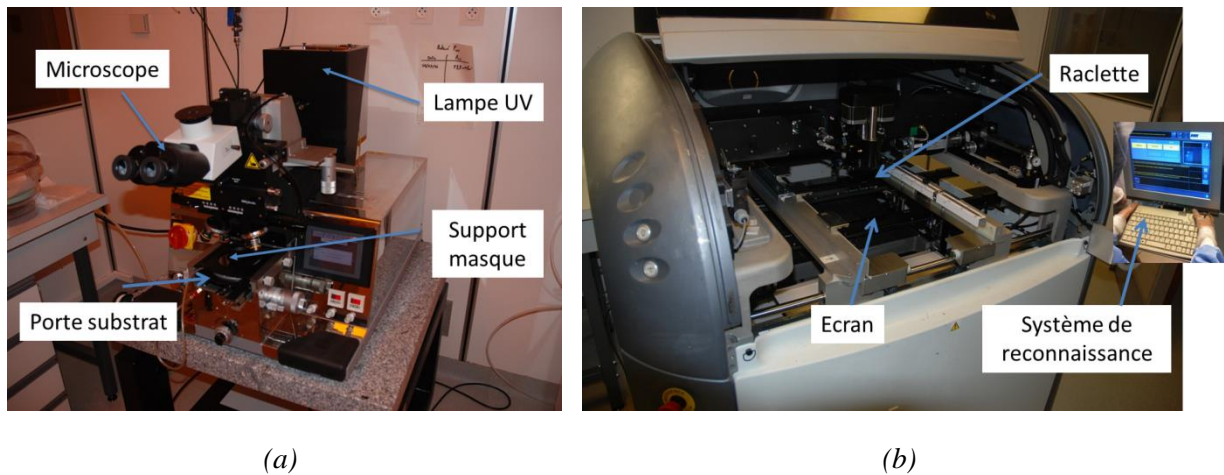


Figure 2.14 : (a) Insoleuse MJB4 avec aligneur composée d'une lampe UV 325 nm et d'un microscope (b) sérigraphieuse semi-automatique DEK (Horizon 03iX)

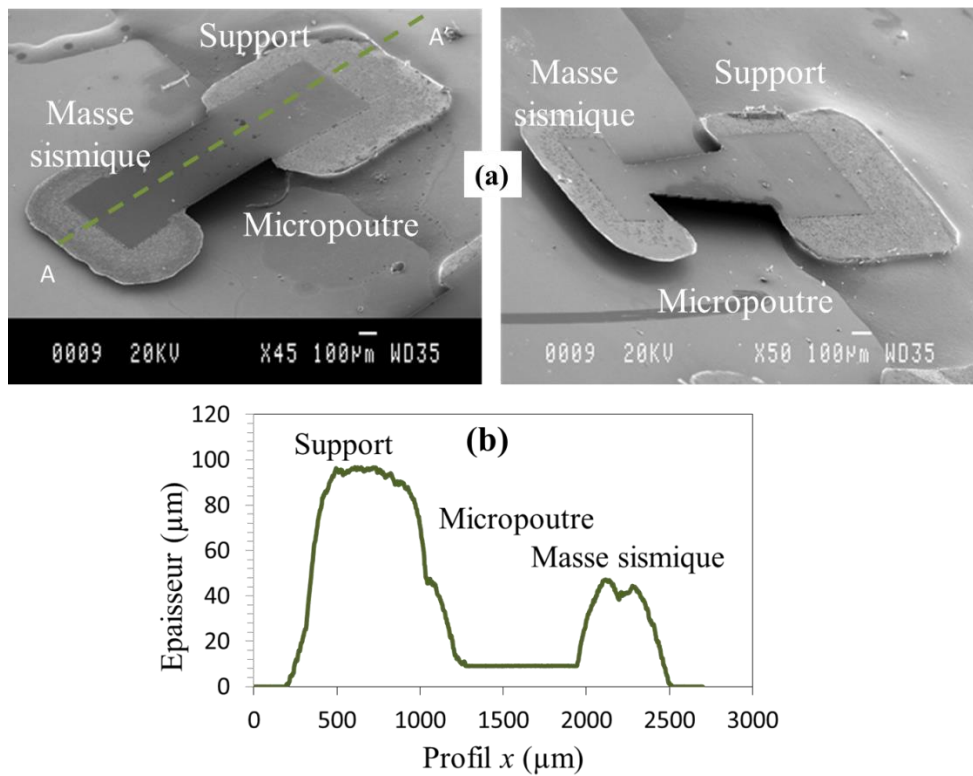


Figure 2.15 : (a) Images MEB de micropoutres fabriquées : rectangulaire (à gauche) et trapézoïdale (à droite) ; (b) profil d'épaisseur des différents parties de la micro-structure selon l'axe longitudinal (ligne AA')

2.3 Caractérisation mécanique

Cette section est consacrée à la caractérisation mécanique des micropoutres rectangulaire et trapézoïdale fabriquées. Une comparaison avec les simulations réalisées par COMSOL Multiphysics est également menée.

2.3.1 Conditions expérimentales

Le comportement dynamique des micro-structures fabriquées est caractérisé grâce à un vibromètre laser MSA 500 de la société Polytec (Figure 2.17.a) qui va permettre d'observer les vibrations en temps réel d'une structure de taille micrométrique sur une large gamme de fréquences avec une haute résolution fréquentielle (< 1 Hz) et ce, avec une haute sensibilité de déplacement pouvant aller jusqu'au picomètre hors plan. Avec cet outil, la détection du mouvement de la structure se fait sans contact par mesure optique externe. Le vibromètre est constitué d'une source de lumière monochromatique (laser) et d'un interféromètre permettant de mesurer par effet Doppler la vibration du signal réfléchi. De cette interférométrie entre le signal émis et celui réfléchi, l'amplitude et la phase de la vibration pourront en être déduites (Figure 2.16).

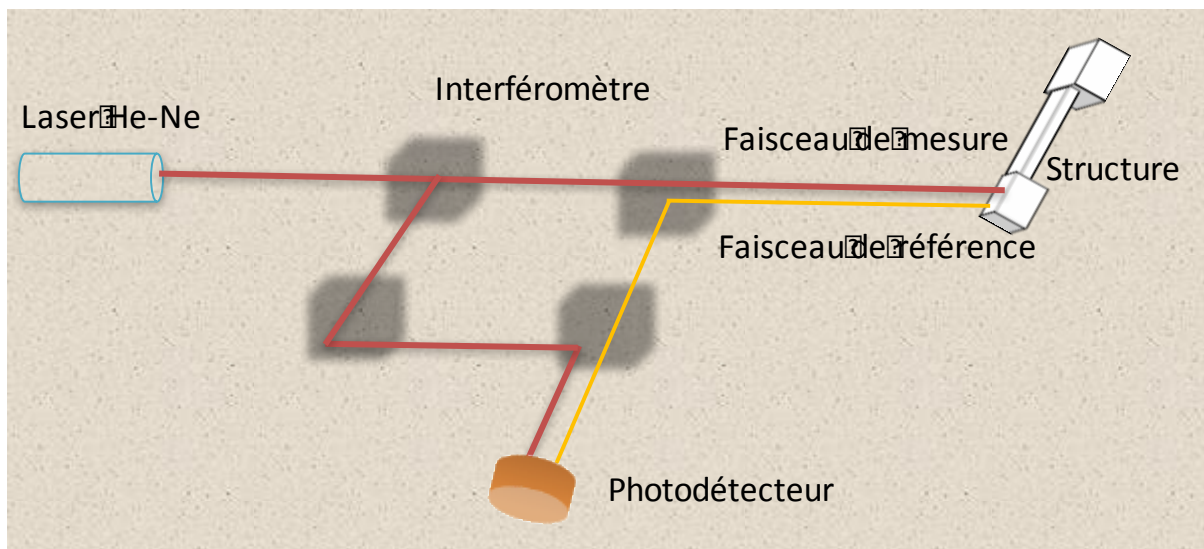


Figure 2.16 : Schéma de principe du vibromètre laser à effet Doppler

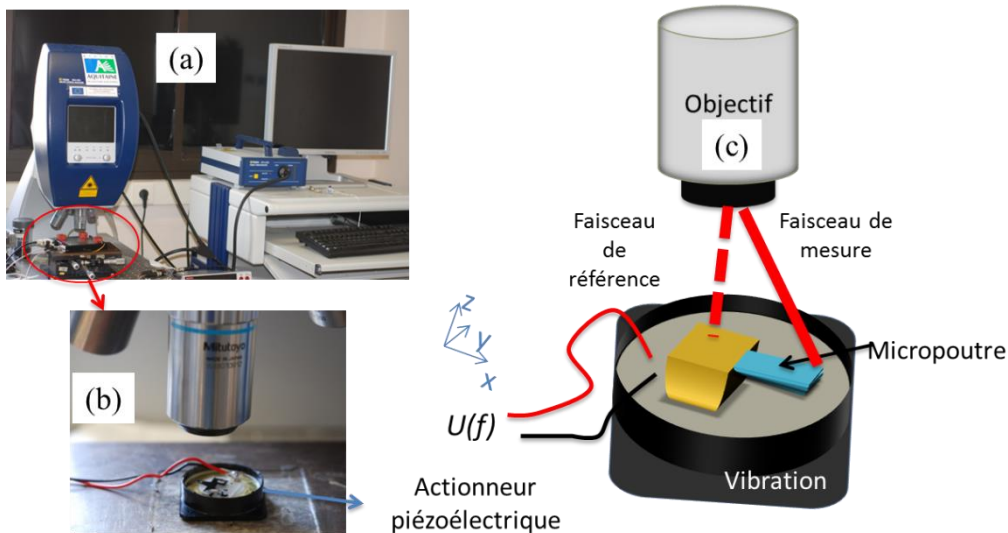


Figure 2.17 : (a) Photo du vibromètre laser MSA 500 (gauche) avec traitement informatique des données (droite) (b, c) photo et schéma de l'actionneur piézoélectrique utilisé pour actionner la micropoutre

Les micropoutres sont placées sur un actionneur piézoélectrique commercial (disque PZT de 3 cm de diamètre) qui permet de les mettre en vibration (Figure 2.17.b). Le déplacement mécanique de la micropoutre est alors mesuré par le vibromètre qui permet d'observer et déterminer les différents modes de résonance hors plan de la micropoutre. Le premier mode de résonance, qui est le premier mode de flexion hors plan, sera plus particulièrement suivi. Les acquisitions permettent un relevé en trois dimensions du mouvement de la structure à une fréquence donnée. Nous mesurerons ainsi le profil de déplacement vertical suivant l'axe x . Ce profil $w(x)$ mesuré entre A et A' sera sélectionné pour un déplacement maximal de la masse sismique correspondant à la résonance du dispositif (Figure 2.18). Ce profil de déplacement est ensuite utilisé pour le calcul de la déformation sur toute la longueur de la surface supérieure de la micropoutre.

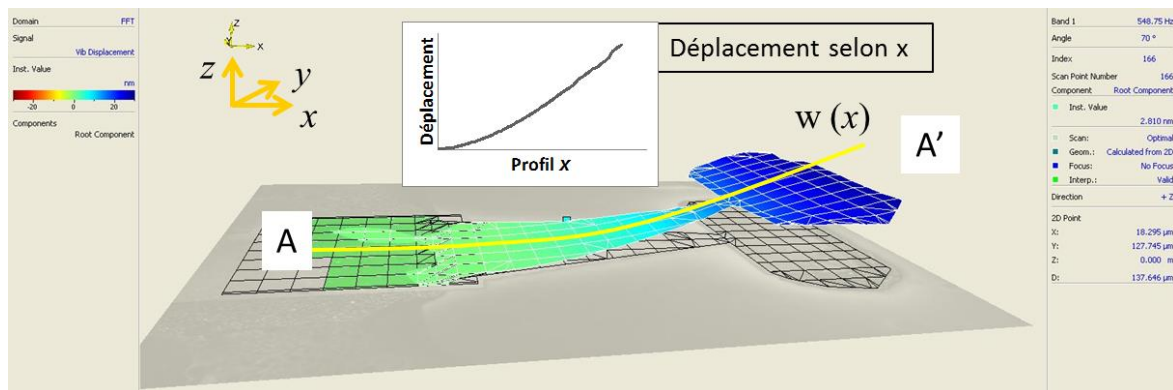


Figure 2.18 : Image d'une acquisition 3D d'une micropoutre de forme trapézoïdale mesurée avec le vibromètre laser MSA500

2.3.2 Mesure de la fréquence de résonance

Les pics de résonance ont été extraits pour les premiers modes en flexion hors-plan des microstructures fabriquées (Figure 2.19). En accord avec les simulations, les mesures expérimentales montrent clairement les bénéfices apportés par la masse sismique et par la géométrie trapézoïdale sur la fréquence de résonance qui se rapproche des fréquences de vibrations environnementales. Concrètement, la fréquence de résonance diminue d'un facteur 3 grâce à l'ajout de la masse sismique dans le cas d'une micropoutre rectangulaire de dimensions $L = 1200 \mu\text{m}$, $b_0 = 300 \mu\text{m}$, $h = 10 \mu\text{m}$ (Figure 2.19.a). Pour une micropoutre rectangulaire plus courte mais plus large ($L = 700 \mu\text{m}$, $b_0 = 500 \mu\text{m}$, $h = 10 \mu\text{m}$), la fréquence de résonance diminue d'un facteur 10. Finalement, pour la forme trapézoïdale comportant une masse sismique dont les dimensions ($L = 700 \mu\text{m}$, $b_0 = 500 \mu\text{m}$, $b_1 = 100 \mu\text{m}$, $h = 10 \mu\text{m}$) sont indiquées sur la Figure 2.2, la fréquence de résonance atteint une valeur d'environ 350 Hz (Figure 2.19.b). Afin d'obtenir des résultats de simulation plus précis, nous avons pris en compte les défauts de fabrication : les dimensions des micropoutres restent les mêmes que celles représentées Figure 2.2, tandis que les dimensions réelles de la masse sismique ont été utilisées ($L_m = 400 \mu\text{m}$, $b_m = 850 \mu\text{m}$ et $h_m = 30 \mu\text{m}$). Une bonne corrélation avec les simulations COMSOL Multiphysics sur les valeurs de fréquence de résonance est observée. L'accélération appliquée par l'actionneur piézoélectrique pour les tests expérimentaux au support de la structure est 0,007 g, idem pour la simulation.

Une étude de reproductibilité a été réalisée sur huit microstructures du même lot de fabrication (Figure 2.20). Une bonne reproductibilité sur la fréquence de résonance est obtenue pour la même forme de micro-structures, avec un écart type ne dépassant pas 16 Hz pour les micropoutres rectangulaires et 9 Hz pour celles de forme trapézoïdale, pour des valeurs moyennes de fréquence de résonance de 460 Hz et 350 Hz respectivement. Ces essais montrent que le procédé de fabrication mis au point permet la fabrication précise et reproductible de MEMS organiques vibrants pour des applications de récupération d'énergie mécanique.

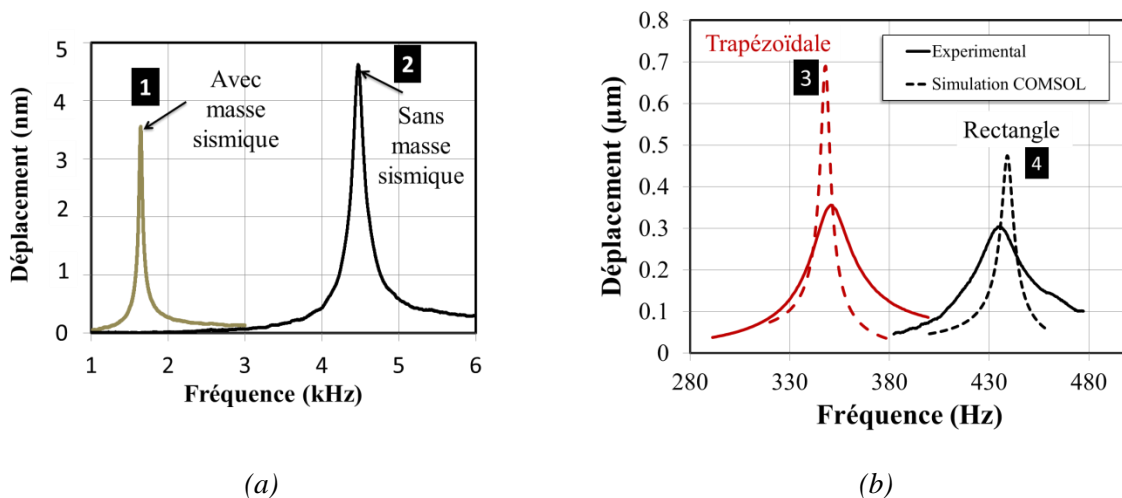


Figure 2.19 : Influence sur les fréquences de résonance mesurées (premier mode de résonance en flexion hors plan) (a) de la masse sismique pour une micropoutre rectangulaire ;

micropoutres 1 et 2 : $L = 1200 \mu\text{m}$, $b_0 = 300 \mu\text{m}$, $h = 10 \mu\text{m}$ / masse sismique 1 : $L_m = 400 \mu\text{m}$, $b_m = 850 \mu\text{m}$ et $h_m=30 \mu\text{m}$. et (b) de la forme des micropoutres avec masse sismique ; micropoutres 3 et 4 : $L = 700 \mu\text{m}$, $b_0 = 500 \mu\text{m}$, $h = 10 \mu\text{m}$ / masse sismique 3 et 4 : $L_m = 400 \mu\text{m}$, $b_m = 850 \mu\text{m}$ et $h_m=30 \mu\text{m}$.

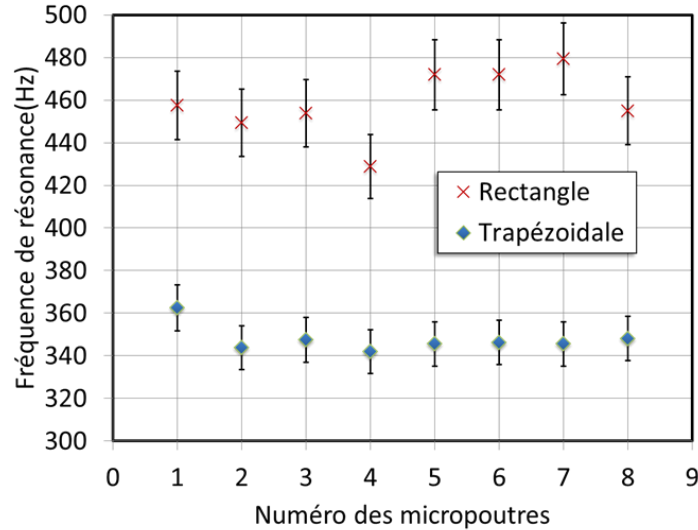


Figure 2.20 : Mesure de la fréquence de résonance (mode de résonance flexion hors plan) pour huit micropoutres identiques de forme rectangulaire et trapézoïdale (dimensions indiquées Figure 2.2)

2.3.3 Caractérisation de la déformation et de la puissance récupérable

Le profil expérimental du déplacement selon x ($w(x)$) obtenu pour un déplacement maximal de la masse sismique pour les micropoutres rectangulaires et trapézoïdales (correspondant à la résonance de la micropoutre) est reporté Figure 2.21. Un polynôme de degré 3 correspond au mieux aux courbes expérimentales :

$$w(x) = Ax^3 + Bx^2 + Cx + D \quad (2.32)$$

Où A, B, C et D sont des constantes.

À partir du profil de déplacement (courbure), le profil de déformation à la surface de la micropoutre $\varepsilon(x)$ peut se déduire pour des petites déflexions :

$$\varepsilon(x) = \frac{h}{2} \frac{dw}{dx^2} = \frac{h}{2} (6Ax + 2B) \quad (2.33)$$

Où h est l'épaisseur de la micropoutre.

Le profil de déformation obtenu expérimentalement pour les deux micro-structures caractérisées Figure 2.21 est représenté Figure 2.22. Les simulations par éléments finis (COMSOL Multiphysics) effectuées avec les mêmes conditions de vibrations sont également

reportées. La déformation de la micropoutre rectangulaire diminue d'une valeur maximale à l'encastrement ($x = 0 \mu\text{m}$) à une valeur proche de 0 en bout de la poutre ($x = 700 \mu\text{m}$). En revanche, elle reste plutôt constante en fonction de x pour la microstructure trapézoïdale, comme obtenu en simulation. La valeur de la déformation de $7 \times 10^{-4} \%$ est significative par rapport à la faible accélération appliquée (0,007 g) et la géométrie millimétrique de la micropoutre. Les mesures expérimentales sont similaires aux déformations simulées, ce qui confirme la réussite de la méthode expérimentale développée pour obtenir les profils de déformation à la surface de la micropoutre. Ce résultat montre que toute la surface de la micropoutre de forme trapézoïdale peut être utilisée pour la conversion mécano-électrique en intégrant la couche active, piézoélectrique ou électrostrictive, sur cette surface. Le rendement de la conversion par la micropoutre rectangulaire est quant à lui faible si l'on se rapproche du bout de la micropoutre.

En utilisant les résultats de déformation (Figure 2.22) et l'équation 24, la puissance maximale théorique qui peut être récupérée par des matériaux électrostrictifs sera deux fois plus élevée pour les micropoutres de forme trapézoïdale par rapport à celle de forme rectangulaire. Cette géométrie permet en outre une diminution remarquable de la fréquence de résonance, ce qui rend cette conception clairement adaptée à la fabrication d'un récupérateur d'énergie mécanique efficace.

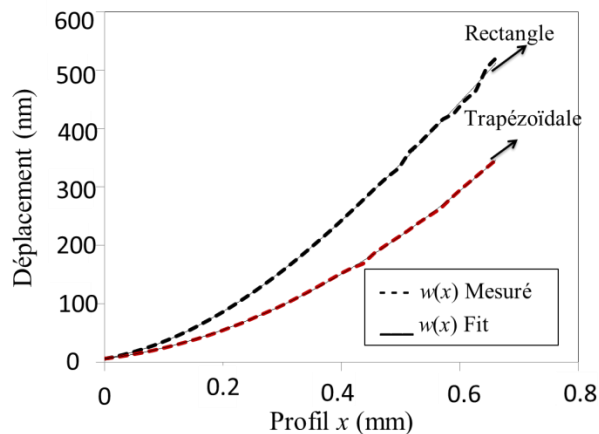


Figure 2.21 : Mesures expérimentales du déplacement des micropoutres rectangulaires et trapézoïdales (dimensions indiquées Figure 2.2) à la fréquence de résonance ; l'accélération de support appliquée est de 0,007 g.

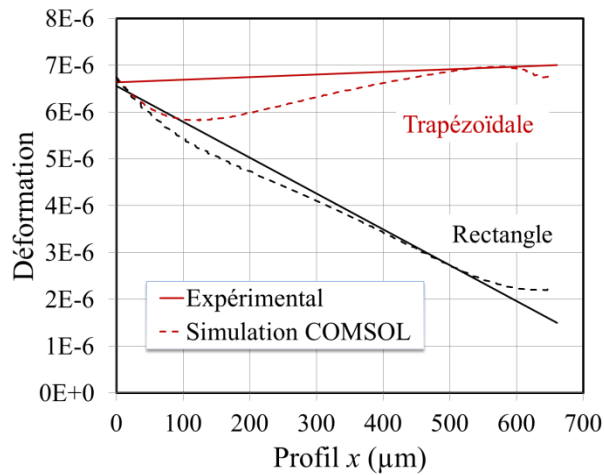


Figure 2.22 : Déformations simulées et calculées en fonction du profil x pour les micropoutres rectangulaire et trapézoïdale fabriquées (dimensions indiquées Figure 2) ; l'accélération de support appliquée est de $0,007\text{ g}$

2.3.4 Récupérateur multimodes

Le même procédé de fabrication utilisé pour fabriquer une micropoutre unique est utilisé pour la fabrication d'un récupérateur multimodes. La seule différence est que toutes les micropoutres sont « reliées » par un support commun (Figure 2.23). Les spectres de vibration des cinq micropoutres mesurées dans la gamme de 600-1400 Hz sont représentés Figure 2.24, et les fréquences de résonance expérimentales et calculées analytiquement sont présentées. Les simulations par éléments finis ont été aussi reportées afin de valider le modèle analytique. Les résultats font apparaître des différences de moins de 2 % entre les simulations par éléments finis et le modèle analytique. Nous observons que la gamme de fréquences mesurée expérimentalement est de 500 Hz supérieure à celle théorique. Ceci est attribué aux défauts de fabrication, les dimensions n'étant pas identiques entre les structures simulées et celles fabriquées, ainsi que la position de la masse sismique légèrement décalée du centre du bout de la micropoutre. En effet, le facteur d'excentricité qui intervient dans la masse effective de l'équation 2.30, affecte la fréquence de résonance. Par contre, la variation absolue entre chaque fréquence de résonance mesurée expérimentalement par rapport à celle de la référence (micropoutre 2) est similaire à celle simulée comme illustré Figure 2.25. Enfin, le récupérateur multimode fabriqué permet d'obtenir des gammes de fréquences contrôlées avec précision, d'une petite largeur (dizaines de Hz) à une gamme plus élevée (centaines de Hz), ce qui valide le concept.

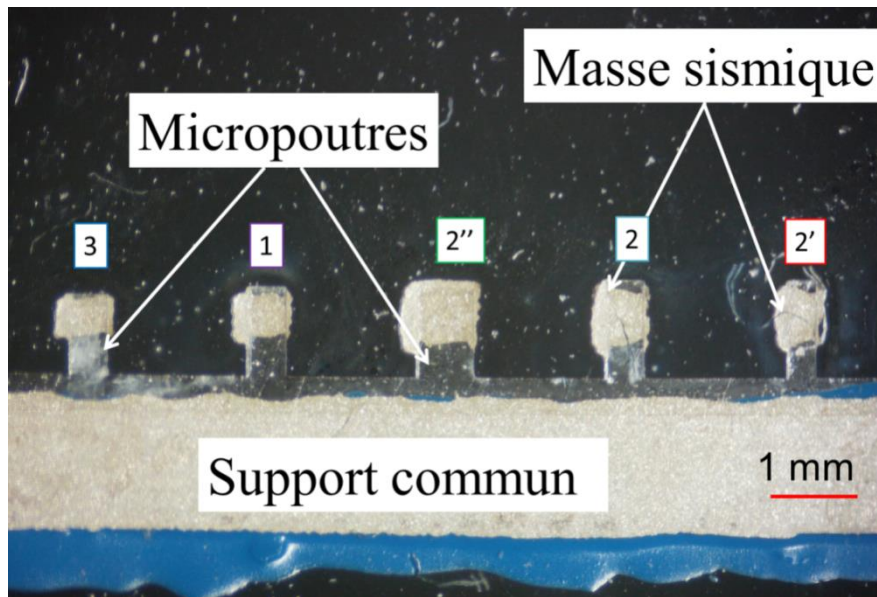


Figure 2.23 : Récupérateur multimodes composé d'un ensemble de cinq micropoutres avec masse sismique fabriqué

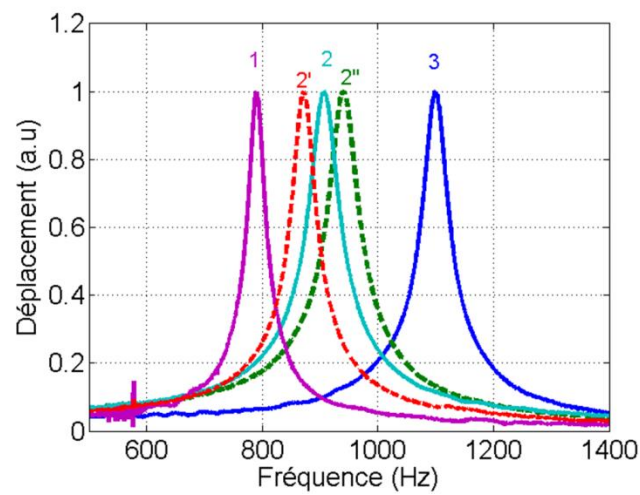


Figure 2.24 : Fréquence de résonance mesurée pour le récupérateur multimodes qui se compose de cinq micropoutres avec masse sismique; voir le tableau 2.3 pour les dimensions des micropoutres

Tableau 2.4 : Fréquences de résonance théoriques, simulées et expérimentales pour les différents pics de résonance; $h = 10 \mu\text{m}$ et $h_m = 50 \mu\text{m}$

Numéro de micropoutre	1	2'	2	2''	3
L (μm)	600	600	600	600	600
b_0 (μm)	400	300	400	600	400
L_m (μm)	1000	700	700	700	500
b_m (μm)	500	400	500	700	500
L/L_m	0,60	0,86	0,86	0,86	1,20
b_0/b_m	0,80	0,75	0,80	0,86	0,80
f_r théorie (Hz)	270	380	392 = $f_{ref_théorie}$	406	541
Δf_r théorie (Hz) = $f_r - f_{ref_théorie}$	-122	-12	0	14	149
f_r COMSOL (Hz)	268	380	398 = f_{ref_COMSOL}	414	551
Δf_r COMSOL (Hz) = $f_r - f_{ref_COMSOL}$	-130	-18	0	16	153
f_r expérimental (Hz)	790	872	906 = f_{ref_exp}	940	1099
Δf_r exp (Hz) = $f_r - f_{ref_exp}$	-116	-34	0	34	193
f_r exp - f_r théorie (Hz)	520	492	514	534	558
f_r exp - f_r COMSOL (Hz)	522	492	508	526	548

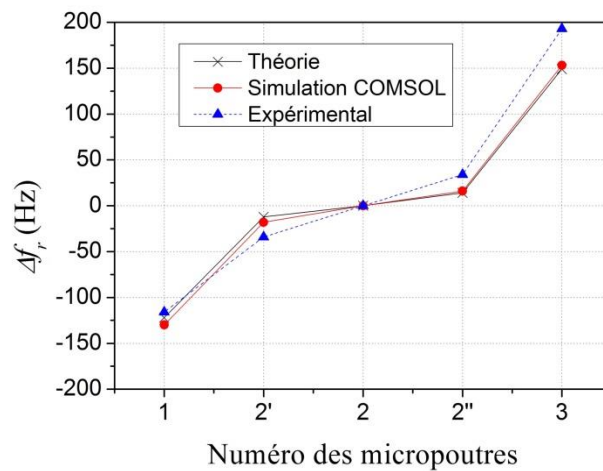


Figure 2.25 : Comparaison de la fréquence de résonance expérimentale, Simulation par COMSOL et théorique $\Delta f_r = f_r - f_{ref}$ (la référence est la micropoutre numéro 2)

2.4 Conclusion

Dans ce chapitre, un convertisseur mécanique-mécanique qui est une partie d'un système de récupération d'énergie vibratoire a été développé. Le choix de la géométrie et de la forme du MEMS résonant est lié aux caractéristiques de la source de vibration disponible et

les principes physiques utilisés pour la transduction électromécanique. En accord avec les sources de vibrations ambiantes, le choix s'est porté sur un système mécanique de type micropoutre-masse qui peut fournir une puissance maximale à la fréquence de résonance. Des simulations par éléments finis COMSOL multiphysics associées à des calculs analytiques ont été menés pour optimiser la forme et les dimensions de la micropoutre et ainsi maximiser l'énergie électrique à la résonance. La forme trapézoïdale a donné les meilleurs résultats : fréquence de résonance la plus faible et déformation uniforme sur la surface supérieure, bien adaptée pour une future transduction électrostrictive ou piézoélectrique. Un procédé de fabrication original combinant photolithographie et sérigraphie a été élaboré pour la fabrication de micropoutres rectangulaires et trapézoïdales comprenant une masse sismique au bout. Les performances des microstructures rectangulaires ont été comparées à celles de forme trapézoïdale. Comme pour les simulations, la fréquence de résonance a été réduite d'un facteur supérieur à 10 grâce à la présence de la masse sismique et l'utilisation de la forme trapézoïdale. Une méthode permettant de déterminer expérimentalement le profil de la déformation a été développée. Les mesures montrent une déformation uniforme sur la surface de la forme trapézoïdale. Une étude de reproductibilité a finalement donné d'excellents résultats pour la microstructure trapézoïdale avec des fréquences de résonance $f_r = 350 \text{ Hz} \pm 9 \text{ Hz}$. La micropoutre fonctionne cependant à une seule fréquence et a donc une bande passante limitée sur laquelle l'énergie peut être récupérée. Un réseau de micropoutres a ainsi été étudié pour couvrir une gamme de fréquences plus large. Le récupérateur multimodes fabriqué composé de cinq systèmes de type poutre-masse couvre une gamme de fréquences autour de 300 Hz. La prochaine étape consistera à intégrer un matériau électroactif sur cette forme de micropoutre. Grâce à la combinaison de convertisseurs mécanique-mécanique optimisés avec une couche active, une puissance électrique dans la gamme micro-watt devrait être générée.

2.5 Annexes

Annexe 1 : Ecran de sérigraphie

De manière générale, les écrans sont constitués d'un tissage en acier inoxydable ou en nylon monté sur un cadre en acier (Figure 2.26). Selon l'utilisation, plusieurs paramètres varient :

- le nombre de fils par pouce exprimé en « mesh »
- le diamètre du fil qui dépend de la toile utilisée (standard, forte ou ultra-mince)
- la zone de passage de l'encre, définie par l'espace entre les fils, doit être 3 à 5 fois supérieure au diamètre maximal des particules solides présentes dans l'encre.

Il est également possible d'utiliser, pour des dépôts épais de crème à braser par exemple, des clinquants ou feuillards métalliques d'épaisseur contrôlée montés sur un cadre en acier. Les écrans les plus utilisés en microélectronique sont répertoriés dans le Tableau 2.5.

Tableau 2.5 : Caractéristiques des écrans

Type d'écran (meshs)	Diamètre du fil (µm)	Vide de maille (µm)	Epaisseur de la toile (µm)	Epaisseur du dépôt humide (µm)
70	51	266	211	185-230
105	75	160	162	144-178
200	41	86	94	81-97
325	30	51	66	58-71
400	25	38	56	50-61

Afin de réaliser des motifs sur les écrans de sérigraphie, des films polymères photosensibles (ou émulsion solides) dont l'épaisseur est comprise entre 15 et 150 µm sont utilisés. L'opération consiste à déposer un film préalablement humidifié sur la toile de l'écran afin que la zone solubilisée permette un bon accrochage sur les mailles après insolation.

Le masque est ensuite placé entre la source UV et la résine photosensible de sorte que les parties exposées réticulent et les parties non-exposées correspondant aux motifs à réaliser restent solubles et soient éliminées après passage dans l'eau (cas de la résine négative). Après l'insolation, dont les temps d'exposition varient en fonction des toiles et des émulsions, la révélation de la résine non insolée s'effectue dans l'eau pour obtenir les motifs nécessaires au dépôt.

La définition du dépôt tout comme son épaisseur dépendra du choix du nombre de meshs et du diamètre des fils. En première approximation, l'épaisseur du dépôt (e_d) peut être reliée aux caractéristiques de l'écran par la relation (Figure 2.26) :

$$e_d = 0,5E_t + E_f \quad (2.34)$$

où E_t et E_f représentent respectivement l'épaisseur de la toile de l'écran et la surépaisseur d'émulsion.

Une fois le dépôt effectué, la qualité de la structuration de la couche dépendra essentiellement du traitement thermique.

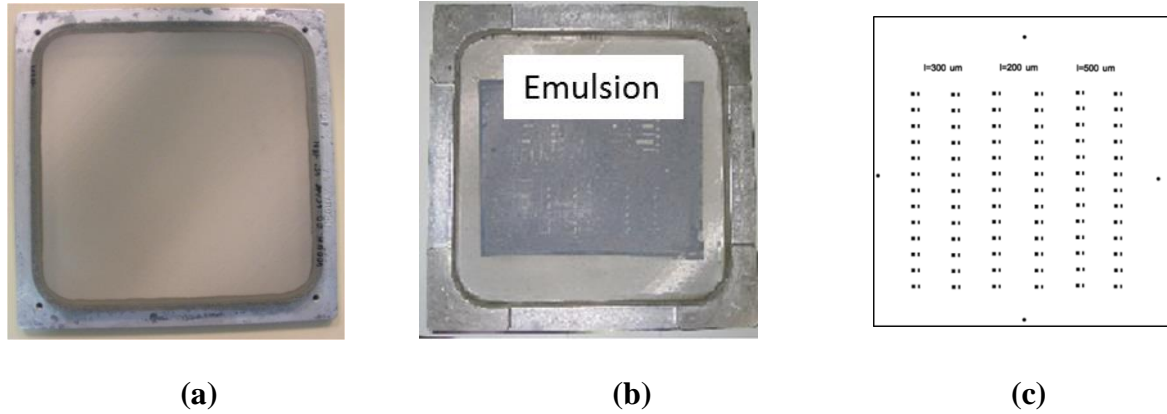


Figure 2.26 : (a) Ecran vierge (b) écran avec émulsion et (c) typon pour l'émulsion (résine négative)

Annexe 2 : Documentation technique de l'encre époxy chargé argent (ESL1901-SD)



ESL ELECTROSCIENCE

CERAMIC TAPES &
THICK-FILM MATERIALS

416 EAST CHURCH ROAD
KING OF PRUSSIA, PA 19406-2625, U.S.A

T: 610-272-8000
F: 610-272-6759

www.electroscience.com

POLYMER SILVER CONDUCTOR

1901-SD

RoHS Compliant*

Slow-Drying Polymer Silver for RFID Antennas

ESL 1901-SD is a silver-filled, flexible resin material designed for use as a conductor on low-temperature substrates and may be used as an antenna in RFID applications. A slow-drying material to give excellent screen-life, the cured silver film remains reasonably flexible and the resistance of the antenna track remains constant over time. After fitting an appropriate chip, the RFID device can store information. The 1901-SD can also be used as an antenna in contactless smart cards. The paper, foil or plastic sheet bearing the printed antenna is laminated within a number of plastic layers and the individual cards are punched out. Many antenna patterns can be printed in a single operation.

This versatile polymer has also been successfully used on other substrates such as cloth.

PASTE DATA

Rheology:	Thixotropic, screen-printable paste
Viscosity: (Brookfield RVT, 10 rpm, No. 7 spindle, 25.5 ± 0.5 °C)	60 ± 10 Pa.s
Shelf Life (at 5°C):	6 months

PROCESSING

Screen Mesh, Emulsion:	200 or 325 S/S, 25 µm
Curing Schedule:	125°C / 10 min
Substrate for Calibration:	PVC plastic card

Annexe 3 : Documentations techniques des encres de sérigraphie diélectriques ESL4702 (vitro-céramique) et ESL242-SB (polymère)



Electro-Science Laboratories, Inc.

416 East Church Road • King of Prussia, PA 19406-2625, U.S.A
 610-272-8000 • Fax: 610-272-6759 • www.ElectroScience.com • Sales@ElectroScience.com

**242-S
 242-SB
 242-SB/FL**

POLYMER PROTECTIVE COATING

ESL 242-S (Yellow), 242-SB (Blue), and 242-SB/FL (Blue) are screen printable, mineral-filled epoxy coatings which are extremely solvent resistant when properly cured, even to harsh solvents and under high pressure. The 242-SB/FL is a higher viscosity material capable of printing 125 micrometer lines and spaces with sharp edges. These materials are thermosetting and can be cured for 10 to 30 minutes at 150°C. Solvent resistance is improved with longer curing times. Lower temperature cures are possible. The materials can be used to protect cermet circuits on alumina or porcelain enameled steel. They can be also used as crossovers or multilayer dielectrics in additive polymer thick film circuits. The ESL 242 Series is compatible with ESL thermosetting polymer silvers such as 1109-S and 1107-S on PC boards. Because the cured film is hard, these materials are not recommended for repeated flexing or for use on flexible substrates.

PASTE DATA

RHEOLOGY:	Thixotropic, screen printable paste	
VISCOSITY: (Brookfield RVT, ABZ Spindle, 10 rpm, 25.5°C±0.5°C)	242-S, 242-SB	85±15 Pa·s
	242-SB/FL	140±40 Pa·s
COLOR:	242-S	Yellow
	242-SB, 242-SB/FL	Blue
SHELF LIFE: (25°C)		6 months

PROCESSING

SCREEN MESH/EMULSION:	242-S, 242-SB	200/30.5 µm
	242-SB/FL	325/25 µm

242-S, SB, FL 9808-D

ESL Affiliates

Japan: ESL-Nippon Company, Ltd. • Sukegawa Bldg. • 6th floor • 3-4 Yanagibashi 1-chome • Taisho-ku • Tokyo 111, Japan • Tel: (011-81)-3-3864-8521 • Fax: (011-81)-3-3864-9270
 NipponSales@ESLNippon.com

China: Shanghai Agmet Electro-Science Laboratory Ltd. • Second Floor Bldg. 12A1 • #223 North Fe Te Road • Waigaoqiao Free Trade Zone • Shanghai, China
 Tel: (011-86)-21-5866-0497 • Fax: (011-86)-21-5866-0497 • ShanghaiSales@ShanghaiESL.com

Europe: Agmet, Ltd. • 8 Commercial Road • Reading, Berkshire, England RG2 0QZ • Tel: (011-44)-118-987-3139 • Fax: (011-44)-118-986-7331 • Sales@ESLEurope.co.uk

See Caution and Disclaimer on other side.



Electro-Science Laboratories, Inc.

416 East Church Road • King of Prussia, PA 19406-2625, U.S.A
610-272-8000 • Fax: 610-272-6759 • www.ElectroScience.com • Sales@ElectroScience.com

OVERGLAZE COMPOSITION

4702

HOS Heaters on Steel™ • COS Circuits on Steel™ • TFOS Thick Film on Steel™

Overglaze Designed to Protect HOS Heaters on Steel™

ESL 4702 overglaze composition is designed to protect heaters printed onto ESL 4924 insulated stainless steel substrates and is also useful on other TFOS (Thick Film on Steel)™ applications. The 4702 is non-porous and its TCE closely matches that of ESL 4924. The 4702 will not adhere directly to stainless steel; so, it must be printed onto areas of the steel that have been coated with 4924. The shift in resistance value of ESL 29XXX resistors after overglazing with 4702 is < 5%.

PASTE DATA

RHEOLOGY:	Thixotropic, screen printable paste
VISCOSITY: (Brookfield RVT, ABZ Spindle, 10 rpm, 25.5°C±0.5°C)	250±25 Pa·s
COLOR:	Green / Semi-glossy
SHELF LIFE: (at 25°C)	6 months

PROCESSING

SCREEN MESH/EMULSION:	325/10 µm
LEVELING TIME: (at 25°C)	5-10 minutes
DRYING AT 125°C:	> 15 minutes
FIRING TEMPERATURE RANGE:	850°C-930°C
OPTIMUM:	850°C
TIME AT PEAK:	10 minutes
RATE OF ASCENT/DESCENT:	50°C-60°C/minute
THINNER:	ESL 401

4702 0002-B

ESL Affiliates

Japan: ESL-Nippon Company, Ltd. • Sukegawa Bldg. • 6th floor • 3-4 Yanagibashi 1-chome • Tai-to-ku • Tokyo 111, Japan • Tel: (011-81)-3-3864-8521 • Fax: (011-81)-3-3864-9270
NipponSales@ESLNippon.com

China: Shanghai Agmet Electro-Science Laboratory Ltd. • Second Floor Bldg. 12A1 • #223 North Fe Te Road • Waigaoqiao Free Trade Zone • Shanghai, China
Tel: (011-86)-21-5866-0497 • Fax: (011-86)-21-5866-0497 • ShanghaiSales@ShanghaiESL.com

Europe: Agmet, Ltd. • 8 Commercial Road • Reading, Berkshire, England RG2 0QZ • Tel: (011-44)-118-967-3139 • Fax: (011-44)-118-966-7331 • Sales@ESLEurope.co.uk

See Caution and Disclaimer on other side.

2.6 Références

- [1] S. Roundy, P. K. Wright, et J. M. Rabaey, *Energy scavenging for wireless sensor networks*. Springer, 2003.
- [2] I. Paprotny, R. White, et P. K. Wright, « Modeling, design and fabrication of (10×4 mm³) MEMS AC energy scavenger for smart grid applications », in *Proc. 10th Int. Workshop Micro Nanotechnol. Power Generat. Energy Convert. Appl*, 2010, p. 107–110.
- [3] E. Fleurent-Wilson, T. E. Pollock, W.-J. Su, D. Warrier, et A. Salehian, « Wrinkle localization in membrane structures patched with macro-fiber composite actuators: Inflatable space antenna applications », *J. Intell. Mater. Syst. Struct.*, vol. 25, n° 15, p. 1978–2009, 2014.
- [4] M. A. Karami, B. Yardimoglu, et D. J. Inman, « Coupled out of plane vibrations of spiral beams for micro-scale applications », *J. Sound Vib.*, vol. 329, n° 26, p. 5584–5599, 2010.
- [5] M. A. Karami et D. J. Inman, « Analytical modeling and experimental verification of the vibrations of the zigzag microstructure for energy harvesting », *J. Vib. Acoust.*, vol. 133, n° 1, p. 11002, 2011.
- [6] F. Goldschmidtboeing et P. Woias, « Characterization of different beam shapes for piezoelectric energy harvesting », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 18, n° 10, p. 104013, 2008.
- [7] D. Benasciutti, L. Moro, S. Zelenika, et E. Brusa, « Vibration energy scavenging via piezoelectric bimorphs of optimized shapes », *Microsyst. Technol.*, vol. 16, n° 5, p. 657–668, 2010.
- [8] S. Mehraeen, S. Jagannathan, et K. A. Corzine, « Energy harvesting from vibration with alternate scavenging circuitry and tapered cantilever beam », *Ind. Electron. IEEE Trans. On*, vol. 57, n° 3, p. 820–830, 2010.
- [9] S. P. Matova, M. Renaud, M. Jambunathan, M. Goedbloed, et R. Van Schaijk, « Effect of length/width ratio of tapered beams on the performance of piezoelectric energy harvesters », *Smart Mater. Struct.*, vol. 22, n° 7, p. 75015, 2013.
- [10] A. Harb, « Energy harvesting: State-of-the-art », *Renew. Energy*, vol. 36, n° 10, p. 2641–2654, 2011.
- [11] P. D. Mitcheson et T. T. Toh, « Power management electronics », *Energy Harvest. Auton. Syst.*, p. 1–57, 2010.
- [12] S. Roundy, P. K. Wright, et K. S. Pister, « Micro-electrostatic vibration-to-electricity converters », in *ASME 2002 International Mechanical Engineering Congress and Exposition*, 2002, p. 487–496.
- [13] A. Dudka, D. Galayko, E. Blokhina, et P. Basset, « Smart integrated conditioning electronics for electrostatic vibration energy harvesters », in *Circuits and Systems (ISCAS), 2014 IEEE International Symposium on*, 2014, p. 2600–2603.
- [14] M. Hopcroft *et al.*, « Micromechanical testing of SU-8 cantilevers », *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, vol. 28, n° 8, p. 735–742, 2005.
- [15] D. Zhu, M. J. Tudor, et S. P. Beeby, « Strategies for increasing the operating frequency range of vibration energy harvesters: a review », *Meas. Sci. Technol.*, vol. 21, n° 2, p. 22001, 2009.
- [16] C. Eichhorn, F. Goldschmidtboeing, et P. Woias, « A frequency tunable piezoelectric energy converter based on a cantilever beam », *Proc. PowerMEMS*, vol. 9, n° 12, p. 309–312, 2008.
- [17] V. R. Challa, M. G. Prasad, Y. Shi, et F. T. Fisher, « A vibration energy harvesting device with bidirectional resonance frequency tunability », *Smart Mater. Struct.*, vol. 17, n° 1, p. 15035, 2008.
- [18] M. Ferrari, V. Ferrari, M. Guizzetti, D. Marioli, et A. Taroni, « Piezoelectric multifrequency energy converter for power harvesting in autonomous microsystems », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 142, n° 1, p. 329–335, 2008.
- [19] J.-Q. Liu *et al.*, « A MEMS-based piezoelectric power generator array for vibration energy harvesting », *Microelectron. J.*, vol. 39, n° 5, p. 802–806, 2008.

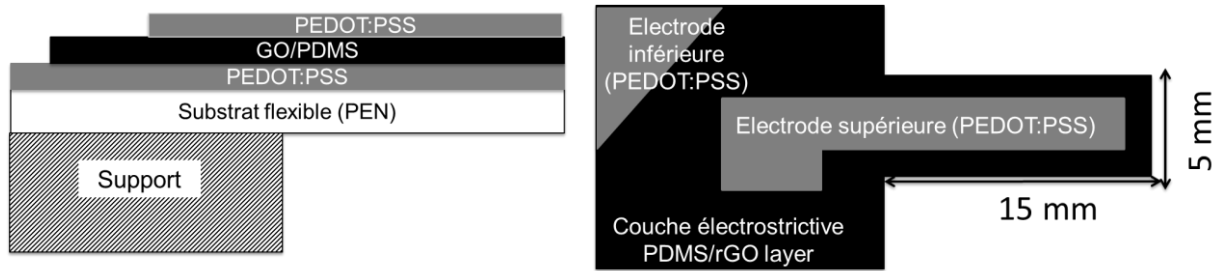
- [20] S. M. Shahruz, « Design of mechanical band-pass filters for energy scavenging », *J. Sound Vib.*, vol. 292, n° 3, p. 987–998, 2006.
- [21] S. M. Shahruz, « Limits of performance of mechanical band-pass filters used in energy scavenging », *J. Sound Vib.*, vol. 293, n° 1, p. 449–461, 2006.
- [22] Y. Bai, H. Hughes, P. Tofel, C. Meggs, et T. W. Button, « Fabrication and Characterisation of Vibration and Wind Energy Harvesters Using Multi-layer Free-standing Piezoelectric Thick-films », *Addit. Pap. Present.*, vol. 2015, n° CICMT, p. 195–202, 2015.
- [23] S. M. Heinrich et I. Dufour, « Toward Higher-Order Mass Detection: Influence of an Adsorbate's Rotational Inertia and Eccentricity on the Resonant Response of a Bernoulli-Euler Cantilever Beam », *Sensors*, vol. 15, n° 11, p. 29209–29232, 2015.
- [24] N. Alcheikh, H. Nesser, H. Debeda, C. Ayela, et I. Dufour, « Dynamic Characterization and Mechanical Simulation of Cantilevers for Electromechanical Vibration Energy Harvesting ».
- [25] A. Rivadeneyra, J. Fernández-Salmerón, M. Agudo-Acemel, J. A. López-Villanueva, L. F. Capitan-Vallvey, et A. J. Palma, « Improved manufacturing process for printed cantilevers by using water removable sacrificial substrate », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 235, p. 171–181, 2015.
- [26] M. Le Borgne, « Solution-processable oligomeric and small molecule semiconductors for organic solar cells », 2016.
- [27] F. C. Krebs *et al.*, « A complete process for production of flexible large area polymer solar cells entirely using screen printing—first public demonstration », *Sol. Energy Mater. Sol. Cells*, vol. 93, n° 4, p. 422–441, 2009.
- [28] H. Lorenz, M. Despont, N. Fahrni, N. LaBianca, P. Renaud, et P. Vettiger, « SU-8: a low-cost negative resist for MEMS », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 7, n° 3, p. 121, 1997.
- [29] C. Luo *et al.*, « Releasing SU-8 structures using polystyrene as a sacrificial material », *Sens. Actuators Phys.*, vol. 114, n° 1, p. 123–128, 2004.
- [30] U. Srinivasan, M. R. Houston, R. T. Howe, et R. Maboudian, « Alkyltrichlorosilane-based self-assembled monolayer films for stiction reduction in silicon micromachines », *Microelectromechanical Syst. J. Of*, vol. 7, n° 2, p. 252–260, 1998.
- [31] X. Wang, J. Engel, et C. Liu, « Liquid crystal polymer (LCP) for MEMS: processes and applications », *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 13, n° 5, p. 628, 2003.
- [32] C. L. Van Oosten, K. D. Harris, C. W. M. Bastiaansen, et D. J. Broer, « Glassy photomechanical liquid-crystal network actuators for microscale devices », *Eur. Phys. J. E*, vol. 23, n° 3, p. 329–336, 2007.
- [33] W. H. Ryu, M. Vyakarnam, R. S. Greco, F. B. Prinz, et R. J. Fasching, « Fabrication of multi-layered biodegradable drug delivery device based on micro-structuring of PLGA polymers », *Biomed. Microdevices*, vol. 9, n° 6, p. 845–853, 2007.
- [34] D. J. Beebe *et al.*, « Functional hydrogel structures for autonomous flow control inside microfluidic channels », *Nature*, vol. 404, n° 6778, p. 588–590, 2000.
- [35] E. T. Carlen et C. H. Mastrangelo, « Surface micromachined paraffin-actuated microvalve », *Microelectromechanical Syst. J. Of*, vol. 11, n° 5, p. 408–420, 2002.
- [36] R. Delille, M. G. Urdaneta, S. J. Moseley, et E. Smela, « Benchtop polymer MEMS », *Microelectromechanical Syst. J. Of*, vol. 15, n° 5, p. 1108–1120, 2006.
- [37] C. Liu, « Recent developments in polymer MEMS », *Adv. Mater.*, vol. 19, n° 22, p. 3783–3790, 2007.

Chapitre 3 : Intégration du matériau électrostrictif dans des MEMS organique

3.1 Introduction

L'intégration de matériaux électrostrictifs dans les micropoutres optimisées au chapitre 2 est complexe à mettre en oeuvre puisque la microstructuration de la couche active est ici obligatoire. De plus, l'inconnue sur la morphologie des matériaux électroactifs à intégrer est une des difficultés. Ainsi, le dispositif fabriqué est une micropoutre simple, composée du matériau électrostrictif pris en sandwich entre deux électrodes et déposé sur un substrat flexible (Figure 3.1). Pour cela, un autre procédé, alternatif et simple, a été développé permettant l'intégration du matériau électrostrictif. Il ne nécessite pas d'équipements à coût élevé utilisés pour la technologie silicium ce qui réduit ainsi considérablement le coût de fabrication des dispositifs MEMS. Les micropoutres organiques électrostrictives sont fabriquées dans une approche tout-organique grâce à une méthode peu coûteuse permettant une production rapide appelée « xurographie ». Le potentiel de ce procédé de fabrication innovant proposé a déjà été démontré par la réalisation de divers dispositifs pour des applications de détection physique et chimique, capteur de déformation, de température, etc [1].

La forme et les dimensions de la structure sont importantes pour avoir un microgénérateur efficace comme nous avons vu dans le second chapitre. L'optimisation de ces paramètres sera menée après la réalisation et l'étude d'une structure référence. Dans un premier temps, afin de valider l'intégration des matériaux électrostrictifs, une micropoutre rectangulaire simple de dimension millimétrique et sans masse sismique sera fabriquée et étudiée. Dans le cadre du projet ELENA, les laboratoires CRPP et LOF ont formulé trois types de matériaux électrostrictifs quasi-percolés et auto assemblés. Ces matériaux sont à base de réseaux de nanotubes de carbone conducteurs (CNT) ou d'oxyde de graphène réduit (rGO) dispersés dans des matrices polymères souples et élastiques à base de poly-diméthylsiloxane PDMS [2]–[4]. Dans ce chapitre, après la description de la méthode de fabrication et des propriétés électriques de chaque formulation, l'optimisation du dépôt de chacun des matériaux électrostrictifs sera réalisée. Une électrode supérieure, compatible avec les matériaux à base de PDMS et capable de supporter des déformations élevées et un nombre suffisant de cycles de déformation, devra de plus être sélectionnée. Plusieurs électrodes métallique, polymère et composite, seront étudiées sous déformation. Une fois la structure fabriquée, des tests en statique seront effectués pour évaluer les performances électromécaniques du matériau électrostrictif pris en sandwich entre les électrodes sélectionnées. Pour ces tests, les matériaux électrostrictifs intégrés dans les MEMS seront déformés afin de mesurer la variation de la capacité et déduire le facteur de gauge capacitif qui reflète le coefficient d'électrostriction.



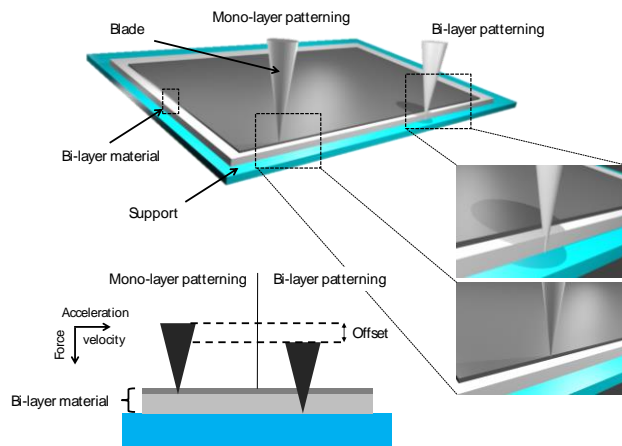
(a) Vue en coupe

(b) Vue de dessus

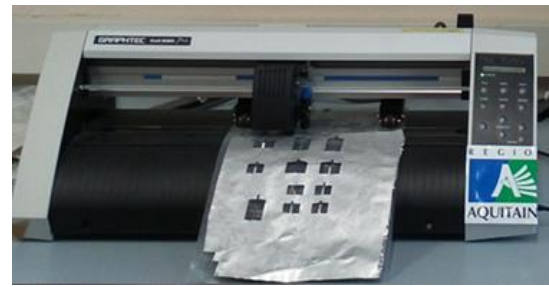
Figure 3.1 : Schéma (a) vue en coupe et (b) vue de dessus de la micropoutre organique optimisée

3.2 Micro-structuration par xurographie

Le procédé de fabrication développé combine les méthodes de dépôts classiques (sérigraphie, spin-coating et évaporation thermique à travers un masque mécanique) avec la xurographie basée sur une machine de découpe à commande numérique. La xurographie peut être utilisée pour structurer un matériau monocouche ou multicouche. La lame se déplace dans les directions X, Y et Z, cette dernière permettant une structuration sélective des structures. Plus précisément, quatre paramètres peuvent être ajustés de manière contrôlée à chaque opération de découpe : la force exercée sur la lame, la vitesse de la coupe, l'accélération et « l'offset » de la lame (hauteur de celle-ci). La Figure 3.2.a illustre la possibilité de structurer une seule couche et/ou deux couches conduisant à la découpe partielle ou totale de la couche structurale. La précision de la structuration de la couche supérieure d'une structure bimorphe peut conduire par ailleurs à la fabrication de structures complexes avec la géométrie et la forme souhaitées [5]. La machine numérique de découpe utilisée par notre équipe est une Craft RoboPro CE6000 (Graftec Craft ROBO Pro) (Figure 3.2.b). Elle présente une haute résolution (jusqu'à 20 microns) et effectue des coupes des couches de plastique, de papier et de métal d'épaisseur pouvant aller jusqu'à 250 μm d'épaisseur.



(a)



(b)

Figure 3.2 : (a) Schéma du procédé de xurographie, incluant le type de coupe (complète ou partielle) et les paramètres de procédé (force, vitesse, accélération, et « offset »). (b) Photo de la machine à découpe Craft RoboPro CE6000

3.3 Les différentes couches constituant le MEMS électrostrictif

Les MEMS électrostrictifs fabriqués sont constitués de quatre couches superposées l'une au-dessus de l'autre : un substrat flexible, une électrode inférieure, le matériau actif et une électrode supérieure. Chacune de ces couches sera étudiée et caractérisée pour obtenir une structure optimale, active, fabriquée à bas prix et bon candidat pour les applications de récupération d'énergie. Le Tableau 3.1 présente un récapitulatif des travaux réalisés pour la fabrication de la structure. En se basant sur ces travaux, le choix a été établi et décrit dans les prochains paragraphes.

Tableau 3.1: synthèses du choix de matériau et la méthode de fabrication pour les différentes couches de la structure électrostrictive (sont surlignés en vert les choix retenus après les différentes études)

Fonction	Matériau	Dépôt + structuration	Résultat dépôt	Choix
Substrat	PEN	Xurographie	-	Flexible/différentes épaisseurs
Electrode inférieure	Métal	Evaporation+ pochoir	OK	Pas de problème avec l'électrode inférieure
	PEDOT:PSS	Sérigraphie	OK	
Matériau électrostrictif	PDMS/CNT	Tournette	OK	PDMS/rGO sélectionné
	Emulsion PDMS/CNT	Tournette	NON	
		Spray-coating	NON	
		Sérigraphie	NON	
		Doctor blade	OK	
	PEDOT:PSS	Tournette	OK	
Electrode supérieure	Métal (Al, Au)	Evaporation+ pochoir	OK	PEDOT:PSS (électrode polymère flexible déposable en film épais)
	CNT	Spray-coating+ pochoir	OK	
	Nanofils d'argent	Spray-coating+ pochoir	OK	
	Graisse d'argent	Doctor blade+ pochoir	OK	
	Epoxy chargé argent	Sérigraphie	OK	
		Doctor blade+ pochoir	OK	
	PEDOT:PSS	Sérigraphie	NON	
	Doctor blade + pochoir	OK		

3.3.1 Substrat flexible

Le poly (éthylène naphthalate) (PEN) est un polyester thermoplastique ayant des performances mécaniques et thermiques supérieures à celle du poly(téréphtalate d'éthylène) (PET). Le PEN peut ainsi être utilisé sur une plus large gamme d'applications telles que les emballages rigides et flexibles, les fibres industrielles, les films électriques, la gestion de la lumière, le stockage des données et les applications d'imagerie. La propriété la plus

intéressante de ce polyester est que, en comparaison avec son équivalent le PET, il présente une bonne résistance thermique puisqu'il commence à se déformer de manière significative à 200°C au lieu de 130°C. C'est la raison pour laquelle le PEN sera choisi comme substrat flexible. Les feuilles de PEN sont achetées sous forme de carrés (30×30 cm) avec différentes épaisseurs (12 µm, 25 µm, 50 µm, 125 µm, 250 µm) qui peuvent être découpées facilement par xurographie sous n'importe quelle forme et sans défaut.

3.3.2 Electrode inférieure

Le dépôt des électrodes inférieures métalliques et polymères sur le substrat PEN est facilité grâce à la surface lisse du PEN et l'adhérence de ces électrodes au substrat. Quelques dizaines de nanomètres d'aluminium ou d'or sont dans un premier temps déposées comme électrode inférieure. L'aluminium est déposé par évaporation thermique en utilisant un bâti d'évaporation à faisceaux d'électrons (Plassys-MEB550). Le dépôt est réalisé soit sur toute la surface, soit à travers un masque en PET découpé par xurographie pour la structuration. Bien que satisfaisantes, cette électrode sera remplacée par le polymère conducteur poly(3,4-éthylènedioxythiophène) dopé au poly(styrène sulfonate) de sodium (PEDOT:PSS) pour avoir un dispositif flexible, tout organique. Le PEDOT:PSS permet de réaliser une électrode flexible à partir d'une encre commerciale qui sera décrite en détails paragraphe 3.4.4. Son dépôt est fait par sérigraphie. Elle présente une épaisseur d'environ 15 µm avant séchage et 1 µm après séchage 15 min à 120°C.

3.3.3 Matériaux électrostrictifs.

Les laboratoires de chimie CRPP et LOF ont développé dans le cadre du projet ELENA des nanomatériaux composite électrostrictifs, qui présentent une constante diélectrique élevée à basse fréquence et de larges changements de permittivité sous déformation. Des mélanges aléatoires de particules et de polymères ont déjà été étudiés, mais sans optimisation de la morphologie du réseau [6]–[10] qui devrait améliorer l'effet d'électrostriction.

Le travail effectué consiste à disperser des nanoparticules conductrices dans des matrices polymères isolantes. L'objectif est de parvenir à l'accumulation spontanée de réseaux quasi-percolés à proximité d'une petite quantité de particules variables. Cela permet de garder la matrice de polymère hautement déformable en régime élastique pour observer des grands changements réversibles de la structure interne sous déformation. La matrice polymère est à base de poly-diméthyle siloxane (PDMS), un polymère inerte souvent utilisé dans les membranes diélectriques. Il présente un fort contraste en termes de propriétés électriques avec les nanotubes de carbone et l'oxyde de graphène et il est donc bien adapté pour la réalisation de matériaux à permittivité diélectrique géante.

Trois types de formulations ont été développés par le LOF et le CRPP pour atteindre des seuils de percolation faible et avoir une permittivité diélectrique géante. Bien que non-spécialiste de ce domaine, une description succincte des matériaux électrostrictifs développée est proposée dans les prochains paragraphes.

3.3.3.1 PDMS/CNT

Pour le premier type de formulation, les nanotubes de carbone (CNT) sont stabilisés directement dans le PDMS liquide. Ceci est l'approche la plus directe. Le polymère est ensuite réticulé afin de former des films déformables. Pour limiter les agrégats, des interactions attractives entre les particules conductrices sont induites par l'ajout d'agents qui aident à diminuer la limite du seuil de percolation. Le seuil de percolation peut être réduit jusqu'à 0,1% en masse (0,1wt%) de particules conductrices. En plus de la percolation est associée une augmentation géante de la permittivité diélectrique de plusieurs ordres de grandeur. Concrètement, les matériaux électrostrictifs à base de réseaux de nanotubes de carbone sont préparés par la procédure présentée Figure 3.3. Un mélange de PDMS avec des CNTs dispersés dans du tétrahydrofuran (THF) est effectué, mélange placé sous ultrasons pendant 1h pour bien disperser les nanotubes de carbone dans le PDMS. Ensuite une précipitation dans l'éthanol est faite avant de le décanter. La solution est ensuite mise à 100°C sous vide pendant 3 heures et enfin, le réticulant est rajouté à la solution avec un rapport de 1 :10, pour obtenir finalement un matériau nanocomposite prêt à être déposé. Plusieurs mélanges ont été réalisés avec différentes concentrations de CNTs pour trouver la concentration optimale. A faible concentration, les nanotubes de carbone sont bien dispersés. Certains agrégats apparaissent dans le réseau avec l'augmentation de la concentration. Le but est de travailler proche de la percolation car dans cette zone, la variation de la permittivité est élevée alors que le matériau reste capacitif. La Figure 3.4 montre que la conductivité augmente avec la concentration de CNTs et que le seuil de percolation est atteint lorsqu'une large pente apparaît dans la courbe de conductivité ; cela est observé à une concentration de CNTs de 0.6 wt%. A ce seuil de percolation, la permittivité diélectrique est relativement élevée et égale à 185 à 0.1Hz. La sensibilité du matériau, définie par le coefficient d'électrostriction, a été évaluée Figure 3.4.b. Ce coefficient M atteint $2,49 \times 10^{-15} \text{ m}^2 \cdot \text{V}^{-2}$ pour une faible déformation.

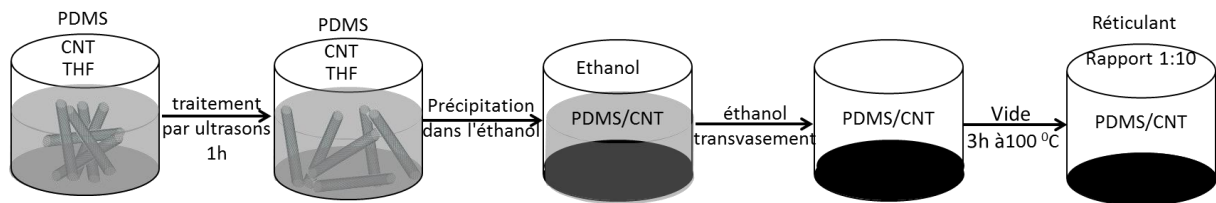
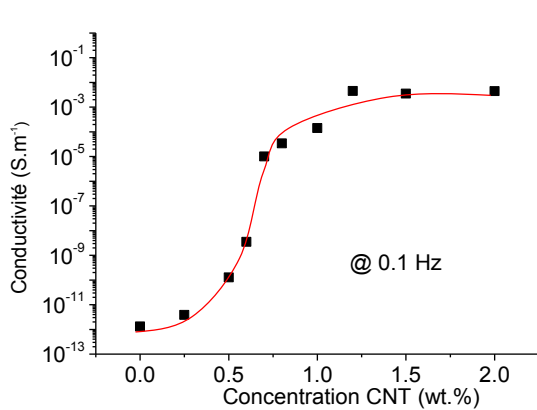
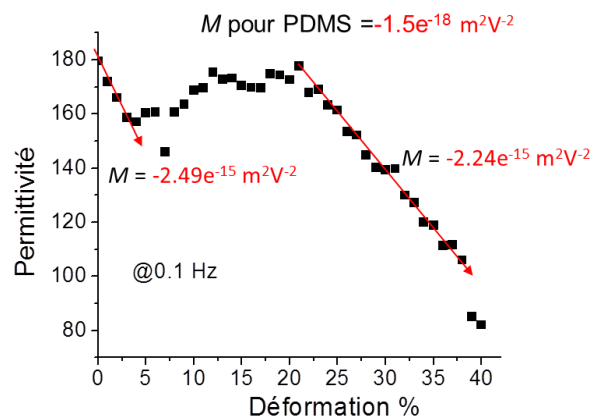


Figure 3.3 : Procédure de fabrication du matériau électrostrictif à base de PDMS/CNT (protocole CRPP)



(a)



(b)

Figure 3.4 : Propriétés électriques du PDMS/CNT mesurées à 0.1Hz (a) conductivité du matériau en fonction de la concentration en CNTs (b) variation de la permittivité en fonction de la déformation et calcul du coefficient électrostrictif M_{33} (résultat CRPP)

3.3.3.2 Emulsion de PDMS/CNT

La formulation présentée précédemment est l'approche la plus directe, elle est basée sur la chimie « lourde » et la stabilisation des réseaux de nanotubes de carbone via des équilibres délicats des interactions. Le deuxième type de formulation consiste à construire des réseaux de CNTs entre des gouttelettes d'émulsion de PDMS réticulé. Une émulsion est un mélange de deux liquides non miscibles. Les émulsions directes sont constituées de gouttelettes d'huile dispersées dans une phase aqueuse. La séparation des CNTs dans des émulsions de polymère permet une diminution significative du seuil de percolation [11], [12] (Figure 3.5).

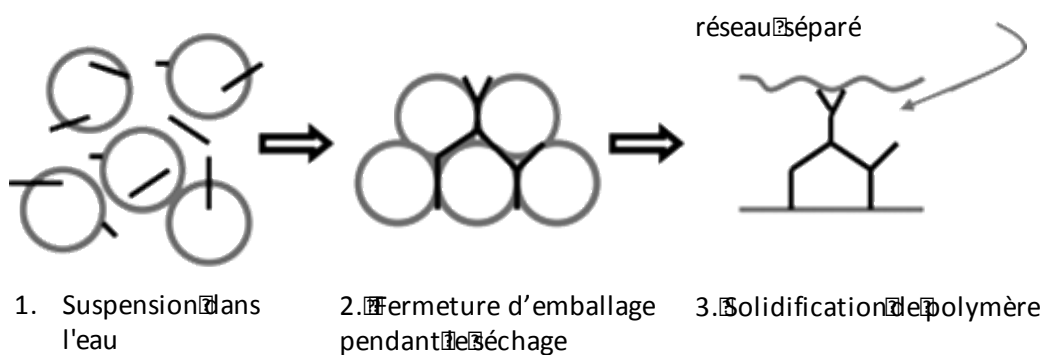


Figure 3.5: Principe de formation des matériaux électrostrictifs à base d'émulsion PDMS/CNT : distribution de CNTs entre les gouttelettes de PDMS

La Figure 3.6 montre les différentes étapes de fabrication de l'émulsion. Le réticulant (rouge) et la base PDMS (jaune) sont mélangés (a) pour former une phase huileuse (orange). La phase huileuse est ensuite mélangée (b) avec une phase aqueuse (bleue) pour former une émulsion

(c). La dispersion de CNTs (gris foncé) est ensuite ajoutée à l'émulsion (d). L'émulsion chargée est alors prête pour être déposée. Diverses méthodes de dépôt ont été testées et seront présentées ultérieurement. Après le dépôt, le solvant est éliminé par évaporation. Pendant l'évaporation du solvant, le polymère contenant des gouttelettes d'huile commence à être réticulé. La Figure 3.6.e représente une image prise au microscope électronique à balayage (MEB) d'un échantillon du nanocomposite solide résultant.

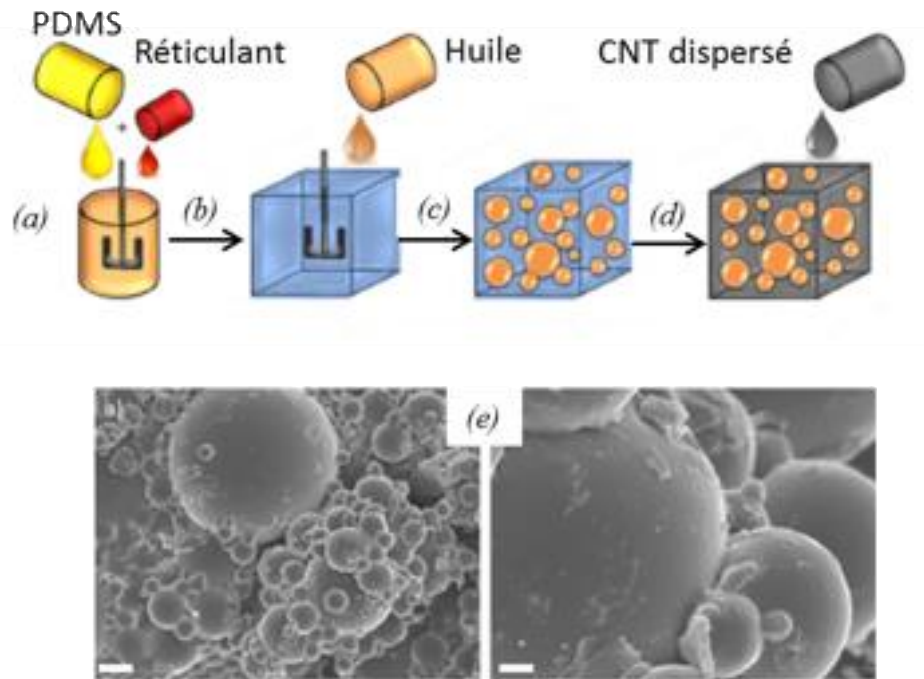


Figure 3.6 : (a-d) Schéma du procédé de fabrication de l'émulsion PDMS/CNT (e) images MEB d'un échantillon d'émulsion montrant les gouttelettes de PDMS (protocole CRPP, LOF)[3]

La caractérisation électrique montre que les systèmes moins concentrés sont vraisemblablement dans un régime quasi-percolé alors que le matériau à une concentration de 0,3 wt% est déjà au-dessus de la percolation. La conductivité augmente de plusieurs ordres de grandeur avec seulement 0,1 wt% de CNTs. Cela valide que le matériau est en fait dans un régime quasi-percolé. Le seuil de percolation est particulièrement faible en raison du volume exclu créé par les gouttelettes d'émulsion [13]. La permittivité diélectrique est supérieure à 1000 pour les fractions de CNTs de 0,2 wt% et reste au-dessus d'une valeur de 100 pour les autres concentrations de CNTs plus élevées. Le matériau optimisé présente une permittivité diélectrique relative de $2,5 \cdot 10^3$ avec une résistivité électrique de seulement $10^{-4} \Omega \cdot m$ à 100 Hz (Figure 3.7.a). Les valeurs absolues des coefficients d'électrostriction sont représentées Figure 3.7.b en fonction de la concentration de CNT. Le coefficient électrostrictif M_{33} varie avec la concentration de CNTs avec un optimum à 1% en poids de CNTs. L'échantillon pour lequel la concentration de CNTs est proche du seuil de percolation (0.2 wt%), présente un coefficient électrostrictif M_{33} d'environ $7 \times 10^{-15} m^2 \cdot V^{-2}$.

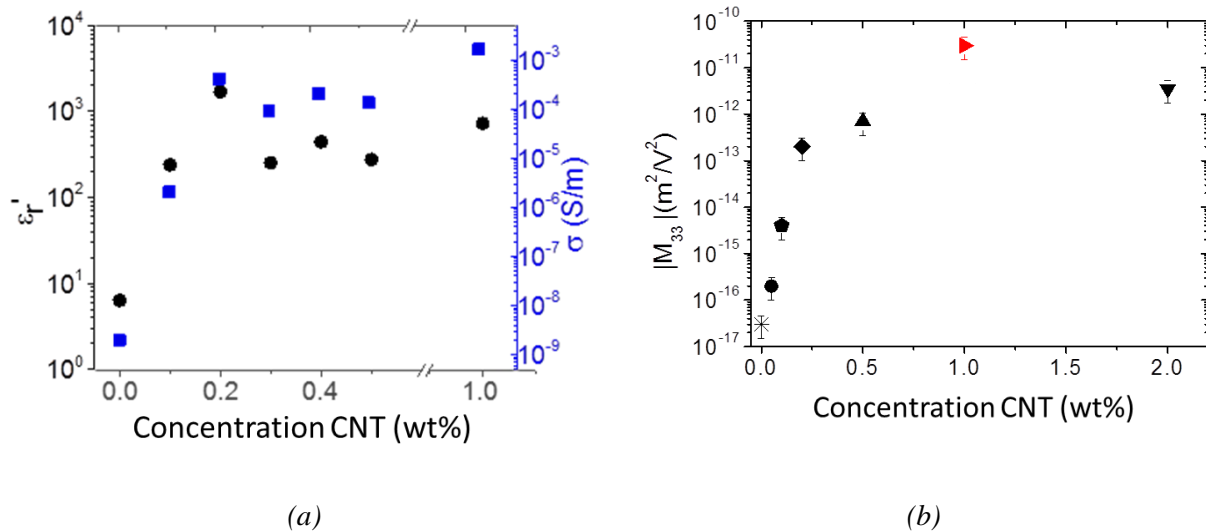


Figure 3.7 : Propriétés électriques d'émulsion PDMS/CNT mesurées à 100 Hz (a) permittivité et conductivité en fonction de la concentration de CNTs (b) coefficients d'électrostriction obtenus pour différentes concentrations de CNTs (résultat CRPP, LOF)[3]

3.3.3.3 PDMS/rGO

Pour la première formulation PDMS/CNT des seuils de percolation ont été obtenus pour de faibles concentrations, la permittivité diélectrique est importante, mais son coefficient d'électrostriction est faible, ce qui n'est pas adapté pour notre application de récupération d'énergie. D'autre part, la formulation à base d'émulsion nous conduira à des problèmes d'intégration dans les MEMS ; cela sera détaillé ultérieurement. Ces résultats ont conduit les collègues du CRPP à développer de nouveaux matériaux à base d'oxyde de graphène dispersé dans une matrice de PDMS plus déformable et simple à mettre en œuvre (Figure 3.8.a). Ce matériau possède une permittivité diélectrique importante et un coefficient d'électrostriction géant et, comme on le verra par la suite, il sera intégrable dans les MEMS.

3.3.3.3.1 Procédure de fabrication de PDMS/ rGO

Une solution aqueuse d'oxyde de graphène (GO) monocouche est tout d'abord diluée pour atteindre une concentration de 1 mg / ml. Le procédé de transfert de la phase typique peut être décrit comme suit : le copolymère polyaminopropyle méthylsiloxane-b-PDMS (PAPMS-b-PDMS) est tout d'abord dissout dans de l'éther diéthylique (DE) et ensuite mélangé avec les suspensions de GO facilement diluées (1 mg/ml). Étant donné que l'éther diéthylique est non miscible à l'eau avec une densité inférieure à celle de l'eau, la solution de copolymère dans de l'éther diéthylique formerait une phase supérieure avec une solution aqueuse de GO en tant que phase inférieure. Ce mélange biphasique est alors agité magnétiquement pendant 12 h, de sorte que les flocons de GO soient modifiés pour être récupérés dans la phase organique par transfert de phase. Le mélange se sépare en deux phases, à savoir, une phase aqueuse claire et une phase organique épaisse et brune. Le précurseur composite PDMS/GO obtenu peut être utilisé pour préparer des matériaux composites solides, prêts à être testés.

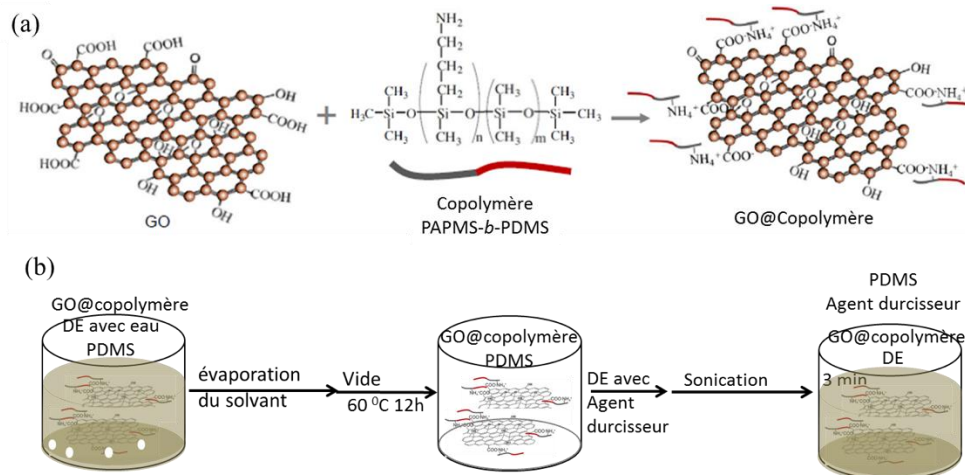


Figure 3.8 : (a) Schéma de l'attraction électrostatique entre les charges négatives de nanofeuillets GO et positives du copolymère APMS-*b*-PDMS (b) procédure de fabrication des matériaux électrostrictifs à base de PDMS/ rGO (protocole CRPP)[2]

Les précurseurs composites PDMS/GO recueillis ont été utilisés comme matériaux de départ pour préparer les matériaux composites solides. Les étapes de fabrication sont décrites Figure 3.8.b. Pour évaluer électriquement la connectivité à la percolation, les PDMS/GO composites obtenus doivent être thermiquement réduits pour rétablir la conductivité électrique des flocons de GO. Le solvant est tout d'abord évaporé à température ambiante pour obtenir un fluide visqueux de PDMS/GO. Ce dernier est séché à 60 °C pendant 12 h dans un four à vide dans le but d'éliminer complètement le solvant résiduel. Cette étape permet d'avoir un état de dispersion de nanofeuillets de GO réduit (rGO). Un agent durcisseur est ajouté dans ce composite liquide (rapport 1:10) par rapport à la base PDMS. Après une étape de sonication de courte durée inférieure à 3 min, ce mélange est appliqué sur le composite PDMS/rGO pour homogénéiser les dispersions de l'agent de durcissement dans le solvant.

En outre, avec l'augmentation de la concentration de ces suspensions de rGO, une phase de cristaux liquides nématiques est formée (Figure 3.9). Ces structures ordonnées devraient favoriser la formation de microcondensateurs efficaces pour permettre d'atteindre une permittivité diélectrique très élevée.

Les caractéristiques électriques obtenues démontrent clairement le potentiel des composites PDMS-rGO pour obtenir des matériaux de haute permittivité. Afin de déterminer le seuil de percolation, plusieurs échantillons avec diverses concentrations massiques sont fabriqués (1 wt%, 2 wt%, 3 wt%, 3.7 wt%, 4.2 wt% and 4.7 wt %). Une augmentation géante de la permittivité diélectrique de plusieurs ordres de grandeur (Figure 3.10) est obtenue près du seuil de percolation (4.7wt%) tout en maintenant une conductivité faible ($\approx 10^{-6}$ S/m). Cette permittivité diélectrique géante de ≈ 1000 est due à la présence de gros agrégats auto-assemblés qui sont très polarisables. Le coefficient d'électrostriction géant ($M_{33} = 7.2 \times 10^{-14}$ m² / V²) est observé à la concentration de percolation (4,7 wt%), peut-être en raison de l'interaction entre les structures rGO commandées. Au niveau de la percolation, ces matériaux devraient être très sensibles à la déformation. Ce phénomène rend ce matériau très intéressant pour la conversion de l'énergie mécanique.

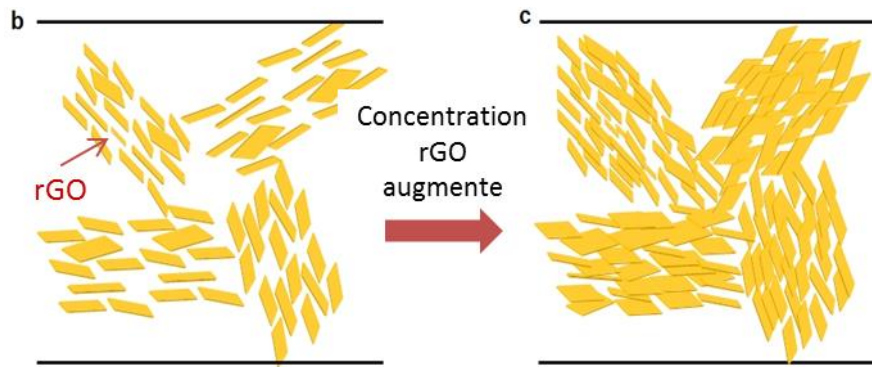


Figure 3.9 : Représentation des microstructures de composites PDMS/rGO, qui sont composées de monodomaines avec orientation aléatoire des cristaux liquides à faibles concentrations, avant et après percolation (CRPP)[2]

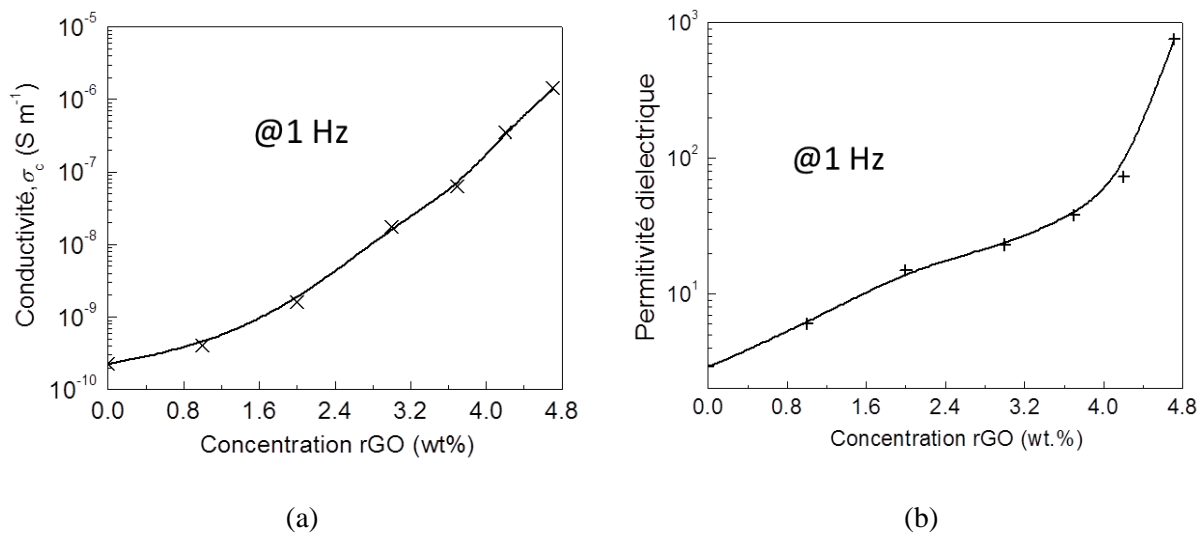


Figure 3.10 : Propriétés électriques des matériaux électrostrictifs à base de PDMS/rGO (a) conductivité (b) permittivité pour plusieurs concentrations de PDMS/rGO (résultat CRPP) [2]

Le Tableau 3.2 présente une comparaison des propriétés électriques et électromécaniques dans le domaine macroscopique des trois matériaux fabriqués et caractérisés au CRPP et LOF dans le cadre du projet ELENA.

Tableau 3.2 : Propriétés électriques et électrostrictives pour les trois matériaux optimisés dans le cadre du projet ELENA

Polymère	Charges conductrices	Concentration (wt%)	Permittivité	Conductivité (S/m)	M_{33} ($10^{-15} \text{m}^2/\text{V}^2$)	Fréquence de mesure (Hz)
PDMS 'bulk'	CNT	0,6	182	10^{-2}	2,12	1
PDMS Emulsion	CNT	0,2	1150	10^{-4}	7	100
PDMS 'bulk'	rGO	4,7	1540	10^{-6}	72	1

3.3.3.4 Méthode de dépôt du matériau électrostrictif.

Dans ce paragraphe, l'étude faite sur les dépôts de matériau électrostrictif sur un substrat PEN recouvert par une couche d'aluminium de 100 nm est présentée. Les matériaux à base de PDMS (PDMS/CNT et PDMS/rGO) sont déposés à la tournette ce qui permet d'avoir d'une part un film d'épaisseur contrôlable en réglant la vitesse et le temps de la tournette et d'autre part une surface de faible rugosité de quelques nanomètres. La Figure 3.11 montre les épaisseurs pour plusieurs échantillons PDMS/CNT mesurées par un profilomètre à stylet (Veeco-Daktak 150). Le contrôle de l'épaisseur est possible juste en changeant les paramètres de la tournette. Par exemple, l'épaisseur de 23 μm est atteinte avec les paramètres de tournette suivants : *vitesse*= 3000tr/min, *accélération* = 500tr/min², *temps* = 50s. Avec une vitesse à 4000tr/min, l'épaisseur diminue à 13 μm . Des difficultés de dépôt à la tournette ont cependant été rencontrées pour le matériau émulsion/CNT à cause de sa faible viscosité, ou peut-être de l'émulsion qui se « démixe ».

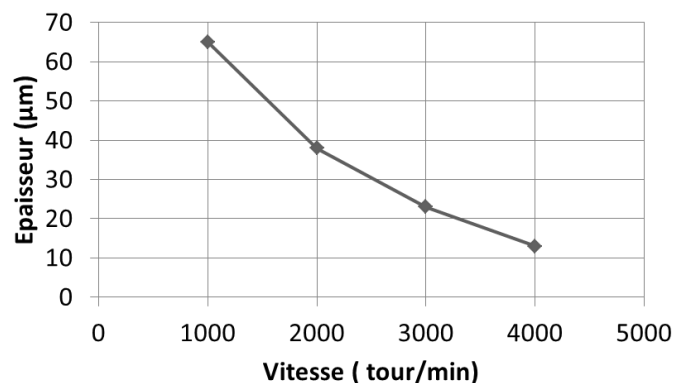


Figure 3.11 : Contrôle de l'épaisseur d'une couche électrostrictive (PDMS/CNT) déposée par tournette par variation de la vitesse de rotation

La chronologie de formulation des matériaux durant le projet nous a tout d'abord permis de travailler sur les matériaux « émulsion/CNT », bien moins performants que le PDMS/rGO

développé en milieu de projet. Les émulsions sont des gouttelettes huileuses dans l'eau, cette formulation complexe est un obstacle pour le dépôt de ce matériau sous forme d'un film mince homogène. Les émulsions se comportent de manière très différente du PDMS « normal ». Quand on pose une goutte d'eau sur un support, elle prend la forme d'une calotte sphérique : on dit que la goutte mouille la surface. Plus le support est hydrophile, plus la calotte sera étalée ; plus il est hydrophobe, plus la goutte aura la forme d'une sphère. Puisque le PEN recouvert par une couche de métal est une surface hydrophobe, un problème d'étalement est observé lors du dépôt de l'émulsion par tournette sur le substrat. Les travaux se sont donc focalisés sur les méthodes de dépôts autres que la tournette, adaptées à ce matériau (Figure 3.12). Beaucoup de paramètres jouent sur la qualité du dépôt de l'émulsion comme la viscosité du matériau (quantité d'eau par volume), la taille des gouttelettes d'émulsion (6 μm , 24 μm et 85 μm) et bien sûr d'autres conditions associées à la méthode du dépôt utilisée. A noter qu'il faut déposer l'émulsion 24 heures après sa fabrication parce qu'au-delà de cette période le matériau est réticulé et devient inutilisable.

3.3.3.4.1 Sérigraphie

Le principe d'impression par sérigraphie a été présenté dans le deuxième chapitre. L'encre de sérigraphie doit avoir des propriétés rhéologiques particulières. La rhéologie est la science des écoulements et cette notion est importante pour comprendre le comportement de l'encre. Pour satisfaire sa fonction, l'encre doit avoir les caractéristiques suivantes :

- Fluidité lors de son passage au travers de l'écran
- Respect dimensionnel du dépôt une fois que le motif est sérigraphié sur le substrat
- Bon lissage de l'encre

L'émulsion/CNT n'a pas été développée pour répondre aux critères d'une encre sérigraphiable et pour cette raison un résultat négatif était attendu. Un écran de 200 meshes avec une épaisseur d'émulsion de 50 μm a été utilisé pour le dépôt caractérisé par un diamètre du fil de 41 μm et un vide de maille de 86 μm . La taille des gouttelettes étant entre 6 μm et 85 μm , les tissages de l'écran ne permettent pas de laisser correctement passer l'émulsion dont les gouttelettes sont partiellement détruites. La Figure 3.13 représente une photo d'une structure micropoutre avec une couche de matériau électrostrictif émulsion/CNT déposé par sérigraphie recouverte par une électrode d'or. Cette image et celle prise par microscopie optique Figure 3.14.a montrent la forte rugosité de surface de plusieurs microns. Cette couche qui ne peut pas être recouverte par une électrode mince ne nous permet pas de donner suite au dépôt du matériau électrostrictif à base de l'émulsion par sérigraphie.

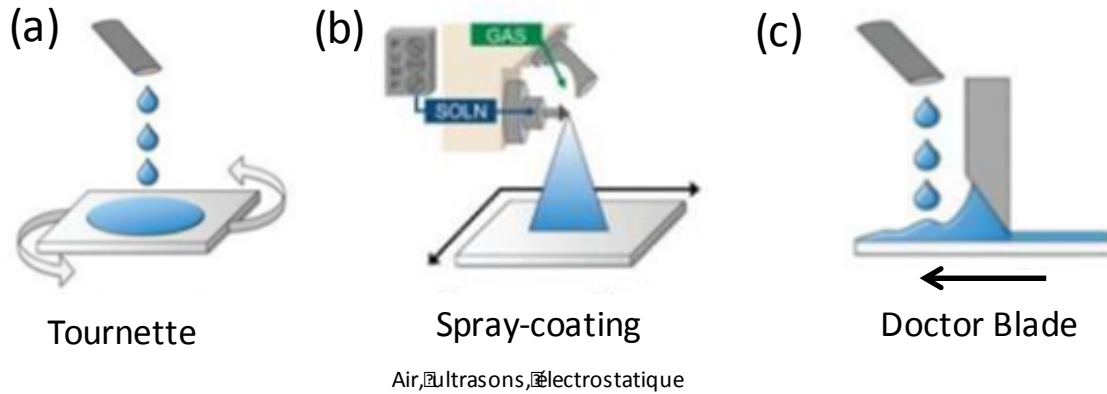


Figure 3.12 : Schéma illustrant les principes de méthodes de dépôts utilisées pour déposer la couche électrostrictive à base d'émulsion

3.3.3.4.2 Dépôt par spray-coating

La technique de dépôt par spray-coating est très répandue (peinture, métallurgie, traitement de surface). Son principe de base est d'éjecter un liquide sous forme de gouttes micrométriques qui viennent se déposer sur une surface, où elles sèchent afin de former un film (Figure 3.12.b). L'épaisseur de ce film dépend notamment du nombre d'éjections réalisées, ainsi que de plusieurs autres paramètres incontournables tels que : la formulation de la solution à déposer et les conditions du montage expérimental comme la fréquence d'expulsion (spray ultrasonique), la durée et la pression de l'expulsion, la température du substrat, la forme du jet et la distance buse – substrat. Ces paramètres sont réglés soigneusement un par un pour obtenir les meilleures conditions permettant de déposer un film homogène. A titre d'exemple, l'échauffement du substrat à une température de 100°C durant le dépôt aide à faire évaporer directement l'eau ce qui empêche la goutte de mouiller la surface.

Durant la fabrication de l'émulsion, l'huile est ajoutée goutte par goutte jusqu'à ce que sa fraction de masse atteigne 85% de la masse totale du matériau. Cette concentration est bien trop importante pour une utilisation en spray à air et la solution-mère doit donc être diluée. Sans cela, la buse risquerait de se retrouver bouchée et les gouttes expulsées auraient des dimensions très disparates. Le matériau a donc été suffisamment dilué pour ne pas bloquer la buse du spray et l'apparence des films semblait satisfaisante (pas de grosses gouttes observées). La caractérisation de la surface du film déposé par spray-coating par profilométrie optique (Figure 3.15.c) montre que la rugosité de la surface atteint jusqu'à 850 nm ce qui est beaucoup plus faible que la rugosité d'une couche déposée par sérigraphie mais reste trop rugueuse pour l'évaporation ultérieure d'une couche mince continue d'électrode de métal au-dessus (inférieure à 1 μm). Un autre problème majeur rencontré avec cette méthode est la présence de trous dans la couche (Figure 3.14.b) qui entraînent alors des court-circuits entre l'électrode inférieure et l'électrode supérieure.

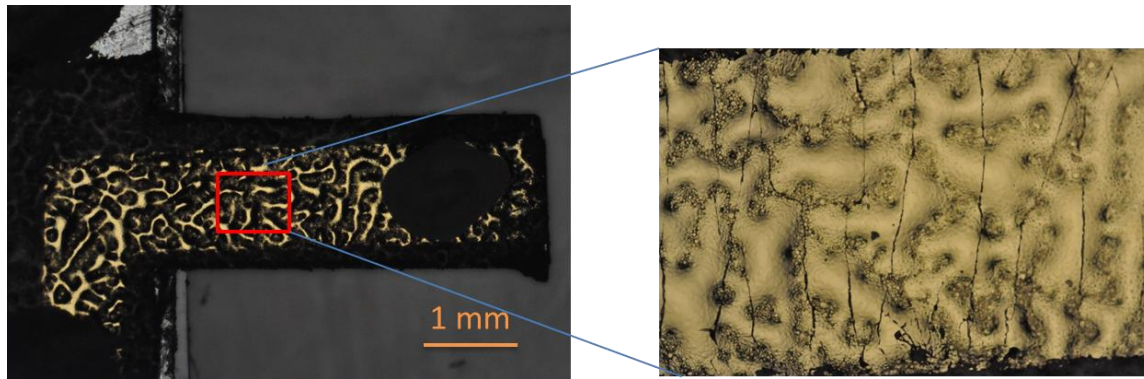


Figure 3.13 : Image microscope montrant la rugosité de la surface d'une couche d'émulsion recouverte d'une couche d'or

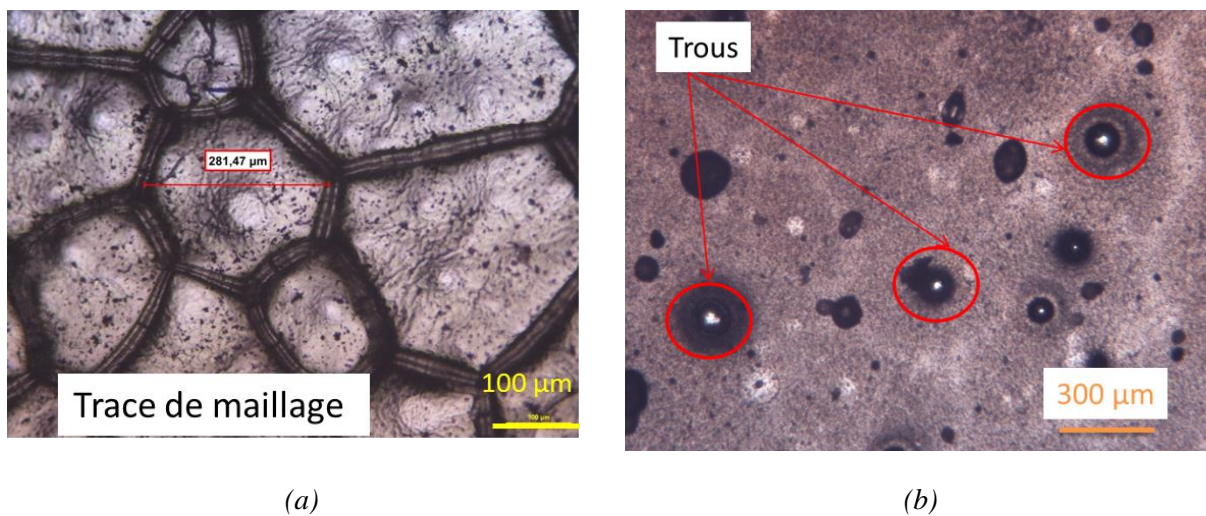


Figure 3.14 : Images microscopiques (a) des traces de maillage de l'écran de sérigraphie qui apparaissent dans la couche d'émulsion, (b) des trous dans la couche déposée par spray-coating

3.3.3.4.3 Doctor blade

La méthode de doctor blade développée à la fin des années 1960 pour l'industrie papetière [14] a été adaptée à d'autres applications d'impression comme l'électronique organique. Le principe de cette technique est illustré Figure 3.12.c. La solution est étalée manuellement le long d'une lame qui va ensuite se déplacer à vitesse constante et à une hauteur donnée au-dessus du substrat à recouvrir. Ce dernier peut être chauffé afin d'accélérer le séchage du film. Peu de paramètres régissent donc son fonctionnement : hauteur et vitesse de déplacement de la lame, température de la plaque chauffante. Le principe de cette technique est similaire à celui de la sérigraphie avec pour cette dernière la raclette qui passe sur un écran avant que l'encre soit imprimée sur le substrat. L'absence de l'écran dans la technique de doctor blade évitera ainsi le problème de destruction de l'émulsion rencontré durant le dépôt par sérigraphie. Avant le dépôt de l'émulsion par doctor blade, un traitement plasma sera effectué pour rendre la surface du substrat hydrophile. Les traitements plasmas sont en majorité utilisés pour améliorer la mouillabilité (énergie de surface) et les caractéristiques d'adhésion. Les réactions de surface induites par ce traitement provoquent la

modification des caractéristiques chimiques de surface et, dans le cas de plasmas plus ou moins prolongé, des caractéristiques physiques (morphologie superficielle...) des substrats. Pendant le dépôt, le maintien du substrat permet d'assurer un bon alignement lors du dépôt. Cependant le maintien des substrats de PEN sous vide peut s'avérer compliqué lorsque leur épaisseur est inférieure ou égale à 50 μm , le substrat ne restant plus plat. Afin de remédier à ce problème, un premier substrat plus large et plus épais a été mis en contact avec l'aspiration sous vide, les échantillons fonctionnels étant fixés à sa surface à l'aide d'un scotch double face.

Bien que l'épaisseur ne soit pas trop contrôlable avec cette méthode, une faible rugosité de la surface est obtenue. La Figure 3.15.c montre une image 3D de la surface d'une couche d'émulsion/CNT déposée par doctor blade. La rugosité de la surface ne dépasse pas 500 nm. L'épaisseur de la couche varie entre 10 μm et 100 μm . Cette méthode apparaît être la plus appropriée pour le dépôt du matériau électrostrictif à base d'émulsion/CNT.

3.3.3.4.4 Synthèse

Durant ce travail, l'étude de trois matériaux électrostrictifs a été menée : deux à base de PDMS (PDMS/CNT et PDMS/rGO) et le troisième à base d'émulsion/CNT. Quatre méthodes de dépôt ont été testées pour déposer une couche homogène, non rugueuse et uniforme de matériau électrostrictif à base d'émulsion sur un substrat de PEN recouvert d'une électrode métallique. Des soucis de manipulation sont apparus mais ils ont pu être rapidement maîtrisés afin de garder un procédé de fabrication reproductible. La technique de dépôt par doctor blade a donné les meilleurs résultats par rapport à la technique de sérigraphie, tournette et spray-coating. Ce résultat se visualise très bien sur la Figure 3.16 qui montre la rugosité de la surface d'un film d'émulsion/CNT déposé par les différentes techniques, mesurée par profilométrie optique (Veeco-NT9080). Le dépôt par doctor blade sera donc sélectionné pour ce matériau. Pour le dépôt d'une couche électrostrictive à base de PDMS 'bulk', aucune difficulté ne sera rencontrée lors du dépôt par tournette réalisé dans les mêmes conditions qu'un dépôt de PDMS pur.

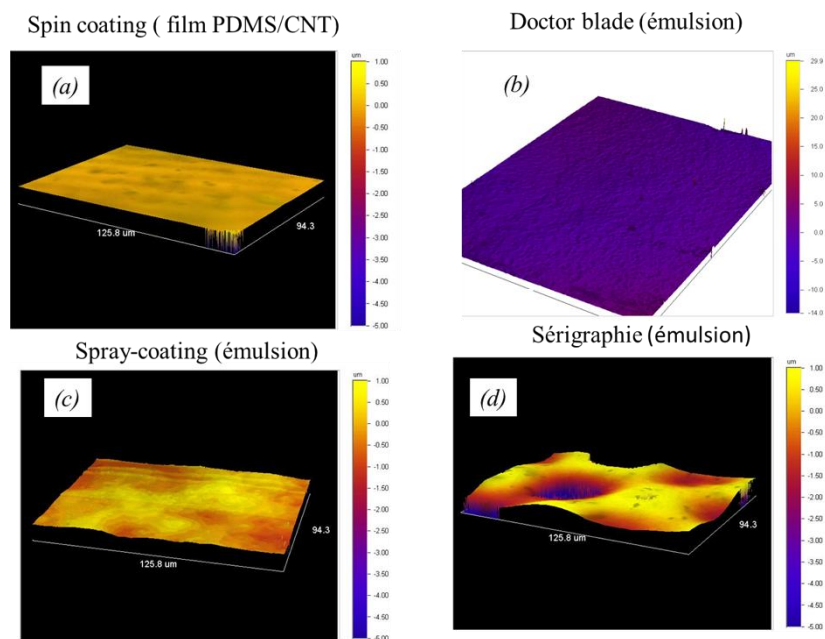


Figure 3.15 : Images 3D obtenues par profilométrie optique de la surface de 4 films obtenus par différents méthodes du dépôt

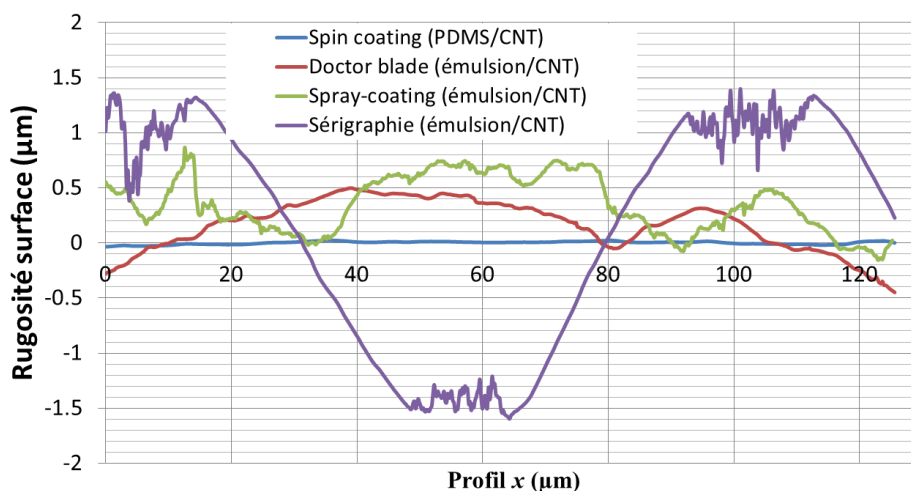


Figure 3.16 : Rugosité de la pour 4 films obtenus par différentes méthodes de dépôt

3.4 Electrode supérieure

L'électrode supérieure peut être déposée sur toute la surface ou micro-structurée au moment du dépôt. La micro-structuration de l'électrode supérieure a l'intérêt d'éviter le court-circuit avec l'électrode inférieure pouvant apparaître en bord de structure lors de la mise en forme par xurographie. De plus, la capacité est définie par la surface des électrodes inférieure et supérieure. Si tout le support est recouvert par des électrodes, une capacité fixe est rajoutée à la capacité de la micro-structure. Pour rendre toute la structure efficace, l'électrode ne sera déposée que sur la partie vibrante d'où l'intérêt de la micro-structuration. A noter que pour

notre application, les électrodes sont des accumulateurs de charge et n'ont pas besoin d'être de très bons conducteurs.

Il est difficile de réaliser des films métalliques minces qui restent électriquement conducteurs pour une large déformation et qui conservent une résistance électrique relativement faible sous déformation répétée. Cela représente pourtant des exigences importantes. L'industrie de la microélectronique et des MEMS a développé une large gamme de technologies de microfabrication pour créer des films minces conducteurs structurés. Les métaux peuvent être déposés en couches minces sur une large gamme de substrats par évaporation par faisceau électronique, pulvérisation cathodique, ou galvanoplastie.

Cependant, il y a deux principaux obstacles à l'utilisation directe de film mince métallique comme électrodes. Tout d'abord, le module de Young du métal est plus élevé de plusieurs ordres de grandeur que celui des élastomères diélectriques (50 à 100 GPa comparé à 0,2 à 1 MPa). Cela signifie qu'une électrode métallique de 50 nm d'épaisseur sur un élastomère de 50 μm d'épaisseur aura un effet de raidissement important sur l'élastomère, ce qui conduit à un effet électrostrictif réduit. En second lieu, la limite d'élasticité pour les métaux est très faible, typiquement 2-3% et si une électrode métallique est tendue au-dessus de cette limite, elle va se fissurer et former des îlots séparés par le polymère non conducteur (Figure 3.17). La Figure 3.18 montre une structure micropoutre de longueur de 4 mm et largeur 1,5 mm avec une couche d'or de 100 nm d'épaisseur déposée sur 50 μm de matériau électrostrictif PDMS/CNT. Des fissures apparaissent lorsque la structure est pliée plusieurs fois avec une déformation de moins de 1%. Dans ce cas, une perte de contact électrique est obtenue après la formation des îlots séparés électriquement. A noter que les fissures sont plus denses à l'encastrement de la micropoutre parce que la déformation est plus importante dans cette zone. La déformation est négligeable en bout de la micropoutre d'où l'absence des fissures observée.

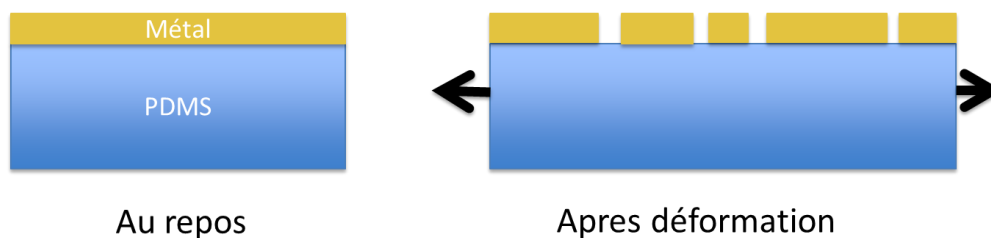


Figure 3.17 : Schéma montrant l'état d'une couche métallique déposée sur une couche élastomère de PDMS, avant et après déformation

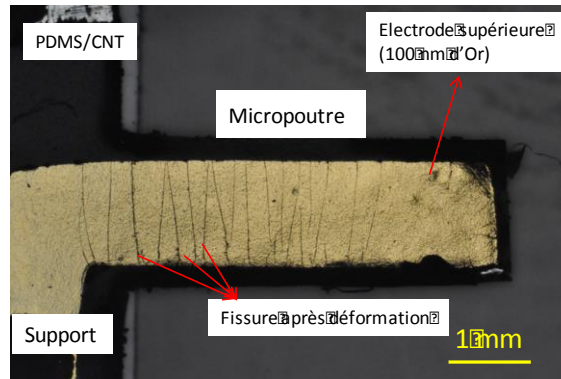
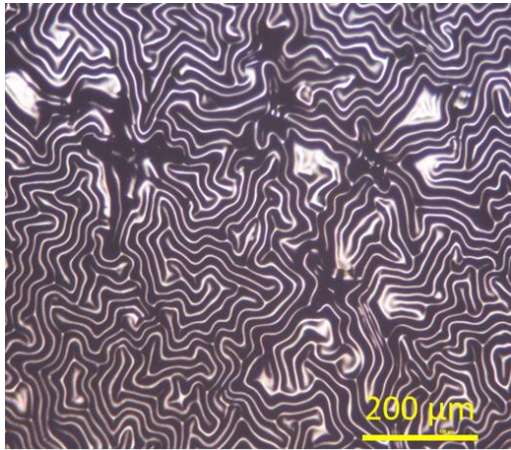
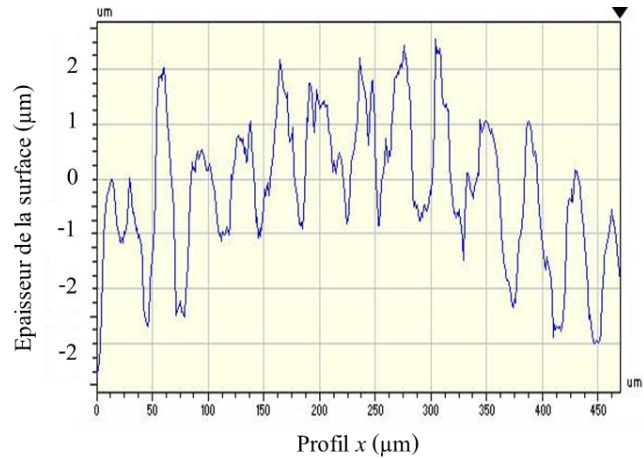


Figure 3.18 : Image microscope montrant les fissures de la couche d'or déposée sur une couche électrostrictive, à cause de la déformation provoquée sur la structure

Malgré cette limitation, certains groupes de recherche ont proposé et testé des solutions intelligentes pour utiliser des films minces métalliques pour des applications élastomère diélectrique, même si elles présentent un module de Young élevé et une limite d'élasticité faible. Une électrode structurée définie par photolithographie a par exemple été utilisée comme électrode ordinaire [15], ou alors le dépôt de la couche mince métallique a été réalisé sur une membrane élastomère étirée, afin de créer en dehors du plan un flambage lorsque le substrat est détendu [16], ou bien encore une membrane élastomère ondulée a été fabriquée pour y déposer ensuite une électrode mince [17]. Le coefficient de dilatation thermique élevé et l'exposition au vide des silicones sont aussi des problématiques apparaissant au cours des dépôts quand ils sont utilisés en conjonction avec d'autres matériaux présentant une plus faible dilatation thermique. La Figure 3.19 montre la surface d'une structure après dépôt d'un film mince d'aluminium de 100 nm par évaporation par faisceau d'électrons sur une couche de PDMS de 50 μm mise sous vide. Durant l'évaporation du métal, la structure doit être mise dans une chambre à vide avec une pression de 7×10^{-8} Pa. Quand elle est placée sous pression atmosphérique et à température ambiante, une contraction du PDMS est observée. Une contrainte de compression est créée dans le film mince métallique, formant une structure ondulée comme observé la Figure 3.19.



(a)



(b)

Figure 3.19 : Ondulation créée dans le film mince métallique (Al) déposé sur une couche de matériau électrostrictif à cause d'une contrainte de compression (a) image macroscopique (b) profil d'épaisseur de la surface (interférométrie optique)

Les solutions proposées par la littérature pour résoudre le problème d'adhésion entre un métal et le PDMS ne sont pas réalisables dans notre cas puisque le matériau électrostrictif est déposé sur un substrat qui n'est pas libre comme dans d'autres applications. Alors notre recherche s'oriente vers d'autres types d'électrodes plus flexibles qui doivent être capables de supporter, sans dommages, des déformations élevées, ainsi que le nombre de cycles de déformation à laquelle l'électrode sera soumise.

3.4.1 Nanotubes de carbone

Les nanotubes de carbone (CNT) ont inspiré une nouvelle base d'expérimentations dans divers domaines scientifiques [18]–[20]. On distingue deux types de nanotubes : les mono- et multi-parois. Selon la chiralité autour de la paroi, ils peuvent posséder un comportement semi-conducteur ou métallique [21]. Leurs applications multiples proviennent de leurs excellentes propriétés électriques, optiques et mécaniques.

Une fois synthétisés, les CNTs qui sont de nature hydrophobe doivent être dispersés afin de créer des solutions utilisables pour le dépôt par voie liquide. Pour ce faire, un surfactant est souvent utilisé, où la fonctionnalisation des CNTs peut avoir lieu pour les introduire dans un milieu aqueux [22]. La conduction des charges est soumise au régime de la percolation. Cela implique qu'il faut un minimum de CNT en contact avec leurs voisins proches afin d'assurer une continuité électrique. La solution des CNTs utilisée dans notre cas est préparée par le CRPP. Après l'optimisation de son dépôt par spray-coating, la couche de CNTs a répondu à nos besoins en tant qu'électrode flexible et conductrice. Malgré ces avantages, l'utilisation des CNTs est rejetée à cause des problèmes d'adhérence avec la couche électrostrictive.

3.4.2 Graisse d'argent

Le CW7100 est une graisse d'argent qui fournit des conductivités électrique et thermique importantes, mais présente des propriétés de lubrification éprouvées, une protection contre l'humidité, une oxydation et d'autres risques environnementaux. Ce système utilise un lubrifiant de silicone de pointe qui est compatible avec le métal, le caoutchouc et le plastique et permet de laisser la couche humide. Ce matériau est un bon conducteur avec une résistivité plus faible que $0,01 \Omega \cdot \text{cm}$. Bien que la graisse d'argent soit facile à manipuler et capable de supporter des larges déformations tout en restant conductrice, des électrodes de graisse d'argent présentent également des inconvénients : la graisse peut avoir des problèmes de stabilité à long terme dus à un séchage ou à une diffusion dans la membrane diélectrique, ce qui peut provoquer des court-circuits ou un gonflement de la membrane en élastomère. Comme tout matériau visqueux, la graisse diffuse également par gravité, ce qui a un impact négatif sur la durée de vie de ces électrodes. La graisse d'argent peut être déposée par doctor blade en couche épaisse.

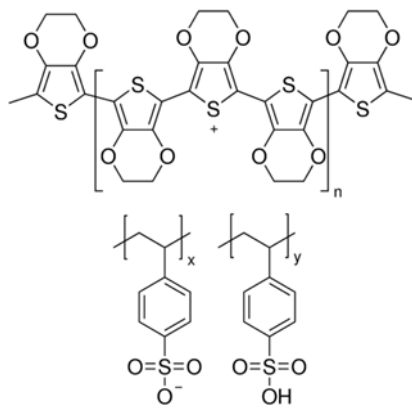
3.4.3 Nanofils d'argent

Les nanoparticules et les nanofils métalliques peuvent être utilisés comme des électrodes conductrices. Le ratio entre longueur et diamètre des nanofils est suffisamment important (> 100) pour rendre l'électrode flexible tout en assurant de bonnes performances électriques et cela même pour les matériaux diélectriques soumis à des contraintes mécaniques. Tout comme les CNTs, la conductivité de la couche est assurée par le seuil de percolation des nanofils. Les avantages mis en avant sont le dépôt par voie humide et à basse température, compatibles avec les substrats plastiques et déformables. Les solutions commerciales de nanofils d'argent Ag utilisées ont été achetées chez Seashell. La fiche technique de ces nanofils est donnée annexe 2. Comme précisé dans les spécifications, les nanofils Ag sont dispersés dans de l'isopropanol à hauteur de 5 mg/ml. Cette concentration est bien trop importante pour une utilisation en spray-coating à air et la solution-mère doit donc être diluée. Le dépôt de cette électrode a été optimisé lors d'une thèse précédente au cours de laquelle des nanofils d'argent ont été utilisés comme électrodes transparentes pour les cellules photovoltaïques [23]. Après dépôt sur notre couche active, nous avons remarqué un manque de stabilité des électrodes à base des nanofils. Cette stabilité commence à être étudiée, toutefois les données ne sont pas encore assez étendues dans le temps pour être statuées de façon définitive. Il semblerait tout de même que lors d'une exposition prolongée à des conditions de température et d'humidité élevées, ou après avoir été soumise à un courant électrique continu générant de la chaleur dans le réseau des nanofils, la conductivité de l'électrode se dégrade [24]. A cause de ce problème de stabilité nous avons abandonné ce choix.

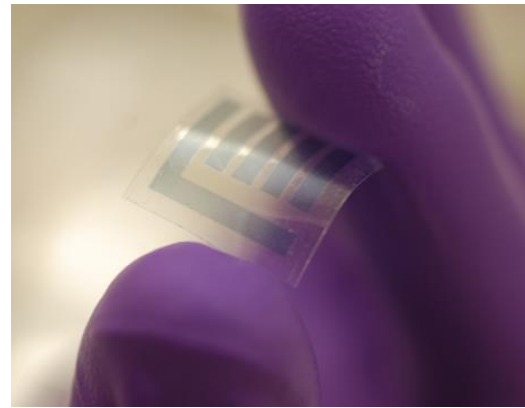
3.4.4 Polymère conducteur PEDOT:PSS

Parmi les composés disponibles, le polymère conducteur le plus emblématique de l'électronique organique est le poly(3,4-éthylènedioxythiophène) dopé au poly(styrène

sulfonate) de sodium (PEDOT:PSS), dont la formule chimique est donnée Figure 3.20.a. Le bloc PEDOT joue le rôle de polymère conjugué, dopé par le bloc PSS qui sert aussi d'agent solubilisant. Ce dopage s'opère sous forme d'une oxydation, qui a pour effet de conférer au PEDOT:PSS des propriétés de transport de trous. Facilement synthétisable par voie chimique à grande échelle et généralement dispersé dans l'eau à hauteur de 1-2% en masse, il est incorporé dans divers composants électroniques organiques en tant que couche de transport de trous [25]. L'inconvénient de ce type d'électrode est qu'il est en général à base d'eau ce qui le rend incompatible avec le matériau électrostrictif à base de PDMS naturellement hydrophobe. Les essais de dépôt à la tournette de PEDOT :PSS dispersé dans l'eau sur le matériau électrostrictif se sont avérés négatifs.



(a)



(b)

Figure 3.20 : Formule chimique du poly(3,4-éthylènedioxythiophène) dopé au poly(styrène sulfonate) de sodium (PEDOT:PSS) (b) couche de PEDOT :PSS déposée et structurée par sérigraphie sur un substrat de PEN plié

Un autre type de polymère conducteur PEDOT :PSS peut aussi être utilisé comme encre imprimable par sérigraphie (768650 ALDRICH) (Figure 3.20.b). Sa fiche technique est donnée annexe 3. Il permet la réalisation des structures conductrices jusqu'à 100 microns de résolution sur des substrats souples et rigides tels que le PET, PC, PMMA, PDMS et le verre. Il possède une résistivité relativement faible, entre 50 et 150 Ω/\square . Cette encre de sérigraphie peut présenter d'excellentes caractéristiques telles que la flexibilité et la formabilité pour les électrodes des lampes électroluminescentes, des capteurs tactiles capacitifs et des commutateurs à membrane. Toutes ces propriétés le rendent approprié pour notre application électromécanique. Ce film possède généralement une rugosité surfacique suffisamment faible pour être considéré comme une couche de planarisation, qui formera une interface très lisse avec la couche qui sera déposée par-dessus. Il peut être déposé en film mince ($\sim 1 \mu\text{m}$) et structuré par sérigraphie. Les couches de PEDOT:PSS sont obtenues après un traitement thermique à 130°C pendant 3 minutes. Ce recuit a pour rôle l'évaporation du solvant puisque le matériau est déjà polymérisé. Ce matériau présente l'avantage d'être souple, conducteur, n'ayant pas de problèmes d'adhérence, déposable en couche épaisse, pouvant s'intégrer dans un procédé d'impression facile à mettre en œuvre, structurable et reste conducteur après mise à « haute » température. Une couche épaisse d'électrode peut aussi être déposée par doctor

blade pour avoir une épaisseur plus grande que la rugosité de la surface et ainsi éviter le compromis de perdre le contact électrique. Ce matériau présente ainsi les caractéristiques répondant à nos besoins et sera retenu comme électrode de premier choix.

3.4.5 Etude de la conductivité des électrodes sous déformation

Pour ces premiers tests de conductivité, nous avons remplacé la couche active électrostrictive par une couche de PDMS pur de même épaisseur 50 μm (Figure 3.21.a). Cela vise à négliger l'influence du matériau électrostrictif sur la conductivité des électrodes puisqu'il contient des nanoparticules conductrices. Les micropoutres rectangulaires à base de PDMS ont été testées en mode statique pour caractériser l'évolution de la conductivité de l'électrode supérieure en fonction de la déformation. Deux points de laque d'argent sont rajoutés sur les extrémités de l'électrode pour rigidifier la zone où les points de contact seront positionnés pour éviter d'abimer la couche de PDMS et court-circuiter la structure.

Concrètement, la micropoutre rectangulaire est pliée de façon intermittente par l'application d'une force à son extrémité (Figure 3.21.b). Un microrobot (MicroBot, Imina Technologies SA) sert à la fois à déformer la micropoutre et à prendre le contact électrique sur l'extrémité libre de l'électrode supérieure. Un autre micro robot est utilisé pour faire le contact sur l'extrémité fixe de la structure. L'évolution de la résistance est suivie avec l'analyseur d'impédance HP-4194A (Annexe 1). Pour une force appliquée en bout de micropoutre, la déformation ε maximale située à la surface supérieure de la micropoutre est définie comme :

$$\varepsilon = \frac{3hw}{2L^2} \quad (3.1)$$

Avec h et L étant l'épaisseur et la longueur de la micropoutre respectivement, et w la déflexion au bout de la micropoutre. Deux méthodes sont utilisées pour calculer la déflexion w . La première méthode consiste à mesurer avec un profilomètre optique la distance d entre la micropoutre et le support, pris comme référence, après chaque force appliquée comme montre la Figure 3.22. Ensuite, la déflexion peut être calculée par la différence entre la distance après chaque force appliquée et celle dans son état initial (sans déflexion). L'autre méthode se base sur le traitement des images. Le profil de la micropoutre est observé à l'aide d'une caméra horizontale (Navitar) comme le montre la Figure 3.21.b. La méthode consiste à suivre sur l'image la position d'un point de la micropoutre, autrement dit d'un pixel. Ensuite, pour connaître la longueur réelle de déflexion il faut faire une conversion pixel/mètre. Sur l'image, si on regarde par exemple la longueur de la micropoutre en pixel et que l'on connaît sa longueur réelle, alors on peut connaître le taux de conversion pixel/mètre. Il ne reste alors qu'à mesurer en pixels la déflexion puis la convertir en mètre. Le logiciel utilisé pour cela est « ImageJ ».

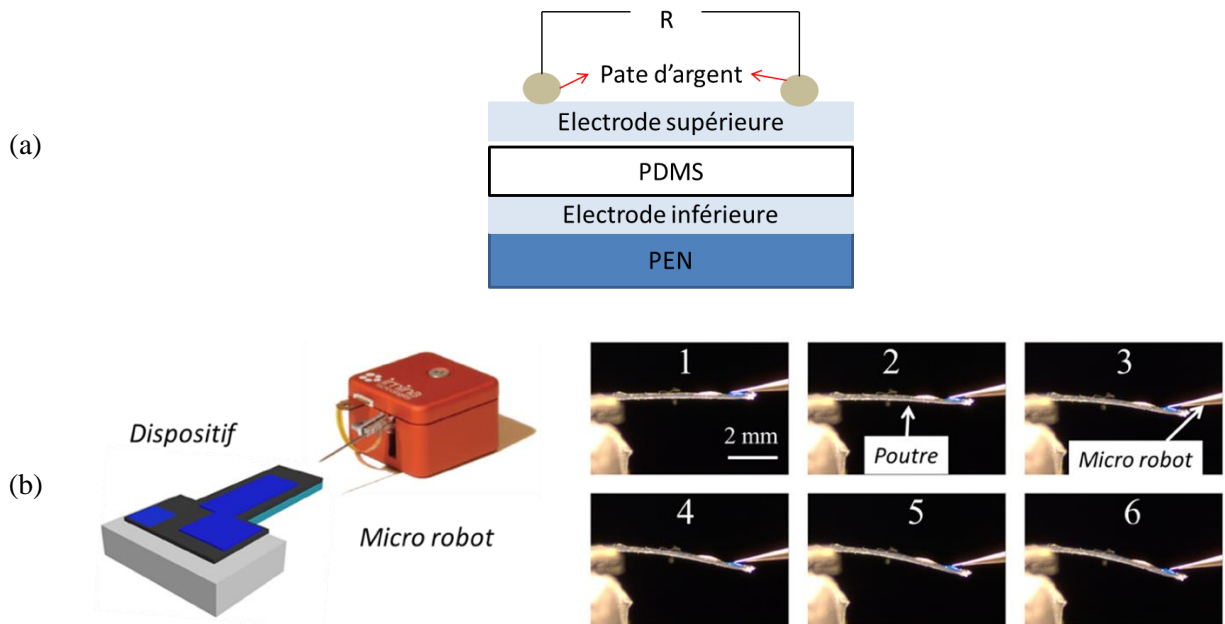


Figure 3.21 : Principe de mesure de la conductivité d'électrodes et du test en statique

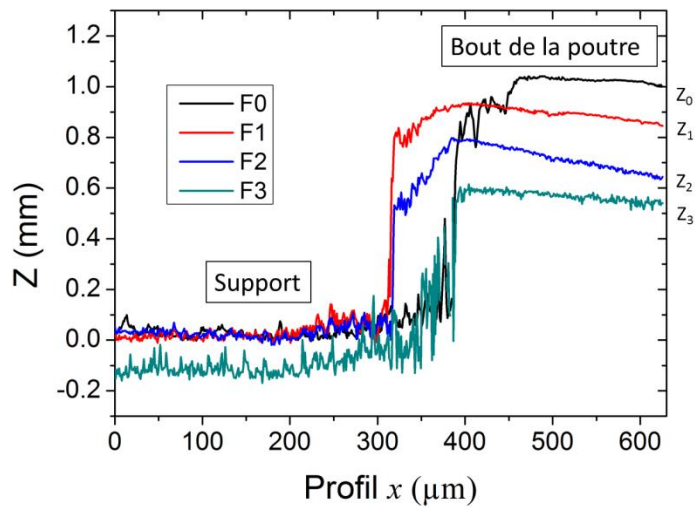


Figure 3.22 : Profil en épaisseur le long de la micropoutre et le support, obtenu pour différentes forces appliquées (mesuré par profilomètre optique)

La déformation à la surface d'une structure de 4 mm de longueur et 100 μm d'épaisseur ne peut pas dépasser quelques % lorsqu'une force au bout est appliquée. Le résultat présenté Figure 3.23 montre que le métal perd sa conductivité directement après une très faible déformation à cause des fissures qui apparaissent comme déjà signalé au début du paragraphe. Par contre, la résistance du PEDOT:PSS et des nanofils d'argent reste plutôt constante après 1% de déformation avec une résistance initiale de quelques centaines d'ohms. L'évolution dans le temps de la résistance des deux meilleures électrodes (PEDOT:PSS et nanofils d'argent) montre une instabilité de l'électrode à base de nanofils d'argent avec une variation

de 10Ω après 10 min de report à l'état initial. Par contre, une excellente stabilité de la résistance de PEDOT:PSS est observée (Figure 3.23.b).

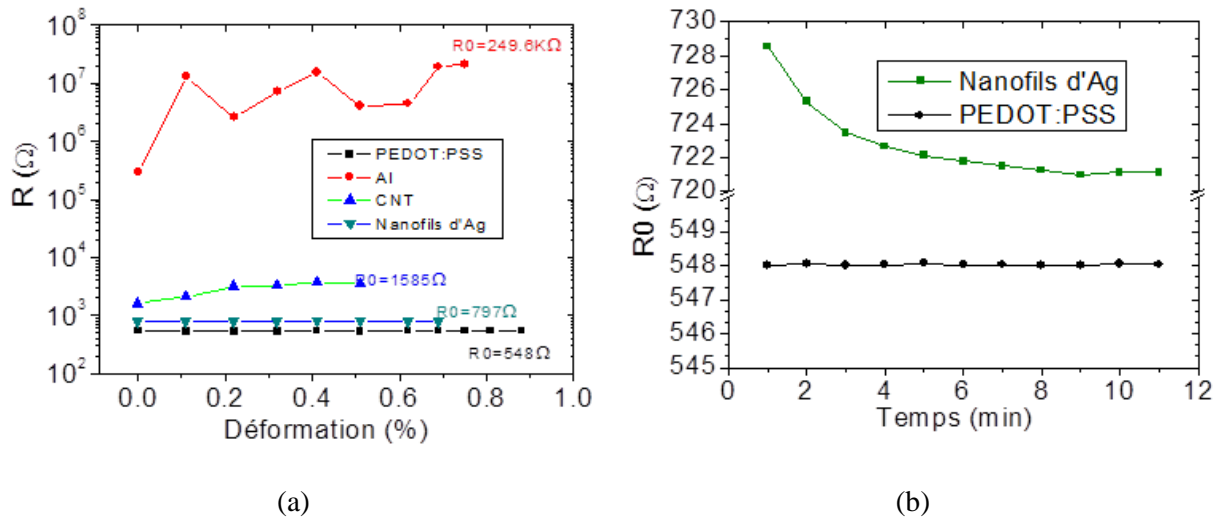


Figure 3.23 : Etude de stabilité des électrodes supérieures en fonction a) de la déformation mécanique mesurée par profilométrie et b) du temps

3.4.6 Synthèse

Il n'existe jusqu'à présent pas un type d'électrode déformable standard pour les élastomères, ce qui explique les recherches intenses sur ce sujet depuis ces dix dernières années. Les matériaux conducteurs présentés dans cette partie permettent la formation d'une électrode flexible. La rugosité de la surface de la couche électrostrictive est un obstacle supplémentaire, se rajoutant à celui de l'adhérence PDMS/métal. Différents types de matériaux d'électrodes ont été étudiés comme le métal, le polymère conducteur et des composites qui combinent au moins deux types de matériaux distincts, afin de tirer profit de leurs avantages respectifs et de compenser leurs défauts (Figure 3.24). Les critères choisis pour sélectionner les électrodes ont été l'adhérence électrode-couche électrostrictive, la flexibilité, la mouillabilité, être déposable en couche épaisse tout en conservant une conductivité satisfaisante et enfin la stabilité dans le temps. L'électrode de polymère conducteur de type PEDOT:PSS, déposable par impression a montré les meilleures performances. De plus, ce choix permet de réaliser des MEMS imprimables, tout organique. Le Tableau 3.3 récapitule les résultats obtenus sur les différentes électrodes testées.



Figure 3.24 : Photographies des micropoutres électrostrictives avec différents types d'électrodes supérieures

Tableau 3.3 : Caractéristiques et propriétés des électrodes testées

	R (Ω/\square)	Mouilla- bilité	Adhé- rence	Condu- ctivité	Couche mince	Flexib- ilité	Méthode de dépôt
Métal (Al, Au)	<1	✓	✓	✓	✓	✗	E-Beam
Graisse d'argent	<10	✓	✓	✓	✗	✗	Doctor blade
Époxy chargé argent	<10	✓	✗	✓	✗	✗	Doctor blade
Nanofils d'argent	20	✓	✗	✓	✓	✓	Spray-coating
CNTs	160	✓	✗	✓	✓	✗	Spray-coating
PEDOT:PSS	50-150	✓	✓	✓	✓	✓	Sérigraphie/doctor blade

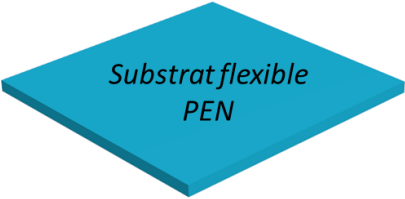
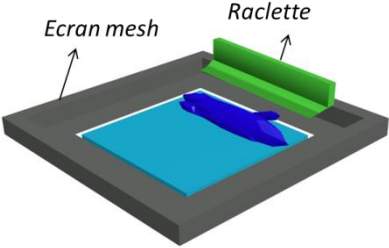
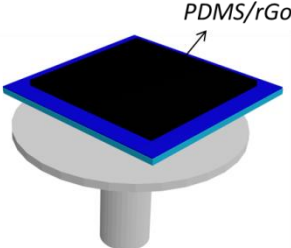
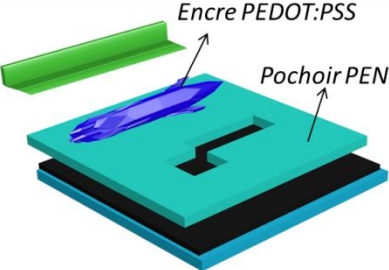
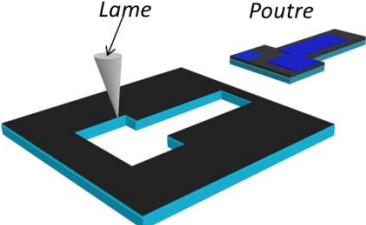
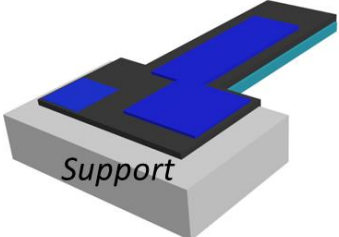
3.5 Procédé de fabrication : structure finale

Comme vu dans les paragraphes précédents, après de nombreuses expériences ayant permis la fabrication étape par étape du résonateur électrostrictif, un procédé final a pu être établi. La fabrication de la structure commence en premier lieu par une découpe d'un carré $2 \times 2 \text{ cm}^2$ de Polyéthylène naphthalate (PEN) d'épaisseur $125 \mu\text{m}$ par xurographie (Tableau 3.4.a). Le morceau de PEN est tout d'abord nettoyé dans un bain d'isopropanol pendant 10 min sous ultrasons. L'étape suivante consiste à déposer par sérigraphie une couche mince de polymère conducteur (PEDOT: PSS) sur le PEN utilisé comme substrat flexible (Tableau 3.4.b). Cette couche PEDOT:PSS imprimée est ensuite durcie en l'étuvant pendant 20 min à 120°C . Elle servira d'électrode inférieure. Le PEDOT:PSS est déposé à travers un écran de 400 mesh recouvert de $15 \mu\text{m}$ d'émulsion. Cela permet d'avoir une épaisseur finale de $1 \mu\text{m}$ après séchage. Par la suite, la couche électrostrictive PDMS/rGO est déposée par tournette sur toute la surface du substrat et recuite à 200°C pendant 3 heures (Tableau 3.4.c). La réduction thermique de l'oxyde de graphène a été réalisée dans les composites solides pour accroître leur conductivité sans changer l'état de dispersion de la nanofeuille dans le matériau

final. L'épaisseur moyenne de la couche déposée est d'environ 50 μm . Après la réticulation du matériau électrostrictif, l'électrode supérieure en PEDOT:PSS est imprimée par doctor blade à travers un pochoir plastique pour sa structuration (Tableau 3.4.d). L'intérêt de former une couche structurée est de diminuer la surface inutile de l'électrode (partie support) et ne garder que la partie vibrante (partie micropoutre). L'électrode supérieure doit être un peu épaisse (quelques microns) pour éviter les problèmes causés par la rugosité de la surface de la couche électrostrictive. Pour terminer la fabrication, la forme de la micropoutre est simplement définie par xurographie en utilisant une machine de découpe de vinyle (Graphtec Craft ROBO Pro) (Tableau 3.4.e). Il faut noter que le pochoir utilisé pour l'impression de l'électrode supérieure est aussi fabriqué par xurographie en utilisant une feuille mince de PEN de 12 μm d'épaisseur. Ensuite, la structure de type micropoutre est collée sur une lame de verre qui servira comme support, créant ainsi une poutre suspendue encastrée à une extrémité. Dans ce procédé, il est important de noter le côté tout organique de la structure, en accord avec la démarche proposée dans ce projet. Enfin, nous retirons une partie de la couche électrostrictive pour accéder à l'électrode inférieure. Le contact électrique est établi en collant des fils conducteurs sur les deux électrodes en utilisant la 'colle' conductrice à base d'époxy chargé argent (ESL1901) (Tableau 3.4.f).

Les dimensions finales des structures multicouches constituées d'une couche de PEN recouverte du nanocomposite PDMS/rGO pris en sandwich entre le PEDOT:PSS sont de 15 mm de longueur, 7,5 mm de largeur et 185 μm d'épaisseur. Une photographie de la micropoutre organique fabriquée est donnée Figure 3.25.

Tableau 3.4 : Les différentes étapes de fabrication des structures

(a)	(b)	(c)
 <p>- Substrat PEN ($20 \times 20 \times 0,125 \text{ mm}^3$) découpé par xurographie</p>	 <p>- Electrode inférieure (PEDOT :PSS) déposée par sérigraphie (Ecran 400 mesh, émulsion $15 \mu\text{m}$) - Recuit 15 min à 120°C</p>	 <p>- Matériau électrostrictif déposé par tournette (Capo ouvert, $v = 1000 \text{ tr/min}$, $t = 40\text{s}$). - Recuit 3h à 200°C - Epaisseur finale $50 \mu\text{m}$</p>
(d)	(e)	(f)
 <p>- Préparation du pochoir PEN ($12 \mu\text{m}$) par xurographie - Dépôt de l'électrode supérieure en PEDOT : PSS par doctor blade - Recuit 15 min à 120°C - Epaisseur finale : quelques micromètres</p>	 <p>- Découpe de la forme souhaitée par xurographie (micropoutre de forme rectangulaire) - Paramètres xurographie : Force = 13N Vitesse = 5m/s Accélération = 1m/s^2 "Offset" = 0</p>	 <p>- Collage de la micro-structure sur une lame de verre à l'aide d'un scotch double face - Prise de contact électrique par des fils conducteurs en utilisant une 'colle' conductrice à base d'époxy chargé à l'Ag (ESL1901)</p>

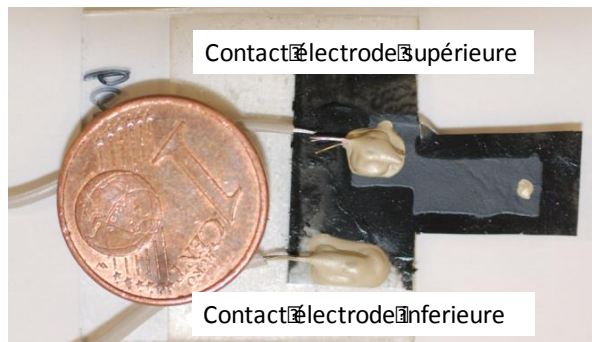


Figure 3.25 : Image optique montrant le dispositif fabriqué

3.6 Caractéristiques électriques

Comme vu précédemment, le matériau électrostrictif présentant les meilleures performances et intégrable dans les MEMS est le composite PDMS/rGO. Ainsi, les premières caractérisations électriques du film électrodé PDMS/rGO ont été effectuées pour différentes concentrations de rGO par mesures d'impédance électrique. La Figure 3.26 montre l'influence de la concentration de rGO sur les paramètres d'impédance électrique des films électrostrictifs. D'après cette figure, la résistance non négligeable mesurée affirme la présence d'une résistance en parallèle avec la capacité. On obtient pour l'échantillon contenant une concentration élevée de rGO, au-dessus de la percolation, un matériau plutôt résistif que capacitif avec une phase proche de 0° , alors que les échantillons contenant moins de rGO, au-dessous du seuil de percolation, indiquent une augmentation de la composante capacitive pour arriver à une phase égale à -90° pour des faibles concentrations. Nous rapportons ici l'utilisation du PDMS/rGO comme un transducteur électrostrictif dans un capteur de déformation ; il est donc important de veiller à ce que la capacité du transducteur PDMS/ rGO soit plus dominante que la résistance. Ces mesures peuvent de plus être utiles pour régler la composante de résistance ou de capacité du matériau, afin d'optimiser les performances du capteur capacitif. Ces courbes $|Z|$ et θ mesurées pour différents films de PDMS/rGO correspondent à un circuit équivalent de résistance-condensateur ($R-C$) en parallèle décrivant le polymère isolant (PDMS) chargé avec des nanoparticules conductrices (rGO).

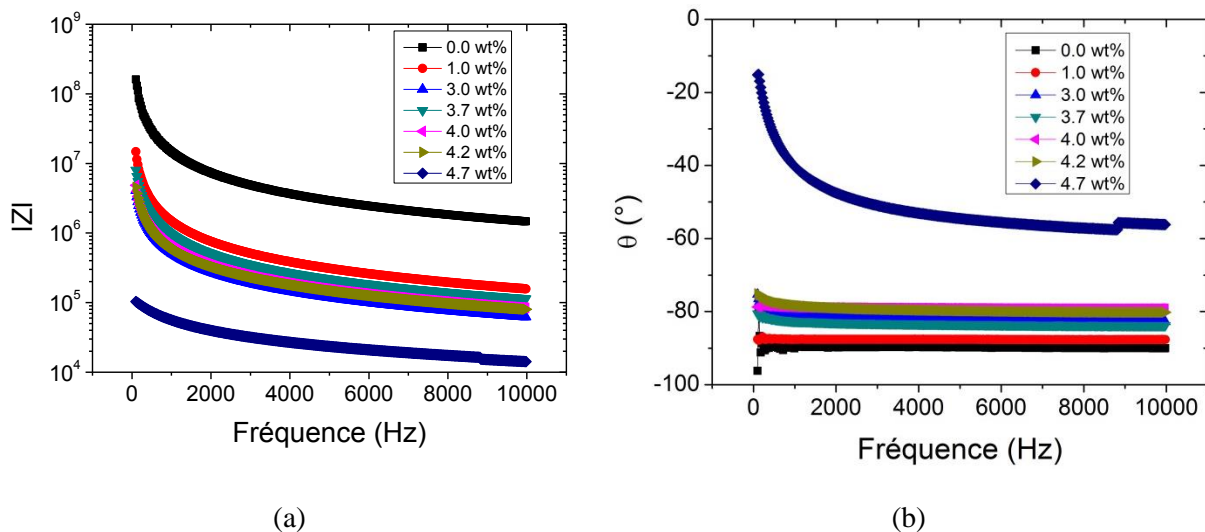


Figure 3.26 : Impédance électrique sur une large gamme de fréquence, pour des structures à différentes concentrations massiques de rGO et de surface de $2,5 \text{ mm}^2$ (a) module de l'impédance (b) phase de l'impédance

3.7 Test en mode statique : variation de capacité sous déformation

Dans un premier lot de tests, les micropoutres organiques fabriquées de forme rectangulaire ont été testées en mode statique pour évaluer et optimiser les performances

électromécaniques de la transduction électrostrictive. Autrement dit, notre but est d'estimer la sensibilité du matériau électrostrictif lorsque soumis à une faible déformation. Les facteurs de jauge capacitif et résistif (FG_C et FG_R respectivement) qui donnent une image de la sensibilité électromécanique du matériau par rapport à la déformation sont calculés.

La même méthode de mesure que celle utilisée pour tester la conductivité des électrodes sous déformation est mise en place pour réaliser ce test. La micropoutre rectangulaire est pliée successivement par l'application d'une force constante à son extrémité à l'aide d'un microrobot tout en mesurant l'évolution de la capacité et la résistance du matériau avec l'analyseur d'impédance (Figure 3.21), sachant que cette fois les contacts électriques sont évidemment pris entre les électrodes inférieures et supérieures. Plusieurs concentrations d'oxyde réduit de graphène sont testées et le PDMS pur est utilisé comme référence. Le facteur de jauge capacitif FG_C et le facteur de jauge résistif FG_R dépendent de la déformation ε et sont définis par les équations suivantes :

$$FG_C = \frac{\Delta C / C_0}{\Delta \varepsilon} \qquad FG_R = \frac{\Delta R / R_0}{\Delta \varepsilon} \qquad (3.2)$$

Avec ε est la déformation à l'encastrement de la micropoutre et C et R étant respectivement la capacité et la résistance du matériau électrostrictif.

La Figure 3.27 montre l'évolution de la capacité et de la résistance en fonction de la déformation ε appliquée pour plusieurs concentrations de rGO. Une augmentation de la capacité en fonction de la déformation est observée pour l'échantillon préparé avec du PDMS pur due à la variation de la géométrie de la structure (diminution de l'épaisseur du film de PDMS, avec $FG_C = 1$), tandis qu'une diminution est observée pour les microstructures à base de PDMS/rGO avec une variation relative maximale de 4% pour une déformation de 0,55 % pour le matériau composé de 3,7 wt% de rGO (figure 3.27.a). On peut noter en outre une différence dans la réponse des échantillons en fonction de leur concentration en rGO, comme observé fréquemment dans les nanocomposites électromécaniques de type piézorésistifs [26]. Ces résultats confirment que les changements de capacité sont dus à la dépendance de la permittivité du nanocomposite avec la déformation, et non aux variations géométriques. En effet, la structure de forme rectangulaire ne possède pas une déformation uniforme sur toute la surface. Celle-ci diminue en fonction de x pour atteindre 0 au bout de la poutre (voir chapitre 2, paragraphe 2.3.3). Alors une valeur moyenne de déformation a été prise, égale à la déformation à l'encastrement (équation 3.1) divisé par deux. Le Tableau 3.5 rassemble les facteurs de jauge capacitif et résistif pour les différentes concentrations, définis comme étant la « pente locale » des courbes de la Figure 3.27. Comme prévu, la plus haute sensibilité électrostrictive des films minces nanocomposites est obtenue pour l'échantillon contenant une concentration de rGO juste au-dessous du seuil de la percolation. Le meilleur facteur de jauge capacitif du capteur MEMS est obtenu pour l'échantillon avec une concentration de 3,7 wt% de rGO (-6,7) à faible déformation ($\varepsilon < 0,6\%$). De manière surprenante, une augmentation remarquable de la résistance, dépassant les 10%, est observée pour la plupart des concentrations (Figure 3.27.b).

Notre intérêt est d'obtenir des matériaux qui présentent une grande permittivité diélectrique et une grande sensibilité à la contrainte (coefficient d'électrostriction important). Le coefficient électrostrictif M est défini par la variation de la permittivité diélectrique lorsqu'une déformation mécanique est appliquée :

$$M = \frac{\Delta e}{2E\Delta\varepsilon} \quad (3.3)$$

Avec ε , e , E la déformation, la permittivité et le module de Young du matériau respectivement.

Les matériaux nano-composites présentent un module de Young du même ordre de grandeurs ou supérieur à celui du PDMS 'bulk' préparé dans des conditions thermiques similaires ($E = 1\text{MPa}$) [27]. M peut être défini en fonction de facteur de gauge capacitif comme suit :

$$M = \frac{FGc \times e}{2E} \quad (3.4)$$

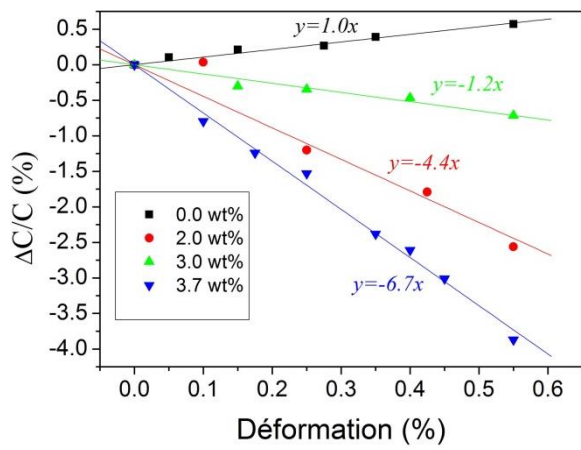
La permittivité diélectrique de l'échantillon à 3,7w% de rGO mesurée est de 80 à 100Hz. Pour cette concentration optimale le coefficient d'électrostriction vaut $2.4 \times 10^{-15} \text{ m}^2 \cdot \text{V}^{-2}$, valeur très élevée par rapport aux matériaux électrostrictifs classiques de type polymères diélectriques purs comme le P(VDF-TrFE-CFE) et le PU. Ces matériaux possèdent des coefficients d'électrostriction de l'ordre de 10^{-17} - $10^{-18} \text{ m}^2 \cdot \text{V}^{-2}$ comme déjà indiqué dans le chapitre d'état de l'art.

La Figure 3.28 montre enfin des cycles de performance dans le temps. La variation de la capacité est réversible et reproductible même après 10 cycles de déformation. Le PDMS/rGO est un matériau viscoélastique capable de supporter des déformations élevées, ainsi que le nombre de cycles de déformation auquel il est soumis. Cela est un bon indicateur pour une future application récupération d'énergie avec des vibrations mécaniques appliquées sur la structure en continu.

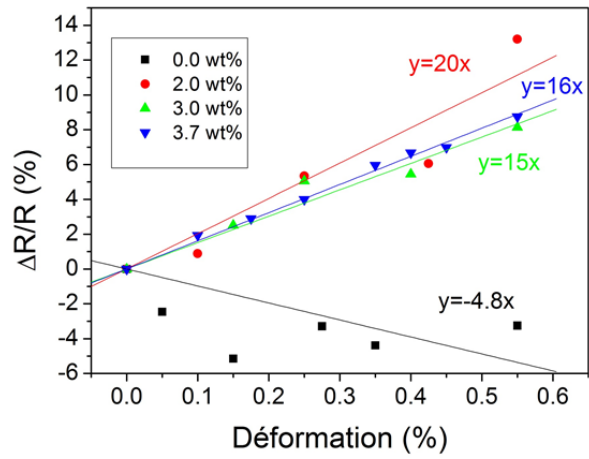
Pour ces caractérisations en statique, l'électrode inférieure était déposée pleine plaque sur le substrat, alors qu'une large surface d'électrode supérieure se trouve sur le support. Une capacité fixe ne peut donc pas être négligée. La surface efficace S_{efficace} est la partie libre de la structure couverte par les électrodes. S_{efficace} de la structure représente 56% de la surface totale S_{total} . Cela implique une correction du facteur de gauge :

$$FGc_{\text{efficace}} = \frac{FGc_{\text{total}}}{0,56} \quad FGR_{\text{efficace}} = FGR_{\text{total}} \times 0,56 \quad (3.5)$$

Les valeurs des facteurs de jauge corrigées pour les différentes concentrations de rGO sont représentées Tableau 3.5. Avec ces corrections, le facteur de jauge est plus intéressant (environ un facteur 2). Il faudra donc pour les fabrications ultérieures éliminer cette capacité fixe par une structuration appropriée des électrodes.



(a)



(b)

Figure 3.27 : Mesures statiques: variation relative (a) de la capacité et (b) de la résistance en fonction de la contrainte appliquée pour 4 concentrations de rGO dans PDMS

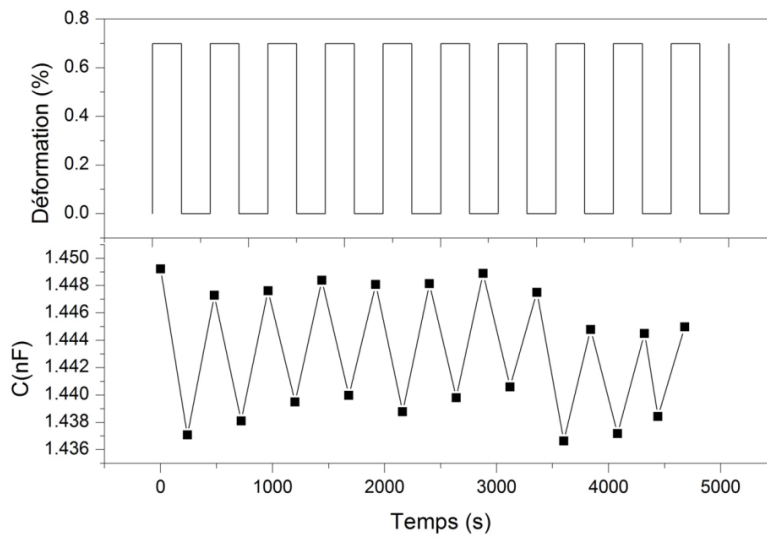


Figure 3.28 : Cycle de performance du PDMS/rGO avec une concentration de 3,7wt% de rGO en fonction du temps à 1kHz

Tableau 3.5 : Synthèse des tests en statique pour $\varepsilon=0,55\%$: capacité et résistance initiales, variation relative de la capacité, la résistance et le facteur de gauge avant et après correction pour 4 concentrations massiques de rGO

	0 wt%	2 wt%	3 wt%	3,7 wt%
C_0	39,9pF	1036,6pF	9546,0pF	2037,5pF
ΔC	228fF	-26,5pF	-68,2pF	-78,9pF
$\Delta C/C$	0,0057	-0,025	-0,0071	-0,038
FG_C	(+) 1,0	(-) 4,4	(-) 1,2	(-) 6,7
FG_C final	(+) 1,8	(-) 7,8	(-) 3,2	(-) 11,0
R_0	650M Ω	5,7M Ω	21,3K Ω	2,5M Ω
ΔR	21M Ω	751K Ω	1,7K Ω	221K Ω
$\Delta R/R$	-0.03	0,13	0,08	0,09
FG_R	(-) 4.8	(+) 20	(+) 15	(+) 16
FG_R Final	(-) 2,8	(+) 11,2	(+) 8,4	(+) 8,9

3.8 Conclusion

Le présent travail montre l'une des premières applications d'électrostriction comme méthode de transduction électromécanique pour dispositifs MEMS. Une caractéristique élégante de l'approche réside dans l'intégration du matériau électrostrictif nanocomposite dans les MEMS organiques fabriqués à faible coût dans une approche tout-organique. Un dispositif millimétrique de forme rectangulaire composé du matériau électrostrictif pris en sandwich entre deux électrodes et déposé sur un substrat flexible est réalisé par xurographie. L'intégration dans les MEMS de deux formulations de matériaux électrostrictive a pu être réalisée. Les matériaux à base de PDMS (PDMS/CNT et PDMS/rGO) sont déposés par tournette. Des films d'épaisseur contrôlable et présentant une surface de faible rugosité de quelques nanomètres sont obtenus. Pour l'émulsion, la technique de dépôt par doctor blade a contribué à l'évolution du procédé de fabrication et a donné les résultats les plus performants par rapport à la technique de sérigraphie, tournette et spray-coating.

L'exigence, à cause des problèmes PDMS/métal, a nécessité de tester différents types de matériaux conducteurs comme électrode supérieure afin de trouver l'électrode convenable. Les électrodes de polymère conducteur de type PEDOT:PSS, déposables par impression, ont montré les meilleures caractéristiques: adhérence électrode-couche électrostrictive, flexibilité, mouillabilité et dépôt en couche épaisse tout en conservant une conductivité satisfaisante.

Les micropoutres rectangulaires organiques ont été testées en mode statique afin d'évaluer la variation de la capacité des matériaux électrostrictifs. À la suite de cela, le facteur de jauge capacitif et le coefficient d'électrostriction, qui donnent une image sur la sensibilité

électromécanique du matériau par rapport à la déformation, ont été calculés avec des valeurs relativement élevées en comparaison avec des matériaux diélectriques classiques. Les résultats obtenus confirment que les changements de capacité sont dus à la variation de permittivité grâce à la déformation du nanocomposite, et non aux variations géométriques. Après avoir testé plusieurs structures avec des concentrations de rGO différentes, nous avons pu établir la concentration de rGO optimale. Le composite électrostrictif de concentration massique 3,7 wt% montre de bonnes performances lorsque la micropoutre est déformée, avec une variation relative de capacité supérieure à 4% pour des faibles valeurs de déformation ($<0.55\%$). Le fonctionnement de la structure électrostrictive comme transducteur électromécanique en mode statique nous encourage à effectuer des tests en mode dynamique comme résonateur pour la récupération d'énergie mécanique après avoir optimisé sa géométrie et sa forme.

3.9 Annexes

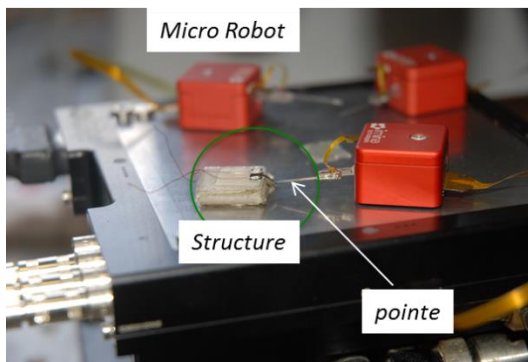
3.9.1 Annexe 1 : Equipements utilisés

3.9.1.1 Microrobot : MicroBot, Imina Technologies SA

Le manipulateur de miBot est un microrobot mobile (figure 3.29.a). L'utilisation d'actionneurs piézoélectriques dans une technologie de mouvement mobile révolutionnaire rend le miBot™ à la fois extrêmement précis et très facile à contrôler. Les microrobots sont montés sur un porte-outil particulier, de façon à ce qu'ils se déplacent selon les deux axes x et y en translation et aussi en rotation. Les pointes du microrobot peuvent se déplacer selon l'axe z dans les 2 directions. Le contrôle de position est fait à l'aide d'une manette type « Joystick ». Le déplacement suivant les trois axes peut être contrôlé manuellement ou fixé par des nombres de « pulse » qui permettent de faire successivement des pas constants. Ces micro-robots nous servent à faire un contact électrique sur une petite surface d'un part ou d'appuyer sur les structures pour plier et déformer le matériau électrostrictif.

3.9.1.2 Analyseur d'impédance

L'analyseur d'impédance HP-4194A est utilisé pour les mesures d'impédance des structures sur une large gamme de fréquence de test- 100 Hz à 40 MHz (Figure 3.29.b). Des fonctions préprogrammées dans l'appareil permettent de mesurer directement le module et la phase de l'impédance de la structure. La résistance et la capacité en parallèle qui représentent le circuit équivalent de la structure, pourront aussi être calculées à partir des mesures. Cet impédancemètre permettra notamment de mesurer des capacités très faibles (centaines de fF), ce qui convient parfaitement à nos structures.



(a) MicroBot, Imina Technologies SA



(b) Analyseur d'impédance HP-4194A

Figure 3.29 : Outils de mesure (a) système de microrobot (b) analyseur d'impédance

3.9.2 Annexe 2 : Nanofils d'argent



Seashell Technology

Certificate of Analysis Silver Nanowires

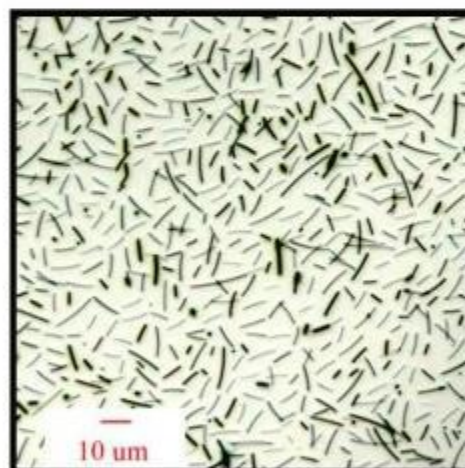
Product Name: Silver Nanowires AgNW-60

Surface Modification: Non-modified

Lot Number: ST626

Physical State:

5 mg/mL suspension in isopropanol



Property	Method	Value	Specification	Units
Ave. Diameter	Microscopy	55.0	50 - 70	nm
Ave. Length	Microscopy	7.6	5 - 15	μm
Silver content	TGA*	0.65	<2.6	wt% m/m
Silver concentration	TGA*	5.14	<25	mg/mL

* Thermogravimetric Analysis

3.9.3 Annexe 3 : PEDOT:PSS

SIGMA-ALDRICH[®]

sigma-aldrich.com

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA

Website: www.sigmaaldrich.com

Email USA: techserv@sial.com

Outside USA: eurtechserv@sial.com

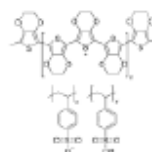
Product Specification

Product Name:

Poly(3,4-ethylenedioxythiophene)-poly(styrenesulfonate) - 5.0 wt. %, conductive screen printable ink

Product Number:

768650



TEST	Specification
Appearance (Color)	Dark to Very Dark Blue and Black
Appearance (Form)	Paste
Proton NMR spectrum	Conforms to Structure
Residue on Evaporation	4 - 6 %
Resistivity (Ohm.sq)	50 - 150
Viscosity (mPa.s)	30000 - 90000
Optical Density SER	10 - 20
Product of Supplier Agfa-Gevaert N.V.	Confirmed

Specification: PRD.3.ZQ5.10000035512

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

1 of 1

3.10 Références

- [1] E. Pinto *et al.*, “Blood flow in microchannels manufactured by a low cost technique: xurography,” *Perspect. Fundam. Appl. Rheol.*, 2013.
- [2] J. Yuan *et al.*, “Graphene liquid crystal retarded percolation for new high-k materials,” *Nat. Commun.*, vol. 6, 2015.
- [3] O. A. Luna Cornejo, “Formulation de matériaux électrostrictifs par voie émulsion pour la récupération d’énergie,” Bordeaux, 2016.
- [4] A. Luna, J. Yuan, W. Neri, C. Zakri, P. Poulin, and A. Colin, “Giant permittivity polymer nanocomposites obtained by curing a direct emulsion,” *Langmuir*, vol. 31, no. 44, pp. 12231–12239, 2015.
- [5] E. Lemaire, D. Thuau, B. Caillard, and I. Dufour, “Fast-fabrication process for low environmental impact microsystems,” *J. Clean. Prod.*, vol. 108, pp. 207–216, 2015.
- [6] H. Böse, D. Uhl, K. Flittner, and H. Schlaak, “Dielectric elastomer actuators with enhanced permittivity and strain,” in *SPIE Smart Structures and Materials+ Nondestructive Evaluation and Health Monitoring*, 2011, p. 79762J–79762J.
- [7] Z.-M. Dang, L. Wang, Y. I. Yin, Q. Zhang, and Q.-Q. Lei, “Giant dielectric permittivities in functionalized carbon-nanotube/electroactive-polymer nanocomposites,” *Adv. Mater.*, vol. 19, no. 6, pp. 852–857, 2007.
- [8] M.-J. Jiang, Z.-M. Dang, and H.-P. Xu, “Giant dielectric constant and resistance-pressure sensitivity in carbon nanotubes/rubber nanocomposites with low percolation threshold,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 90, no. 4, p. 042914, 2007.
- [9] Q. Li, Q. Xue, L. Hao, X. Gao, and Q. Zheng, “Large dielectric constant of the chemically functionalized carbon nanotube/polymer composites,” *Compos. Sci. Technol.*, vol. 68, no. 10, pp. 2290–2296, 2008.
- [10] L. Wang and Z.-M. Dang, “Carbon nanotube composites with high dielectric constant at low percolation threshold,” *Appl. Phys. Lett.*, vol. 87, no. 4, p. 042903, 2005.
- [11] N. Grossiord, J. Loos, O. Regev, and C. E. Koning, “Toolbox for dispersing carbon nanotubes into polymers to get conductive nanocomposites,” *Chem. Mater.*, vol. 18, no. 5, pp. 1089–1099, 2006.
- [12] J. C. Grunlan, A. R. Mehrabi, M. V. Bannon, and J. L. Bahr, “Water-Based Single-Walled-Nanotube-Filled Polymer Composite with an Exceptionally Low Percolation Threshold,” *Adv. Mater.*, vol. 16, no. 2, pp. 150–153, 2004.
- [13] N. K. Shrivastava and B. B. Khatua, “Development of electrical conductivity with minimum possible percolation threshold in multi-wall carbon nanotube/polystyrene composites,” *Carbon*, vol. 49, no. 13, pp. 4571–4579, 2011.
- [14] E. Costello and others, *Doctor blades having relieved ends*. Google Patents, 1967.
- [15] M. Maghribi, J. Hamilton, D. Polla, K. Rose, T. Wilson, and P. Krulevitch, “Stretchable micro-electrode array [for retinal prosthesis],” in *Microtechnologies in Medicine & Biology 2nd Annual International IEEE-EMB Special Topic Conference on*, 2002, pp. 80–83.
- [16] S. P. Lacour, J. Jones, Z. Suo, and S. Wagner, “Design and performance of thin metal film interconnects for skin-like electronic circuits,” *IEEE Electron Device Lett.*, vol. 25, no. 4, pp. 179–181, 2004.

- [17] A. L. Volynskii, S. Bazhenov, O. V. Lebedeva, and N. F. Bakeev, "Mechanical buckling instability of thin coatings deposited on soft polymer substrates," *J. Mater. Sci.*, vol. 35, no. 3, pp. 547–554, 2000.
- [18] M. Trojanowicz, "Analytical applications of carbon nanotubes: a review," *TrAC Trends Anal. Chem.*, vol. 25, no. 5, pp. 480–489, 2006.
- [19] E. T. Thostenson, Z. Ren, and T.-W. Chou, "Advances in the science and technology of carbon nanotubes and their composites: a review," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 61, no. 13, pp. 1899–1912, 2001.
- [20] Q. Cao and J. A. Rogers, "Ultrathin films of single-walled carbon nanotubes for electronics and sensors: a review of fundamental and applied aspects," *Adv. Mater.*, vol. 21, no. 1, pp. 29–53, 2009.
- [21] J. W. Wilder, L. C. Venema, A. G. Rinzler, R. E. Smalley, and C. Dekker, "Electronic structure of atomically resolved carbon nanotubes," *Nature*, vol. 391, no. 6662, pp. 59–62, 1998.
- [22] A. Kamyshny and S. Magdassi, "Conductive nanomaterials for printed electronics," *Small*, vol. 10, no. 17, pp. 3515–3535, 2014.
- [23] G. Laurans, "Fabrication d'un module photovoltaïque organique sur substrat souple comprenant des nanofils d'argent comme électrode transparente," 2016.
- [24] C. Mayousse, C. Celle, A. Fraczkiewicz, and J.-P. Simonato, "Stability of silver nanowire based electrodes under environmental and electrical stresses," *Nanoscale*, vol. 7, no. 5, pp. 2107–2115, 2015.
- [25] S. Kirchmeyer and K. Reuter, "Scientific importance, properties and growing applications of poly (3, 4-ethylenedioxythiophene)," *J. Mater. Chem.*, vol. 15, no. 21, pp. 2077–2088, 2005.
- [26] D. Thuau, C. Ayela, P. Poulin, and I. Dufour, "Highly piezoresistive hybrid MEMS sensors," *Sens. Actuators Phys.*, vol. 209, pp. 161–168, 2014.
- [27] I. D. Johnston, D. K. McCluskey, C. K. L. Tan, and M. C. Tracey, "Mechanical characterization of bulk Sylgard 184 for microfluidics and microengineering," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 24, no. 3, p. 035017, 2014.

Chapitre 4 : Caractérisation du transducteur électrostrictif : vers la récupération d'énergie vibratoire

4.1 Introduction

Les microsystèmes électromécaniques électrostrictifs présentés dans le troisième chapitre ont été évalués en mode statique. Dans ce chapitre, nous présentons l'électrostriction comme mécanisme de transduction intégré dans les micropoutres organiques fonctionnant ici en mode dynamique. Les MEMS électrostrictifs à base de micropoutres seront dans un premier temps étudiés comme transducteurs électromécaniques puis comme micro-générateurs électrostatiques.

Afin de maximiser la réponse électromécanique, les trois formes de MEMS organiques seront testées en mode dynamique : une forme rectangulaire sans présence de masse sismique et deux formes trapézoïdales avec et sans masse sismique. La fabrication a été décrite chapitre 3. La réponse électrique à la résonance des trois types de micro-structures sera ici évaluée par analyse gain/phase après avoir étudié une méthode de compensation, avec comme objectif la recherche de la concentration optimale en oxyde réduit de graphène (rGO). L'influence de la température sur la réponse dynamique des MEMS électrostrictifs sera présentée ainsi que l'influence de la tension de polarisation du film électrostrictif.

Enfin, pour les meilleures concentrations en rGO, la réponse électrique sous vibration mécanique du MEMS, notamment sa variation de capacité, sera étudiée pour la réalisation d'un micro-générateur. Pour ces tests, un circuit de commande doit être utilisé pour appliquer des cycles de charge et de décharge électrique synchronisés avec les variations de capacité et pour récupérer un maximum d'énergie électrique à l'aide d'une structure électrostatique. Un circuit de conditionnement primitif sera choisi à cet effet.

4.2 Réponse électrostrictive dynamique par analyse gain/phase

En électronique, le gain est généralement défini comme le rapport entre l'amplitude ou la puissance du signal de sortie et l'amplitude ou la puissance du signal d'entrée. Il est souvent exprimé en utilisant les décibels logarithmiques (dB). Un gain supérieur à un (zéro dB), qui est l'amplification, est la propriété définissant un composant ou un circuit actif, tandis qu'un circuit passif aura un gain inférieur à un. Dans notre cas, la mesure de gain permettra de caractériser la réponse électromécanique du matériau électrostrictif lorsque la structure est mise sous vibration. A la résonance mécanique de la structure, cette dernière va vibrer à une amplitude élevée ce qui induira une déformation dans la couche à base de nanocomposites et l'effet d'électrostriction apparaîtra. Dans ce cas, le signal de sortie du circuit de mesure intégrant la structure électrostrictive sera différent de celui d'entrée avec un pic de résonance

électrique à la même fréquence que la résonance mécanique. A cette résonance est associée un changement de phase, idéalement une inversion de phase. La réponse spectrale du gain et de la phase permettra de relever précisément ce phénomène de résonance induit par l'effet électrostrictif d'un tel transducteur.

4.2.1 Mesure gain/phase par demi-pont de Wheatstone

Pour cette partie, certains détails de calculs sont donnés annexe 1.

4.2.1.1 Montage et principe

Pour la mesure gain/phase, les structures électrostrictives sont montées dans un circuit de type demi-pont de Wheatstone avec une résistance R_{comp} et une capacité C_{comp} réglables servant à compenser les effets parasites, électriques et environnementaux (figure 4.1). Ce demi-pont est alimenté par une tension continue $+E_1$ d'un côté et $-E_2$ de l'autre côté du pont. Avec ce montage, nous allons mesurer à l'aide de l'analyseur gain/phase la tension de sortie du pont V_s qui subira des petites variations dès que la structure sera mise en vibration à l'aide d'un pot vibrant. Le pot vibrant est alimenté avec une tension V_e servant aussi de référence puisque branchée sur l'entrée de l'analyseur gain/phase.

Le gain que mesure l'appareil est le module de V_s/V_e en dB avec V_e l'amplitude du signal mesurée sur la voie de référence qui est constante. La phase mesurée est celle entre V_s et la tension V_e , le signal V_e étant pris comme référence. Au final, ce montage permet la mesure de la phase de V_s et du gain V_s en dB avec un décalage (offset) dû à la tension V_e .

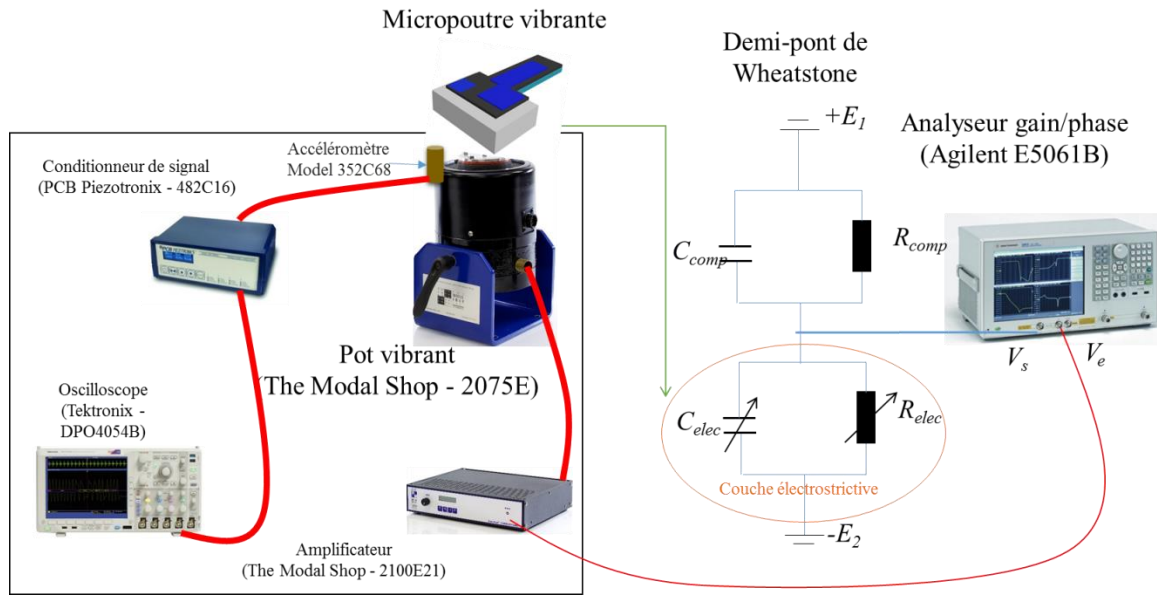


Figure 4.1: Principe de mesure en mode dynamique incluant le demi-pont de Wheatstone (droite) et le pot vibrant

4.2.1.2 Tension de sortie du demi-pont et sensibilité

Considérons l'impédance Z_{elec} de la structure électrostrictive montée en demi-pont avec une impédance Z_{comp} . Le demi-pont est alimenté par les tensions $+E_1$ et $-E_2$. L'appareil de mesure (analyseur gain/phase) permettant la mesure de V_s a une impédance d'entrée notée Z_{app} . Cette impédance vaut $1M\Omega$, elle ne peut donc pas être négligée devant la forte impédance des couches électrostrictives. Un modèle équivalent, prenant en compte l'impédance de l'appareil, est donc proposé (Figure 4.2). Ce montage électrique équivalent peut alors être simplifié en un pont diviseur de tension grâce aux équivalences appropriées Thévenin/Norton ou Norton/Thévenin, comme schématisé Figure 4.2.

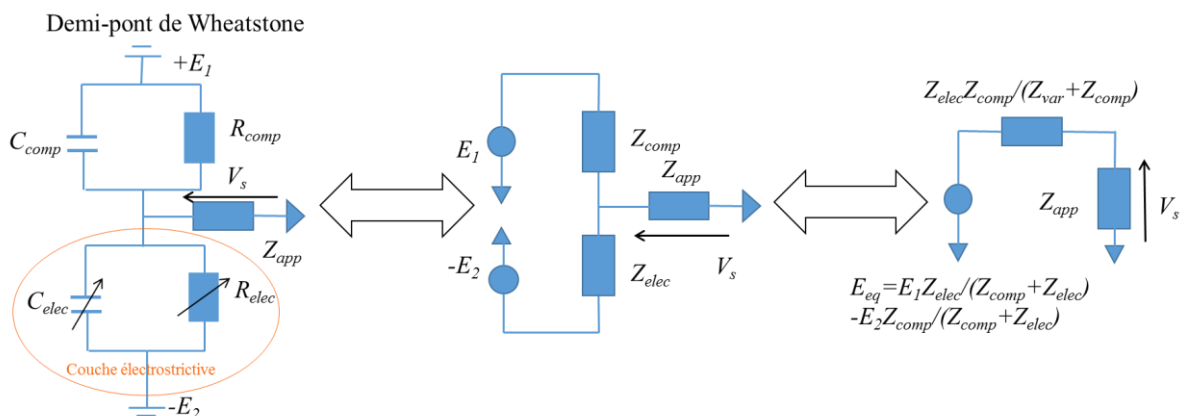


Figure 4.2 : Montage électrique équivalent de demi-pont et les équivalences appropriées Thévenin/Norton et Norton/Thévenin

Le pont diviseur de tension équivalent permet alors d'exprimer la tension V_s mesurée :

$$V_s = \frac{Z_{app}}{Z_{app} + \frac{Z_{comp}Z_{elec}}{Z_{comp} + Z_{elec}}} E_{eq} = \frac{Z_{app}(E_1Z_{elec} - E_2Z_{comp})}{Z_{app}(Z_{comp} + Z_{elec}) + Z_{comp}Z_{elec}} \quad (4.1)$$

Lorsque la structure est mise en vibration, cette tension de sortie V_s peut se décomposer en une composante continue V_{s0} et une tension variable v_s :

$$V_s = V_{s0} + v_s \quad (4.2)$$

Sachant qu'au repos, l'impédance Z_{elec} vaut Z_0 , on définit z la composante variable de Z_{elec} sous déformation telle que $Z_{elec} = Z_0 + z$. Alors V_{s0} et v_s peuvent s'exprimer comme suit :

$$V_{s0} = \frac{Z_{app}(E_1Z_0 - E_2Z_{comp})}{Z_{app}(Z_{comp} + Z_0) + Z_{comp}Z_0} \quad (4.3)$$

Et

$$v_s = \frac{E_1Z_{app} + E_2(Z_{app} + Z_{comp})}{[Z_{app}(Z_{comp} + Z_0) + Z_{comp}Z_0]^2} Z_{comp}Z_{app}z \quad (4.4)$$

La sensibilité d'un capteur représente le rapport de la variation du signal de sortie à la variation du signal d'entrée pour une mesure donnée. C'est donc la pente de la courbe de réponse du capteur. Pour notre demi-pont de Wheatstone, nous définissons donc la sensibilité S du montage comme étant la variation de la tension V_s , soit v_s , par rapport à une variation de Z_{elec} , soit z . On aura donc : $S = \frac{dv_s}{dz}$.

De plus, nous chercherons hors vibration à avoir le demi-pont équilibré, soit $V_{s0} = 0V$, ce qui permettra d'être plus sensible lors de la mesure des variations v_s .

4.2.2 Optimisation de la sensibilité du demi-pont de Wheatstone

Lors de nos mesures de V_s , on cherche à avoir un pic de résonance apparaissant lors de la résonance mécanique de la structure, quand Z_{elec} subit une variation. Dans le cas d'un demi-pont idéalement équilibré, ce pic doit être similaire à celui observé par mesure optique. L'impédance de l'appareil Z_{app} étant fixe ainsi que la valeur au repos Z_0 , la sensibilité du montage est maximum pour une impédance Z_{comp} telle que. $\frac{dS}{dZ_{comp}} = \frac{d(\frac{v_s}{z})}{dZ_{comp}} = 0$.

Avec cette impédance optimale, la sensibilité du montage est maximale et vaut, en remplaçant Z_{comp} par $Z_{comp,opt} = Z_0Z_{app} \frac{E_1 + E_2}{Z_{app}(E_1 + E_0) + Z_0(E_1 + E_2)}$:

$$S_{opt} = \frac{Z_{app}(E_1 + E_2)^2}{4Z_0[Z_{app}(E_2 + E_1) + Z_0E_1]} \quad (4.5)$$

L'expression de S montre que les tensions E_1 et E_2 d'alimentation du pont viendront aussi affecter la mesure.

On pourrait de même chercher la tension E_2 qui permet d'avoir la plus grande sensibilité telle

que : $\frac{d(v_s/z)_{opt}}{dE_2} = 0$. Une solution simple est de prendre $E_1 = E_2 = E$ avec la tension la plus

grande possible et dans ce cas $S_{opt} = \frac{Z_{app}E}{Z_0[2Z_{app}+Z_0]}$ est la sensibilité optimale. Ceci a de plus l'avantage de minimiser les effets thermiques ou liés au bruit.

Une fois l'évolution de la sensibilité étudiée en fonction des paramètres extérieurs, nous cherchons maintenant à illustrer l'évolution du gain et de la phase mesurés lors d'un changement de paramètres, en particulier celui de Z_{comp} .

Pour ces simulations effectuées sous Matlab, nous avons pris Z_{elec} comme étant une résistance R_0 fixe en parallèle avec une capacité variable $C = C_0 + c$. La capacité C_0 est la capacité de la structure au repos, et c correspond aux variations induites par les vibrations. Ayant $Z_{elec} = Z_0 + z$, on peut donc écrire:

$$Z_0 = \frac{R_0}{1 + jC_0\omega R_0} \text{ et } z = -\frac{jR_0^2 c\omega}{(1 + jR_0 C_0\omega)^2} \quad (4.6)$$

Les valeurs numériques prises pour ces simulations, proches des valeurs réelles des microstructures sont : $C_0 = 48,5$ pF, $R_0 = 293$ K Ω et $c = 0,1$ pF. Les tensions d'alimentation sont toutes deux identiques et valent $E_1 = E_2 = 25$ V, et $Z_{app} = 1$ M Ω .

Les résultats de simulation sont donnés Figure 4.3 pour plusieurs scénarios donnant les valeurs et l'allure des pics de résonance de gain et de phase.

Pour les valeurs de R_{comp} et C_{comp} de compensation égales aux valeurs de résistance et de capacité R_0 et C_0 , on retrouve bien l'image de ce qui se passe mécaniquement dans la mesure électrique (Figure 4.3a). Les Figure 4.3b et 3c montrent elles l'influence des variations de Z_{comp} sur les pics de résonance. Dans le cas du demi-pont déséquilibré avec par exemple une augmentation de 10% sur R_{comp} , (Figure 4.3b), on note toujours l'apparition de la résonance mais les spectres de gain et de phase ne sont plus l'image du comportement mécanique ; le gain est notamment plus faible que celui du pont équilibré.

A l'inverse, si le pont déséquilibré avec une diminution de 10% sur C_{comp} , les pics de résonance changent nettement d'allure, avec l'apparition d'une anti-résonance au niveau du gain (Figure 4.3c). Ces simulations montrent clairement l'importance de la compensation du demi-pont et le choix des valeurs de C_{comp} et R_{comp} . Pour la suite de nos expérimentations, nous chercherons donc à toujours optimiser Z_{comp} pour avoir une sensibilité maximale, et nous prendrons toujours $E_1 = E_2 = E = 25$ V.

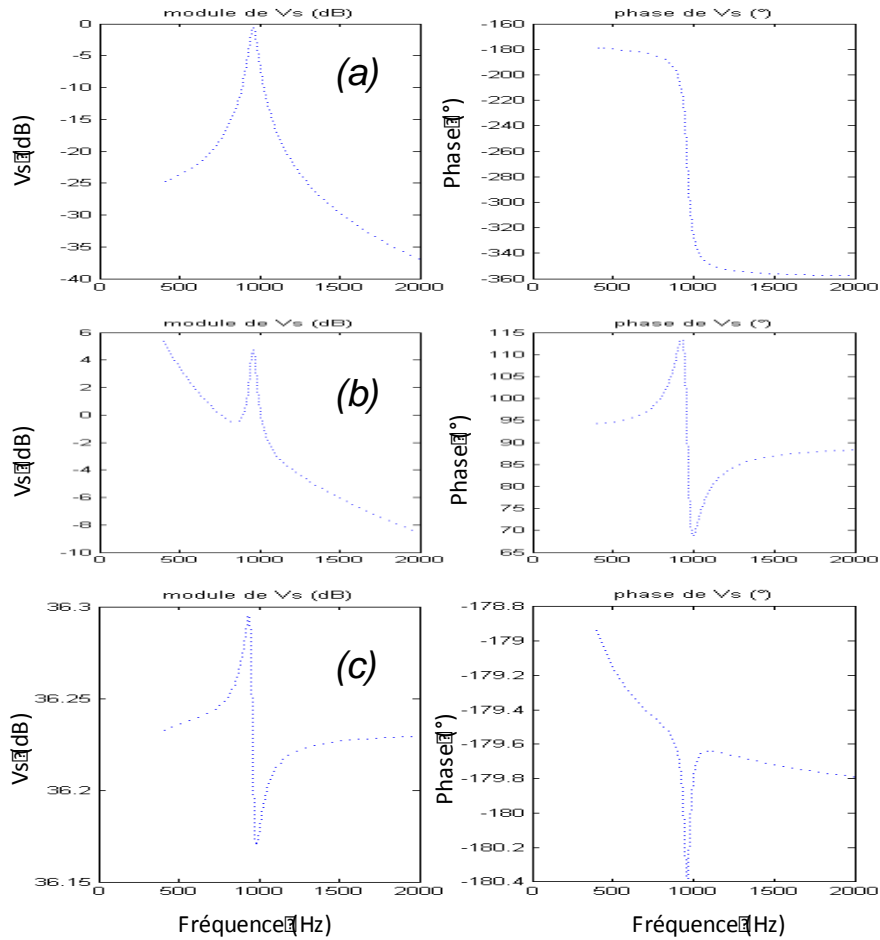


Figure 4.3 : Calculs analytiques du module en dB et de la phase de la tension de sortie V_S :
 (a) pont équilibré (b) pont déséquilibré avec un écart +10% sur R_{comp} (c) pont déséquilibré
 avec un écart -10% sur C_{comp}

4.2.3 Mesures électriques et optiques

Une micropoutre rectangulaire sans masse sismique (de dimension $L=1,5$ mm ; $b_0=0,5$ mm ; $h=175$ μm) constituée du matériau actif électrostrictif PDMS/rGO de $50\mu\text{m}$ d'épaisseur et de concentration 3,7wt% en rGO a été caractérisée mécaniquement à l'aide du vibromètre puis a été placée dans le demi-pont équilibré pour évaluer sa réponse électrique. Une fois la microstructure mise sous vibration à l'aide du pot vibrant, les fréquences de résonance du premier mode de flexion hors plan sont mesurées à 270 Hz par mesure optique et à 272 Hz par mesure électrique (Figure 4.4). Cette mesure de la fréquence de résonance grâce à la réponse électrique du nanocomposite électrostrictif montre tout d'abord que nous sommes capables de mesurer électriquement la réponse dynamique du matériau électrostrictif, mais aussi qu'il est possible d'envisager l'intégration de la couche PDMS/rGO comme transducteur électromécanique. La Figure 4.5 montre que la réponse électrique du résonateur à la fréquence de résonance augmente avec l'accélération appliquée, la déformation de la micropoutre augmentant. Un gain maximum de $1,6 \cdot 10^{-2}$ est mesuré pour une accélération de 80 g.

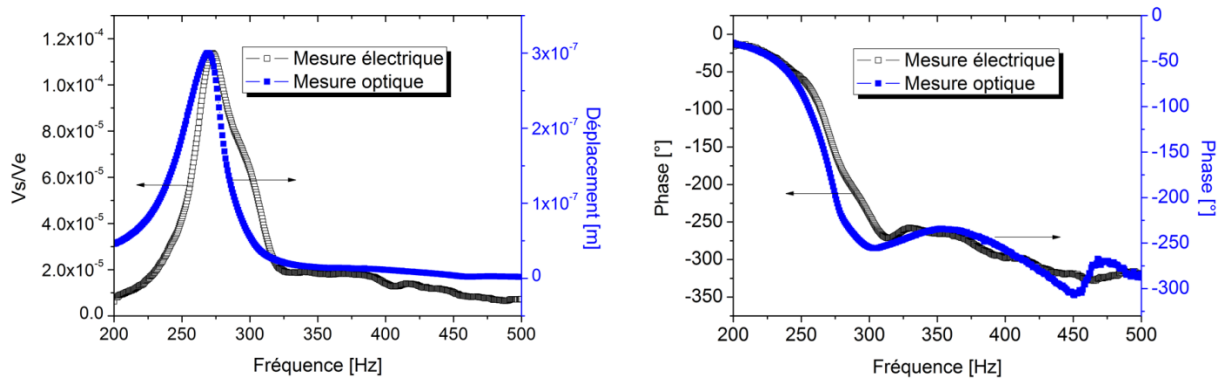


Figure 4.4 : Réponses mécaniques et électriques du premier mode de flexion de la micropoutre rectangulaire électrostrictive à base de rGO fabriquée, où V_e et V_s sont respectivement les amplitudes des signaux de référence et de sortie mesurées par l'analyseur. Les dimensions de la micropoutre sont $L=1,5$ mm ; $b_0= 0,5$ mm ; $h= 175$ μ m, la concentration massique en rGO est 3,7wt%

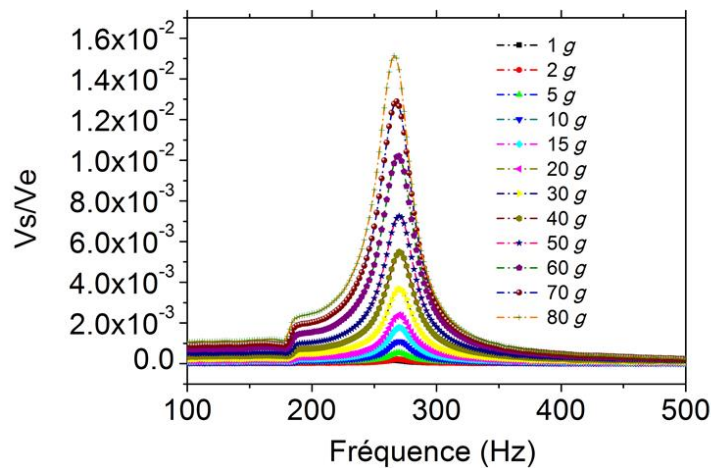


Figure 4.5 : Réponses électriques sous différentes accélérations du premier mode de flexion de la micropoutre rectangulaire électrostrictive à base de rGO fabriquée. Les dimensions de la micropoutre sont $L=1,5$ mm ; $b_0= 0,5$ mm ; $h= 175$ μ m, la concentration massique en rGO est 3,7wt%

Le même type de test a été réalisé avec une micropoutre rectangulaire constituée cette fois-ci d'une couche électrostrictive à base de PDMS/CNT. Pour cette mesure, une faible réponse électrique est observée à la résonance mécanique de la structure, inférieure à 1 dB (Figure 4.6). Nous avons par la suite étudié uniquement les microstructures à base de graphène comme charge conductrice.

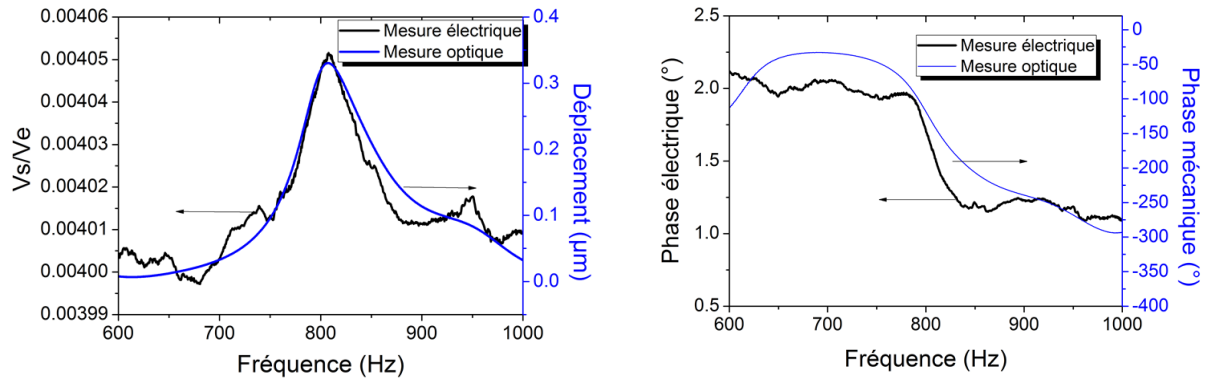


Figure 4.6 : Réponses mécaniques et électriques du premier mode de flexion de la micropoutre rectangulaire électrostrictive à base de CNT fabriquée, où V_e et V_s sont respectivement les amplitudes des signaux de référence et de sortie mesurés par l'analyseur. La dimension de la micropoutre est $L=0,5 \text{ mm}$; $b_0= 0,2 \text{ mm}$; $h= 100 \mu\text{m}$, la concentration massique en CNT est 2 wt%

4.3 Optimisation de la structure : vers des structures trapézoïdales

Outre les propriétés du matériau électrostrictif, les performances électromécaniques des MEMS développés dépendent de leur géométrie. Comme présenté chapitre 2, les micropoutres de forme trapézoïdale comportant une masse sismique à leur extrémité sont d'un intérêt particulier pour leur fréquence de résonance relativement faible et leur déformation uniforme élevée. L'objectif est ici d'évaluer et d'optimiser les performances des nanomatériaux sensibles à la déformation intégrée à la surface des micropoutres organiques en vue de leur application pour la récupération d'énergie mécanique. Afin de maximiser la réponse électromécanique, deux nouvelles formes de MEMS organiques ont été fabriqués et testés en mode dynamique : une forme trapézoïdale avec et sans masse sismique (Figure 4.7a). Comme pour les micropoutres réalisées chapitre 2, la masse sismique est à base d'époxy chargée de particules d'Ag pour sa densité élevée (encre ESL1901-SD) mais elle est ici déposée avec une seringue en bout de micropoutre, puis séchée pendant 30 minutes à $120 \text{ }^\circ\text{C}$. La masse déposée mesurée avec une microbalance est de 86 mg. Les dimensions finales et photographies des microstructures multicouches fabriquées sont données respectivement Figure 4.7b et Tableau 4.1.

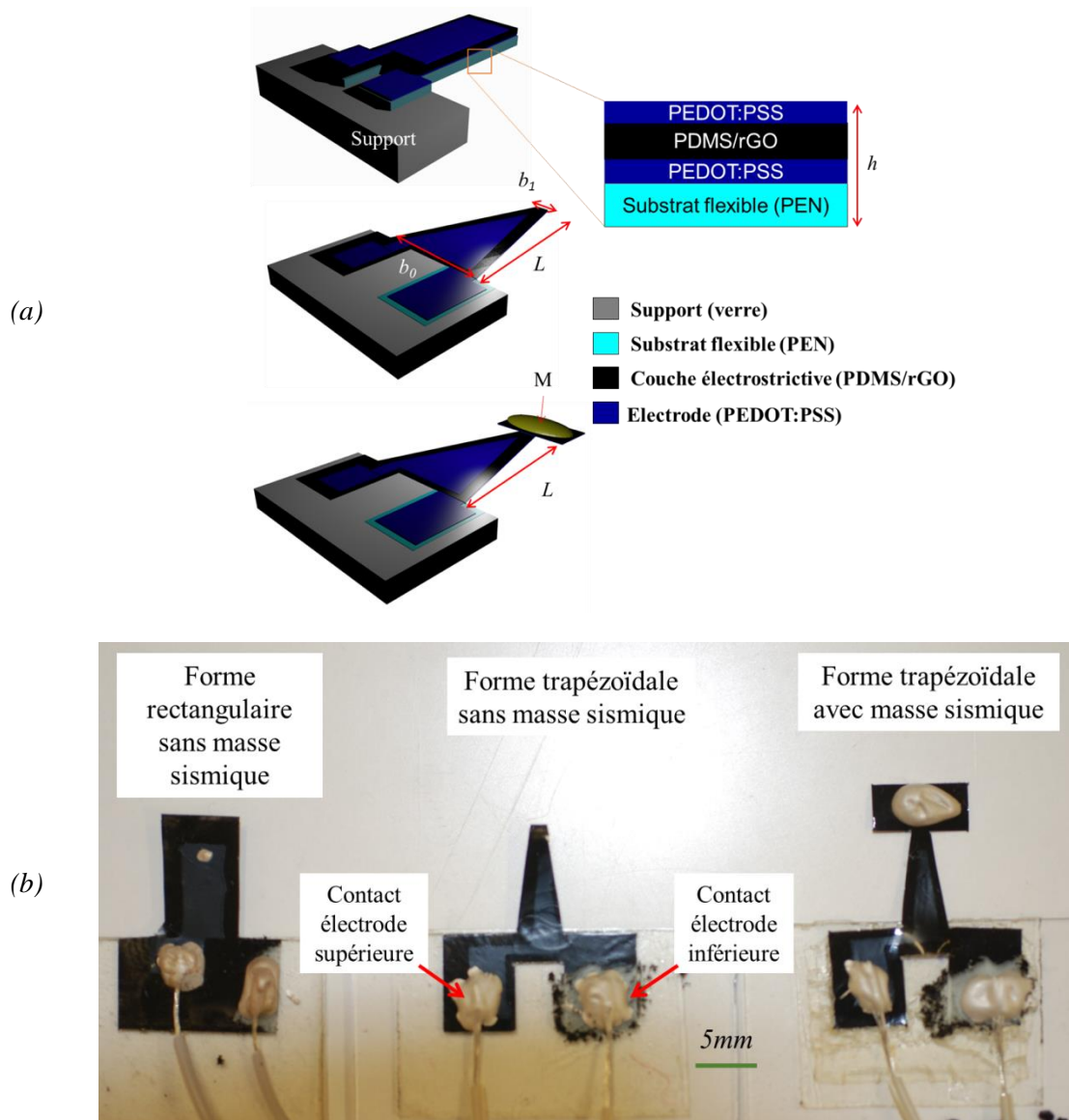


Figure 4.7 : (a) Schémas des micropoutres multicouche de forme rectangulaire et trapézoïdale avec et sans masse sismique et (b) image optique montrant les dispositifs fabriqués

Tableau 4.1 : Dimensions des trois micropoutres fabriquées (voir détails sur les dimensions Figure 4.7)

	Micropoutre rectangu- laire	Micropoutre trapézoïdale	
		Sans masse sismique	Avec masse sismique
<i>Longueur L (mm)</i>	15	10	10
<i>Largeur grande base b_0 (mm)</i>	7,5	5	5
<i>Largeur petite base b_1 (mm)</i>	7,5	2	2
<i>Épaisseur totale h (μm)</i>	185	100	100
<i>Masse sismique M (mg)</i>	-	-	86

La Figure 4.8 présente la réponse électrique des trois micropoutres organiques à la résonance pour une accélération de 1 g. La forme trapézoïdale avec une masse sismique fournit clairement la réponse électrique la plus élevée et la plus basse fréquence de résonance, environ 15 Hz. Le déplacement en bout de la micro-structure trapézoïdale avec masse sismique à une accélération de 1 g est évalué à environ 1 mm, soit environ dix de fois plus grand que celui d'une microstructure rectangulaire sans masse sismique. En effet, l'addition de la masse sismique à l'extrémité de la micropoutre augmente la masse du dispositif et réduit ainsi sa fréquence de résonance, tout en augmentant la déformation subie par la micropoutre en raison d'une déflexion importante à la résonance [1]. Le fort gain ($V_s / V_e = 0,085$) obtenu à 1 g avec ces structures trapézoïdales, bien supérieur à celui mesuré pour les structures rectangulaires, démontre l'efficacité de la transduction électrostrictive combinée à une conception optimisée de la micropoutre. Les déformations, et donc le gain mesurés sont bien croissants avec l'accélération comme visualisé Figure 4.9.

On remarque d'après la Figure 4.9.b que lorsque l'accélération d'excitation de la structure trapézoïdale avec masse sismique augmente, le pic de résonance dérive vers le bas et il se développe une hystérésis entre la fréquence maximale et la fréquence minimale du pic, ce qui indique un effet connu sous le nom de « soft spring ». En augmentant encore l'amplitude, le pic de la fréquence dérive vers la droite et il se développe encore une autre région d'hystérésis avec une gamme de fréquence plus grande. Le dispositif affiche des propriétés typiques de « soft and hard springs » à la fois. Il est clair que ce phénomène de non-linéarité n'apparaît que pour des déplacements très importants (il n'existe pas pour la structure sans masse sismique) (Figure 4.9b). Les phénomènes non linéaires sont attribués non pas au couplage électromécanique mais à l'accélération croissante appliquée. Une rotation d'amplitude non négligeable des poutres déformables crée en effet une relation non-linéaire entre le déplacement et la déformation des points de la structure. La non-linéarité est utilisée largement dans le domaine de la récupération d'énergie pour permettre à de tels systèmes de fonctionner sur une large bande de fréquence. Par exemple, Lavedt *et al.* [2] ont développé un récupérateur d'énergie électrostatique qui affiche un comportement non-linéaire riche, y

compris des sauts lors du balayage en fréquence, et un élargissement du spectre avec des niveaux croissants de vibration à large bande. De nombreux dispositifs piézoélectriques et électromagnétiques résonants pour lesquels une amélioration de la bande passante non-linéaire a été rapportée dans la littérature. Ce phénomène de non-linéarité observé rend possible l'utilisation de notre dispositif comme un récupérateur d'énergie multimode qui fonctionne sur une gamme de 3-4 Hz. L'une des perspectives intéressantes de ce travail sera de continuer les études présentées dans le 2^{ème} chapitre sur les récupérateurs multimodes en étudiant en détail ces phénomènes de non-linéarité.

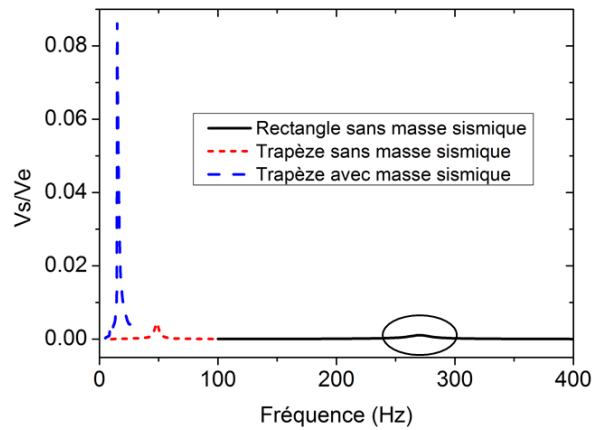


Figure 4.8: Réponse électrique à la résonance des trois formes de micropoutres électrostrictives organiques à base de PDM/rGO avec une accélération de support appliquée de 1 g

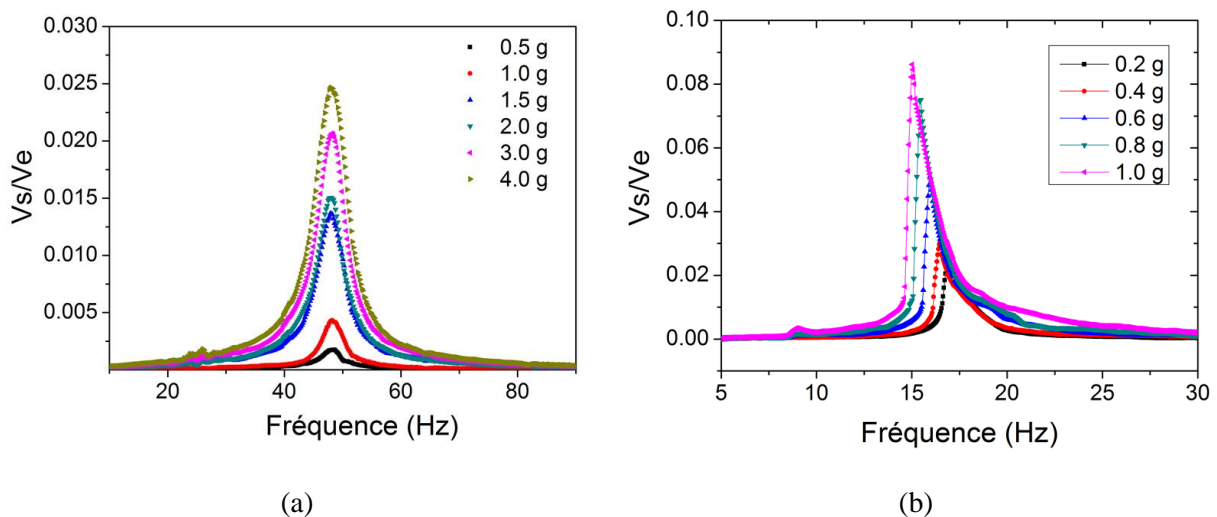


Figure 4.9: Réponse électrique à la résonance pour différentes accélérations de support appliquées de la micro-structure trapézoïdale (a) sans masse sismique (b) avec masse sismique ; V_e et V_s sont respectivement les amplitudes des signaux de référence et de sortie mesurées par l'analyseur.

4.4 Concentration optimale

La transduction électromécanique d'un tel MEMS dépend principalement du matériau actif ainsi que de sa forme et sa géométrie. Comme nous avons optimisé la forme et la géométrie du transducteur, il reste à déterminer le matériau qui possède la meilleure réponse électrique en dynamique. Plusieurs micro-structures avec différentes concentrations massiques d'oxyde de graphène réduit dans le PDMS sont testées par analyse gain/phase en appliquant une accélération fixe de 1 g sur le support (Figure 4.10). Tout comme pour les tests en statique (chapitre 3), l'échantillon de 3,7 wt % de rGO présente la plus haute sensibilité électrostrictive, étant probablement proche du seuil de percolation. Pour la concentration de 1 wt % le gain est lui presque négligeable.

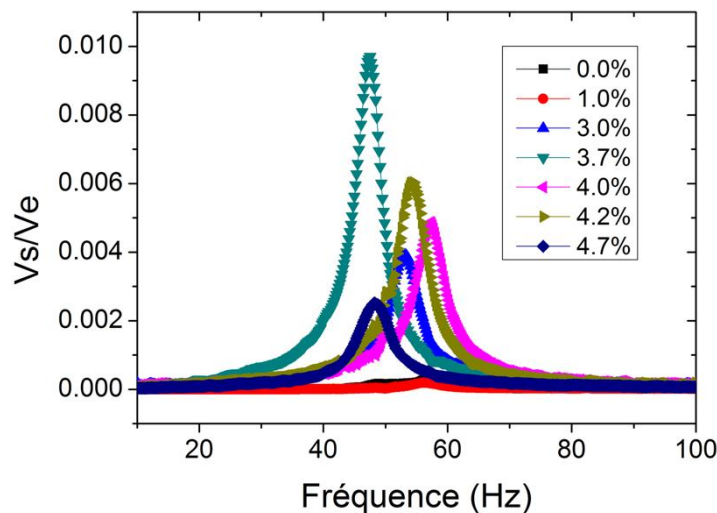


Figure 4.10 : Réponse électrique à la résonance de la structure trapézoïdale électrostrictive sans masse sismique pour différentes concentrations de rGO

4.5 Influence de la température et la tension de polarisation sur la réponse dynamique

4.5.1 Influence de de température et de la tension sur les propriétés électriques du matériau électrostrictif

L'évolution des propriétés électriques des matériaux électrostrictifs est ici étudiée en fonction de la température et de la tension de polarisation. Ceci permet de valider l'endurance du système de transduction électrostrictif intégré sur substrat PEN. Lors de ces tests, différents mécanismes physico-chimiques sont susceptibles d'apparaître pouvant modifier la résistance et la capacité, comme par exemple des effets tunnels ou des modifications de la résistance de contact entre les nanoparticules.

Les variations relatives de résistance et de capacité de la couche PDMS/rGO ont été enregistrées en mode statique en fonction de la température et de la tension appliquée, et pour différentes concentrations de rGO (Figure 4.11).

Pour les mesures en température, un élément chauffant (Peltier) a été mis directement au-dessous de la micropoutre ; la température de ce radiateur est contrôlée par une tension continue extérieure et la température de la micropoutre est mesurée à l'aide d'un thermocouple dont la jonction est placée sur la surface supérieure de la structure. Pour cette expérience, la résistance et la capacité sont mesurées avec l'analyseur d'impédance à la fréquence de résonance mécanique de la structure de 218 Hz. Des variations non négligeables de la résistance et de la capacité du matériau contenant 3 wt % de rGO sont notées, respectivement 51% et 9% pour une température allant de 20°C à 60°C (Figure 4.11.c). La diminution de la résistance semble être liée à des réactions électrothermiques ou peut être expliquée par un tunnel de conduction induit par les fluctuations thermiques [3], [4]. Un réseau régulier des nanoparticules conductrices de taille égale sont reliées par des jonctions tunnel. La conductance du matériau nanocomposite dépend fortement de l'effet capacitif et du flux d'électrons qui circulent entre deux nanoparticules voisines. Les matériaux nanocomposite formés par des ensembles de nanoparticules adjacentes peuvent être décrits par les conductances locales qui dépendent fortement de la température comme exprimé dans le modèle proposé par Muller *et al* [5].

Pour les mesures en fonction de la tension, nous avons tout simplement appliqué une tension variable à l'aide de l'analyseur d'impédance qui mesure la résistance et la capacité de la couche électrostrictive à une fréquence donnée, ici la fréquence de résonance des structures. Nous avons limité la tension à $\pm 15V$, pour éviter de détruire le nanocomposite diélectrique. Les Figure 4.11a et 11b illustrent la variation de résistance et capacité en fonction de la tension appliquée. La capacité reste constante en fonction de la tension appliquée pour le matériau non chargé en rGO, alors que plus le matériau diélectrique est chargé en nanoparticules conductrices, plus il est sensible à la tension. Pour les concentrations les plus élevées, la capacité peut diminuer de plus de 80% pour une tension de $\pm 10V$ appliquée. Pour la variation de résistance, un échauffement du matériau apparaît pour une tension appliquée croissante, suite à la dissipation par effet Joule. Alors cet effet électrothermique se traduit par une diminution de la résistance. Mais la concentration en charges conductrices n'influe pas réellement cette variation (Fig. 4.11).

Par contre, la diminution de capacité avec l'augmentation de la tension ne peut être expliquée par un effet électrothermique, puisque la capacité augmente elle avec la température (Fig. 4.11b). Ce phénomène apparaissant dans le matériau électrostrictif composite reste inexpliqué.

Ce résultat sera à prendre en compte durant les tests de récupération d'énergie car le matériau électrostrictif qui doit être polarisé avec une tension extérieure subira alors une variation de ses propriétés électriques.

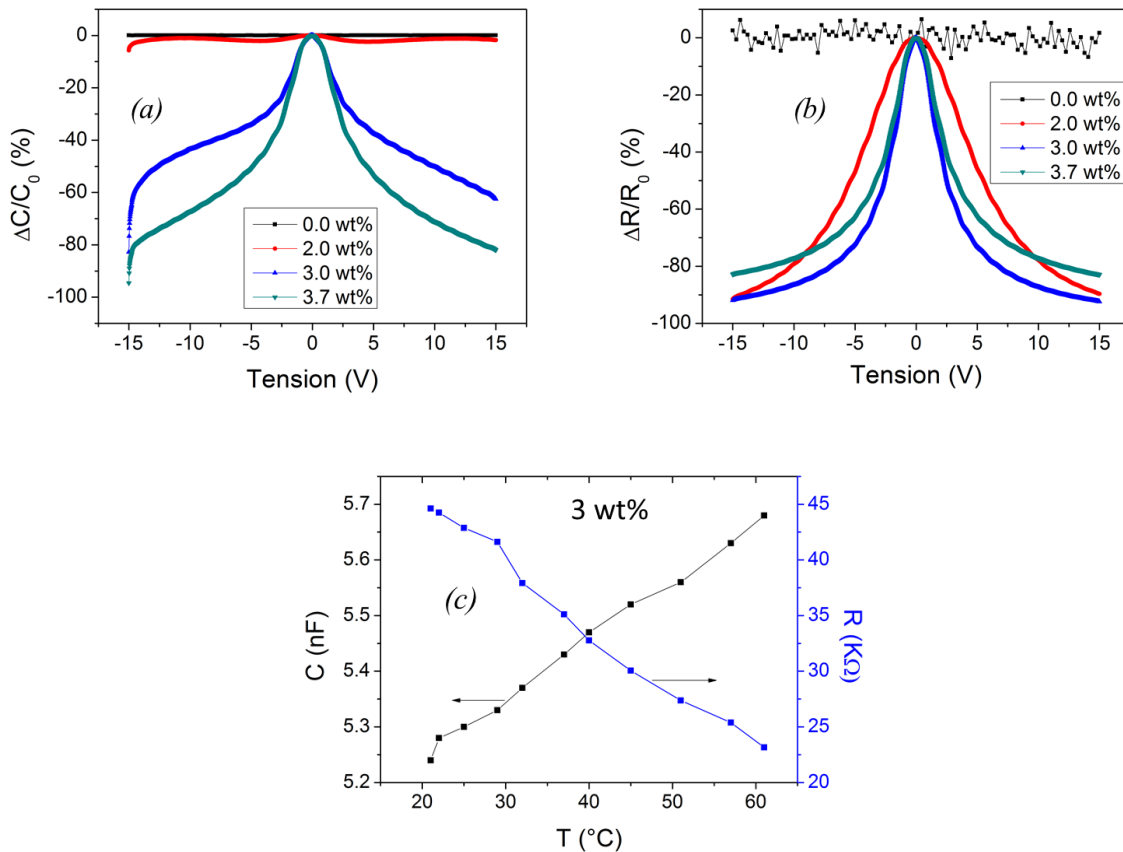


Figure 4.11 : Variations de capacité et de résistance du matériau électrostrictif pour plusieurs concentrations de matériaux électrostrictifs (a)(b) en fonction de la tension (c) en fonction de la température. Mesures à la fréquence de résonance de chaque structure

4.5.2 Influence de la tension et de la température sur la fréquence de résonance

Afin de caractériser précisément les MEMS résonants développés, des études supplémentaires sur la dépendance en température et en tension ont été réalisées. Tout d'abord, nous avons mis en vibration les microstructures à différentes températures et nous avons mesuré simultanément les fréquences de résonance mécanique et électrique (Figure 4.12). Les variations mesurées avec la température (gamme 20-60°C) de la fréquence de résonance mécanique mesurée de manière optique (Δf_r) sont représentées graphiquement sur la Figure 4.13a, pour différentes concentrations. Le substrat PEN seul a aussi été caractérisé comme référence.

Pour le PEN, la sensibilité de la fréquence de résonance f_r de la structure à la température, définie à partir de la régression linéaire, est quasiment nulle dans la gamme de 20 °C à 60 °C. Pour les structures à bases de rGO, cette sensibilité devient négative, et augmente avec la concentration de rGO. Par exemple, pour la structure avec une concentration de 2 wt% de rGO, pour une augmentation de la température de 20 °C à 55 °C, une diminution de 5,5% de la fréquence de résonance (de 288 Hz à 272 Hz) est notée. Nous observons de plus une bonne linéarité de cette variation de fréquence avec la température avec un coefficient de corrélation

R^2 de 0,9908 dans cette gamme de température. La sensibilité vaut $-0,18\%/^{\circ}\text{C}$ pour cette structure à 2wt% et $-0,52\%/^{\circ}\text{C}$ pour l'échantillon à 3wt% d'oxyde réduit de graphène. La fréquence quasiment fixe de la structure de PEN sans couche électrostrictive valide le fait que le décalage de la fréquence dépend du réchauffement du matériau électrostrictif à base de rGO et non de celui du PEN.

L'évolution de la fréquence de résonance électrique du premier mode hors plan du résonateur à base de 2wt% de rGO est représentée Figure 4.13.b. Une cohérence entre les mesures optiques et électriques faites pour une même structure de concentration de 2wt% de rGO est notée, la sensibilité de f_r à la température mesurée optiquement étant de $-0,18\%/^{\circ}\text{C}$, celle mesurée électriquement de $-0,16\%/^{\circ}\text{C}$. Cette sensibilité à la température est similaire à celle observée avec d'autres matériaux organiques composites rapportés à ce jour, comme par exemple des microstructures résonantes à base de matériaux nanocomposites SU-8/CNT [6]. Elle est aussi comparable à celle observée sur des matériaux inorganiques [7], [8].

Comme déjà présenté, La fréquence de résonance f_r pour des modes de résonance en flexion de la micropoutre s'exprime de la façon suivante [9]:

$$f_r = \frac{\lambda_n^2 h}{2\pi L^2} \sqrt{\frac{E}{12\rho}} \quad (4.7)$$

Dans cette équation, E représente le module d'Young effectif de la micropoutre et traduit la rigidité de la structure. L et h sont respectivement la longueur et l'épaisseur de la micropoutre, ρ représente la masse volumique du matériau, et λ_n la valeur propre du mode de résonance.

La variation de la fréquence de résonance avec la température peut résulter de la modification des paramètres dimensionnels et des propriétés des matériaux, notamment le module d'Young du matériau électrostrictif à base de PDMS et/ou du support PEN, comme le montre l'équation suivante :

$$\frac{\Delta f_r}{f_r} = \frac{1}{2} \left(\frac{\Delta h}{h} + \frac{\Delta E}{E} \right) = \frac{1}{2} (\alpha_D + \alpha_E) \Delta T \quad (4.8)$$

avec α_D le coefficient de dilatation thermique, α_E le coefficient de variation de E avec la température, ΔT la différence entre ces deux températures.

Les valeurs des coefficients de dilatation du PDMS et PEN sont respectivement : $\alpha_{\text{PDMS}} = 2 \times 10^{-4} \text{ K}^{-1}$ et $\alpha_{\text{PEN}} = 21 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (valeurs littérature). Ces valeurs des coefficients de dilatation ne permettent pas d'avoir une modification dimensionnelle significative dans la structure pour la plage de température testée et par suite, la variation de fréquence avec la température est attribuée à des variations du module d'Young des matériaux. Cet effet a été observé pour d'autres matériaux nanocomposites où, lorsqu'ils sont exposés à la chaleur, leur module de Young varie de manière significative [6].

D'autre part, la fréquence de résonance mécanique a été mesurée optiquement pour une tension de polarisation croissante. Quatre structures avec concentrations différentes ont été mises en vibration à l'aide d'une pastille piézoélectrique (Figure 4.15). Le point remarquable

dans cette mesure est qu'un seuil de tension apparaît pour chaque concentration au-delà duquel la fréquence de résonance commence à varier. Le seuil de tension apparaît plus rapidement lorsque la concentration est plus importante. Les fréquences de résonance diminuent de 13,2%, de 250 Hz à 217 Hz au-delà du seuil de tension à 7 V jusqu'à 14V pour la structure possédant une couche de matériaux électrostrictifs d'une concentration de 2 wt% de rGO. Par contre, les structures à faible concentration de rGO comme le 0 wt% et le 1 wt% ne présentent pas de variation significative de la fréquence de résonance avec la tension ou du moins elles ont besoin d'une tension importante pour être affectées. Le seuil de tension dépend du seuil de percolation du matériau : lorsque le matériau est plutôt conducteur (au-dessus du seuil de percolation) il est plus sensible à la tension appliquée, et le décalage en fréquence commence à de faibles tensions (environ 7V pour 3wt% et 15V pour 2wt%), à l'inverse d'un matériau loin du seuil de percolation. La dissipation de chaleur est essentiellement due à des courants de fuites au sein du matériau électrostrictif. Lorsque la tension est appliquée, le changement thermique associé à ces courants de fuites peut expliquer le décalage de la fréquence de résonance en fonction de la tension. Cela nous ramène au cas de changement fréquentiel en fonction de la température, la diminution spécifique de la fréquence de résonance est alors due à une diminution de rigidité de la structure causée par une dépendance du module de Young avec la température.

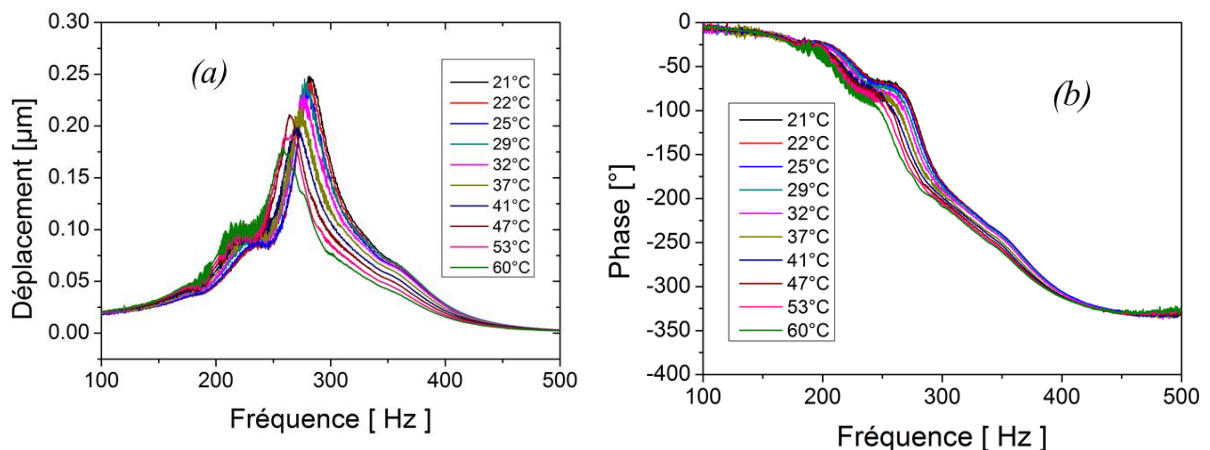


Figure 4.12 : Spectres de résonances optiques pour une micropoutre électrostrictive avec une concentration de 2wt% de rGO mesurés pour les différentes températures.

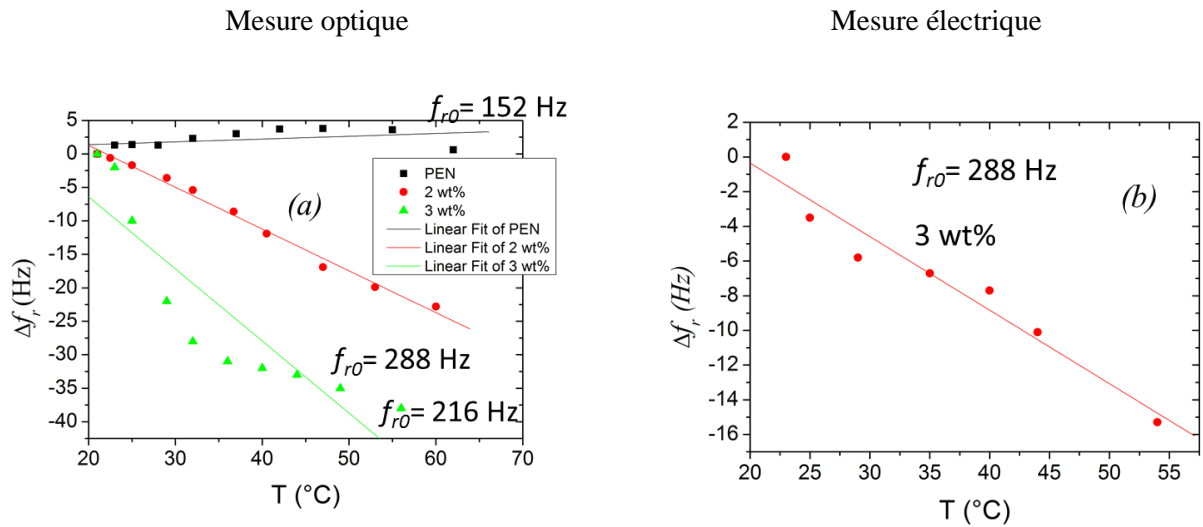


Figure 4.13 : Décalage de la fréquence de résonance en fonction de la température obtenue à partir de la (a) mesure optique du déplacement de l'extrémité de la micropoutre (b) mesure électrique pour 3wt% en rGO

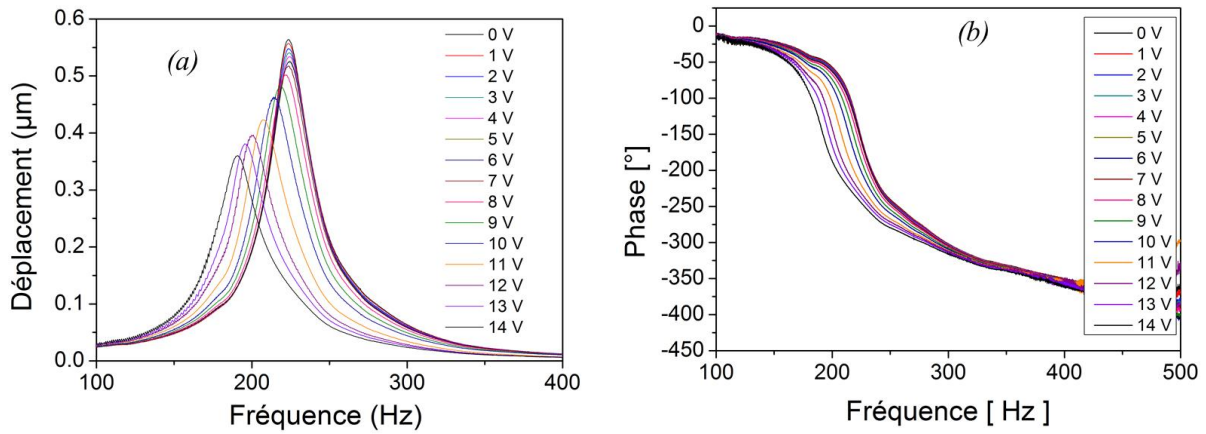


Figure 4.14 : Spectres de résonances optiques pour une micropoutre électrostrictive avec une concentration de 3wt% de rGO mesurées pour les différentes tensions.

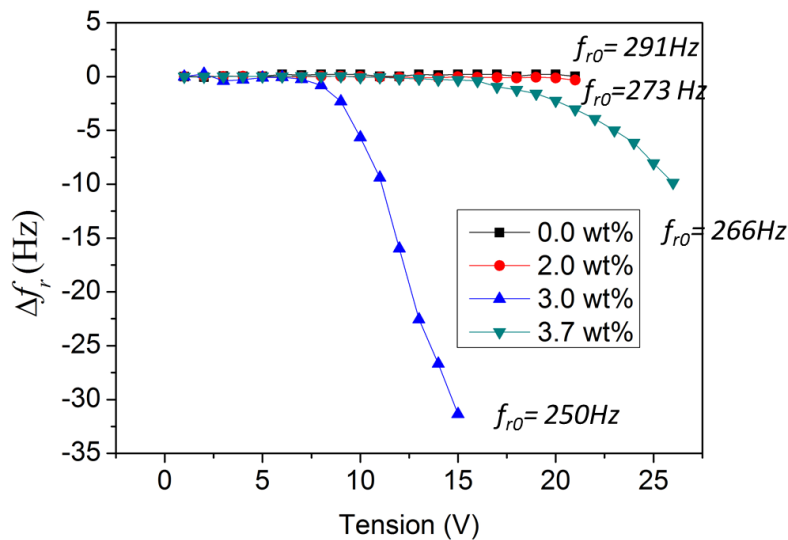


Figure 4.15 : Décalage de la fréquence de résonance en fonction de la tension pour différentes concentrations de rGO. Mesures optiques effectuées à partir du déplacement de la micropoutre

Ces mesures montrent bien l'influence de la température et de la tension sur notre matériau. Cela peut nécessiter de prendre en compte les exigences et les limites lors de la mise au point des tests de récupération d'énergie ; tout test impose d'injecter une tension extérieure au matériau.

Les travaux précédents montrent l'une des premières applications d'électrostriction comme méthode de transduction pour les dispositifs MEMS. Nous avons intégré les matériaux dans des micropoutres organiques de forme trapézoïdale avec une masse sismique à l'extrémité, ce qui permet d'avoir des déformations élevées sur la surface supérieure, en raison de plus grandes capacités de déflexion, par rapport au MEMS silicium ou aux micropoutres organiques classiques. La faible fréquence de résonance des micropoutres trapézoïdales fabriquées, associée à l'électrostriction efficace, rend ces dispositifs appropriés pour la récupération d'énergie. Ici, nous avons présenté l'utilisation d'électrostriction comme système de transduction intégré dans des micropoutres organiques fonctionnant dans les deux modes statique et dynamique. Dans cette prochaine partie, nous détaillerons l'utilisation de ces dispositifs MEMS organiques pour la récupération d'énergie mécanique.

4.6 Récupération d'énergie mécanique

Les micro-structures électrostrictive fabriquées sont des convertisseurs d'énergie vibratoire de type électrostatique. Dans ce paragraphe, une première partie traitera le principe de conversion du micro-dispositif. Ensuite, une description des circuits de conditionnement sera exposée et enfin nous montrerons les résultats obtenus, notamment la puissance qui peut être générée par notre dispositif.

4.6.1 Principe de conversion d'un générateur électrostatique.

Il existe de nombreux cycles électriques de pilotage permettant d'exploiter la conversion capacitive, mais les plus simples sont les cycles à *tension constante* et à *charge constante*. La Figure 4.16 montre un diagramme $Q-U$ d'un cycle de conversion électrostatique en appliquant une source de tension externe [10].

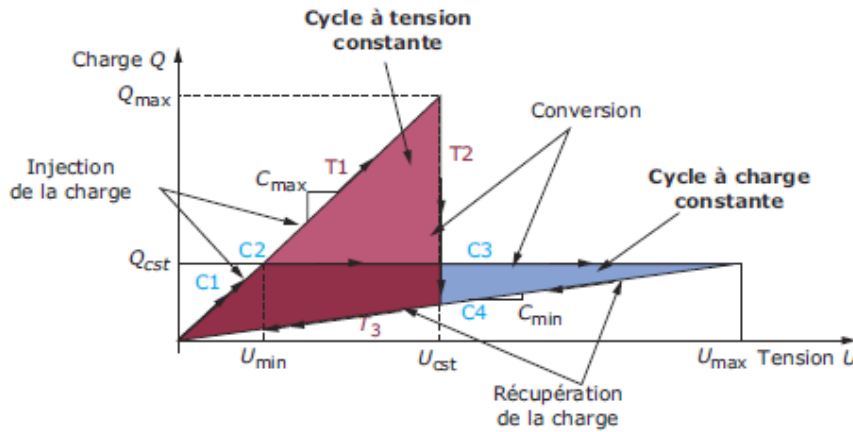


Figure 4.16 : Cycles de fonctionnement d'un générateur électrostatique [11]

4.6.1.1 Cycle à tension constante

La partie rouge de la Figure 4.16 représente un cycle de conversion avec une tension constante. Le cycle commence lorsque le générateur est soumis à une vibration mécanique et la capacité varie jusqu'à ce qu'elle atteigne le maximum C_{max} (T1). Ensuite, la capacité va diminuer de C_{max} vers C_{min} tandis que la capacité variable est maintenue toujours connectée à la source de tension (T2). Dans cette étape, la charge $Q = CU$ diminue, d'où l'apparition d'un courant en provenance de la capacité variable. Cette charge pourra recharger la source de tension ou sera envoyée vers une charge extérieure. Dans cette étape, on gagne de l'énergie électrique qui provient de l'énergie vibratoire. Enfin, lorsque la capacité atteint sa valeur minimale, la charge de la capacité est totalement convertie et le cycle se termine (T3).

L'énergie qui peut être récupérée à chaque cycle de conversion avec une tension constante dépend de manière directe de la variation de la capacité et vaut :

$$E_{U-cst} = \frac{1}{2}(C_{max} - C_{min})U_{max}^2 \quad (4.9)$$

4.6.1.2 Cycle à charge constante.

Au début de ce cycle (partie en bleu Figure 4.16), la structure est soumise à une vibration mécanique jusqu'à ce que la capacité atteigne sa valeur maximale (C_{max}). A cette valeur, une tension électrique extérieure est appliquée au condensateur. Une charge électrique est alors stockée dans la capacité $Q_0 = C_{max} U_{min}$ (C1).

Ensuite, la source de tension extérieure est éteinte et la structure est placée en circuit ouvert : la charge électrique stockée dans la capacité est donc constante (C2). Enfin, la capacité commence à diminuer pour atteindre une valeur C_{min} . La charge reste constante durant cette étape (C3), ce qui entraîne une augmentation de la tension aux bornes de la capacité $U_{max} = Q_0 / C_{min}$. Les charges électriques sont alors extraites de la structure (C4).

L'énergie récupérée correspondant à un cycle à charge constante est :

$$E_{Q-cst} = \frac{1}{2} (C_{max} - C_{min}) U_{max} U_{min} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{C_{min}} - \frac{1}{C_{max}} \right) Q_0^2 \quad (4.10)$$

Les cycles à tension constante et à charge constante sont comparables si la même source de tension est utilisée pour ces deux régimes. En effet, si $U_{min} = U_{cst}$, le cycle à charge constante fournit C_{max} / C_{min} fois plus d'énergie. Par contre, si $U_{max} = U_{cst}$, le cycle à tension constante fournit C_{max} / C_{min} fois plus d'énergie. La mise en œuvre précise des deux cycles est difficile, en raison de la nécessité d'une synchronisation précise entre le flux de charge sur la capacité initiale et les variations de cette capacité. Il est donc indispensable d'utiliser une électronique de conditionnement pour un fonctionnement autonome. Les circuits de commande mettant en œuvre une telle polarisation variable sont présentés dans la section suivante.

4.6.2 Variation de capacité en dynamique

Le principe de conversion électrostatique est basé sur la variation de capacité, alors la première étape qui doit être réalisée pour avoir un convertisseur électrostatique efficace est d'estimer et optimiser la variation de capacité de notre dispositif. Une fois la variation de capacité étudiée, la structure doit être intégrée dans un circuit électronique capable de transformer cette variation de capacité en énergie électrique. Dans le 3^{ème} chapitre, nous avons étudié la variation de capacité des MEMS électrostrictifs en mode statique. Une grande variation de capacité (4% pour 0,55% de déformation) a été estimée en particulier pour la structure de concentration de 3,7 wt% de rGO. Ici, les micropoutres trapézoïdales incluant une masse sismique vont être testées en mode dynamique pour évaluer la variation de la capacité du matériau électrostrictif à la fréquence de résonance mécanique des micropoutres. Pour ces tests, le pot vibrant entraîne les dispositifs en résonance. La conductance G et la susceptance B sont mesurées avec l'analyseur d'impédance Agilent E5061B, avec et sans accélération de support appliquée (Figure 4.17). Le principe de mesure est le suivant : l'analyseur d'impédance qui balaye autour de la fréquence de résonance de la structure sert à la fois à mesurer l'admittance Y de la structure et à alimenter le pot vibrant (avec un amplificateur inséré entre). Dans ce cas, la fréquence de vibration de la structure est la même que la fréquence de mesure. Pendant la mesure, une tension extérieure constante de 8V est injectée pour charger le matériau électrostrictif.

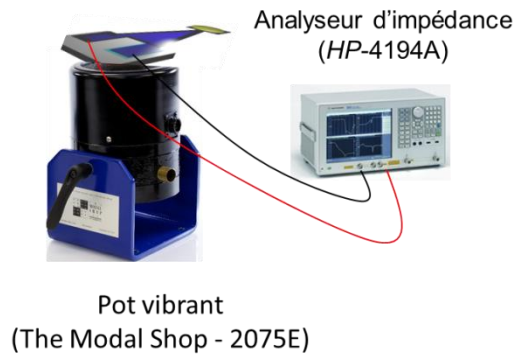


Figure 4.17 : Principe de mesure de capacité en mode dynamique

La Figure 4.18 illustre les mesures obtenues pour la conductance G et la susceptance B dans le cas où la microstructure est mise en vibration avec une accélération de support appliquée de 1 g. La Figure 4.18a montre notamment une variation de la conductance G à la fréquence résonance mécanique de la structure avec une faible fréquence de résonance de ≈ 16 Hz, ce qui est avantageux pour une utilisation en mouvement humain ou la récupération d'énergie fluide, par exemple.

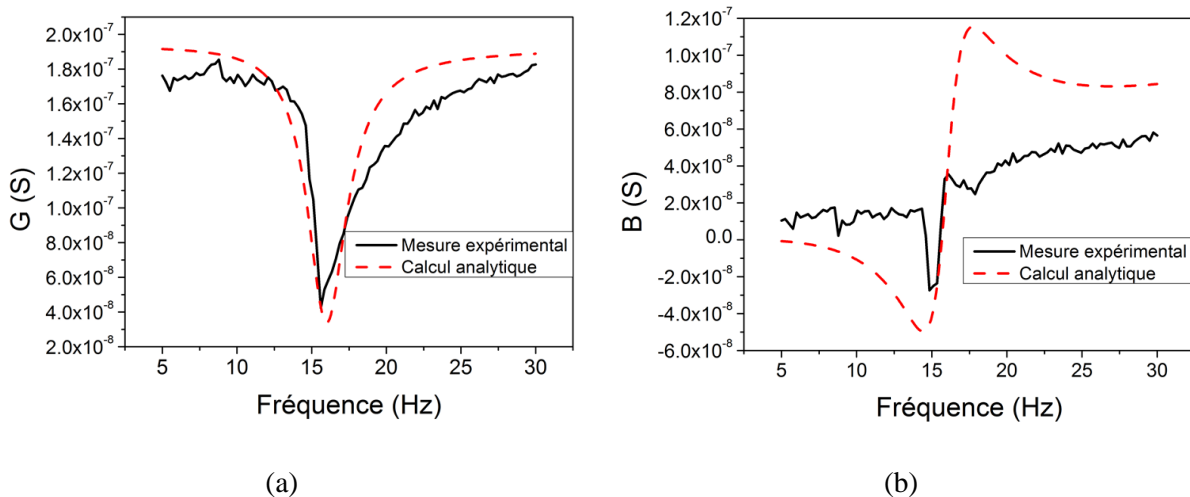


Figure 4.18 : Mesures expérimentales et calcul analytique de l'admittance en fonction de la fréquence de la structure sous vibration à une accélération de 1g.

Un modèle analytique a été développé pour mieux comprendre d'une part l'allure ascendante et descendante de la courbe de susceptance B (Figure 4.18b, phénomène de résonance et antirésonance), et d'autre part la variation importante de la conductance (image de la résistance au repos).

Lorsque la structure est au repos, elle est équivalente à une résistance R_0 en parallèle avec une capacité C_0 . L'admittance mesurée s'exprime alors par $Y = G + jB$ avec la conductance $G = 1/R_0$ et la susceptance $B = C_0\omega$. L'analyseur d'impédance utilise donc la mesure de B et G pour déterminer les valeurs de R_0 et C_0 :

$$R_0 = 1/G \text{ et } C_0 = B/\omega \quad (4.11)$$

Par contre, lorsque la structure est mise sous vibration, ce modèle n'est plus valable. Par exemple, si on fait un balayage en fréquence de l'accélération qui fait vibrer la structure et qu'on fait la mesure pour chaque fréquence, la permittivité, loin de la résonance, va être proportionnelle à la déformation du matériau électrostrictif, elle-même proportionnelle à la force appliquée au bout de la structure et donc à l'accélération. La résistance sera aussi dépendante de la déformation. L'expression de C est déterminée dans le deuxième chapitre (équations 2.6-2.12) comme suivant:

$$C = C_0(1 + k_C \varepsilon_x) \quad (4.12)$$

De même R peut s'exprimer par :

$$R = R_0(1 + k_R \varepsilon_x) \quad (4.13)$$

Avec $k_C = \frac{2EM}{e_{r0}}$ le facteur de jauge capacitif, ε_x la déformation selon l'axe x , M le coefficient d'électrostriction, E le module de Young et e_{r0} la permittivité du matériau électrostrictif. Le facteur de jauge résistif k_R peut avoir une expression complexe pour des composites [12].

La proportionnalité entre la capacité et la déformation (et donc l'accélération) sans déphasage fait que la capacité mesurée par l'appareil via la mesure de l'admittance Y est bien cette capacité C .

A la résonance de la structure, les équations précédentes restent valables mais le lien entre la déformation et l'accélération n'est plus juste un gain réel. Il existe un déphasage en fonction de la fréquence (voir annexe 2). Le lien entre la déformation et l'accélération peut alors s'écrire :

$$\frac{\varepsilon_x}{A_x} = \frac{H_0}{1 + \frac{j f}{Q f_0} - \frac{f^2}{f_0^2}} \quad (4.14)$$

Avec

$$H_0 = \frac{h}{4\pi f_0^2 L^2} \quad (4.15)$$

Où A_x est l'accélération appliquée au support, Q est le facteur de qualité, h est l'épaisseur de la couche électrostrictive, L la longueur de la poutre et f_0 la fréquence de résonance. En reportant l'expression de ε_x ci-dessus, les expressions deviennent :

$$C = C_0 \left(1 + k_C \frac{H_0}{1 + \frac{j f}{Q f_0} - \frac{f^2}{f_0^2}} A_x \right) \quad R = R_0 \left(1 + k_R \frac{H_0}{1 + \frac{j f}{Q f_0} - \frac{f^2}{f_0^2}} A_x \right) \quad (4.16)$$

On ne peut plus parler alors de capacité ou de résistance, puisque leurs expressions sont des nombres complexes et non des réels.

Supposant que l'accélération vaut 1 g. L'admittance proche de la résonance que mesurera l'appareil s'exprime alors comme suit :

$$\begin{aligned}
Y = G + jB &= G_{\text{appareil}} + jB_{\text{appareil}} \\
&= \frac{1}{1 + k_R \frac{H_0}{1 + \frac{jf}{Qf_0} - \frac{f^2}{f_0^2}}} + jC_0\omega \left(1 + k_c \frac{H_0}{1 + \frac{jf}{Qf_0} - \frac{f^2}{f_0^2}} \right) \quad (4.17)
\end{aligned}$$

En posant $A = 1 - \frac{f^2}{f_0^2}$ et $B = \frac{1}{Q} \frac{f}{f_0}$ on obtient :

$$G_{\text{appareil}} = \frac{A^2 + k_R H_0 A + B^2}{R_0 [(A + k_R H_0)^2 + B^2]} + k_c C_0 \omega \frac{H_0 B}{A^2 + B^2} \quad (4.18)$$

Et

$$B_{\text{appareil}} = \frac{k_R H_0 B}{R_0 [(A + k_R H_0)^2 + B^2]} + C_0 \omega \left[1 + k_c \frac{H_0 A}{A^2 + B^2} \right] \quad (4.19)$$

A partir de ces mesures, l'appareil calculera ce qu'il « croit » être R et C du circuit équivalent et on aura :

$$R_{\text{appareil}} = \frac{1}{\frac{A^2 + k_R H_0 A + B^2}{R_0 [(A + k_R H_0)^2 + B^2]} + k_c C_0 \omega \frac{H_0 B}{A^2 + B^2}} \quad (4.20)$$

Et

$$C_{\text{appareil}} = \frac{k_R H_0 B}{R_0 \omega [(A + k_R H_0)^2 + B^2]} + C_0 \left[1 + k_c \frac{H_0 A}{A^2 + B^2} \right] \quad (4.21)$$

Les seules inconnues dans les équations précédentes sont les facteurs de gauge capacitif et résistif. Pour obtenir ces informations importantes qui reflètent notamment le coefficient d'électrostriction en dynamique, les équations ci-dessus ont été utilisées sous Matlab pour faire coïncider les mesures expérimentales de G et B , avec le modèle analytique proposé, et ensuite déduire les valeurs de facteur de gauge capacitif et résistif. Le 'fit', présenté aussi Figure 4.18 avec $k_C = 1000$ and $k_R = 10$ donne une bonne adéquation avec les mesures, surtout pour la mesure de conductance. La valeur élevée de k_c confirme l'excellente performance électromécanique de la transduction électrostrictive en mode dynamique. D'ailleurs, ce résultat est surprenant par rapport aux valeurs obtenues en statique, mais a déjà été observé dans le cas de jauges piézorésistives utilisées en mode dynamique [6]. La permittivité diélectrique de l'échantillon à 3,7wt% de rGO mesurée est de 80 à 100Hz. Le coefficient d'électrostriction peut être déduit à partir du facteur de gauge k_c . M vaut $3,5 \times 10^{-13} \text{ m}^2 \cdot \text{V}^{-2}$, valeur beaucoup plus importante que celle obtenue en statique et dépassant toutes les valeurs trouvées dans la littérature.

4.6.3 Electronique de conditionnement pour conversion électrostatique

Le circuit de conditionnement de puissance joue un rôle essentiel au sein d'un système de récupération d'énergie. Il exerce d'abord un contrôle sur le récupérateur par son impédance d'entrée. De même, il est responsable de l'exécution des fonctions de traitement de puissance telles que la régulation, le filtrage et la rectification. Enfin, il fournit de l'énergie à la charge. Les circuits qui peuvent fournir les principales fonctions de conditionnement de puissance

pour les récupérateurs de l'énergie sur une large gamme de niveaux de puissance ont été décrits dans la littérature [13]. Plus récemment, des circuits fournissant des fonctionnalités avancées, permettent d'influencer activement le comportement du dispositif de récupération par un réglage électrique [14], une pré-polarisation pour des récupérateurs piézoélectriques ou électrostrictifs [15], [16], ou le suivi de la puissance maximale [17].

Au cours du temps, la limite inférieure de puissance a été réduite grâce au développement de circuits de conditionnement de puissance plus intégrés qui fonctionnent à des niveaux de puissance plus faibles [18], [19] et en réduisant les pertes dues aux capacités parasites.

Un circuit de commande électrostatique doit être utilisé pour appliquer des cycles de charge et de décharge électrique synchronisés sur la variation de capacité et récupérer un maximum d'énergie électrique à l'aide d'une structure électrostatique. Plusieurs types de circuits de conditionnement ont ainsi été mis au point pour les transducteurs capacitifs : circuit de conditionnement primitif [20], circuit de conditionnement à charge constante [21], circuit de conditionnement à tension constante [22], pompe de charge avec interrupteurs automatiques (diodes) [23], pompe de charge avec circuit de retour résistif ou inductif [24]. Cette partie du projet a été menée dans le cadre de l'ANR ELENA. Nous ferons ici des premiers tests avec un circuit primitif, puis nous nous intéressons au circuit de pompe de charge avec un circuit de retour inductif. L'équipe puissance du Laboratoire IMS a été en charge du développement de ce circuit.

Les paragraphes suivants détaillent le principe de fonctionnement de ces deux circuits de conditionnement utilisés au cours de ce projet.

4.6.3.1 Circuit primitif

Le circuit primitif se compose d'un grand condensateur réservoir C_{res} préchargé, un condensateur de capacité variable beaucoup plus faible C_{var} et d'une résistance de charge R_{charge} (Figure 4.19) [25]. Quand C_{var} varie, un flux de charges se crée entre C_{res} et C_{var} , et son intensité dépend de la valeur de la résistance. Le courant qui traverse la résistance dissipe de l'énergie, et cette résistance est à son tour alimentée par l'énergie mécanique extraite de la variation de C_{var} .

Le fonctionnement de ce circuit est basé sur l'hypothèse selon laquelle la somme des charges de C_{res} et C_{var} est constante dans le temps. En d'autres termes, nous supposons qu'il n'y a pas de fuites sur ces condensateurs, ce qui n'est évidemment pas réaliste. A cet inconvénient majeur s'ajoutent deux inconvénients secondaires du circuit. Tout d'abord, ce circuit ne peut pas augmenter la tension de la pré-charge de C_{res} . Il est connu que les transducteurs capacitifs (électrostrictifs) ont souvent besoin de tensions de polarisation assez élevées pour être efficaces (des dizaines de volts), tandis que les tensions initialement disponibles sont généralement faibles (quelques volts). Cette architecture ne comporte pas le mécanisme qui permet une augmentation de la tension de polarisation à partir d'un faible niveau initial. Le second inconvénient est la tension alternative d'alimentation de la charge. En conséquence, une rectification est nécessaire. Cependant, ce circuit peut être utile dans des tests de

laboratoire, par exemple dans la caractérisation des transducteurs fabriqués. Dans ce cas, C_{res} peut être remplacée par une source de tension continue.

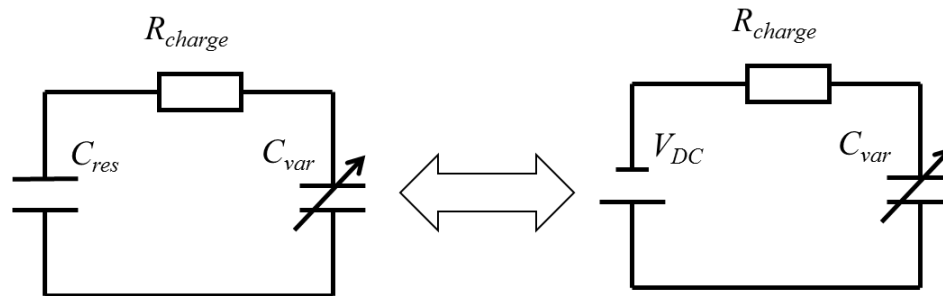


Figure 4.19 : Circuit de commande primitif pour transducteur électrostatique

4.6.3.2 Circuit de pompe de charge

L'emploi de la pompe de charge dans le circuit de conditionnement de l'énergie a été initialement proposé par S. Roundy [26]. Cette solution élimine le problème du contrôle du flux de charge vers et à partir de la capacité variable. Une pompe de charge est constituée de deux diodes et de trois condensateurs : un grand condensateur réservoir C_{res} , un condensateur de stockage temporaire C_{store} d'une taille plus petite, et un condensateur C_{var} variable variant entre C_{min} et C_{max} (Figure 4.20). L'état initial de la pompe de charge est défini comme suit : les trois condensateurs sont préchargés à une tension V_0 , de sorte que $V_{res} = V_{var} = V_{store} = V_0$, et le transducteur variable contenant une charge Q_0 commence à varier jusqu'à sa valeur maximale possible C_{max} . Quand toutes les tensions de nœud sont égales, les diodes D_1 et D_2 sont toutes deux hors tension.

Lorsque C_{var} est à C_{max} , la diode D_1 est passante, et les charges sont transférées de C_{var} à C_{res} . Lorsque la capacité diminue, les deux diodes sont bloquées. Etant donné que C_{var} est électriquement isolé, sa charge est constante et la diminution de la capacité se traduit par une augmentation de sa tension. Quand C_{var} est à C_{min} , la diode D_2 est polarisée en direct et les charges "sous tension" de C_{var} sont "pompées" par un petit condensateur de stockage C_{store} , qui est plus grand que C_{var} mais beaucoup plus petit que C_{res} .

Les vibrations mécaniques qui ont accompli un travail sur le condensateur du transducteur provoquent une augmentation de l'énergie totale stockée dans le système ce qui correspond à l'augmentation de la tension sur C_{store} par rapport à C_{res} . Après plusieurs cycles de pompe de charge, le condensateur de stockage sature éventuellement ce qui signifie qu'il ne peut pas recevoir des charges de C_{res} . Par la suite, une méthode de retour d'une partie de la charge de C_{store} à C_{res} doit être utilisée.

Les objectifs du circuit de retour sur la base d'une conversion « Buck DC-DC », parfois appelé "circuit flyback" sont : de permettre le retour de la pompe de charge à un état qui correspond à une puissance maximale de la récolte et de transférer l'énergie accumulée dans le domaine mécanique stockée dans la restauration du système à C_{res} . Le circuit de retour est composé d'un interrupteur SW_1 , une inductance L_1 , une diode D_3 et un transformateur. Ce circuit, bien que très performant, n'a pas pu être implémenté au cours du projet.

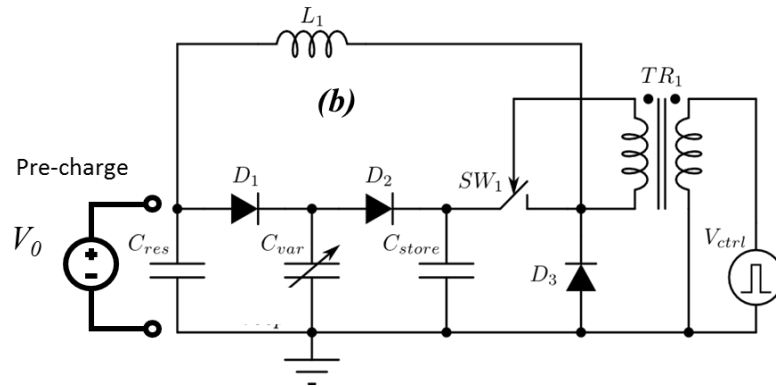


Figure 4.20 : Circuits de commande pour transducteur électrostatique : pompe de charge avec circuit de retour inductif [27]

4.6.4 Loi de la variation de la capacité par rapport au cycle mécanique.

En vibration, la loi de la variation de la capacité variable C_{var} de notre transducteur dépend de la déformation $\varepsilon_x(t)$ (induite par une déflexion verticale $z(t)$ de la structure et des caractéristiques des matériaux électrostrictifs). Cependant, pour ce type de structure et pour une période de vibration, nous supposons toujours que le transducteur ne pourra subir qu'un seul maximum local et un minimum local (C_{max} et C_{min}).

Un transducteur capacitif classique est caractérisé par la relation entre la position de l'électrode mobile x et la valeur de sa capacité $C_{var}(x)$. Cette fonction dépend de la géométrie du transducteur : le plus souvent c'est une capacité plane dont une des électrodes se déplace parallèlement ou dans le sens normal par rapport aux plans. La Figure 4.21 présente trois caractéristiques typiques des transducteurs capacitifs : une caractéristique hyperbolique obtenue pour un transducteur à rapprochement normal des électrodes, une caractéristique linéaire obtenue pour un transducteur à mouvement parallèle de l'électrode mobile, et une caractéristique de type "dent de scie" obtenue pour un transducteur à mouvement parallèle et à plusieurs segments.

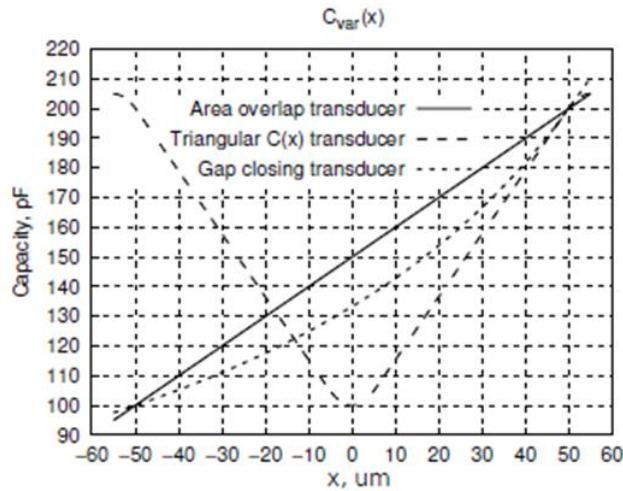


Figure 4.21 : Exemples de variation de la capacité C_{var} par rapport au déplacement $x(t)$ de la masse sismique, issu de [28]

En mode statique, nous avons remarqué que la compression (déflexion la micropoutre dirigée vers le haut) et l'extension (déflexion de la micropoutre vers le bas) du matériau électrostrictif provoquent systématiquement une diminution de la capacité mais à des degrés divers. Alors que la capacité du transducteur est maximale (C_{max}) lorsque la micropoutre est à son état initial, à chaque mouvement vers le haut ou vers le bas de vibration, on ne mesure que des valeurs de C_{var} inférieures à C_{max} , notées C_{min1} et C_{min2} pour les 2 positions extrêmes (Figures 4.22a et b). Le mouvement reste périodique comme l'accélération, avec cependant, pour chaque période de l'accélération, deux passages par la valeur C_{max} , alors que 2 minima C_{min1} et C_{min2} sont observés. Ce principe de fonctionnement, bien que contrintuitif, a déjà été observé à l'échelle macroscopique.

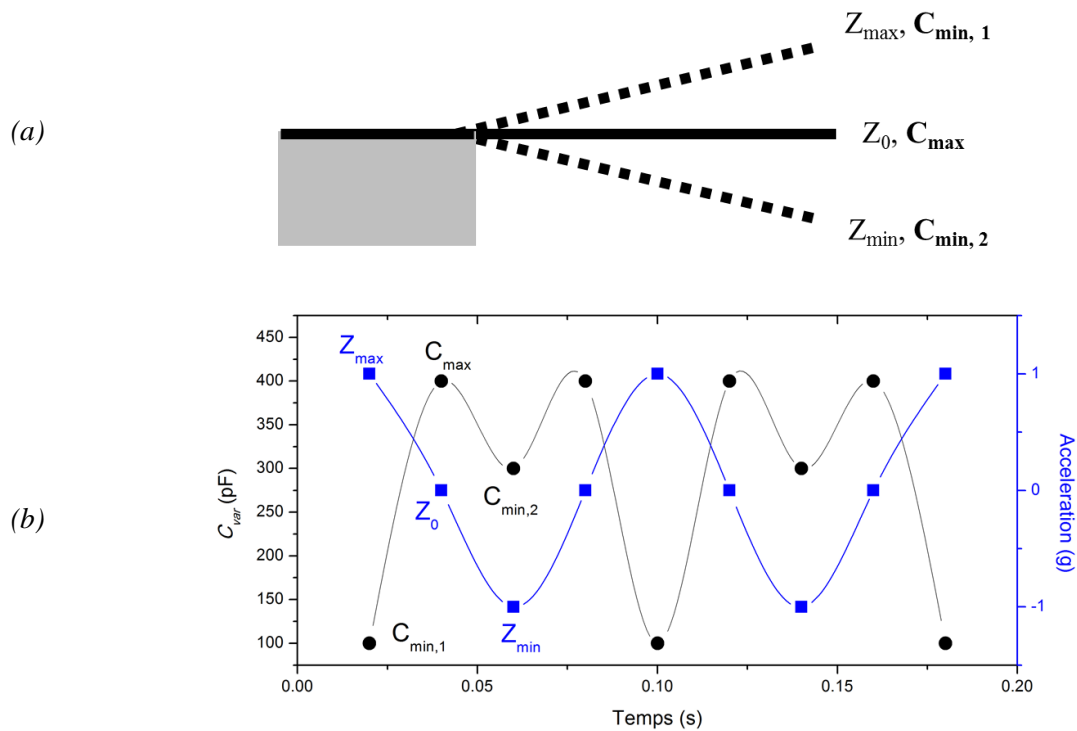


Figure 4.22 : (a) Schéma d'une micropoutre en vibration montrant les trois positions et les valeurs de capacité associées (b) cycle de variation de la capacité par rapport au cycle de vibration mécanique

4.6.5 Test de récupération d'énergie avec circuit primitif

Le MEMS électrostrictif a été relié à une résistance de charge et à une source de tension continue externe de 20V, afin d'évaluer la puissance récupérée par nos dispositifs MEMS résonants. La tension de sortie est mesurée par un oscilloscope (Tektronix - DPO4054B) aux bornes de la résistance de charge une fois la structure mise sous vibration mécanique. Le circuit électrique équivalent est présenté figure 4.23.

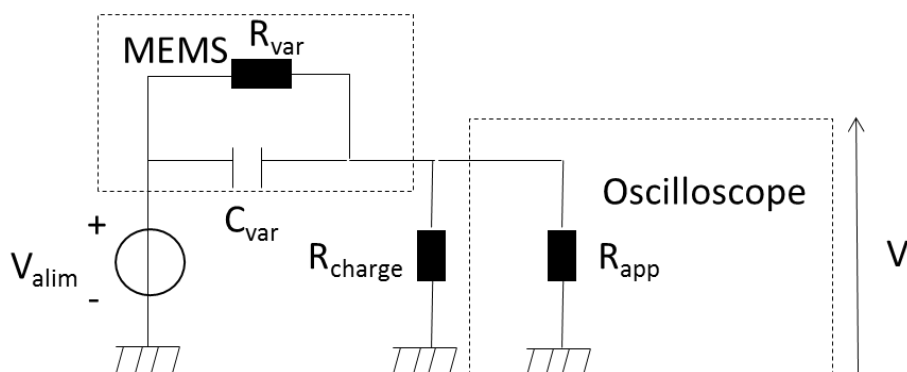


Figure 4.23 : Montage équivalent d'un circuit de commande primitive

La résistance de charge étant mise en parallèle avec la résistance de l'appareil de $1M\Omega$, cette dernière ne peut pas être négligeable. On définit alors la résistance de mesure R par :

$$R = \frac{R_{charge}R_{app}}{R_{charge} + R_{app}} \quad (4.22)$$

A $t=0$, le circuit est alimenté par une tension continue et la structure est mise sous vibration.

L'oscilloscope mesure alors une tension continue induite par V_{alim} et aussi une tension sinusoïdale liée aux vibrations de la structure.

Par un bilan des puissances, on peut montrer qu'en régime continu (DC), la puissance fournie par l'alimentation P_{alim} est dissipée par effet Joule dans la résistance R_0 de la structure électrostrictive MEMS qui possède des fuites, mais aussi côté oscilloscope, dans la résistance équivalente R . Par ailleurs, en régime alternatif (AC), la puissance dissipée dans R_0 est perdue, alors qu'on pourra récupérer la puissance dissipée dans R . La puissance perdue dans le circuit s'exprime alors comme suit :

$$P_{perd} = P_{alim} + P_{MEMS} = \frac{V_{alim}^2}{R_0 + R} + \frac{V_{eff}^2}{R_0} \quad (4.23)$$

Et la puissance récupérable:

$$P_{recup} = \frac{V_{eff}^2}{R} \quad (4.24)$$

La puissance de sortie finale sera alors :

$$P_{final} = P_{recup} - P_{perd} \quad (4.25)$$

La structure trapézoïdale incluant une masse sismique optimale, qui possède la variation de capacité la plus élevée (3,7 wt%) a été testée pour déterminer la puissance de sortie qui peut être récupérée. Elle est mise sous vibration avec une accélération de 1 g. La fréquence de vibration est fixée à la résonance mécanique de la structure (17 Hz). Le matériau est chargé par une tension de 20 V. La mesure aux bornes de la résistance de charge est représentée Figure 4.24. Une structure référence de PDMS pur est également testée dans les mêmes conditions de mesure. Les deux graphes montrent définitivement la présence d'une tension alternative de sortie apparaissant pour la structure électrostrictive. La forme du signal de sortie valide l'hypothèse présentée dans le paragraphe précédent, avec pour chaque période mécanique (courbe bleue) deux périodes électriques (courbe noire).

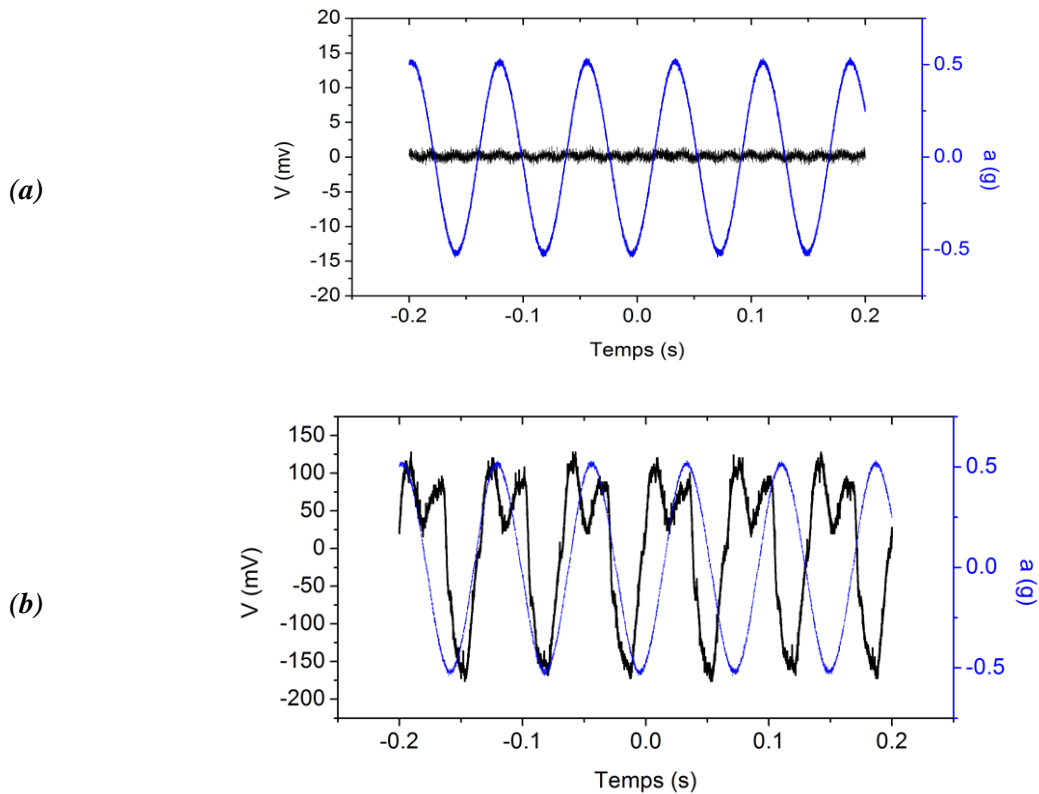


Figure 4.24 : Tests de récupération d'énergie avec le circuit primitif (a) tension de sortie et accélération mécanique en fonction du temps pour une structure référence de PDMS pur (b) tension de sortie et accélération mécanique en fonction du temps pour la structure PDMS/rGO (3,7wt%)

La puissance de sortie dépend de la résistance de charge R_{charge} qu'il faut optimiser pour récupérer le maximum de puissance. La résistance de charge fixe est remplacée par une boîte de résistance variable pour cette étude. Des mesures successives sont faites avec des valeurs de R_{charge} variant entre 10 K Ω à 11 M Ω . La Figure 4.25a montre l'existence d'une résistance de charge optimale ($R_{optimal} = 166$ k Ω) pour laquelle une puissance maximale de 58 nW à 1 g est générée. Les dimensions de la micropoutre trapézoïdale sont 10 mm de longueur, 5 mm de largeur de large base, 2 mm de largeur de petite base et 100 μ m d'épaisseur, en plus de la masse sismique de dimension 4 \times 2 \times 0,3mm³. Prenant en compte l'ensemble de ces éléments, le micro dispositif fournit une densité de puissance de 8,15 μ W/cm³ à 1 g. Pour ce calcul, seul le volume de la micropoutre a été pris en compte et non le volume de déplacement de la structure. Ce microgénérateur électrostrictif original est ainsi un bon candidat pour des applications de récupération d'énergie.

En outre, la Figure 4.25b montre une augmentation de la puissance de sortie avec l'amplitude du déplacement de la microstructure, où la plus grande puissance est mesurée à la résonance, comme attendu. La mesure est faite en appliquant une tension continue de 20 V avec résistance de charge de 200 k Ω et une accélération de 1 g. La courbe montre que, loin de la résonance mécanique (17 Hz) de la structure, la puissance récupérée est nulle alors que proche de la résonance, l'énergie vibratoire peut être récupérée. Enfin, on observe une augmentation de la puissance de sortie variant linéairement avec l'accélération du support

avec une pente de environ 34 nW/g pour une résistance de charge de 250 KΩ et une tension de polarisation de 20V (Figure 4.25c). L'électrostriction est généralement définie comme un couplage quadratique entre la déformation et la polarisation (Chapitre 1). Si le polymère électrostrictif est soumis à un champ électrique de polarisation continue, le courant induit par la vibration de la structure est donné par Meddad et al par la relation suivante [29] :

$$I = 2MEV_{DC} \int \frac{\partial \varepsilon}{\partial t} dS \quad (4.26)$$

Avec M le coefficient d'électrostriction, E le module de Young, V_{DC} la tension continue appliquée au matériau, ε la déformation du matériau et S correspond à la surface du polymère. Cette expression décrit la fonction expérimentale de la réponse en courant du matériau pour une déformation et un champ électrique appliqué. En effet, lorsqu'un champ électrique est appliqué à toute matière, il détermine le déplacement de la charge qui conduit à des champs de déformations induits. C'est ce qui est clairement montré Figure 4.25 d'où la puissance de sortie augmente aussi avec la tension continue appliquée.

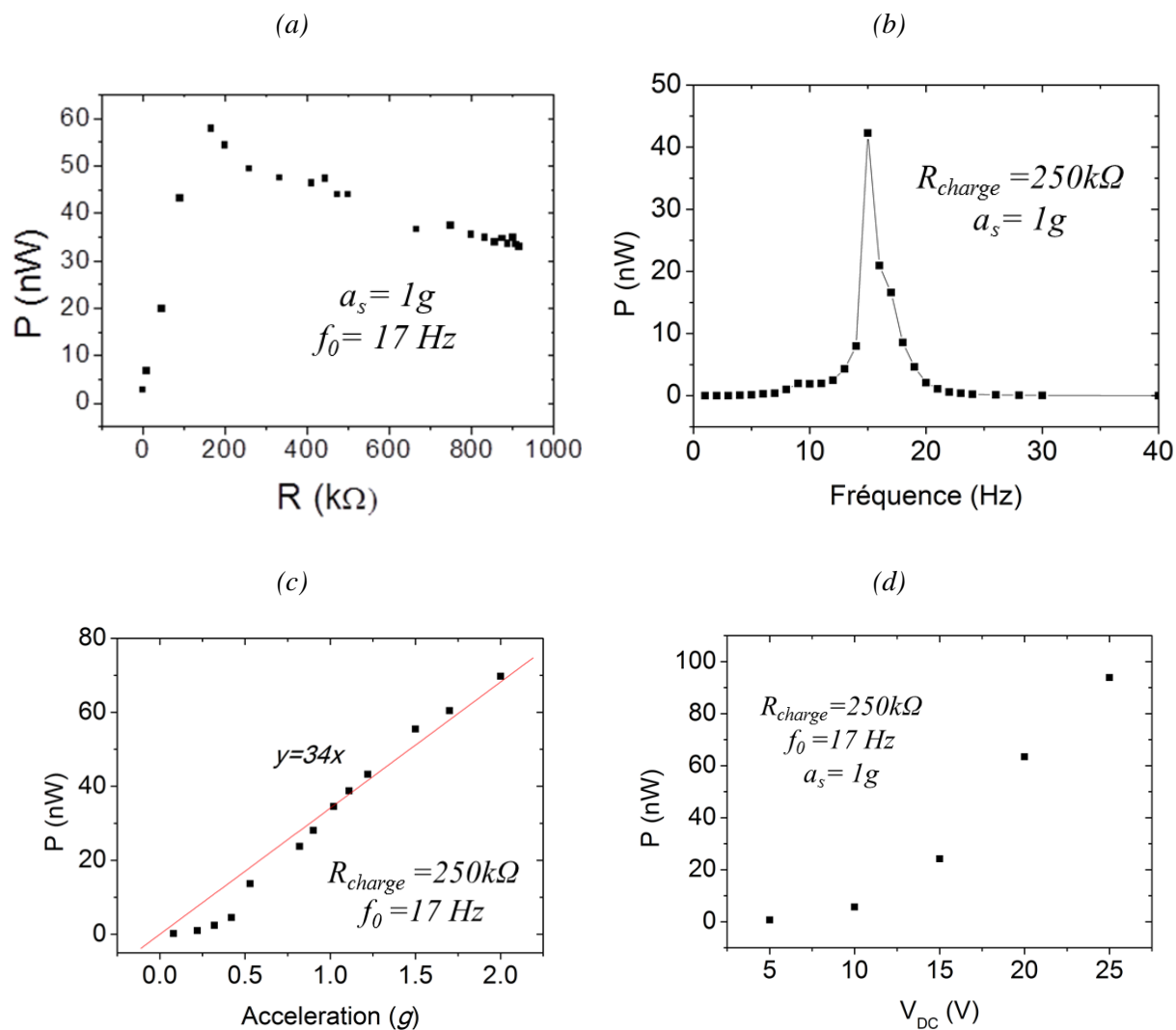


Figure 4.25 : Puissance de sortie du générateur MEMS électrostrictif (a) en fonction de la résistance de charge à la fréquence de résonance avec une accélération de support appliquée de 1 g; (b) en fonction de la fréquence avec une accélération du support appliquée de 1 g et une résistance de charge fixe à 200 k Ω ; (c) en fonction de l'accélération du support à la fréquence de résonance et une résistance de charge fixe à 200 k Ω (d) en fonction de la tension continue à la fréquence de résonance et avec une accélération de 1 g

4.7 Conclusion

L'utilisation des matériaux nanocomposites dans le domaine de la récupération d'énergie est très avantageuse et l'ajout des nanoparticules conductrices se traduit par une augmentation de l'énergie récupérée. Les matériaux nanocomposites à base de graphène et du PDMS sont utilisés pour la récupération de l'énergie ; ils sont caractérisés par un coefficient élevé électrostrictif ($3,5 \times 10^{-13} \text{ m}^2/\text{V}^2$) et une constante diélectrique géante (allant de 10-1000 à 100 Hz). Le présent travail montre l'une des premières applications d'électrostriction comme méthode de transduction pour les dispositifs MEMS pour la récupération d'énergie. Nous avons intégré ce matériau dans des micropoutres trapézoïdales organiques avec une masse sismique à l'extrémité ce qui permet une déformation élevée sur la face supérieure, en raison de plus grandes capacités de déplacement, par rapport aux MEMS silicium ou micropoutres organiques de forme classique. La faible fréquence de résonance des microleviers trapézoïdaux fabriqués associée à une électrostriction efficace rend ces dispositifs appropriés pour la récupération d'énergie.

Tableau 4.2 : Comparaison entre la densité de puissance récupérée par notre structure et la densité de puissance récupérée par des matériaux électrostrictifs classiques

	Polymère électrostrictif	Densité de puissance ($\mu\text{W}/\text{cm}^3$)
[30]	PU	1,11
[30]	PU/PANI 2 wt%	1,54
[31]	P(VDF-TrFE-CFE)	280,00
Notre microgénérateur MEMS	PDMS/rGO 3,7wt%	8,15
<i>PU: Polyurethane, PANI : polyaniline conducteur</i>		

La structure ayant une concentration de 3,7 wt% de rGO obtient la meilleure réponse électromécanique en mode dynamique. Les micropoutres fabriquées présentent d'excellentes performances électromécaniques en mode dynamique avec un facteur de jauge capacitif de 1000 pour une accélération de 1 g. Avec cette accélération, l'expérience de vibration au premier mode de résonance de la poutre trapézoïdale optimisée ($\approx 17\text{Hz}$) génère une puissance électrique de 58 nW. Ce microgénérateur électrostrictif original, réalisé à faible coût dans une approche tout organique, est un excellent candidat pour des applications de récupération d'énergie, en fournissant une densité de puissance de $8.15 \mu\text{W} / \text{cm}^3$ à 1 g grâce à l'effet électrostrictif géant de rGO/PDMS et à la structure trapézoïdale optimisée. En comparant avec des matériaux électrostrictifs standards tels que le polyuréthane et le P(VDF-TrFE-CFE), le tableau 2 montre que la densité de puissance récupérée par notre structure est du même ordre de grandeur et parfois beaucoup plus grande que la densité de puissance des matériaux électrostrictifs classiques, sachant que notre matériau n'a pas besoin d'une pré-polarisation

sous champ électrique élevée avant utilisation, ce qui est un avantage pour la récupération d'énergie.

4.8 Annexe

4.8.1 Annexe1 : Expression de la tension V_s de sortie du demi-pont de Wheatstone (paragraphe 2.1)

La tension V_s qui est mesurée par l'analyseur gain/phase peut s'exprimer par :

$$\begin{aligned} V_s &= \frac{Z_{app}}{Z_{app} + \frac{Z_{comp}Z_{elec}}{Z_{comp} + Z_{elec}}} E_{eq} = \frac{Z_{app}}{Z_{app} + \frac{Z_{comp}Z_{elec}}{Z_{comp} + Z_{elec}}} \left[E_1 \frac{Z_{elec}}{Z_{comp} + Z_{elec}} - E_2 \frac{Z_{comp}}{Z_{comp} + Z_{elec}} \right] \\ &= \frac{Z_{app}(E_1 Z_{elec} - E_2 Z_{comp})}{Z_{app}(Z_{comp} + Z_{elec}) + Z_{comp}Z_{elec}} \end{aligned}$$

Cette tension est composée d'une tension continue V_{s0} et une variable v_s lorsque Z_{elec} change, avec Z_0 sa valeur au repos et z sa variation.

$$V_{s0} = \frac{Z_{app}(E_1 Z_0 - E_2 Z_{comp})}{Z_{app}(Z_{comp} + Z_0) + Z_{comp}Z_0} \quad (4.27)$$

Et :

$$\begin{aligned} v_s &= \frac{Z_{app}(E_1 Z_0 - E_1 z - E_2 Z_{comp})}{Z_{app}(Z_{comp} + Z_0) + Z_{comp}Z_0 + Z_{comp}z} - \frac{Z_{app}(E_1 Z_0 - E_2 Z_{comp})}{Z_{app}(Z_{comp} + Z_0) + Z_{comp}Z_0} \\ &= \frac{E_1 Z_{app} + E_2 (Z_{app} + Z_{comp})}{[Z_{app}(Z_{comp} + Z_0) + Z_{comp}Z_0]^2} Z_{comp} Z_{app} z \end{aligned} \quad (4.28)$$

La sensibilité du montage est maximum pour une impédance Z_{comp} telle que $\frac{d(\frac{v_s}{z})}{dZ_{comp}} = 0$.

$$\begin{aligned} &\frac{d(\frac{v_s}{z})}{dZ_{comp}} \\ &= Z_{app} \left\{ \left[-\frac{E_2 [2Z_{app}^2 + Z_0 Z_{app} + Z_{app} Z_{comp} + Z_0 Z_{comp}] + E_1 [2Z_{app}^2 + 2Z_0 Z_{app}]}{[Z_{app}(Z_{var} + Z_0) + Z_{var}Z_0]^3} \right] Z_{comp} \right. \\ &\quad \left. + \frac{[E_1 Z_{app} + E_2 (Z_{app} + Z_{comp})][Z_{app}(Z_{comp} + Z_0) + Z_{comp}Z_0]}{[Z_{app}(Z_{comp} + Z_0) + Z_{comp}Z_0]^3} \right\} = 0 \end{aligned}$$

Alors :

$$Z_{Comp,opt} = Z_0 Z_{app} \frac{E_1 + E_2}{Z_{app}(E_1 + E_0) + Z_0 (E_1 + E_2)}$$

On peut déduire S en remplaçant Z_{comp} par $Z_{comp,optimal}$:

$$\left. \frac{v_s}{z} \right|_{opt} = \frac{Z_{app}(E_1 + E_2)^2}{4Z_0 [Z_{app}(E_2 + E_1) + Z_0 E_1]}$$

On pourrait de même chercher la tension E_2 qui permet d'avoir la plus grande sensibilité telle que : $\frac{d(v_s/z)_{opt}}{dE_2} = 0$.

$$\frac{d\left(\frac{v_s}{z}\right)_{opt}}{dE_2} = \frac{Z_{app}(E_1 + E_2)}{4Z_0} \frac{Z_{app}(E_2 + E_1) + 2Z_0 E_1}{[Z_{app}(E_1 + E_2) + Z_0 E_1]^2}$$

Si l'impédance du capteur est une résistance R_0 fixe en parallèle avec une capacité variable $C=C_0+c$, la capacité C_0 étant la capacité au repos et c la partie variable, alors l'impédance totale Z s'écrit :

$$\begin{aligned} Z_{elec} &= \frac{\frac{R_0}{j(C_0+c)\omega}}{R_0 + \frac{1}{j(C_0+c)\omega}} = \frac{R_0}{1 + jR_0(C_0 + c)\omega} = \frac{R_0}{(1 + jR_0 C_0 \omega) \left(1 + \frac{jR_0 c \omega}{1 + jR_0 C_0 \omega}\right)} \\ &= \frac{R_0}{(1 + jR_0 C_0 \omega)} \left(1 - \frac{jR_0 c \omega}{1 + jR_0 C_0 \omega}\right) = \frac{R_0}{(1 + jR_0 C_0 \omega)} - \frac{jR_0^2 c \omega}{(1 + jR_0 C_0 \omega)^2} \end{aligned}$$

4.8.2 Annexe 2 : Proportionnalité entre accélération et déformation (paragraphe 6.2)

L'équation différentielle qui relie la déflexion en bout de structure w_L à l'accélération du support a_s s'écrit :

$$M_{eff} \ddot{w}_L + \eta \dot{w}_L + k w_L = M_{eff} a_s$$

Donc dans le domaine fréquentiel :

$$-M_{eff} \omega^2 W_L + j\omega \eta W_L + k W_L = M_{eff} A_s$$

Donc :

$$W_L = \frac{M_{eff}}{-M_{eff} \omega^2 + j\omega \eta + k} A_s = \frac{\frac{M_{eff}}{k}}{1 + j\omega \frac{\eta}{k} - \frac{M_{eff}}{k} \omega^2} A_s$$

En introduisant la fréquence naturelle, $f_0 = \frac{1}{2\pi} \sqrt{\frac{k}{M_{eff}}}$ et le facteur de qualité

$$Q = \frac{1}{2\xi} = \frac{\sqrt{kM_{eff}}}{\eta}, \text{ il vient :}$$

$$W_L(f) = \frac{A_s}{4\pi^2 f_0^2} \frac{1}{1 + j \frac{f}{Qf_0} - \frac{f^2}{f_0^2}}$$

Dans le cas d'une structure de type 'triangle', si on suppose que la déflexion à la résonance est comme la déflexion en statique obtenue par une force en bout de structure, alors la déformation en surface de la structure s'écrit :

$$\varepsilon_x = \frac{h}{2R} = \frac{h}{2} \frac{d^2 w}{dx^2} = \frac{h}{2} \frac{12FL}{Eb_0 h^3} = \frac{h}{2} \frac{2w_L}{L^2} = \frac{hw_L}{L^2}$$

Alors la fonction de transfert entre la déformation en surface et l'accélération du support est :

$$\frac{\varepsilon_x(f)}{A_s} = \frac{h}{4\pi^2 f_0^2 L^2} \frac{1}{1 + j \frac{f}{Qf_0} - \frac{f^2}{f_0^2}}$$

4.9 Références

- [1] M. Kim, M. Hoegen, J. Dugundji, and B. L. Wardle, “Modeling and experimental verification of proof mass effects on vibration energy harvester performance,” *Smart Mater. Struct.*, vol. 19, no. 4, p. 045023, 2010.
- [2] L. G. W. Tvedt, D. S. Nguyen, and E. Halvorsen, “Nonlinear behavior of an electrostatic energy harvester under wide- and narrowband excitation,” *J. Microelectromechanical Syst.*, vol. 19, no. 2, pp. 305–316, 2010.
- [3] A. Ferreira *et al.*, “Effect of filler dispersion on the electromechanical response of epoxy/vapor-grown carbon nanofiber composites,” *Smart Mater. Struct.*, vol. 21, no. 7, p. 075008, 2012.
- [4] A. B. Kaiser, V. Skakalova, and S. Roth, “Modelling conduction in carbon nanotube networks with different thickness, chemical treatment and irradiation,” *Phys. E Low-Dimens. Syst. Nanostructures*, vol. 40, no. 7, pp. 2311–2318, 2008.
- [5] K.-H. Müller, J. Herrmann, B. Raguse, G. Baxter, and T. Reda, “Percolation model for electron conduction in films of metal nanoparticles linked by organic molecules,” *Phys. Rev. B*, vol. 66, no. 7, p. 075417, 2002.
- [6] D. Thuau, C. Ayela, E. Lemaire, S. Heinrich, P. Poulin, and I. Dufour, “Advanced thermo-mechanical characterization of organic materials by piezoresistive organic resonators,” *Mater. Horiz.*, vol. 2, no. 1, pp. 106–112, 2015.
- [7] Y.-H. Lin *et al.*, “TRI-LAYERED CERAMIC-METAL-POLYMER MICROCANTILEVERS WITH DRAMATICALLY ENHANCED THERMAL SENSITIVITY,” *Des. Nanoscale Responsive Polym. Film Sens. Appl.*, p. 100, 2007.
- [8] Y. Shang, X. Ye, J. Feng, H. Zhou, and Y. Wang, “Fabrication and characterization of a polymer/metal bimorph microcantilever for ultrasensitive thermal sensing,” *IEEE Sens. J.*, vol. 14, no. 4, pp. 1304–1312, 2014.
- [9] R. D. Blevins and R. Plunkett, “Formulas for natural frequency and mode shape,” *J. Appl. Mech.*, vol. 47, p. 461, 1980.
- [10] S. Meninger, J. O. Mur-Miranda, R. Amirtharajah, A. Chandrakasan, and J. H. Lang, “Vibration-to-electric energy conversion,” *IEEE Trans. Very Large Scale Integr. VLSI Syst.*, vol. 9, no. 1, pp. 64–76, février 2001.
- [11] S. Meninger, J. O. Mur-Miranda, R. Amirtharajah, A. P. Chandrakasan, and J. H. Lang, “Vibration-to-electric energy conversion,” *Very Large Scale Integr. VLSI Syst. IEEE Trans. On*, vol. 9, no. 1, pp. 64–76, 2001.
- [12] H. Moreira *et al.*, “Electron transport in gold colloidal nanoparticle-based strain gauges,” *Nanotechnology*, vol. 24, no. 9, p. 095701, 2013.
- [13] G. D. Szarka, B. H. Stark, and S. G. Burrow, “Review of power conditioning for kinetic energy harvesting systems,” *IEEE Trans. Power Electron.*, vol. 27, no. 2, pp. 803–815, 2012.
- [14] A. Cammarano, S. G. Burrow, D. A. W. Barton, A. Carrella, and L. R. Clare, “Tuning a resonant energy harvester using a generalized electrical load,” *Smart Mater. Struct.*, vol. 19, no. 5, p. 055003, 2010.
- [15] D. Guyomar, A. Badel, E. Lefeuvre, and C. Richard, “Toward energy harvesting using active materials and conversion improvement by nonlinear processing,” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 52, no. 4, pp. 584–595, 2005.

- [16] J. Dicken, P. D. Mitcheson, I. Stoianov, and E. M. Yeatman, "Power-extraction circuits for piezoelectric energy harvesters in miniature and low-power applications," *IEEE Trans. Power Electron.*, vol. 27, no. 11, pp. 4514–4529, 2012.
- [17] P. P. Proynov, G. D. Szarka, B. H. Stark, and N. McNeill, "The effect of switching frequency, duty ratio, and dead times on a synchronous boost rectifier for low power electromagnetic energy harvesters," in *2012 Twenty-Seventh Annual IEEE Applied Power Electronics Conference and Exposition (APEC)*, 2012, pp. 667–674.
- [18] D. Maurath, P. F. Becker, D. Spreemann, and Y. Manoli, "Efficient energy harvesting with electromagnetic energy transducers using active low-voltage rectification and maximum power point tracking," *IEEE J. Solid-State Circuits*, vol. 47, no. 6, pp. 1369–1380, 2012.
- [19] Y. Gao, D. I. Made, S.-J. Cheng, M. Je, and C.-H. Heng, "An energy-autonomous piezoelectric energy harvester interface circuit with 0.3 V startup voltage," in *Solid-State Circuits Conference (A-SSCC), 2013 IEEE Asian*, 2013, pp. 445–448.
- [20] P. Basset, D. Galayko, A. M. Paracha, F. Marty, A. Dudka, and T. Bourouina, "A batch-fabricated and electret-free silicon electrostatic vibration energy harvester," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 19, no. 11, p. 115025, 2009.
- [21] S. Meninger, J. O. Mur-Miranda, R. Amirtharajah, A. P. Chandrakasan, and J. H. Lang, "Vibration-to-electric energy conversion," *Very Large Scale Integr. VLSI Syst. IEEE Trans. On*, vol. 9, no. 1, pp. 64–76, 2001.
- [22] E. O. Torres and G. A. Rincón-Mora, "Electrostatic energy harvester and Li-Ion charger circuit for micro-scale applications," in *Circuits and Systems, 2006. MWSCAS'06. 49th IEEE International Midwest Symposium on*, 2006, vol. 1, pp. 65–69.
- [23] S. Roundy, P. K. Wright, and K. S. Pister, "Micro-electrostatic vibration-to-electricity converters," in *ASME 2002 International Mechanical Engineering Congress and Exposition*, 2002, pp. 487–496.
- [24] B. C. Yen and J. H. Lang, "A variable-capacitance vibration-to-electric energy harvester," *Circuits Syst. Regul. Pap. IEEE Trans. On*, vol. 53, no. 2, pp. 288–295, 2006.
- [25] P. Basset, D. Galayko, A. M. Paracha, F. Marty, A. Dudka, and T. Bourouina, "A batch-fabricated and electret-free silicon electrostatic vibration energy harvester," *J. Micromechanics Microengineering*, vol. 19, no. 11, p. 115025, 2009.
- [26] S. Roundy, P. K. Wright, and K. S. Pister, "Micro-electrostatic vibration-to-electricity converters," in *ASME 2002 International Mechanical Engineering Congress and Exposition*, 2002, pp. 487–496.
- [27] B. C. Yen and J. H. Lang, "A variable-capacitance vibration-to-electric energy harvester," *IEEE Trans. Circuits Syst. Regul. Pap.*, vol. 53, no. 2, pp. 288–295, 2006.
- [28] A. Dudka, "étude, optimisation et implémentation en silicium du circuit de conditionnement intelligent haute-tension pour le système de récupération électrostatique d'énergie vibratoire," Paris 6, 2014.
- [29] M. Meddad, A. Eddiai, A. Hajjaji, Y. Boughaleb, D. Guyomar, and M. Fliyou, "Optimization of the energy harvested by the effect of strain and frequency on an electrostrictive polymer composite," *Synth. Met.*, vol. 188, pp. 72–76, 2014.
- [30] D. Jaah, C. Putson, and N. Muensit, "Enhanced strain response and energy harvesting capabilities of electrostrictive polyurethane composites filled with conducting polyaniline," *Compos. Sci. Technol.*, vol. 122, pp. 97–103, 2016.

- [31] P.-J. Cottinet *et al.*, “Analysis of AC-DC conversion for energy harvesting using an electrostrictive polymer P (VDF-TrFE-CFE),” *IEEE Trans. Ultrason. Ferroelectr. Freq. Control*, vol. 58, no. 1, pp. 30–42, 2011.

Conclusion générale

A cours de ce travail de thèse, une solution alternative de MEMS efficaces dans le domaine de la récupération d'énergie vibratoire ambiante a été proposée. Le premier objectif a été d'augmenter la densité de puissance générée par un générateur électrostatique en utilisant les propriétés physiques de matériaux électrostrictifs dont les variations de capacité liées aux variations de permittivité sous déformation peuvent être clairement supérieures à celles obtenues par des changements de géométrie. Des nanocomposites polymères électrostrictifs en réseaux de quasi-percolation ont été utilisés. Le choix s'est porté sur l'oxyde de graphène réduit (rGO) utilisé en tant que charges conductrices, dispersées dans une matrice PDMS qui est un élastomère diélectrique souple et déformable. Ces nanocomposites originaux, caractérisés par un fort coefficient électrostrictif ($3,5 \cdot 10^{-13} \text{ m}^2 / \text{V}^2$) et une constante diélectrique géante variant de 10 à 1000 à 100 Hz, présentent des valeurs élevées par rapport aux matériaux électrostrictifs à base de CNTs et aux polymères diélectriques purs tels que le P(VDF-TrFE-CFE) et le PU.

En premier lieu, un convertisseur mécanique-mécanique représentant une partie du système de récupération d'énergie vibratoire a été développé. Les simulations par éléments finis associées à des calculs analytiques ont permis d'optimiser la forme et les dimensions de la micropoutre organique afin de maximiser la déformation sous vibration, notamment à une fréquence de vibration correspondant à la résonance de la micropoutre. La forme trapézoïdale comportant une masse sismique à son extrémité conduit aux meilleurs résultats : une fréquence de résonance faible et une déformation uniforme sur la surface supérieure, bien adaptée pour une future transduction électrostrictive. Ces résultats de simulation ont pu être validés en fabriquant des micropoutres organiques trapézoïdales en époxyde SU8 par photolithographie et une masse sismique composite Ag/époxy sérigraphiée. Comme pour les simulations, la fréquence de résonance a été réduite d'un facteur supérieur à 10 par rapport à une forme triangulaire sans masse sismique. Enfin, contrairement à la structure rectangulaire, les résultats montrent une déformation uniforme de la surface de la forme trapézoïdale. Ainsi, nous avons réussi à fabriquer un récupérateur multimodes composé de cinq systèmes de type poutre-masse permettant de couvrir une gamme de fréquence autour de 300 Hz.

Nous nous sommes ensuite intéressés à l'application du phénomène d'électrostriction comme méthode de transduction électromécanique pour des dispositifs MEMS. L'apport original de ce travail est l'intégration du matériau électrostrictif nanocomposite dans les MEMS organiques à faible coût avec une approche bas coût, tout-organique grâce à l'utilisation de la xurographie. Le MEMS est formé du matériau électrostrictif pris en sandwich entre deux électrodes. L'adhésion des électrodes métalliques, difficile sur la matrice PDMS du nanocomposite, a nécessité de tester différents types de matériaux conducteurs. Les électrodes de polymère conducteur de type PEDOT:PSS, réalisables à l'aide d'une technique d'impression, ont montré les meilleures caractéristiques : adhérence électrode-couche électrostrictive, flexibilité, mouillabilité et imprimables par sérigraphie, tout en conservant une conductivité satisfaisante. Un test en mode statique a permis d'évaluer la variation de

capacité pour différentes concentrations d'oxyde réduit de graphène rGO. Le meilleur facteur de jauge capacitif ($FGC = -6,7$) du capteur MEMS, obtenu pour la concentration (3,7% en masse de rGO) proche du seuil de percolation à faible déformation $\varepsilon < 0,6\%$, corrobore notre hypothèse. Des cycles consécutifs sous déformations élevées n'ont pas montré de dégradation du MEMS. Des tests en mode dynamique de la micropoutre de forme trapézoïdale comportant une masse sismique à son extrémité (10mm de longueur, 5mm de largeur de grande base, 2mm de largeur de petite base et épaisseur de $100\mu\text{m}$) ont été effectués. La faible fréquence de résonance des microleviers ($\approx 17\text{Hz}$) associée à une électrostriction efficace rend ces dispositifs appropriés pour la récupération d'énergie. En effet, les micropoutres ainsi fabriquées présentent d'excellentes performances électromécaniques en mode dynamique avec un facteur de jauge capacitif de l'ordre de 1000 pour une accélération de 1 g. Avec cette accélération, les expériences sous vibration pour le premier mode de résonance de la micropoutre trapézoïdale optimisée ont permis de mesurer une puissance électrique de $\approx 58\text{nW}$. Ce microgénérateur électrostrictif original réalisé à faible coût dans une approche tout-organique s'avère donc être un excellent candidat pour des applications de récupération d'énergie, en fournissant une densité de puissance de $8.15\mu\text{W}/\text{cm}^3$ à 1 g grâce à l'effet électrostrictif géant de rGO/PDMS et à la structure trapézoïdale comportant une masse sismique optimisée.

Les perspectives à court terme de ce travail concernent l'utilisation d'un circuit de conditionnement plus performant pour remplacer le circuit primitif. Le circuit à pompe de charge avec un circuit de retour permettant de gérer l'énergie convertie de manière optimale a été choisi. Des tests préliminaires ont été réalisés en intégrant la micro-structure dans ce circuit de pompe de charge développé par l'équipe de puissance de l'IMS à la fin de ce travail. Pour une fréquence de retour égale à 100Hz, une puissance de sortie de l'ordre de 2nW pour la micro-structure électrostrictive a été obtenue alors que le bilan des puissances sur tout le circuit montre une perte de 65,5nW pour une structure PDMS pure. Ces résultats restent cependant à confirmer.

De nouvelles pistes de travaux pourraient être également explorées :

- Synthèse de matériaux plus résistifs et moins sensibles à la tension pour diminuer la perte de puissance récupérée ;
- Intégration du matériau électrostrictif sur la surface de la micro-structure trapézoïdale optimisée au cours du second chapitre en utilisant une méthode de dépôt adaptée, le jet d'encre par exemple ;
- Tirer profit du phénomène de non-linéarité observé à la fréquence de résonance de la structure trapézoïdale avec masse sismique. Ceci devrait permettre d'obtenir un microgénérateur efficace pouvant couvrir une large gamme de fréquence et utilisant diverses sources d'énergies vibratoires.

