



**HAL**  
open science

# Développement de transducteurs piézo-résistifs sur substrat textile pour caractérisation de flux d'air

Hankai Wu

► **To cite this version:**

Hankai Wu. Développement de transducteurs piézo-résistifs sur substrat textile pour caractérisation de flux d'air. Mécanique des matériaux [physics.class-ph]. Ecole nationale supérieure Mines-Télécom Atlantique, 2024. Français. NNT : 2024IMTA0405 . tel-04652395

**HAL Id: tel-04652395**

**<https://theses.hal.science/tel-04652395>**

Submitted on 18 Jul 2024

**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.

# THESE DE DOCTORAT DE

l'École Nationale Supérieure Mines-Télécom Atlantique  
Bretagne Pays de la Loire - IMT Atlantique

Ecole Doctorale n° 648

*Sciences pour l'Ingénieur et le Numérique*

Spécialité : *Mécanique des solides, des matériaux, des structures et des surfaces*

Par

**Hankai WU**

## Développement de transducteurs piézo-résistifs sur substrat textile pour caractérisation de flux d'air

Thèse présentée et soutenue à IMT Atlantique, Brest, le 30 mai 2024

Unité de recherche : Département Optique

Thèse N° : 2024IMTA0405

### Rapportrices avant soutenance :

Emilie DREAN MCF HDR, Université de Haute Alsace  
Esma ISMAILOVA MCF HDR, Ecole des Mines de Saint-Etienne

### Composition du Jury :

Président :	Frédéric VIDAL	Professeur, Cergy-Paris Université
Rapportrices :	Emilie DREAN	MCF HDR, Université de Haute Alsace
	Esma ISMAILOVA	MCF HDR, Ecole des Mines de Saint-Etienne
Examineurs :	Damien THUAU	Maître de conférences, Université de Bordeaux
	Eric CATTAN	Professeur, Université Polytechnique Hauts-de-France
Dir. de thèse :	Laurent DUPONT	Professeur, IMT Atlantique
Co-dir. de thèse :	Cyril LAHUEC	Professeur, IMT Atlantique
Co-encadr. de thèse :	Alexandre KHALDI	Maître de conférences, IMT Atlantique

### Invité

Stéphane CARRAS Responsable R&D, Filix



致平凡的自己



## Remerciements

Tout d'abord, je tiens à remercier l'ANR (Agence Nationale pour la Recherche) qui a financé mon travail de thèse au sein du projet SAFIRS (Smart Air Filtration & Remote Sensing) dans le cadre du programme de recherche ANR-19-CE05-0004.

Je tiens à exprimer ma gratitude à Laurent DUPONT et Cyril LAHUEC, professeurs de l'IMT Atlantique, mon directeur et co-directeur de thèse, et plus particulièrement à Alexandre KHALDI, Maître de conférences de l'IMT Atlantique, mon encadrant principal. Ils m'ont non seulement offert l'opportunité de réaliser cette thèse à un moment difficile de ma vie, mais m'ont également soutenu tout au long de ces trois années.

Je remercie également mesdames Emilie DREAN, MCF HDR de l'Université de Haute Alsace, et Esma ISMAILOVA, MCF HDR de l'Ecole des Mines de Saint-Etienne, d'avoir accepté d'être les rapportrices de mon travail de thèse. Je tiens à exprimer ma reconnaissance à messieurs Frédéric VIDAL, professeur de Cergy-Paris Université, Damien THUAU, Maître de conférences de l'Université de Bordeaux, Eric CATTAN, professeur de l'Université Polytechnique Hauts-de-France et Stéphane CARRAS, responsable R&D de la société Filix, pour leur participation au jury de soutenance. J'ai beaucoup apprécié les discussions et réflexions lors de ma soutenance, et je vous remercie grandement pour vos conseils et votre validation.

Je souhaite également remercier les partenaires du projet SAFIRS qui m'ont apporté des aides techniques et scientifiques lors de mes travaux dans leurs laboratoires, usines et ateliers.

Durant ces trois années, j'ai pu apprécier l'excellente ambiance qui règne parmi les doctorants et « assimilés » du département. Je me dois de citer (et je m'excuse envers ceux que j'oublierai) quelques-uns de mes collègues qui sont devenus des amis : Alexandre DA SILVA, Youen LE LIRZIN, François-Maël ROBERT, Abir HANNACHI, Emmanuel DANIEL, Joël ROVERA, Thomas LE DEUN, Bernard ABIVEN, Nobby RAKOTOARIVELO, Octave Kummer, Florie OGOR, Marion OTHEGUY, Antoine PIELOT, Jonathan CHRUN... pour leur compagnie. Une mention spéciale pour Thomas BARBOTIN, mon collègue de bureau, dont la sympathie et la disponibilité ont rendu des années de travail très agréables.

Je tiens également à remercier mes amis, mes proches et ma famille pour leur soutien constant pendant ces trois ans d'étude. A mon épouse, Penglin FAN, j'adresse un remerciement spécial pour toute l'aide et le soutien qu'elle m'a apportés.

Enfin, je souhaite dédier ce travail de thèse de doctorat à mon grand-père, Hongyan GAO que j'ai perdu au cours de ces dernières années d'études. Il m'a transmis, à sa manière, le goût de la création, de la curiosité technique et du savoir au sens large. Je lui adresse donc mon plus grand merci.

# Table des matières

Introduction générale.....	18
Chapitre 1 : Etat de l'art sur les transducteurs piézo-résistifs .....	22
1. Fondements théoriques des transducteurs piézo-résistifs.....	23
1.1. Théorie des bandes d'énergie.....	23
1.2. Principe de l'effet piézo-résistif .....	25
1.3. Effet piézo-résistif pour les conducteurs métalliques .....	26
1.4. Effet piézo-résistifs pour les semiconducteurs.....	29
2. Techniques de fabrication des transducteurs piézo-résistifs.....	39
2.1. Fonctionnalisation par déposition de matériau conducteur organique ou composite.....	39
2.2. Dépôt de film mince.....	40
2.3. Fabrication des MEMS .....	47
3. Applications des capteurs piézo-résistifs .....	49
3.1. Détections mécaniques.....	49
3.2. Applications émergentes .....	52
4. Conclusion .....	59
Chapitre 2 : Conception, fabrication et caractérisation des capteurs de perte de charge à partir des capteurs de pression commerciaux.....	60
1. Les effets de la filtration sur la perte de charge et la consommation d'énergie dans une CTA .....	61
1.1. Principe de la filtration d'air .....	62
1.2. Evaluation de la surconsommation énergétique d'une CTA fonctionnant avec filtre colmaté.....	64
2. Détection de la perte de charge à partir d'un capteur commercial piézo-résistif.....	65
2.1. Cahier des charges du dispositif .....	66
2.2. Choix du capteur .....	67



2.3.	Implantation sur substrat électronique flexible .....	67
2.4.	Etude statistique de la différence de pression .....	68
2.5.	Programmation du système.....	69
3.	Test en CTA à l'échelle laboratoire.....	71
3.1.	Méthodologie expérimentale .....	71
3.2.	Caractérisation du capteur de perte de charge sur filtre .....	72
4.	Conclusion .....	76
Chapitre 3 : Réalisation des transducteurs piézo-résistifs sous forme de fil textile .....		78
1.	Choix des matériaux et méthodes .....	79
1.1.	Substrat textile .....	79
1.2.	Charge conductrice .....	81
1.3.	Méthodes de fonctionnalisation.....	82
2.	Fonctionnalisation des fils textiles .....	82
2.1.	Méthode d'enduction par trempage à l'aide du PEGDA .....	82
2.2.	Méthode de polymérisation in-situ de l'EDOT .....	87
3.	Caractérisations des propriétés mécaniques.....	93
3.1.	Méthode de caractérisation .....	93
3.2.	Propriétés mécaniques du transducteur fonctionnalisé par enduction par trempage à l'aide du PEDGA .....	95
3.3.	Propriétés mécaniques des transducteurs fonctionnalisés par polymérisation in-situ de l'EDOT .....	97
4.	Conclusion .....	99
Chapitre 4 : Caractérisation des propriétés électromécaniques des transducteurs .....		100
1.	Introduction.....	101
1.1.	Banc de caractérisation des propriétés électromécaniques .....	102
1.2.	Traitement des données et calcul du facteur de jauge .....	103

2. Résultats et discussions.....	105
2.1. Transducteur fonctionnalisé par enduction par trempage .....	105
2.2. Transducteur fonctionnalisé par polymérisation in-situ de l'EDOT.....	118
2.3. Bilan des transducteurs fonctionnalisés .....	131
3. Cas d'usage des transducteurs.....	133
3.1. Etude théorique de la réduction de la vitesse avec colmatage du filtre .....	133
3.2. Tests à l'échelle du laboratoire .....	134
3.3. Tests à l'échelle industrielle.....	141
4. Conclusion .....	146
Conclusion générale .....	148

## Abréviations

AIBN	Azobisisobutyronitrile
AIoT	Artificial Intelligence of Things
ANR	Agence Nationale de la Recherche
CB	Noir de carbone
CC-BY	Creative Commons Attribution
CE	Consommation énergétique
CNT	NanoTube de Carbone
CRF	Composite renforcé de fibre
CTA	Centrale de traitement d'air
CVC	Chauffage, Ventilation et Climatisation
CVD	Dépôt chimique en phase vapeur
DCM	Dichlorométhane
DSEE	Département Systèmes Energétiques et Environnement
E	Module de Young
EMSE	Ecole des Mines de Saint-Etienne
ENSAIT	Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries Textiles
ETT	Energie Transfert et Thermique
IA	Intelligence artificielle
IdO	Internet des Objets
K	Facteur de jauge
MEB	Microscopie électronique à balayage
MEMS	MicroElectroMechanical Systems
MMA	Méthacrylate de méthyle
MWCNT	Multi-Walled Carbon Nanotube
oCVD	Dépôt chimique en phase vapeur par oxydation
PA	Polyacétylène
PAni	Polyaniline
PCE	Polymère Conducteur Electrique
PDMS	Polydiméthylsiloxane
PEDOT	Poly(3,4-éthylènedioxythiophène)
PEDOT:PSS	Poly(3,4-éthylènedioxythiophène):poly(styrène sulfonate)
PEGDA	Poly(éthylène glycol) diacrylate
PET	Polyéthylène téréphtalate
POE	Poly(oxyde d'éthylène)
PPy	Polypyrrole
PSS	Poly(styrène sulfonate)
PTh	Polythiophène
PU	Polyuréthane
PVA	Poly(vinyl alcool)
PVS	Poly(acide vinylsulfonique)
R <sup>2</sup>	Coefficient de détection
SAFIRS	Smart Air Filtration & Remote Sensing

PSBS	Poly(styrène-block-butadiène-block-styrène)
SMU	SourceMeter Unit
SWCNT	Single-Walled Carbon Nanotube
<i>t</i>	Temps
Tos	Tosylate
VPP	Polymérisation en phase vapeur

## Table des figures

Figure IG-1 : Système de détection de la perte de charge existant dans une centrale de traitement d'air chez ETT. ....	19
Figure IG-2 : Schéma du système de filtration avec fil piézo-résistif sensible à la déformation en aval du filtre.....	20
Figure 1-1 : Représentation schématique des bandes d'énergie d'un solide isolant ou semi-conducteur. ....	24
Figure 1-2 : Gamme de conductivité pour les isolants, semi-conducteurs et conducteurs électriques et domaine de conductivité des polymères conducteurs.....	25
Figure 1-3 : Une barre piézo-résistive avec une traction longitudinale appliquée.....	25
Figure 1-4 : Structure d'une jauge de déformation classique à feuille métallique, (a) vue de dessus et (b) vue de côté [10] (CC-BY, <i>Creative Commons Attribution</i> ). ....	28
Figure 1-5 : Structure chimique de certains polymères conjugués. ....	32
Figure 1-6 : Schéma d'un squelette conjugué d'un polymère conducteur : alternance de liaisons simples et doubles [42] (CC-BY). ....	33
Figure 1-7 : Structure chimique (a) de l'EDOT et (b) du PEDOT.....	35
Figure 1-8 : Structure chimique du PEDOT:PSS.....	36
Figure 1-9 : Contrainte en fonction de l'élongation de films de PEDOT :PSS pour trois niveaux d'humidité relative (23%, 40% et 55%) [72] (CC-BY).....	37
Figure 1-10 : Schéma des techniques de dépôt de film mince. ....	41
Figure 1-11 : La polymérisation oxydative de l'EDOT en PEDOT à partir du $FeCl_3$ . ....	43
Figure 1-12 : Schéma de procédure typique pour déposer un film de polymère conducteur par VPP [95] (CC-BY). ....	44
Figure 1-13 : Schéma de la chambre de fonctionnalisation par oCVD, réimprimé avec l'autorisation de la référence [97] ( <i>Copyright 2007 American Chemical Society</i> ). ....	45
Figure 1-14 : (a) Schéma de principe de la polymérisation in-situ de l'EDOT et (b) représentation du mouvement des espèces chimiques réagissant à l'interface. ....	46
Figure 1-15 : Schéma des étapes de fabrication : (a) substrat avant la gravure, (b) pendant la gravure, (c) après le frittage dans une atmosphère d'hydrogène et (d) après la croissance épitaxiale, réimprimé avec l'autorisation de la référence [104] ( <i>Copyright 2003 IEEE</i> ), (e) membrane du capteur de pression avec cavité sous-vide et résistance piézo-électriques	

implantées sur le dessus, réimprimé avec l'autorisation de la référence [25] ( <i>Copyright 2005 IEEE</i> ).....	48
Figure 1-16 : Deux configurations du transducteur de force avec (a) une poutre et (b) une membrane.....	50
Figure 1-17 : Configuration d'un capteur de déplacement.....	51
Figure 1-18 : Schéma principe d'un transducteur d'accélération.....	51
Figure 1-19 : Schéma principe d'un transducteur de débit. ....	52
Figure 1-20 : Capteurs piézo-résistifs pour la détection des mouvements humains : (a) gant avec capteurs de déformation en CTN pour la détection des mouvements des articulations des doigts, réimprimé avec l'autorisation de la réf. [30] ( <i>Copyright 2016 American Chemical Society</i> ), (b) surveillance des mouvements musculaire de la trachée et de l'œsophage, réimprimé avec l'autorisation de la réf. [85] ( <i>Copyright 2015 American Chemical Society</i> ), (c) patch intelligent pour la détection des mouvements humains (marche, course, position debout) [109] (CC-BY).....	54
Figure 1-21 : L'assemblée générale des structures des composites renforcés de fibres. ....	55
Figure 1-22 : (a) Schéma des doigts robotiques avec les capteurs de pression et de déformation intégrés, (b) les capteurs installés sur le substrat mou, (c) schéma principe du fonctionnement des capteur [118] (CC-BY). ....	57
Figure 2-1 : (a) Centrale de traitement d'air en double flux ( <i>©2023 Groupe Titanair®</i> ) et (b) son schéma de principe. ....	61
Figure 2-2 : (a) Schéma d'un circuit du flux d'air dans une centrale traitement d'air, (b) distribution de la pression statique dans le système fonctionnant en extraction. ....	62
Figure 2-3 : Schémas de l'évolution de la charge en particules solides sur le média filtrant en fibres, (a) filtre vierge, (b) phase de filtration en profondeur, et (c) phase de transition et (d) phase de filtration en surface. (e) Illustration de la perte de charge en fonction de la masse des particules capturée à débit constant.....	63
Figure 2-4 : Variation de la perte de charge et de la puissance du ventilateur pendant 4 mois (a) sans changement du filtre et (b) changement du filtre à 3 mois. ....	65
Figure 2-5 : Principe de la détection de la perte de charge à partir des capteurs de pression piézo-résistifs.....	66

Figure 2-6 : (a) Image du système de détection avec capteurs BMP390 interfacés au Microcontrôleur par circuits flexibles, (b) schéma de l'implantation électronique sur électronique flexible et (c) prototype de capteur reporté sur électronique flexible. ....	68
Figure 2-7 : Etude statique de 10000 mesures des capteurs dans des conditions identiques, (a) Les pressions mesurées des deux capteurs et (b) la différence de pression. ....	69
Figure 2-8 : Schéma logique du programme de système de détection. ....	70
Figure 2-9 : Banc de caractérisation – mini CTA à l'échelle du laboratoire. ....	71
Figure 2-10 : Filtre équipé de ses capteurs et de sa carte électronique, (a) face en amont et (b) face en aval.....	73
Figure 2-11 : Mesures de la perte de charge en fonction de la vitesse de filtration avec les différentes configurations d'installation du système de détection ainsi la mesure référente du capteur différentiel. ....	73
Figure 3-1 : Réaction chimique de l'élasthanne à partir de ses monomères. ....	80
Figure 3-2 : Images MEB des fils Lycra® de différentes densités et de nombre de filaments (a) Lycra® 20 dtex, (b) Lycra® 22 dtex et (c) Lycra® 1880 dtex.....	81
Figure 3-3 : Réaction de décomposition de l'AIBN. ....	83
Figure 3-4 : Protocole de la fonctionnalisation du filtre Lycra® 1880 dtex par l'enduction par trempage à l'aide du PEGDA. ....	84
Figure 3-5 : Images MEB du fil Lycra® 1880 dtex (a) vierge et (b) lavé par DCM.....	84
Figure 3-6 : Etude du taux de gonflement du PEGDA dans le fil Lycra® 1880 dtex lavé en fonction du temps de trempage. ....	85
Figure 3-7 : Images MEB du fil Lycra® 1880 dtex avec PEGDA polymérisé entre les filaments et à la surface. ....	86
Figure 3-8 : Evolution de la résistance électrique en fonction du nombre de couches de PEDOT:PSS. ....	86
Figure 3-9 : Recouvrement uniforme du fil par la couche conductrice de PEDOT:PSS. ....	87
Figure 3-10 : Protocole de la fonctionnalisation du Lycra® avec la méthode de polymérisation in-situ de l'EDOT.....	88
Figure 3-11 : Taux de gonflement d'EDOT dans le fil Lycra® 1880 dtex en fonction du temps d'immersion. ....	89
Figure 3-12 : Résistance des fils fonctionnalisés avec différents temps de polymérisation en fonction de la longueur du fil.....	90

Figure 3-13 : Images MEB du transducteur EDOT15 (a) la surface et (b) la section.....	91
Figure 3-14 : Image MEB du Lycra® 22 dtex fonctionnalisé par la méthode de polymérisation in-situ de l'EDOT.....	92
Figure 3-15 : Machine de traction LS1 de Lloyd Instruments™ avec cellule de charge interchangeable.....	94
Figure 3-16 : Courbes de contrainte en fonction de l'élongation des fils à chaque étape de fonctionnalisation.....	96
Figure 3-17: Module de Young des transducteurs en fonction du temps de polymérisation. 0 min pour le fil lavé par DCM.....	97
Figure 4-1 : Mesures de la performance d'un transducteur piézo-résistif : (a) linéarité, (b) sensibilité et plage de réponse linéaire, (c) temps de réponse, (d) hystérésis, (e) dérive et (f) répétabilité[142]. .....	101
Figure 4-2 : (a) Schéma d'installation du transducteur et sa connexion avec le SourceMeter Unit. (b) Photo du fil installé sur la machine de traction. ....	103
Figure 4-3 : Test de traction du transducteur avec vitesse d'étirement de 100 mm/min. ...	105
Figure 4-4 : (a) Test cyclique du transducteur avec 100 cycles de 5% d'élongation et (b) les premiers 5 cycles.....	107
Figure 4-5 : (a) Evolution de la résistance et l'élongation du transducteur en fonction du temps (b) durant l'entraînement du fil et (c) durant les premiers 20 cycles.....	108
Figure 4-6 : (a) Résistance à l'état repos pour chaque cycle, (b) Résistance à 20% d'étirement pour chaque cycle, (c) variation de la résistance absolue de chaque cycle et (d) variation de la résistance relative pour chaque cycle.....	109
Figure 4-7 : (a) Image MEB du transducteur avant l'entraînement, (b) image de MEB du transducteur après l'entraînement avec des craquelures parallèle au sens de déformation, (c) et (d) images MEB du transducteur après l'entraînement avec des plis sans ou avec cassure de la couche conductrice perpendiculaires au sens de déformation. ....	111
Figure 4-8 : Schéma principe d'une hypothèse de la formation des craquelures perpendiculaires au sens d'étirement. ....	112
Figure 4-9 : Variation de la résistance du transducteur avec le test cyclique, (a) entraînement par 100 cycles à 20% d'étirement, et caractérisation par 10000 cycles à 5% d'étirement, (b) premières 100 s de la caractérisation, (c) 100 s au milieu de la caractérisation et (d) les dernières 100 s.....	113



Figure 4-10 : Caractérisation des propriétés électromécaniques du transducteur avec l'entraînement à 17% d'élongation et la déformation de 0 à 5% pour 1000 cycles.....	115
Figure 4-11 : Test à élongation constante à 5% pendant 60 min et suivi d'un relâchement à la longueur initiale pendant 60 min, (a) élongation en fonction du temps, (b) force appliquée en fonction du temps et (c) résistance en fonction du temps.....	116
Figure 4-12 : Evolution de la résistance en fonction du pourcentage d'allongement pour les échantillons polymérisés à 15, 40 et 50 min.....	118
Figure 4-13 : Evolution de la résistance de EDOT15 au cours de l'entraînement de 100 cycles avec 20% d'étirement suivi par 100 cycles avec 5% d'étirement. ....	119
Figure 4-14 : Résistance à l'état (a) relâché et (b) étiré, variation de la résistance (c) absolue et (d) relative pour chaque cycle pendant (A) l'entraînement de 20% d'étirement et (B) la caractérisation à 5%. ....	121
Figure 4-15 : Evolution de la résistance au cours de l'entraînement de 100 cycles avec (a) 20%, (b) 40%, (c) 60%, (d) 80% et (e) 100% de déformation, suivis par 100 cycles avec 5% de déformation du fil polymérisé pendant 15 min.....	123
Figure 4-16 : Evolution de la variation de la résistance (A) absolue et (B) relative pour chaque cycle de déformation en fonction du temps (a) au cours de l'entraînement de 100 cycles de 20% à 100% d'allongement, (b) après l'entraînement de 100 cycles de 5%. ....	124
Figure 4-17 : Evolution de la moyenne de la variation de la résistance relative en fonction du pourcentage d'allongement (a) au cours de l'entraînement de 100 cycles avec 20%, 40%, 60%, 80% et 100% d'allongement, et (b) caractérisation de 100 cycles avec 5% d'allongement après l'entraînement.....	127
Figure 4-18 : Images MEB du transducteur polymérisé pendant 15 min (a) à sortie de la fabrication, (b) étiré à 20% d'élongation, (c) étiré à 100% d'élongation et (d) retour à la longueur initiale. ....	129
Figure 4-19 : Image MEB d'un échantillon (a) avant et (b) après un test mécanique à 200% d'élongation. ....	130
Figure 4-20 : Schéma de la variation de l'énergie durant le colmatage du filtre.....	134
Figure 4-21 : Schéma de la structure mécanique d'installation et de connexion des transducteurs filaires.....	135
Figure 4-22 : Schéma de la résistance aéroulque fixée sur deux fils.....	136

Figure 4-23 : (a) Variation de la résistance en fonction de la vitesse débitante. (b) Courbe de tendance pour l'augmentation de la vitesse.....	136
Figure 4-24 : (a) Variation de la résistance en fonction de la vitesse débitante. (b) Courbe de tendance pour l'augmentation de la vitesse.....	138
Figure 4-25 : Schéma d'installation du prisme triangulaire.....	139
Figure 4-26 : (a) Variation de la résistance en fonction de la vitesse débitante. (b) Courbe de tendance pour la première augmentation de la vitesse.....	140
Figure 4-27 : Photographies de la centrale de traitement d'air utilisée.....	142
Figure 4-28 : Photo de l'installation des fils dans la cadre avec une ailette de 6 cm × 6cm.	143
Figure 4-29 : Variation de la résistance en fonction de la vitesse de rotation .....	144
Figure 4-30 : (a) Variation de la résistance en fonction de la vitesse de rotation des ventilateurs, (b) Etude du temps de stabilisation avec augmentation de la température de 20 °C à 30 °C à 53000 s. ....	145
Figure CG-1 : Démonstrations de structure multi-capteurs avec résistance aéraulique à partir des fils piézo-résistifs. ....	152

## Table des tableaux

Tableau 1-1 : Résistivité et facteur de jauge des métaux et alliages connus pour la fabrication des transducteurs piézo-résistifs, réimprimé avec l'autorisation de la référence [11] ( <i>Copyright 2018, Elsevier</i> ). .....	27
Tableau 1-2 : Résumé des transducteurs de déformation axiale basés sur le PEDOT ou PEDOT:PSS. ....	38
Tableau 2-1 : Caractéristiques du capteur BMP390. ....	67
Tableau 2-2 : Caractéristiques du média filtrant du filtre F7. ....	72
Tableau 3-1 : Densités des fils Lycra® et leurs nombres de filaments. ....	80
Tableau 3-2 : Module de Young du fil à différente étape de fabrication. ....	96
Tableau 4-1 : Variation de la résistance relative au cours et après l'entraînement à différents pourcentages d'étirement pour EDOT15, EDOT40 et EDOT50. ....	126
Tableau 4-2 : Facteur de jauge des transducteurs pour la déformation de 5% avec différents pourcentages d'entraînement. ....	128
Tableau 4-3 : Bilan des caractéristiques des transducteurs.....	131
Tableau 4-4 : Caractéristiques des transducteurs dans l'état de l'art. ....	132
Tableau 4-5 : Bilan des résultats des transducteurs pour la caractérisation du flux d'air.....	141

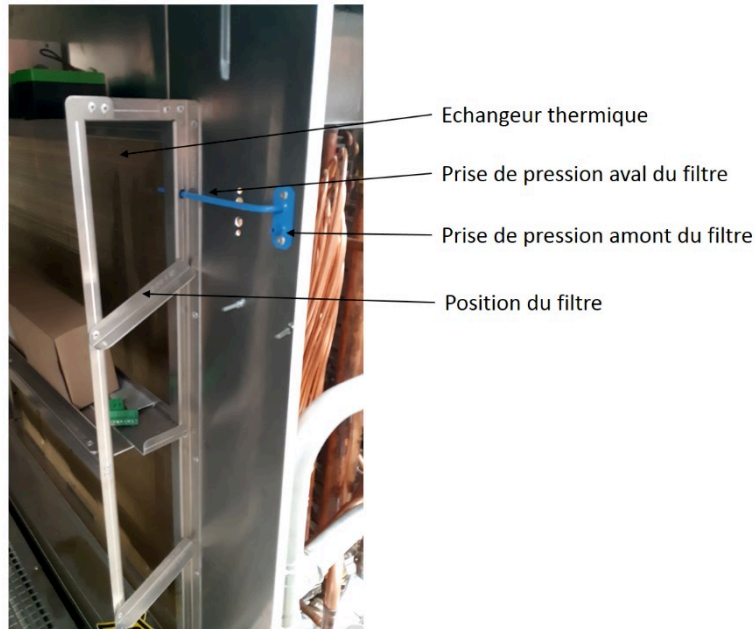
## Introduction générale

Les filtres à particules jouent un rôle essentiel dans les systèmes de chauffage, de ventilation et de climatisation (CVC) à air, visant à protéger les équipements et à réguler la qualité de l'air intérieur dans tous types de bâtiments. Toutefois, la résistance aéraulique, quantifiée par sa perte de charge, qui est associée à la présence du filtre augmente avec son colmatage lors de son utilisation. Le fonctionnement d'un système CVC avec un filtre dont la perte de charge est supérieure à deux fois la perte de charge initiale du filtre neuf engendre une surconsommation énergétique des ventilateurs pour un renouvellement d'air à débit constant [1]. Ceci est particulièrement important car l'énergie consommée par un ventilateur nécessaire dans les bâtiments commerciaux représente au moins 7% de la consommation énergétique totale du site [2].

Afin de prévenir cette surconsommation engendrée par un fonctionnement avec un filtre colmaté, un entretien périodique est recommandé en remplaçant le filtre avant qu'il atteigne sa perte de charge finale, qui est généralement égale à trois fois la perte de charge initiale d'un filtre neuf. Cependant, cette approche présente des limitations, pouvant entraîner un remplacement prématuré ou tardif des filtres, avec des conséquences néfastes sur l'efficacité des systèmes de ventilation et des coûts importants de maintenance. Dans ce contexte, la surveillance continue de la perte de charge à l'aide de capteurs installés sur les centrales de traitement d'air (CTA, un type de CVC) émerge comme une solution indispensable [3].

L'objectif du projet ANR (Agence Nationale de la Recherche) SAFIRS (Smart Air Filtration & Remote Sensing), dans lequel s'inscrit ce travail de thèse, est d'équiper les filtres à particules avec des capteurs pour améliorer le renouvellement de l'air intérieur, surtout contrôler la perte de charge afin de détecter le niveau d'encrassement du filtre en vue d'une maintenance préventive. En fournissant des informations en temps réel sur le fonctionnement du système de traitement de l'air via le filtre lui-même, cela apporterait une véritable valeur ajoutée à une industrie qui est restée très traditionnelle et qui fait face à une forte concurrence sur les marchés émergents. Les informations fournies par le filtre concernant les systèmes de traitement de l'air offriront un confort accru aux utilisateurs et pourront également entraîner des économies significatives d'énergie.

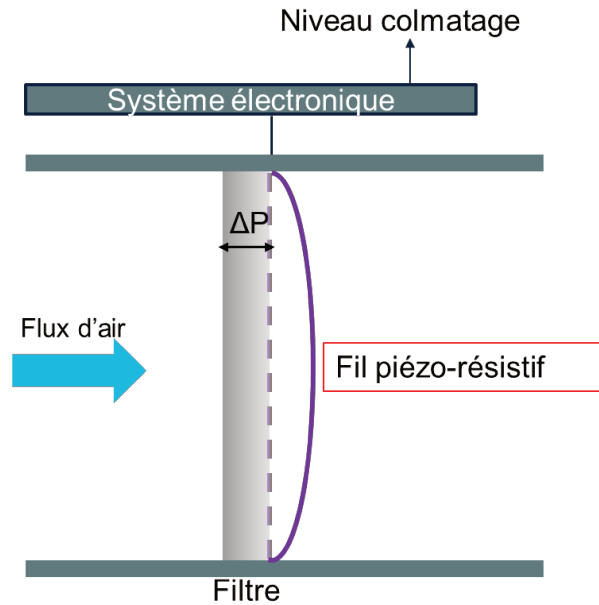
La solution actuelle pour la mesure de la perte de charge dans des CTAs chez ETT (partenaire du projet SAFIRS, producteur de CTA) est une mesure en un point unique de chaque côté du filtre, Figure IG-1.



**Figure IG-1** : Système de détection de la perte de charge existant dans une centrale de traitement d'air chez ETT.

Les prises de pression en amont et en aval du filtre à air sont effectuées par deux tubes bleus (Figure IG-1) installés un à côté du filtre dans la veine et l'autre derrière le filtre. Pour ce système de détection, un encrassement inhomogène peut créer une perte de charge différente selon la position de la sonde. De plus, le prix du capteur de pression différentielle relié à ces tubes est de l'ordre de 100 €, ce qui est très coûteux si on considère leur placement sur un filtre dont le coût est de quelques centimes d'euros.

Cette thèse a pour objectif d'améliorer les systèmes existants, pour une intégration de capteurs sur des filtres compatibles à toutes les CTAs existantes (industrielles ou domestiques). Pour cela, nous avons exploré deux solutions. La première est la mesure directe de la différence de pression sur les deux côtés du filtre par deux capteurs de pression existants commercialement. La seconde solution innovante que nous avons proposée est la mesure indirecte de la diminution de la vitesse d'air due à l'augmentation de la perte de charge avec les fils élastiques piézo-résistifs, Figure IG-2.



**Figure IG-2 :** Schéma du système de filtration avec fil piézo-résistif sensible à la déformation en aval du filtre.

Avec le fil piézo-résistif intégrable sur le filtre, le flux d'air va le déformer en faisant varier sa résistance électrique. Le fil sensible, subit des déformations différenciées selon la vitesse du flux, induisant une variation de la résistance électrique associée. Pour des CTAs réglées à charge du ventilateur constante, pendant la filtration de l'air, la croissance de la perte de charge conduit à une diminution de la vitesse du flux [4]. Celle-ci peut être donc détectée par le changement de la résistance du fil piézo-résistif. Ces changements de la résistance peuvent être lus et traités par un système électronique afin d'évaluer la perte de charge du système de filtration.

Les travaux exposés dans ce manuscrit sont divisés en quatre chapitres. Le premier chapitre est consacré à une recherche bibliographique. En premier lieu, les principes fondamentaux de l'effet piézo-résistif y sont décrits. Nous nous intéressons ensuite à la fonctionnalité des dispositifs piézo-résistifs à l'échelle macroscopique et microscopique, ainsi qu'à leurs méthodes de fabrication. La fin de ce chapitre présente une exploration des diverses applications traditionnelles et émergentes des transducteurs piézo-résistifs.

Dans le deuxième chapitre, nous présentons d'abord une étude sur le principe de la filtration à air et l'effet de la perte de charge dans les CVCs. La suite de ce chapitre est consacrée à la conception et le développement du système de détection de perte de charge avec les capteurs

de pression commerciaux BMP3XX de Bosch®. Le système développé est caractérisé dans une gaine de ventilation à l'échelle du laboratoire.

Le troisième chapitre présente la conception et la fabrication de transducteurs piézo-résistifs sous forme de fil textile. Deux méthodes de fonctionnalisation de l'élasthanne par le polymère conducteur électrique poly(3,4-éthylènedioxythiophène) (PEDOT) sont présentées : (i) par l'enduction par trempage du fil dans du poly(3,4-éthylènedioxythiophène) :poly(styrène sulfonate) (PEDOT :PSS) à l'aide du poly(éthylène glycol) diacrylate (PEGDA), (ii) par la polymérisation in-situ de l'EDOT à la surface du fil. A la fin de ce chapitre, les transducteurs fabriqués sont caractérisés en se focalisant sur leurs propriétés mécaniques, électriques et morphologiques.

Enfin, dans le dernier chapitre, les propriétés électromécaniques des deux types de transducteurs fabriqués sont étudiées. Afin de stabiliser et d'améliorer leurs propriétés électromécaniques, nous proposons une étape d'entraînement qui représente une déformation cyclique avec une élongation supérieure à l'élongation d'intérêt (0-5%). Les facteurs de jauge des transducteurs sont déterminés avec des tests cycliques pour une élongation de 5%. Finalement, les transducteurs sont testés pour la mesure de la vitesse d'écoulement dans une gaine de ventilation à l'échelle du laboratoire et dans une CTA à l'échelle industrielle, chez ETT.

## **Chapitre 1 : Etat de l'art sur les transducteurs piézo-résistifs**

Dans le contexte de la détection de la perte de charge d'un filtre à air, l'approche la plus appropriée consiste à utiliser des capteurs piézo-résistifs, car ils possèdent une grande maturité technologique et sont disponibles en grand volume à faible coût. Le principe de fonctionnement de la piézo-résistivité est la transduction d'une stimulation mécanique en une variation de la résistance électrique. Grâce aux progrès réalisés dans les transducteurs d'un capteur piézo-résistifs ainsi que dans les domaines de la micro-fabrication et de l'électronique, ces capteurs trouvent une large utilisation dans divers secteurs.

Ce chapitre débute en exposant les principes fondamentaux du fonctionnement des transducteurs piézo-résistifs et en expliquant l'effet piézo-résistif. Afin de sélectionner un matériau convenant à notre application, les matériaux présentant cet effet sont également abordés, avec une mise en lumière de leurs propriétés et des mécanismes de conduction électrique qui les sous-tendent.

La fonctionnalité de ces dispositifs est remarquable tant à l'échelle macroscopique, utilisés dans des capteurs individuels et des réseaux de capteurs, qu'à l'échelle microscopique, (en tant que microsystèmes électromécaniques, MEMS en anglais MicroElectroMechanical Systems) utilisés pour des systèmes mobiles. Les méthodes de fonctionnalisation des substrats flexibles par des matières piézo-résistives sont donc abordées en détail, et la fabrication d'une première génération de capteur de pression MEMS de Bosch® présentée.

A la fin de ce chapitre, une exploration de diverses applications des transducteurs piézo-résistifs dans différents domaines est proposée, soulignant ainsi leur importance et leur pertinence dans les contextes variés.



## 1. Fondements théoriques des transducteurs piézo-résistifs

L'origine du terme composé « piézo-résistif » trouve ses racines dans deux mots issus de langues différentes : « piézo », provenant du grec « piezein » (πιεζω), signifiant « presser, comprimer » et qui est commun à d'autres effets similaires comme l'effet piézo-électrique et piézo-optique. Bien qu'un capteur piézo-électrique ne nécessite pas d'injection d'énergie pour la mesure d'un stimulus mécanique par rapport à un capteur piézo-résistif (injection d'un signal électrique pour lire la résistance), sa géométrie nécessite deux électrodes isosymétriques, et les modes de stimuli mécaniques vibratoires ou en compression sont les plus utilisés. D'autre part, « résistif » provient du latin « resistere », signifiant « arrêter ». En se référant à la nature électrique des dispositifs que nous allons décrire et au sens étymologique du mot « piézo-résistif », nous pouvons affirmer qu'un tel effet implique un changement de la résistance  $R$  d'un conducteur électrique sous l'effet d'un changement de ses paramètres géométriques provoqué par un stimulus externe mécanique (à l'échelle macroscopique). Pour certains matériaux, l'effet piézo-résistif peut être également causé par le changement de la résistivité intrinsèque [5,6]. L'Equation 1-1 décrit la dépendance de la résistance d'un matériau en fonction de la résistivité intrinsèque du matériau ainsi que de ses paramètres géométriques.

$$R = \rho \times l / A \quad \text{Equa. 1-1}$$

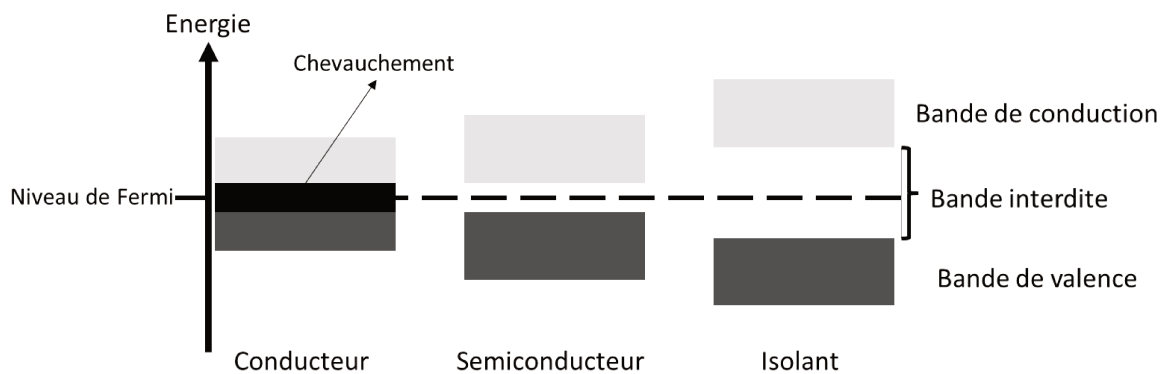
où  $\rho$  est la résistivité du matériau,  $l$  la longueur du conducteur et  $A$  la surface de la section transversale.

Dans cette partie de chapitre, avant de définir l'effet « piézo », nous allons présenter, dans un premier temps, la théorie des bandes d'énergie pour distinguer les différents types de matériaux conducteurs électriques. Ensuite, l'effet piézo-résistif de ces matériaux sera présenté afin de les comparer pour trouver un matériau qui convient le plus à notre application.

### 1.1. Théorie des bandes d'énergie

La théorie des bandes d'énergie est un cadre conceptuel fondamental en physique des solides, en particulier pour comprendre les propriétés électriques des matériaux qu'ils soient isolants, semiconducteurs ou conducteurs. Cette théorie permet de modéliser le comportement des particules conductrices (électrons ou trous) au sein des structures cristallines des matériaux.

Les niveaux d'énergie des orbitales moléculaires liantes et anti-liantes sont organisées en bandes, Figure 1-1.

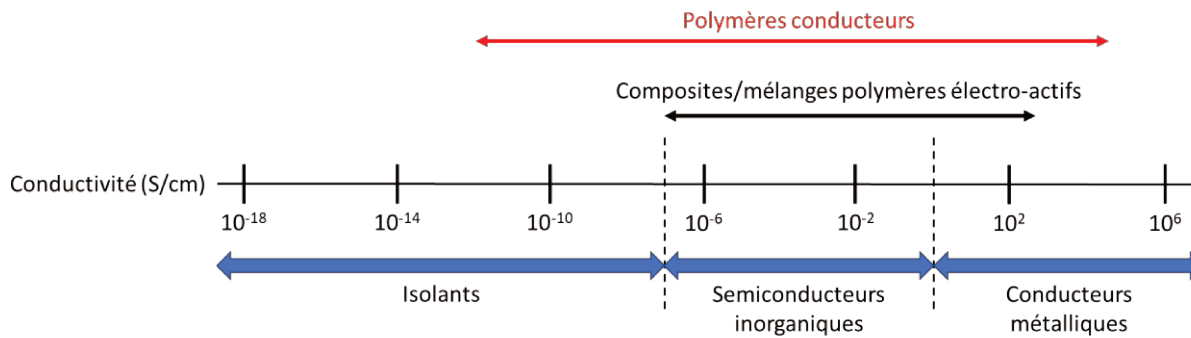


**Figure 1-1** : Représentation schématique des bandes d'énergie d'un solide isolant ou semi-conducteur.

La bande de valence et la bande de conduction sont deux bandes particulières. La bande de valence est la bande d'énergie électronique « la plus haute » où les électrons occupent les orbitales moléculaires et ne participent pas directement à la conduction électrique. La bande de conduction est la bande d'énergie électronique supérieure et permet aux électrons de se déplacer librement pour participer à la conduction électrique. Entre la bande de valence et la bande de conduction se trouve la bande interdite. Cette bande interdite représente l'écart d'énergie entre les niveaux d'énergie des électrons liés à l'atome et les électrons libres.

Un semi-conducteur est un matériau qui possède des propriétés électriques entre les conducteurs électriques et les isolants en termes de conductivité électrique. Cela signifie qu'il présente une largeur de bande interdite intermédiaire entre celle d'un conducteur électrique et d'un isolant, Figure 1-1.

Les frontières de la conductivité entre les isolants, les semi-conducteurs et les conducteurs sont floues et ne sont pas définies précisément, cependant, les gammes sont bien établies, Figure 1-2 [7]. Chaque matériau possède un effet piézo-résistif différent.

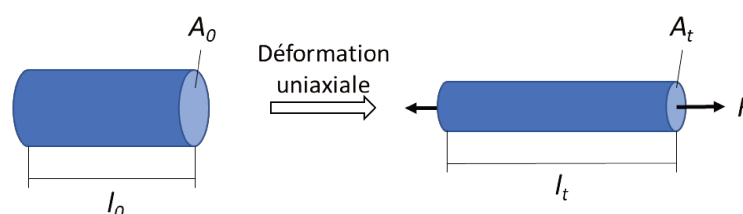


**Figure 1-2 :** Gamme de conductivité pour les isolants, semi-conducteurs et conducteurs électriques et domaine de conductivité des polymères conducteurs.

## 1.2. Principe de l'effet piézo-résistif

La piézo-résistivité d'un matériau a été découverte pour la première fois par Lord Kelvin (M. William Thomson) en 1856 sur des pièces de fer et de nickel [8]. Le premier capteur piézo-résistif (appelé SR-4) a été introduit par Arthur C. Ruge en 1938. Ce capteur est composé de filaments de tungstène afin d'étudier la résistance aux tremblements de terre d'un bâtiment [9]. Ensuite, la découverte de l'effet piézo-résistif du silicium (Si) et du germanium (Ge) en 1954 a permis d'étendre le développement et la dissémination des transducteurs piézo-résistifs et de généraliser le concept [5]. Ce type de transducteur peut détecter des quantités physiques comme la déformation, le déplacement, la force et l'accélération par élongation ou compression d'un élément sensible [10].

Commençons par un cas simple : une barre cylindrique isotrope conductrice électrique qui s'allonge longitudinalement, Figure 1-3.



**Figure 1-3 :** Une barre piézo-résistive avec une traction longitudinale appliquée.

Lorsque l'action de la force axiale  $F$  entraîne une déformation longitudinale de longueur  $\Delta l$ , la variation de la résistance relative peut être calculée par la dérivée de l'Equation 1-1 comme :

$$\frac{dR}{R} = \frac{dl}{l} - \frac{dA}{A} + \frac{d\rho}{\rho} \quad \text{Equa. 1-2}$$

D'après la loi de Poisson, qui définit la relation entre la déformation de la section et de la longueur :

$$\frac{dA}{A} \approx -2\nu \frac{dl}{l} \quad \text{Equa. 1-3}$$

Avec  $\nu$  le coefficient de Poisson qui est intrinsèque à chaque matériau. Ensuite, l'Equation 1-2 peut être donc transformée en :

$$\frac{dR}{R} = (1 + 2\nu) \frac{dl}{l} + \frac{d\rho}{\rho} \quad \text{Equa. 1-4}$$

Le coefficient de la sensibilité ( $K$ , qui est nommée le facteur de jauge) définie le ratio entre la variation de la résistance et la variation de la déformation longitudinale du matériau (Equation 1-5) :

$$K = \frac{dR/R}{dl/l} = 1 + 2\nu + \frac{d\rho}{\rho} / \frac{dl}{l} \quad \text{Equa. 1-5}$$

Ainsi le facteur de jauge d'un matériau piézo-résistif dépend du coefficient de Poisson, la déformation et la variation de la résistivité due à cette déformation. La résistivité peut être impactée par une dégradation du matériau (fissure, craquelure) ou un changement de matrice cristalline lors de déformation [5] [6]. En l'absence de ces phénomènes, la variation de résistivité est nulle ce qui implique dans ces cas-là des facteurs de jauge de l'ordre de l'unité ( $1 + 2\nu$ ), comme pour les métaux.

### 1.3. Effet piézo-résistif pour les conducteurs métalliques

Les métaux sont connus pour être les matériaux les plus conducteurs sur Terre en raison de leur forte densité d'électrons libres. Depuis les années 1950, les transducteurs piézo-résistifs « traditionnels » en métaux sont développés. Les résistivités et les facteurs de jauge longitudinaux de certains métaux et alliages utilisés pour la fabrication de ces transducteurs sont énumérées dans le Tableau 1-1 [11].

**Tableau 1-1** : Résistivité et facteur de jauge des métaux et alliages connus pour la fabrication des transducteurs piézo-résistifs, réimprimé avec l'autorisation de la référence [11]  
(Copyright 2018, Elsevier).

Matériau	Résistivité (à 20°C) en $10^{-6} \Omega \cdot \text{cm}$	Facteur de jauge
Aluminium	2,650	3,1
Cuivre	1,678	2,9
Or	2,214	4,5
Fer	9,61	4,2
Nichrome V	100	2,0
Nickel	6,93	-12,2
Platinum	10,5	4,8
Argent	1,587	3,4

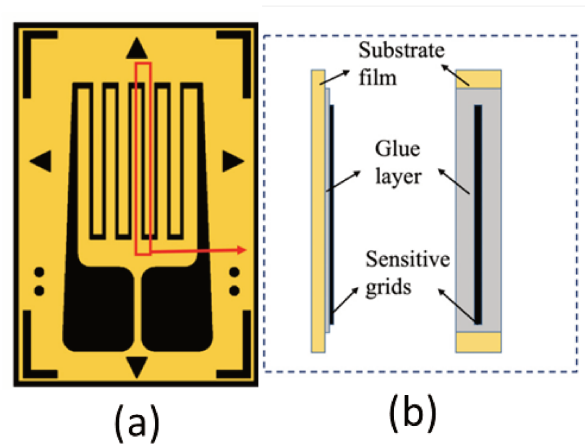
D'après l'Equation 1-5, le facteur de jauge d'un matériau dépend aussi de la résistivité. Pour les métaux, la résistivité peut être calculée comme :

$$\rho = \frac{m}{Ne^2\tau} \quad \text{Equa. 1-6}$$

Où  $N$  est le nombre d'électrons libres par unité volumique,  $m$  est la masse,  $e$  est la charge d'un électron et  $\tau$  est le temps de relaxation, c'est-à-dire la durée moyenne séparant des collisions des électrons [12]. On peut noter que l'effet piézo-résistif du nickel présente un facteur de jauge négatif, due à un changement de résistivité.

Avec les limitations de leurs propriétés élastiques, les transducteurs métalliques sont généralement fabriqués à l'aide d'une bande métallique de quelques micromètres d'épaisseur, façonnée selon une géométrie complexe, avec des modifications selon les différents besoins en allongement, flexion ou compression. La Figure 1-4 illustre une structure fréquemment utilisée pour une jauge de déformation en métal [10]. Elle est sous forme de feuille métallique qui est gravée en grilles et collée au film de substrat. Ce substrat est un isolant électrique et possède une propriété supérieure au métal pour l'élasticité. Cette

géométrie permet de maximiser la distance du circuit électrique reliant les deux électrodes sur une surface réduite.



**Figure 1-4** : Structure d'une jauge de déformation classique à feuille métallique, (a) vue de dessus et (b) vue de côté [10] (CC-BY, *Creative Commons Attribution*).

Lors de l'application d'une force extérieure, le substrat est déformé. La déformation est transférée à la jauge de déformation par l'intermédiaire de l'adhésif. L'effet piézo-résistif de la jauge de déformation entraîne une modification de la valeur de la résistance des grilles sensibles métalliques. Enfin, l'information de la variation de la résistance est traitée par le circuit électrique dédié [13]. Malgré que la structure en grille permet d'agrandir la gamme de fonctionnement du transducteur, celle-ci reste toujours limitée à une déformation de 0,4% [11].

Afin de détecter une gamme de déformation plus élevée, en dehors des métaux massifs, les nanoparticules métalliques ont été utilisées pour la fabrication de transducteurs piézo-résistifs qui peuvent être étirés jusqu'à plus de 100% [14–16]. Les nanoparticules d'argent et d'or déposés sur un substrat ont une conductivité élevée ( $6,3 \cdot 10^5$  S/cm et  $4,5 \cdot 10^5$  S/cm respectivement) par rapport aux autres métaux, ce qui garantit une faible consommation d'énergie pour l'opération de mesure [17]. Cependant, la fabrication est coûteuse. Les nanoparticules en cuivre présentent une conductivité similaire de  $5,9 \cdot 10^5$  S/cm à celle d'argent et d'or, et ils sont environ trois fois moins chers à fabriquer. Les principaux inconvénients liés à l'utilisation du cuivre sont l'oxydation thermique et la corrosion chimique dans des conditions d'opération, ce qui entraîne une perte de conductivité au fil du temps [18].

#### 1.4. Effet piézo-résistifs pour les semiconducteurs

Par rapport aux transducteurs à base de matériaux métalliques, ceux réalisés avec des semiconducteurs présentent les mêmes performances et résistent mieux aux conditions environnementales.

La bande interdite des semiconducteurs peut être comprise entre 0,3 et 8 eV [19], sachant que pour chaque semiconducteur, la valeur de bande interdite varie en fonction de la température [20], de la pression [21] et du dopage du matériau [22]. Avec cette bande interdite réduite par rapport à celle d'un isolant, les électrons peuvent être excités (passage de bande de valence à bande de conduction) par des sources d'énergie externes, telles qu'une augmentation de la température ou une source lumineuse. Cette génération de porteurs de charge libre (sous forme d'électrons ou de trous) augmente la conductivité du matériau.

Il existe deux types de semiconducteurs dont les procédés de dopage présentent des différences non négligeables : les matériaux inorganiques 'conventionnels' en silicium ou germanium et les matériaux carbonés (sous forme de particules et polymères conducteurs électrique (PCEs)).

##### 1.4.1. Silicium

Comme mentionné précédemment, le silicium (Si) et le germanium (Ge) sont les premiers matériaux semiconducteurs dont les propriétés piézo-résistives ont été découvertes [5]. En 1957, Mason et al. [23] ont rapporté pour la première fois une jauge de déformation en Si pour mesurer le déplacement, la force et le couple. Les progrès de la technologie de fabrication de microsystemes sur substrats en Si ont contribué à l'émergence des systèmes microélectromécaniques (MEMS). Le Si est le matériau préféré pour les transducteurs MEMS de pression piézo-résistifs, car les piézo-résistances en Si présentent une sensibilité élevée et fournissent une sortie reproductible (propriétés mécaniques stables en raison de la structure monocristalline de la matière) [24]. De plus, le Si est abondant sur la planète, permettant d'assurer la ressource pour une industrialisation à grande échelle. La conception, la fabrication et le traitement des transducteurs piézo-résistifs au Si ont atteint un niveau de sophistication élevé. Cela a permis de commercialiser une première génération de capteur de pression Bosch, modèle BMP085, qui permet de mesurer la pression atmosphérique. Les chercheurs de Bosch ont développé une technique pour ces transducteurs de pression en utilisant du Si

poreux et l'épithaxie pour former une membrane de silicium monocristallin et une cavité sous vide sans collage [25].

#### 1.4.2. Micro- et nano- matériaux à base de carbone

Les micro/nano matériaux à base de carbone sont aussi largement utilisés pour la fabrication des transducteurs piézo-résistifs : le noir de carbone (CB), le nanotube de carbone (CNT) 1D, le graphène 2D et le diamant 3D dopé.

Les CB sont des particules de carbone élémentaire sous forme de poudres avec des tailles variant entre 10 nm et 1 mm. Comparé au CNT, au graphène et au diamant, le CB présente d'excellentes caractéristiques en matière de santé et de sécurité. Aujourd'hui, les CB sont souvent utilisés avec les élastomères tels que le poly(styrène-block-butadiène-block-styrène) (PSBS), le polydiméthylsiloxane (PDMS) et le poly(oxyde d'éthylène) (POE) pour la fabrication de transducteurs de déformation [26]. En général, avec le CB, les dispositifs sont sensibles pour la détection de faibles déformations. A l'aide de techniques de micro-fabrication, Wu et al. [27] ont mis au point un transducteur de déformation sensible en recouvrant un fil de polyuréthane (PU) par une couche composée de CB et de caoutchouc naturel . Ce transducteur présente un facteur de jauge élevé de 39 et une limite de détection pour 0,1% de déformation.

Les nanotubes de carbone (CNT) ont un diamètre à l'échelle nanométrique et peuvent atteindre une longueur de plusieurs centimètres. Cette forme de carbone a été signalée pour la première fois par Iijima en 1991 [28]. Il existe deux types de CNT : en mono-feuillet (SWCNT pour *Single-Walled Carbon Nanotube*) et en multi-feuillet (MWCNT pour *Multi-Walled Carbon Nanotube*). Les méthodes de production les plus connues sont : la dispersion des CNT dans une matrice de polymères, la déposition d'un film de CNT ou le transfert des réseaux de CNT avec des architectures fines sur des substrats flexibles [26]. La dispersion homogène et l'alignement des CNT dans les composites contribuent à une réponse piézo-résistive positive avec une sensibilité améliorée. Malgré la grande extensibilité, le facteur de jauge du composite élastomère rempli de CNT est relativement faible (<5) sous déformation [26]. Afin d'améliorer la sensibilité des transducteurs, divers techniques de fabrication ont été mises au point pour assembler des CNT avec différentes architectures (CNT alignés et suspendus [29], film de CNTs alignés uni-axialement [30], fils de CNT en forme de ressort [31]) sur des substrats flexibles.



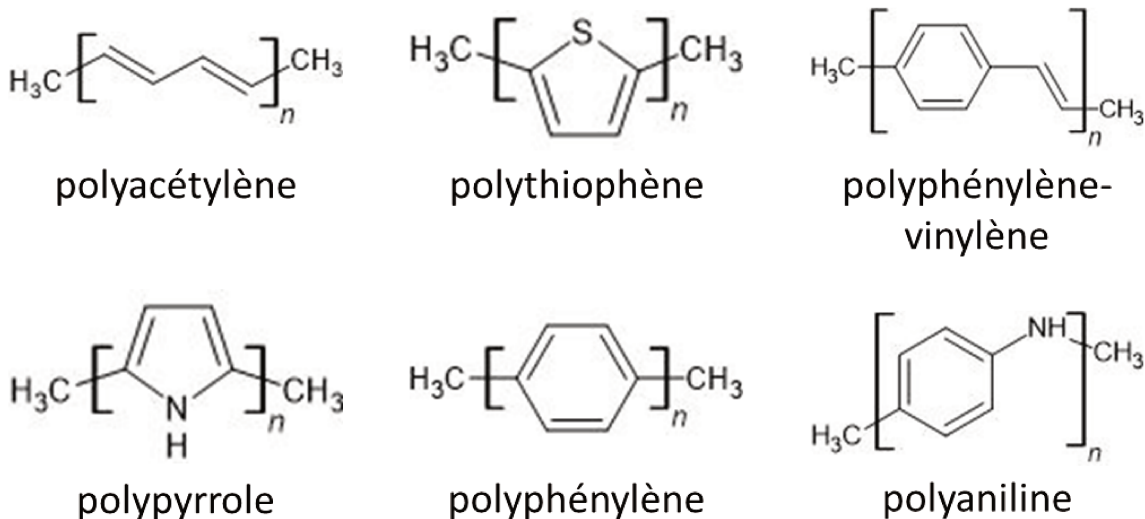
En tant que matériau 2D, le graphène présente des propriétés électriques et mécaniques excellentes et n'est pas toxique [26]. Le graphène est produit sous divers types de nanostructures grâce à différentes stratégies de fabrication. Chen et al. [32] ont mis au point des transducteurs de déformation à base de graphène/nanotube d'argent/PU sous forme de film avec formation de craquelures, qui présentent une sensibilité piézo-résistive élevée sous de faibles déformations. Leur transducteur présente un facteur de jauge de 20 ( $\epsilon < 0,3\%$ ), 1000 ( $0,3\% < \epsilon < 0,5\%$ ) et 4000 ( $0,8\% < \epsilon < 1\%$ ).

Le diamant synthétique dopé est un matériau intéressant pour la fabrication des dispositifs micromécaniques destinés aux températures élevées et aux environnements difficiles, grâce à ses propriétés physicochimiques stables. Par exemple, les modules mécaniques (défini comme le rapport de contrainte à la déformation) de Young et de cisaillement d'un diamant fabriqué par déposition chimique en phase vapeur sont respectivement supérieurs à 1000 et 500 GPa et l'épaisseur atteignable est de l'ordre du  $\mu\text{m}$  [33,34]. Les valeurs de facteur de jauge des diamants dépendent de leurs natures mono- ou polycristalline. Le facteur de jauge est entre 2000 et 3836 pour les diamants monocristallins et entre 10 et 100 pour les polycristallins, pour des élongations de l'ordre de 0,1% [35]. Ces valeurs varient en fonction de la concentration de dopage et de la température.

#### 1.4.3. Polymères conducteurs électriques (PCEs)

Les PCEs sont un sous-ensemble de groupes polymères organiques qui présentent des propriétés semiconductrice ou conductrice. Depuis 1977, ce type de polymère a attiré une grande attention lorsque Shirakawa et al. ont démontré la modification de la conductivité du polyacétylène (PA) dopé par l'iode [36]. Ils ont rapidement remarqué que la conductivité du PA dépendait du niveau d'oxydation et qu'elle pouvait être réglée pour couvrir toute la gamme allant des isolants aux conducteurs [37]. Shirakawa, Heeger et MacDiarmid ont reçu le prix Nobel en chimie en 2000 pour cette découverte [38].

Les PCEs sont plus connus sous le nom de polymères conjugués avec une gamme de conductivité entre  $10^{-10}$  et  $10^{+5}$  S/cm [39]. Certains polymères conjugués sont montrés dans la Figure 1-5.

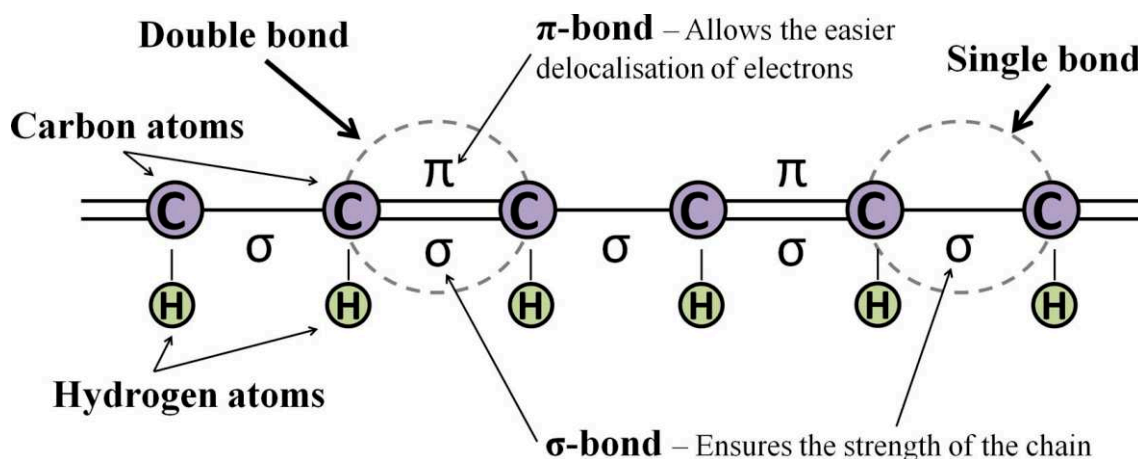


**Figure 1-5** : Structure chimique de certains polymères conjugués.

La Figure 1-2 présente la conductivité des polymères conducteurs comparée à celle d'autres matériaux. Ces matériaux organiques combinent donc les propriétés semiconductrices des matériaux inorganiques classiques avec des propriétés exploitables des plastiques organiques, notamment la processualité. De plus, ces matériaux possèdent des propriétés de conductivité mixte ionique et électronique, des faibles coûts de production et une possibilité d'obtenir un dopage dynamique et réversible [40]. Cette combinaison de propriétés a suscité un fort intérêt technologique, aboutissant au domaine de l'électronique organique, le bioélectronique et au développement d'une grande variété d'applications technologiques [41].

Comme mentionné précédemment dans la Section 1.1., un matériau conducteur électrique possède des charges libres (électrons ou trous). Pour les polymères conjugués, les charges libres possèdent la capacité d'être délocalisables dans des orbitales moléculaires. Deux facteurs clés permettent de modifier la conductivité d'un polymère conducteur : squelette conjugué et dopage.

Les PCEs possèdent un squelette conjugué (Figure 1-6), ce qui signifie qu'il est formé d'une alternance de liaisons chimiques simples et doubles [42].



**Figure 1-6** : Schéma d'un squelette conjugué d'un polymère conducteur : alternance de liaisons simples et doubles [42] (CC-BY).

Les liaisons simples et doubles contiennent toutes les deux une liaison  $\sigma$  qui est chimiquement forte et localisée, tandis que les liaisons doubles contiennent également une liaison  $\pi$  délocalisée [43]. Les orbitales moléculaires  $\pi$  correspondent à la bande de valence. Les orbitales  $\pi^*$  antiliantes correspondent à la bande de conduction [39]. Le premier facteur clé affectant la conductivité des PCEs est la taille de la chaîne polymère qui augmente la longueur de conjugaison, ce qui diminue la bande interdite.

Le second facteur clé est le dopage, qui correspond à la quantité de charge et au type d'espèces introduites. Une fraction significative des unités monomères de l'ordre de 1/3 – 2/3 est souvent dopée [44].

Pendant le dopage des PCEs, des espèces chargées, telles que des ions ( $\text{Cl}^-$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{Na}^+$  ou  $\text{Fe}^{3+}$ ), et des molécules plus grandes comme des polymères (polyélectrolytes, poly(styrène sulfonate) (PSS) et poly(acide vinylsulfonique) (PVS)), sont introduites pour compenser les charges incorporées dans la chaîne de polymère, permettant d'enlever (oxydation) ou d'insérer (réduction) des électrons afin de neutraliser la charge incorporée sur le squelette polymère [45]. Ces processus sont appelés dopage p et dopage n pour former des polymères semiconducteurs du type p et du type n respectivement.

Dans cette partie de la thèse, trois de ces polymères conjugués (ou famille) sont présentés brièvement : la polyaniline, le polypyrrole et le polythiophène.

#### 1.4.3.1. Polyaniline

La polyaniline (PAni) est le premier polymère conjugué rapporté en 1834, connue sous plusieurs noms au fil du temps [46]. Pour la PAni, il existe diverses formes selon le niveau d'oxydation : la base de *pernigraniline* entièrement oxydée en violet, la base d'*emeraldine* moitié oxydée en violet-bleu et la base de *leucoemeraldine* entièrement réduit incolore [47]. La PAni suscite beaucoup d'intérêt en raison de sa stabilité thermique et chimique, ainsi que son faible coût de production [42,48]. La PAni a été étudiée pour les capteurs de gaz, les biocapteurs, les sondes neuronales, l'administration contrôlée de médicaments et les applications d'ingénierie tissulaire [49]. Concernant ses propriétés piézo-résistives (conductivité allant de 0,1 à 100 S.cm<sup>-1</sup> [46]), il n'y a pas beaucoup de travaux publiés. Falletta et al. [50] ont fabriqué des transducteurs avec deux démarches de polymérisation d'un film fin de PAni à la base d'*emeraldine* dans du chloroforme comme solvant. La déposition du film a été effectuée par l'écoulement des gouttes de polymère sur un substrat de polyéthylène téréphtalate (PET). Ce transducteur représente un facteur de jauge élevé de l'ordre de 100 pour une déformation de 30% après un traitement thermique. Cependant, un des inconvénients de la PAni est sa limite de solubilité dans l'eau, ce qui la rend difficilement intégrable [7].

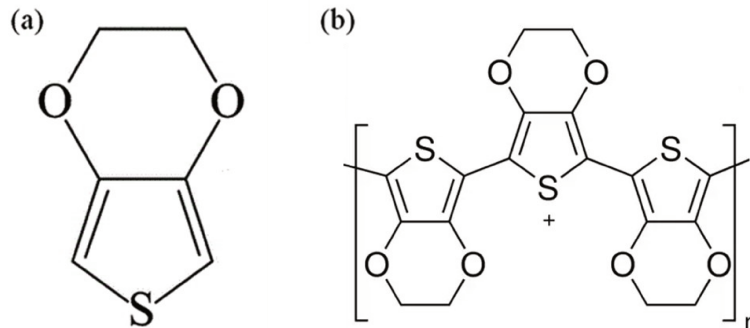
#### 1.4.3.2. Polypyrrole

L'histoire du polypyrrole (PPy) remonte à 1915 [51]. Le PPy est le premier polymère organique qui présente une conductivité significative de 7,5.10<sup>3</sup> S/cm et qui est préparé sous forme de film plastique [7,46]. Le PPy présente une bonne stabilité chimique dans l'air et dans l'eau, il est possible de le synthétiser en grande quantité à température ambiante dans une large gamme de solvants, y compris dans l'eau [52–55]. Malheureusement, le PPy est très difficile à traiter une fois synthétisé, car sa structure moléculaire le rend non thermo-formable, mécaniquement rigide, cassant et insoluble après la synthèse [56–60]. Afin d'augmenter les propriétés mécaniques du polymère, certaines techniques de mise en forme sont étudiées pour fabriquer des structures de PPy à l'échelle nanoscopique, comme l'électrofilage, la polymérisation in-situ interfaciale et la méthode « solution-based template » [61]. Par exemple, Qin et al. [62] ont réussi à fabriquer un transducteur de pression à base de PPy par une méthode combinée de l'électrofilage et de la polymérisation in-situ. Grâce aux microstructures uniques de l'aérogel à nanofibres, le transducteur piézo-résistif flexible

présente une sensibilité de  $60,28 \text{ kPa}^{-1}$  (facteur d'augmentation du courant électrique à tension constante pour 1 kPa de pression appliquée) et une gamme de mesure de pression entre 0 et 24 kPa.

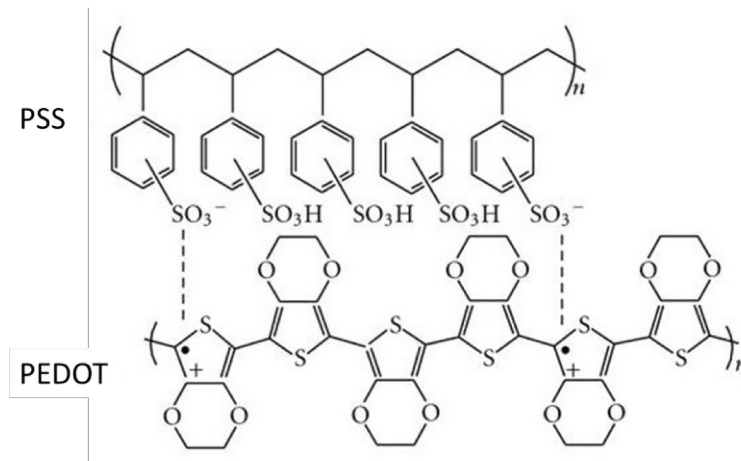
#### 1.4.3.3. Polythiophène et le dérivé

Contrairement aux deux polymères conjugués précédents, l'introduction du polythiophène (PTh) ne remonte qu'à quelques décennies [46]. Le poly(3,4-éthylènedioxythiophène) (PEDOT) est considéré comme le dérivé du PTh le plus performant avec plus de 10 000 publications concernant sa synthèse, ses fondamentaux et ses applications. Le PEDOT est le produit de la polymérisation du monomère 3,4-éthylène dioxythiophène (EDOT, Figure 1-7(a)). Par rapport au PTh, le PEDOT possède un groupe pont dioxyalkylène sur les positions 3 et 4 de son anneau hétérocyclique, Figure 1-7(b), ce qui améliore ses propriétés électrique en abaissant sa bande interdite et son potentiel de réduction et d'oxydation [63,64]. Le blocage des position 3 et 4 confère au PEDOT sa bonne stabilité électrique, chimique et environnementale [63,65]. Cela peut aussi s'expliquer par les substituants cycliques porteurs d'oxygène qui stabilisent le radical libre et la charge positive dans le squelette conjugué [66].



**Figure 1-7** : Structure chimique (a) de l'EDOT et (b) du PEDOT.

Cependant, le PEDOT est insoluble dans des solvants connus. Afin d'augmenter la flexibilité d'utilisation de ce polymère, une innovation a été développée, en utilisant le PSS, un polyélectrolyte soluble dans l'eau [67]. Le PSS est utilisé comme contre-ion équilibrant la charge pendant la polymérisation oxydative de l'EDOT, ce qui donne un complexe polymère PEDOT:PSS (Figure 1-8), dont les particules peuvent être dispersées dans l'eau de façon stable.

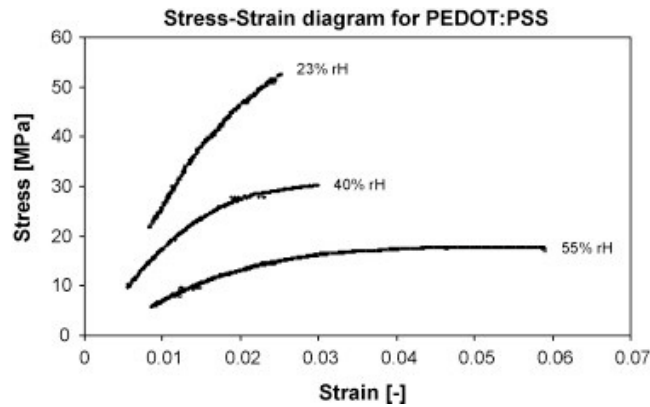


**Figure 1-8** : Structure chimique du PEDOT:PSS.

Il faut noter que le PSS n'est pas un dopant du PEDOT. Il agit plutôt en tant que « contre-ion » compensant la charge présente sur le polymère, cette charge étant le dopant. Ce complexe peut être facilement dispersé dans l'eau sous forme de particules de gel colloïdal d'un diamètre de plusieurs dizaines de nanomètre et présente une grande stabilité [67–70]. Ces dispersions peuvent être facilement transformées en un film mince avec différentes techniques de déposition suivies par une évaporation simple, à température ambiante ou en chauffant légèrement. Les propriétés de ce complexe peuvent être ajustées par l'ajout d'additifs organiques, de surfactants et/ou d'agent mouillants au mélange aqueux afin d'améliorer la capacité de revêtement du polymère sur des substrats hydrophobes ainsi que les propriétés électriques et mécaniques [67]. Aujourd'hui, il existe plusieurs solutions commerciales de PEDOT:PSS produites par le groupe Heraeus® sous le nom Clevios™, ciblant diverses utilisations et compatibles à différentes techniques de déposition, avec des conductivités allant de 0,1 à 1000 S.cm<sup>-1</sup>.

Les films fabriqués à partir de PEDOT:PSS affichent une stabilité thermique satisfaisante. Stepien et al. [71] ont prouvé que, pour un film pur de PEDOT:PSS (Clevios PH1000), la conductivité augmente avec la température jusqu'à environ 160°C dans l'air et 200°C dans l'azote avant une dégradation rapide à des températures plus élevées. Avec un test de répétition de réchauffement, ils ont conclu que le PEDOT:PSS ne devrait pas être utilisé pour des applications nécessitant une exposition prolongée à des températures supérieures à 55°C.

Un autre paramètre environnemental qui permet de modifier les propriétés des films flexibles et sensibles en PEDOT:PSS est l'humidité. Lang et al. [72] ont étudié l'influence de l'humidité sur les propriétés mécaniques d'un film de PEDOT:PSS, Figure 1-9.



**Figure 1-9** : Contrainte en fonction de l'élongation de films de PEDOT :PSS pour trois niveaux d'humidité relative (23%, 40% et 55%) [72] (CC-BY).

Pour une humidité relative de 23%, le matériau présente une tendance à la cassure lors des tests de traction, avec un module de Young de 2,8 GPa. Lorsque l'humidité relative atteint 55%, le comportement change pour devenir plus plastique, et le module de Young atteint à 0,9 GPa. Le PEDOT:PSS présente des particules de PEDOT qui ont généralement une forme sphérique ou ovoïde, avec un diamètre d'environ 30 à 40 nm. Ces particules sont encapsulées d'une enveloppe de PSS. Les interactions entre ces particules sont assurées par des liaisons hydrogène reliant des enveloppes de PSS. Cependant, étant donné que le PSS est hydrophile, l'enveloppe de PSS a tendance à gonfler en présence d'une humidité élevée. Cela réduit la surface de contact entre les particules. Lorsque le film subit une déformation importante dans un environnement humide, la rupture provient de la rupture des liaisons entre les particules. En revanche, dans des conditions sèches, ce sont directement les particules qui se brisent pour entraîner la rupture du film. En conclusion, lors de l'utilisation des capteurs à base de PEDOT:PSS, un étalonnage en fonction de l'humidité est indispensable.

Par rapport à l'effet piézo-résistif de ce polymère, divers travaux ont été publiés concernant le PEDOT, le PEDOT:PSS ou les composites contenant du PEDOT après dépôt sur des matériaux polymères [73–85]. Le Tableau 1-2 résume les caractéristiques de quelques transducteurs à base de PEDOT :PSS.

**Tableau 1-2** : Résumé des transducteurs de déformation basés sur le PEDOT ou PEDOT:PSS.

Matériaux	Méthode de fabrication	Plage de détection	Facteur de jauge	Stabilité cyclique
Silicone@PEDOT:PSS [80]	Dépôt direct sur film mince en polyéthylène avec couche de protection en silicone	<10%	6,9	-
PEDOT:PSS [81]	Micro-canal dans du PDMS	30%	12000	6 cycles
Polyuréthane@PEDOT:PSS [79]	Filage humide de fibres composites	260%	104 pour une élongation de 200%	10 cycles pour une élongation de 100%
Lycra@PEDOT:PSS@Poly(éthylène glycol) [76]	Enduction par trempage sur fil	5%	60	3 cycles
PEDOT:PSS@CNT [82]	Fondu sur film de polyuréthane/poly caprolactone fabriqué par électrofilage	400%	Environ 140	-
PEDOT@nanocellulose sulfatée [83]	Polymérisation in-situ	1,5%	Environ 3,2	9 cycles
PEDOT:PSS@PDMS [84]	Dépôt direct sur polytéréphtalate d'éthylène film	120%	12,5 pour une élongation de 120%	10000 cycles pour une élongation de 30%
Nanofil d'Ag@PEDOT:PSS@PU [85]	Spin-coating	6%	11,14	50 cycles

Avec des méthodes de dépôt de film mince simples, des facteurs de jauge d'un ordre de grandeur supérieur à l'unité peuvent être observés. L'utilisation du PEDOT:PSS est donc prometteuse pour la fabrication de transducteurs détectant une élongation, malgré une cyclabilité variable observée en fonction des types de matières et configurations utilisés, ainsi



que l'interférence connue de ce matériau envers l'humidité et la température. Ce matériau est donc utilisé dans le développement expérimental de notre étude.

## **2. Techniques de fabrication des transducteurs piézo-résistifs**

La fabrication de transducteurs piézo-résistifs implique des procédés complexes et variés, notamment en fonction du matériau piézo-résistif utilisé, du type de capteur et de l'application spécifique. Les techniques de fabrication de différents transducteurs seront présentées.

### **2.1. Fonctionnalisation par déposition de matériau conducteur organique ou composite**

L'une des méthodes courantes pour obtenir des transducteurs piézo-résistifs compressibles, flexibles et extensibles consiste à disperser des matériaux conducteurs, notamment les nanoparticules métalliques et carbonés et les PCEs, dans une matrice polymère. En général, les techniques de dispersion les plus couramment utilisées comprennent le mélange direct (à l'état fondu ou en solution) et la polymérisation chimique par l'oxydation.

#### **2.1.1. Mélange à l'état fondu et mélange en solution**

Le mélange à l'état fondu est une méthode efficace pour incorporer des charges conductrices dans un polymère visqueux fondu. Les avantages de cette technique sont que la charge peut être directement dispersée dans la matrice sans solvant, qu'aucune modification chimique n'est nécessaire [86]. En outre, cette méthode s'adapte assez bien aux productions industrielles actuelles, en raison de la facilité de fabrication et des propriétés modulables selon les paramètres sélectionnés [86].

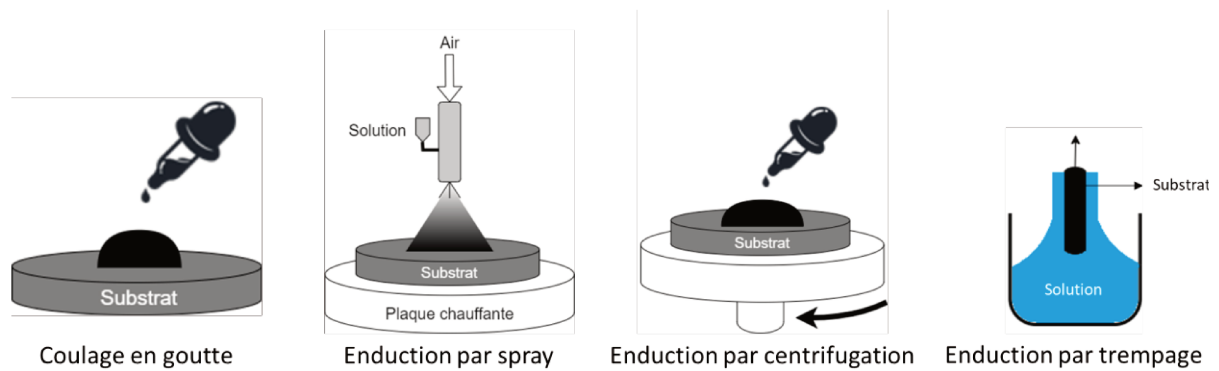
Un inconvénient est que le mélange à l'état fondu peut conduire à des dispersions évolutives. Dans ce cas, d'autres méthodes doivent donc être envisagées, comme le mélange en solution. Néanmoins, à cause des propriétés insolubles des charges conductrices dans des solvants courants, l'introduction d'une fonctionnalisation à la surface des charges peut les rendre dispersables et renforcer l'interaction entre la charge et la matrice. Cependant, cette fonctionnalisation chimique réduit la conductivité électrique des composites obtenus en intercalant les charges conductrices [86].

## 2.2. Dépôt de film mince

Le dépôt de film mince est une méthode utilisée par application d'une solution de PCE ou une formulation de charges conductrices sur un substrat. Cette méthode peut être utilisée aux surfaces planes ou aux textiles pour fabriquer des transducteurs piézo-résistifs de différentes formes. Cette méthode est appropriée pour générer une conductivité sans altérer les propriétés existantes du substrat telles que la flexibilité et la densité [87].

### 2.2.1. Revêtement de film mince à la surface

Les transducteurs piézo-résistifs peuvent être fabriqués en déposant des couches de matériaux conducteurs en phase liquide sur la surface d'un substrat souple. Une des contraintes les plus importantes est la solubilité ou la dispersibilité des PCEs dans des solvants. Sachant que la dispersion aqueuse de PEDOT:PSS a été commercialisée depuis une vingtaine d'années par Bayer® [88], c'est donc le matériau de choix pour rendre une surface conductrice avec une technique adéquate de déposition. Les méthodes principales de déposition sont : le coulage en goutte, l'enduction par spray, l'enduction par centrifugation et l'enduction par trempage, Figure 1-10. Les transducteurs piézo-résistifs à structure stratifiée sont généralement fabriqués ou intégrés dans des substrats extensibles comme le PDMS, le polyuréthane (PU), le PSBS, en raison de leur flexibilité et conformabilité [89]. Des matériaux sous forme de fibre tels que le nylon, l'élasthane, le polyester, le coton sont également utilisés pour préparer des textiles extensibles et conducteurs. Toutefois, certaines limitations subsistent, notamment le fait que l'uniformité du film est difficile à contrôler et que l'interaction entre les couches conductrices et le substrat élastomère est faible, ce qui peut entraîner une délamination et/ou un gauchissement des surfaces.



**Figure 1-10** : Schéma des techniques de dépôt de film mince.

#### 2.2.1.1. *Coulage en goutte*

La procédure consiste simplement à déposer des gouttes d'un matériau en solution ou en dispersion sur un substrat, suivi d'une évaporation de solvant. L'avantage est qu'aucun équipement spécifique n'est nécessaire hormis un plan de travail horizontal. Bien qu'il soit possible de créer des films épais et conducteurs, cette méthode souffre d'une limitation de la taille de surface fonctionnalisée, de contrôle sur l'épaisseur du film et souvent des effets de cadrage sont observés aux bords du film. Il est également nécessaire que le matériau à revêtir ait une solubilité élevée dans le solvant afin d'éliminer la précipitation générant des grains lors de l'évaporation de solvant [90]. Cependant, il s'agit de la technique de dépôt de film mince la plus simple.

#### 2.2.1.2. *Enduction par spray*

Cette technique consiste à faire passer une solution ou une dispersion liquide à travers une buse, ce qui forme un fin aérosol. Les gouttelettes d'aérosol tombent sur le substrat pour former un film mince ou épais. La morphologie du film peut être contrôlée par la pression d'air, la viscosité du matériau soluble ou dispersable, la géométrie de la pointe du pistolet, les propriétés du solvant et la distance entre la buse et le substrat [91]. Une des difficultés de cette méthode de fonctionnalisation est de préparer un film sur des substrats lisses, car les gouttelettes risquent de s'accumuler afin de former un film non homogène [90]. La solution est d'optimiser les paramètres pour que les gouttelettes se stabilisent une fois qu'elles atteignent sur le substrat. Cette technique a été utilisée avec succès pour la fonctionnalisation de membranes électrofilées en polyuréthane par du PEDOT:PSS (Annexe 1).

#### 2.2.1.3. *Enduction par trempage*

L'enduction par trempage est une technique simple, mature et peu coûteuse. Pour ces raisons, elle est utilisée en laboratoire pour la recherche fondamentale et appliquée, et dans l'industrie textile pour le développement et la production. Les principales étapes de cette méthode sont :

- (1) Le substrat est immergé dans la solution ou la dispersion pendant un certain temps.
- (2) Le substrat est ensuite retiré du liquide vers le haut afin d'écouler le matériau de la surface.
- (3) Le solvant est finalement évaporé, formant une couche à la surface.

Si nécessaire, une répétition de ces procédures est envisageable pour augmenter la quantité de matière déposée sur le substrat. Également, les pré-traitements de la surface du substrat, dont le but est d'augmenter l'affinité entre le substrat et la matière conductrice, peuvent générer une couche plus homogène et plus stable. Cette méthode est compatible avec des surfaces de géométrie plus complexe, comme les substrats poreux ou textiles.

#### 2.2.1.4. *Enduction par centrifugation (dépôt à la tournette)*

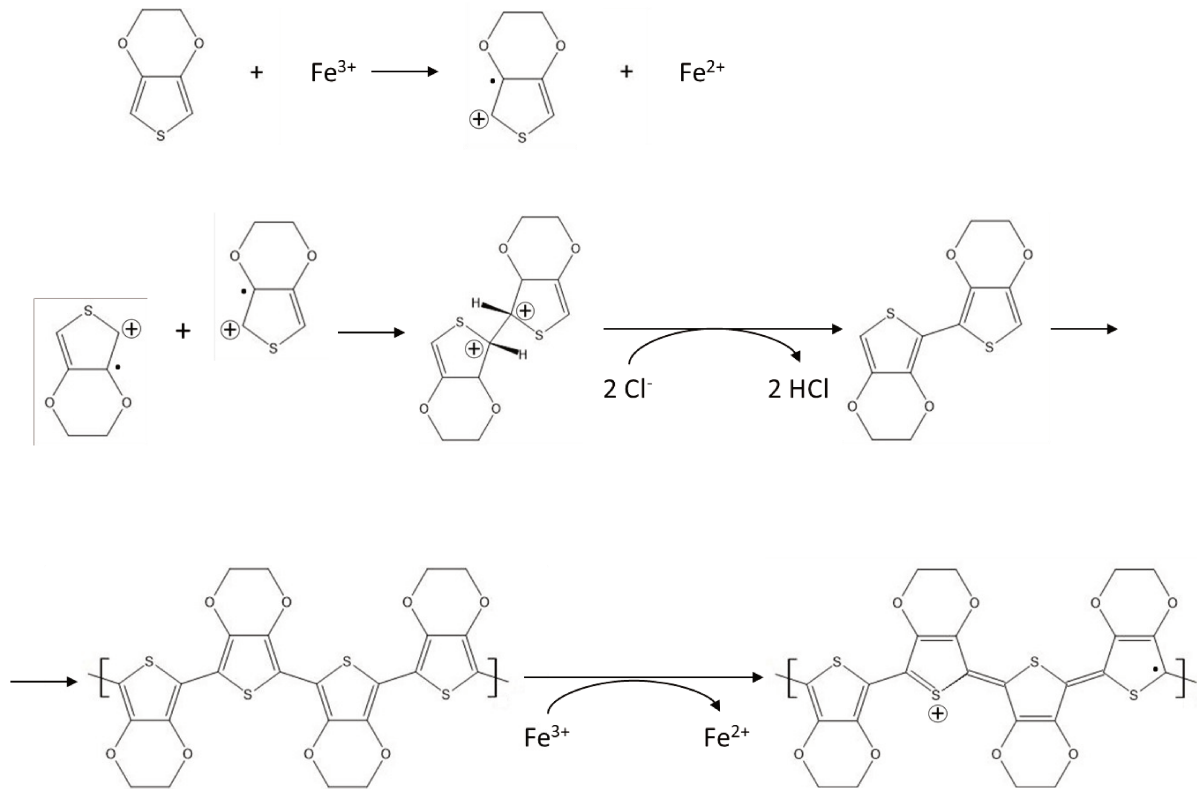
L'enduction par centrifugation est l'une des techniques d'enduction les plus courantes, qui permet d'obtenir une épaisseur uniforme de film mince sur un substrat à l'aide d'un plateau tournant. Le protocole peut se diviser en quatre étapes :

- (1) Une solution ou une dispersion est déposée au centre du substrat.
- (2) Le substrat mis en rotation, la solution ou la dispersion s'écoule radialement sous la force centrifuge et recouvre entièrement le substrat.
- (3) Le film du matériau s'amincit avec la force centrifuge constante et le matériau en excès est éjecté du bord du substrat sous forme de gouttelettes, laissant une couche fine à la surface.
- (4) Le solvant est finalement évaporé par chauffage.

L'avantage de cette technique est qu'elle est peu coûteuse, rapide et qu'elle conduit une couche d'épaisseur uniforme, reproductible et contrôlable. L'inconvénient principal de cette méthode est le gaspillage du matériau, car 90% de matières sont éjectées [92]. Les substrats de taille supérieure à la tournette ne peuvent pas être centrifugés à une vitesse élevée pour permettre au film de s'amincir et de sécher en temps voulu. En outre, un substrat plan et rigide est nécessaire pour garantir l'uniformité du film.

### 2.2.2. Polymérisation chimique par l'oxydation

La polymérisation chimique par l'oxydation est une méthode intéressante pour déposer des PCEs. Le mécanisme de la réaction de polymérisation oxydative du PEDOT est présenté dans la Figure 1-11.



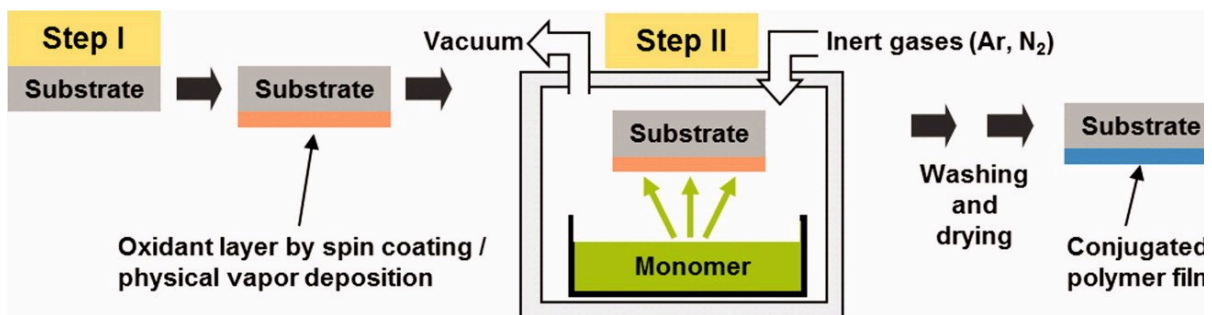
**Figure 1-11** : La polymérisation oxydative de l'EDOT en PEDOT à partir du chlorure de fer(III) (FeCl<sub>3</sub>).

L'oxydant (ici l'ion Fe<sup>3+</sup>) oxyde l'EDOT, formant un radical cationique, qui forme consécutivement un dimère, libérant un proton dans le milieu de polymérisation. De même, les dimères sont oxydés et réagissent successivement pour former le PEDOT [93]. Ce principe basique s'applique pour toutes les méthodes de polymérisation de PEDOT. Selon les différentes méthodes de synthèse, le PEDOT observé présente différentes morphologies et différentes propriétés [94]. Les méthodes de polymérisation principales sont : la polymérisation en phase vapeur, la déposition en phase vapeur et la polymérisation chimique in-situ.

#### 2.2.2.1. Polymérisation en phase vapeur (VPP)

Les protocoles de dépôt en phase vapeur pour la synthèse de film minces de polymères conjugués ont évolué grâce à de nombreuses approches différentes, en particulier la méthode

d'apport d'oxydant pour la polymérisation oxydative par étapes. Dans cette partie, la méthode de fonctionnalisation VPP désigne un processus en deux étapes, Figure 1-12, dans lequel un agent oxydant est d'abord déposé sur un substrat puis le substrat recouvert d'oxydant est exposé à la vapeur de monomère à l'intérieur d'une chambre fermée, soit à la pression ambiante, soit sous vide contrôlé à basse pression, ce qui entraîne la synthèse et le dépôt d'un film de polymères. Le film déposé est ensuite lavé par un solvant d'alcool pour éliminer tous les réactifs et les sous-produits.



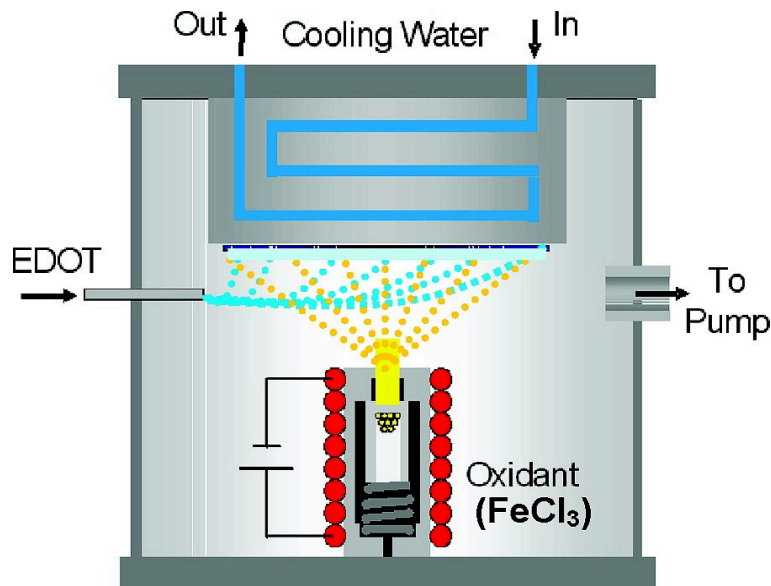
**Figure 1-12** : Schéma de procédure typique pour déposer un film de polymère conducteur par VPP [95] (CC-BY).

Le terme VPP était mentionné pour la première fois par Ojio et al. [96] en 1986. Ils ont réussi à déposer un film de PPy par exposition du monomère pyrrole en phase vapeur sur un film de poly(vinyl alcool) (PVA) contenant du  $\text{FeCl}_3$ . Ils ont également montré que la conductivité et la transparence du composite dépendent du temps de polymérisation, de la température et de la concentration du  $\text{FeCl}_3$ .

#### 2.2.2.2. Dépôt chimique en phase vapeur par oxydation (oCVD)

La méthode de dépôt chimique en phase vapeur par oxydation est un procédé de synthèse en phase vapeur, en une étape dans lequel l'oxydant et le monomère réagissent entre eux sur le substrat cible à l'état de vapeur et subissent une polymérisation par oxydation. Un procédé oCVD standard consiste à placer le substrat à l'intérieur d'une chambre sous vide sur un plateau inversé à température contrôlée, Figure 1-13. Le  $\text{FeCl}_3$  étant un oxydant à l'état solide à température ambiante est placé dans un creuset directement à l'intérieur de la chambre à vide, et orienté vers le haut sur la platine inversée et chauffée à une température élevée pour le sublimer [97]. Cette configuration de substrat disposé à l'envers au-dessus du creuset de l'oxydant permet d'éviter aux particules de  $\text{FeCl}_3$  de tomber sur le substrat [97]. Le monomère, souvent sous forme de liquide, est placé dans une jarre à vide chauffée et introduit dans le

système à un débit réglé. La pression de fonctionnement pendant le dépôt est également contrôlée. Etant donné que le monomère et l'oxydant réagissent en phase vapeur, les propriétés des polymères conducteurs formés sont indépendantes du substrat [95].

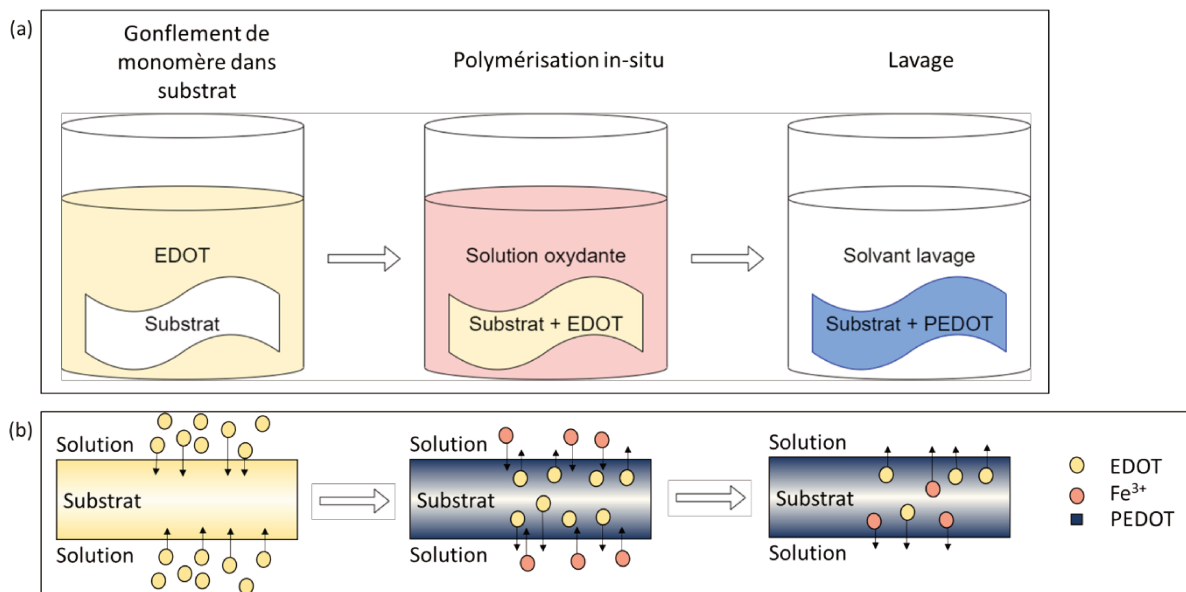


**Figure 1-13** : Schéma de la chambre de fonctionnalisation par oCVD, réimprimé avec l'autorisation de la référence [97] (Copyright 2007 American Chemical Society).

L'utilisation de cette méthode pour déposer des films de PEDOT a été, dans un premier temps, publiée par Lock et al. [98] en 2006. Avec cette technique sans solvant, les films de PEDOT ont une conductivité élevée de 105 S/cm et une transparence de 84%. Plus récemment, le brome, liquide à température ambiante, a été utilisé comme oxydant pour la synthèse de PEDOT [99]. Comme le brome subit une réaction d'oxydation complète en phase vapeur sans laisser de sous-produits dans le polymère formé, l'étape de lavage et de séchage peut être évitée.

#### 2.2.2.3. Polymérisation *in-situ*

La polymérisation *in-situ* fait référence à la polymérisation chimique oxydative des polymères conducteurs directement sur les substrats dans des conditions de formation de film. En général, la polymérisation oxydative *in-situ* est réalisée de préférence avec du fer(III), du manganèse(IV) ou d'autres ions métalliques présentant un état d'oxydation approprié [100]. Dans le cas de PEDOT, le protocole typique de la polymérisation est illustré dans la Figure 1-14.



**Figure 1-14 :** (a) Schéma de principe de la polymérisation in-situ de l'EDOT et (b) représentation du mouvement des espèces chimiques réagissant à l'interface.

Le substrat est dans un premier temps gonflé dans de l'EDOT, il est ensuite immergé dans une solution oxydante (souvent la solution de  $\text{FeCl}_3$  ou de  $\text{Fe}(\text{Tos})_3$ ) en chauffant pour démarrer la polymérisation [101]. Avec les gradients des concentrations d'espèces présentes dans le film et en solution, l'EDOT gonflé dans le substrat migre vers la solution oxydante, et les ions  $\text{Fe}^{3+}$  dans la solution migrent dans le substrat. Ces deux espèces se rencontrent au niveau interfacial du substrat, où une partie de la formation du PEDOT est réalisée, une autre partie étant réalisée en solution. Une fois la réaction terminée, le substrat avec PEDOT polymérisé est rincé par un solvant d'alcool pour enlever tous les réactifs en excès encore présents dans le matériau.

Avec cette méthode de fonctionnalisation, la concentration des réactifs et la température de réaction permettent de contrôler la quantité de polymère conducteur formée. Cette quantité de polymère permet de modifier simplement les propriétés électriques, mécaniques et électromécaniques des transducteurs [102]. En outre, la polymérisation in-situ présente également divers avantages tels que la facilité de mécanisation, le faible coût de la production. Le principal avantage est la formation de PEDOT dans le substrat qui mène à une couche conductrice robuste mécaniquement (pas de délamination lors de stimulations mécaniques). Le PEDOT, qui ne peut pas être traité par fusion ou mis en solution en raison de son instabilité thermique et de son insolubilité, peut être préparé par cette méthode [102].

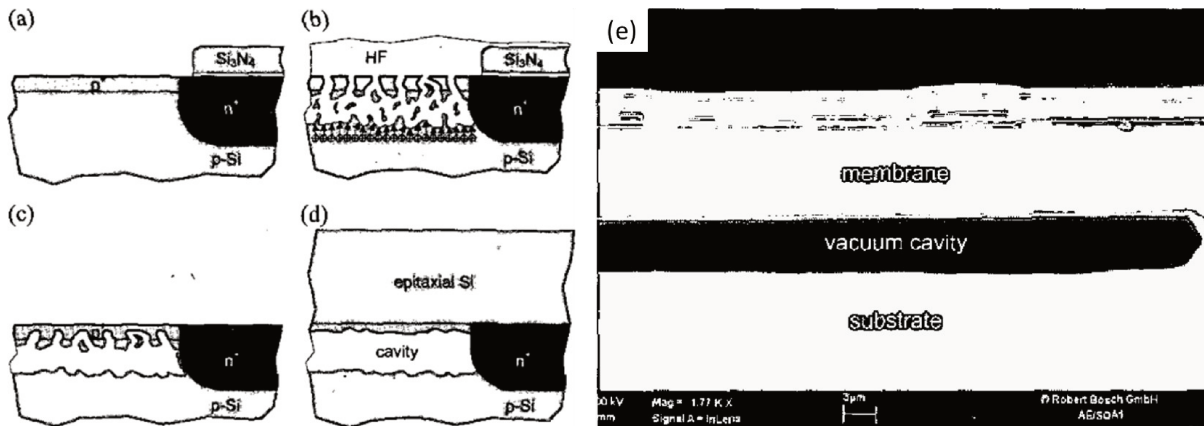


Parmi les méthodes de dépôt de film mince présentées précédemment, ce sont l'enduction par trempage et la polymérisation in-situ qui sont étudiées dans ce travail de thèse afin de fonctionnaliser un substrat élastique textile pour fabriquer un transducteur homogène.

### **2.3. Fabrication des MEMS**

La technologie des MEMS a émergé dans les années 1980s. En 1982, l'article fondateur de Petersen intitulé « *Silicon as a Mechanical Material* » (Le silicium en tant que matériau mécanique, référence [103]) a passé en revue plusieurs transducteurs en silicium micro-usinés, notamment des dispositifs piézo-résistifs, ainsi que les techniques de fabrication utilisés pour les obtenir . Plus récemment, les avancées technologiques dans la fabrication des circuits intégrés, y compris les méthodes de dopage, de gravure et de dépôt de couches minces, ont permis d'améliorer la sensibilité, la résolution, la gamme de détection et la miniaturisation des dispositifs piézo-résistifs en Si [34].

En 2003, Bosch® a développé une technique de micro-usinage de surface pour fabriquer des membranes de Si monocristallin recouvrant une cavité sous-vide pour des applications telles que les capteurs de pression piézo-résistifs [104]. Le schéma de la fabrication est représenté dans le Figure 1-15(a-d).



**Figure 1-15** : Schéma des étapes de fabrication : (a) substrat avant la gravure, (b) pendant la gravure, (c) après le frittage dans une atmosphère d'hydrogène et (d) après la croissance épitaxiale, réimprimé avec l'autorisation de la référence [104] (*Copyright* 2003 *IEEE*), (e) membrane du capteur de pression avec cavité sous-vide et résistance piézo-électriques implantées sur le dessus, réimprimé avec l'autorisation de la référence [25] (*Copyright* 2005 *IEEE*).

Le procédé de fabrication implique un dopage p+ peu profond et un dopage n+ profond du substrat et le dépôt d'une couche de nitrure de silicium afin de protéger la partie de Si type-n, Figure 1-15(a). Ensuite, une gravure est réalisée dans de l'acide fluorhydrique (HF) concentré pour former une structure poreuse. Une fois la gravure terminée, la couche de nitrure de silicium est éliminée. Le système est chauffé à une température entre 900°C et 1100°C sous une atmosphère d'hydrogène. Pendant la réduction, les pores de surface sont scellés et commencent à fusionner laissant apparaître en dessous une grande cavité, comme montré dans la Figure 1-15(c). Finalement, une membrane de silicium monocristallin est déposée sur la couche scellée par une croissance épitaxiale dans une chambre de dépôt chimique en phase vapeur (CVD).

La membrane monocristalline formée avec ses propriétés piézo-résistives peut se déformer proportionnellement à la différence de pression entre les deux côtés (la cavité sous vide et le côté extérieur). Cette différence de pression peut être détectée par la résistance de la membrane. En connaissant la pression interne dans la cavité fermée, la pression du côté extérieur peut être déduite.

A partir de cette technologie de micro-usinage de surface, jusqu'à aujourd'hui, des nouvelles générations de capteur de pression sont commercialisées par Bosch®, avec de meilleures

précisions en valeur absolue (de 600 Pa de précision absolue pour les premières versions à 50 Pa aujourd'hui). Cela nous permet de développer un système de détection direct de la perte de charge d'un filtre à air intégré au filtre lui-même lors de notre étude.

### **3. Applications des capteurs piézo-résistifs**

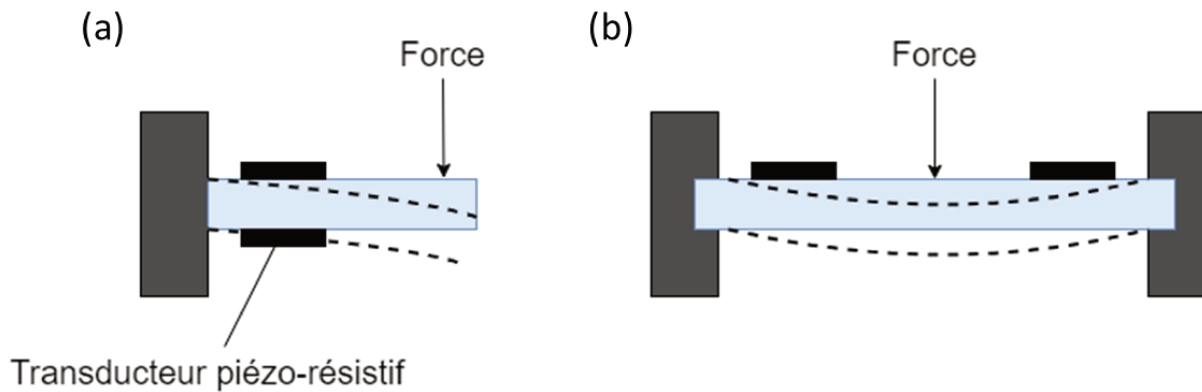
Selon les caractéristiques des capteurs piézo-résistifs, différentes applications peuvent être visées . Dans cette section, les applications seront présentées en deux types : les détections mécaniques avec des capteurs piézo-résistifs conventionnels et les applications émergentes.

#### **3.1. Détections mécaniques**

Depuis la découverte de l'effet piézo-résistif dans le silicium, divers capteurs, que ce soit à l'échelle macroscopique ou sous forme de MEMS, sont développés avec ce type de matériaux semi-conducteurs. Dans cette partie, les principes de fonctionnement des capteurs commercialisés pour la détection de la force, du déplacement, de l'accélération et du débit sont présentés brièvement.

##### **3.1.1. Capteur de force**

Les forces modifient l'état d'un corps auquel elles sont appliquées. La plupart des capteurs à jauge de déformation pour les mesures de force sont basés sur de petites déformations de poutres ou de membranes. En général, au moins deux transducteurs piézo-résistifs sont collées sur les surfaces opposées d'une poutre ou aux deux extrémités d'une membrane (Figure 1-16).



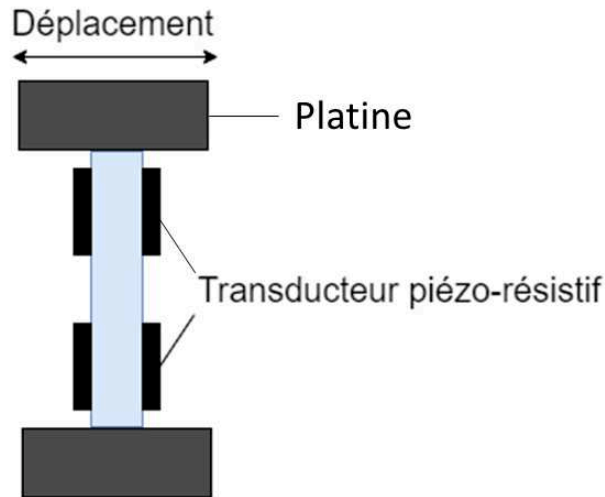
**Figure 1-16** : Deux configurations du transducteur de force avec (a) une poutre et (b) une membrane.

En ce qui concerne le principe de fonctionnement de la plupart des transducteurs piézo-résistifs, la force, appliquée à l'extrémité ou dans la région centrale, déforme la poutre ou la membrane et induit une compression ou une expansion des transducteurs en fonction de la géométrie. Comme la réponse des transducteurs dépend de l'élongation, et que dans le domaine élastique des matériaux la loi de Hooke proportionnalise la variation de longueur à la force appliquée, les signaux électriques de sortie des transducteurs permettent donc de connaître la force appliquée.

Avec ce principe de fonctionnement, Duc et al. [105] ont fabriqué un cantilever piézo-résistif en 2D pour la détection de force avec une résolution de l'ordre du nN. Le cantilever en silicium est fabriqué par micro-usinage (photolithographie et gravure). Deux transducteurs piézo-résistifs en Si épitaxial de 500 nm d'épaisseur sont situés de part et d'autre du cantilever. Les résolutions des forces latérales et verticales sont mesurées à 21 et 4 nN respectivement. Ce cantilever à détection de force peut être utilisé pour mesurer la force de contact entre les outils de manipulation et les petits objets, par exemple dans la manipulation de cellules vivantes, la chirurgie mini-invasive et le micro-assemblage.

### 3.1.2. Capteur de déplacement

Les transducteurs désignés afin de détecter à la fois la tension et la compression de la poutre, Figure 1-17(a), sont fréquemment utilisées pour fabriquer des capteurs de déplacement. Un transducteur de force peut être aussi utilisé pour la mesure d'un déplacement.

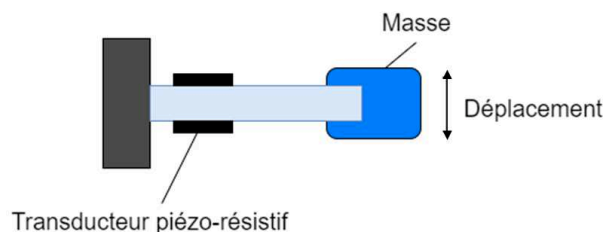


**Figure 1-17** : Configuration d'un capteur de déplacement.

Maroufi et al. [106] ont présenté un transducteur de déplacement piézo-résistif dans un nano-positionneur MEMS. Une technique de détection différentielle a été mise en œuvre où les forces axiales longitudinales le long des flexions de la poutre inclinée sont utilisées pour mesurer le déplacement de la platine. Une relation linéaire entre le déplacement de la platine et la somme des amplitudes des forces axiales appliquées sur la poutre de flexion est démontrée, et est proportionnelle aux signaux de sortie du transducteur. Une résolution de 4 nm est obtenue avec une platine relativement large de 16  $\mu\text{m}$ .

### 3.1.3. Capteur d'accélération

Les capteurs pour les mesures d'accélération ont la configuration typique d'un capteur de force ou de déformation de géométrie poutre, sauf qu'une masse est ajoutée en bout de poutre (Figure 1-18). Les accéléromètres convertissent le déplacement de cette masse due au changement de la vitesse du système en une variation de la résistance.



**Figure 1-18** : Schéma principe d'un transducteur d'accélération.

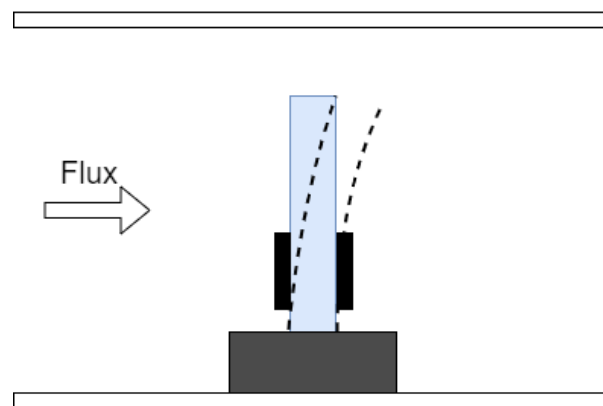
Avec la masse  $m$  connue, l'accélération de la masse peut être trouvée en utilisant la deuxième loi de Newton  $F = m dv/dt$ , avec  $v$  la vitesse de déplacement et  $t$  le temps.

Ce type de transducteur a été développé pour la première fois par Roylance et al. [107] en 1979. Le dispositif, d'une longueur de 3 mm et d'un poids de 0,02 g, est une simple poutre en porte-à-faux et une structure de masse scellée dans un boîtier en silicium. L'accéléromètre est capable de mesurer des accélérations de 0,001 à 50 g sur une bande passante de 100 Hz, tandis que les changements de géométrie facilement mis en œuvre permettent de faire varier ces caractéristiques de performance sur une large gamme pour répondre aux différents besoins. L'exemple des airbags dans les voitures est le plus marquant.

#### 3.1.4. Capteur de débit

Une autre application particulière des capteurs de force concerne la mesure indirecte du débit de gaz ou de liquide. La variation de force due aux variations du débit de la substance est mesurée par une liaison mécanique entre la poutre et les transducteurs.

La poutre, qui est en contact direct avec le fluide, convertit une variation de pression en un mouvement mécanique qui engendre des variations de résistance, Figure 1-19.



**Figure 1-19** : Schéma principe d'un transducteur de débit.

Shen et al. [108] ont exploité ces éléments de détection pour fabriquer des transducteurs piézo-résistifs afin de mesurer le débit dans les tubes utilisés pour l'administration de médicaments par perfusions intraveineuses. Le transducteur permet la mesure de d'un débit entre 100 et 500 mL/h.

### 3.2. Applications émergentes

Depuis ces dernières années, les transducteurs piézo-résistifs extensibles développés à partir de matériaux organiques ont attiré une attention considérable, en raison de leurs propriétés

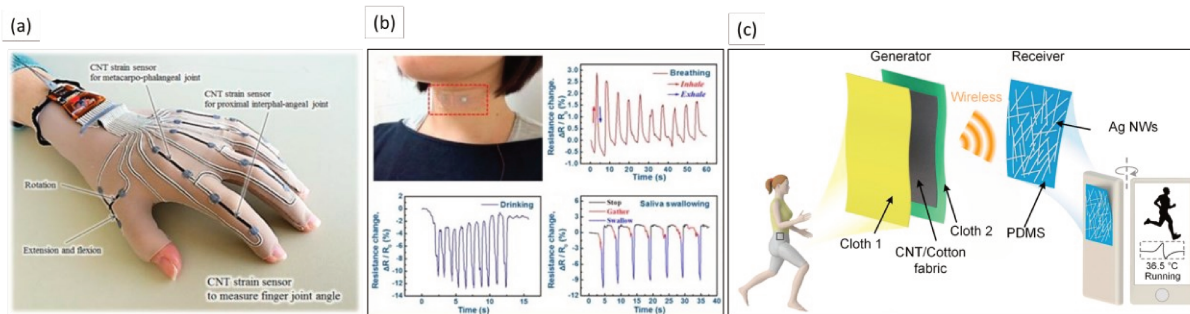
prometteuses. L'un des points forts de ce type de transducteurs est leur capacité à supporter des niveaux de déformation faibles ou élevés. Pour les applications impliquant de grandes déformations, de la perméabilité ou une intégration sur des surfaces irrégulières, ils sont les transducteurs de choix permettant d'innover.

Dans cette partie, cette nouvelle génération du capteur sera présentée de leurs applications émergentes, notamment la détection des mouvements humains, des soins de santé personnalisés, de la surveillance des dommages et de l'état de santé structurel, la robotique molle, et l'Internet des Objets (IdO).

### 3.2.1. Détection des mouvements humains et des soins de santé

Etant donné que les propriétés mécaniques de ces capteurs flexibles et extensibles ressemblent à celles des tissus humains et que leur fonctionnement est similaire à ceux qui sont présentés précédemment dans la Section 3.1, ce type de capteurs peut être donc utilisé pour mesurer et quantifier les activités humaines, Figure 1-20.

En général, ce type de capteurs peuvent se mettre sur la peau [27], [87] (Figure 1-20(a) et (b)), sur tissu [109,110] (Figure 1-20(c)) ou être implantés [111,112]. La gamme de déformation de ces mouvements humains peut être à la fois importante, comme la flexion des articulations (les doigts, les bras et les genoux), et faible, comme les battements de cœur, la respiration et la phonation. Avec des capteurs installés sur différentes positions d'un corps humain, le signal de détection peut être utilisé pour analyser en temps réel les mouvements et les charges cognitives et émotionnelles de personnes.



**Figure 1-20** : Capteurs piézo-résistifs pour la détection des mouvements humains : (a) gant avec capteurs de déformation en CTN pour la détection des mouvements des articulations des doigts, réimprimé avec l'autorisation de la réf. [30] (*Copyright 2016 American Chemical Society*), (b) surveillance des mouvements musculaire de la trachée et de l'œsophage, réimprimé avec l'autorisation de la réf. [85] (*Copyright 2015 American Chemical Society*), (c) patch intelligent pour la détection des mouvements humains (marche, course, position debout) [109] (CC-BY).

Pour l'instant, la plupart des capteurs développés sont placés sur le tronc, le bras, la jambe et le doigt pour mesurer la cinématique et/ou la posture. Ils sont généralement fixés ou intégrés dans les accessoires ou vêtements portables. En ce qui concerne les dispositifs sans-fils, les textiles intelligents sont présentés comme étant l'avenir des technologies portables. Les fonctions typiques des textiles intelligents sont la détection, l'actionnement, ainsi que l'alimentation en énergie, le traitement des données et la communication. Des textiles conducteurs ont été développés dans le but de surveiller la santé, en tant que capteurs à jauge de déformation ainsi que pour la détection et la surveillance de la posture, de la position des segments du corps et des mouvements du corps. Des progrès notables ont aussi été obtenus pour des capteurs textiles permettant la détection des battements cardiaques [110].

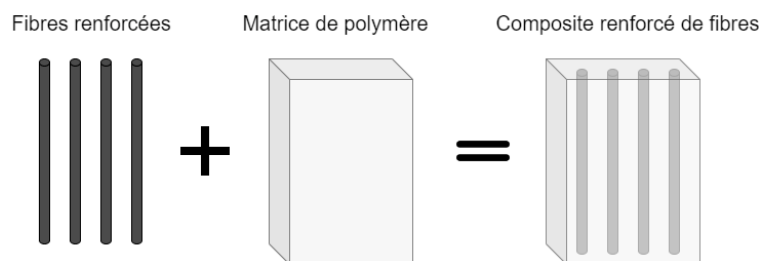
Pour ces applications particulières, il existe cependant plusieurs défis à relever pour une utilisation dans la vie quotidienne. Dans un premier temps, une distinction fine des différents mouvements du corps et/ou d'autres informations physiologiques de l'environnement est nécessaire. La précision, la sensibilité, la stabilité à long terme et la biocompatibilité des transducteurs doivent être améliorées pour répondre aux exigences. Dans un deuxième temps, une adhérence interfaciale robuste entre l'électronique et les transducteurs est également importante pour obtenir une qualité de mesure élevée. Finalement, la production en grande quantité et la commercialisation de ce type de capteurs restent toujours limitées à cause des stratégies de fabrication coûteuses et non reproductibles.



### 3.2.2. Surveillance des dommages et de l'état de santé structurels

Comme mentionné dans la Section 1.2, le premier capteur piézo-résistif a été fabriqué pour l'étude de la résistance aux tremblements de terre d'un bâtiment [9]. Cet usage s'est élargi à la surveillance des fissures ou des dommages dans les grandes structures telles que les navires, les avions, les ponts et les bâtiments [113]. Les composites renforcés de fibres (fiber-reinforced composites) (CRFs), Figure 1-21, sont un type de matériau de construction qui contient des fibres renforcées (en verre, en carbone et en aramide) et une matrice de polymère, en particulier pour les composants structurels légers. Les CRFs peuvent remplacer les matériaux métalliques traditionnels en raison de leur rigidité élevée, de leur résistance à la corrosion, de leur résistance à la fatigue [114]. A partir des CRFs, trois types de méthodes de fabrication des transducteurs sont développés :

- (1) les renforts fibreux qui ont des propriétés conductrices et la matrice de polymère non conductrice sont utilisés pour créer des CRFs piézo-résistifs,
- (2) la matrice de polymère étant PCE avec les renforts fibreux non conducteurs,
- (3) les renforts fibreux (comme les fibres de verre), qui n'ont pas de propriétés conductrices, peuvent être fonctionnalisés avec des dépôts conducteurs.



**Figure 1-21** : L'assemblée générale des structures des composites renforcés de fibres.

Les fibres renforcées en carbone ou en CNTs permettent de développer des transducteurs utilisés pour détecter les dommages internes et les défaillances dans les composites [26,113–115]. Cependant, en raison de la structure anisotrope et de la complexité des voies de défaillance, la majorité des dommages et des fissures sont difficilement observables avec des fibres conductrices traditionnelles de carbone [115]. Par rapport à ces fibres, les CNT sont plus petits et ont une efficacité de renforcement exceptionnelle en termes de propriétés mécaniques et électriques [26]. Il existe donc un grand potentiel de renforcement isotrope et d'auto-détection des dommages. A cet égard, les mélanges multi-composants basés sur des

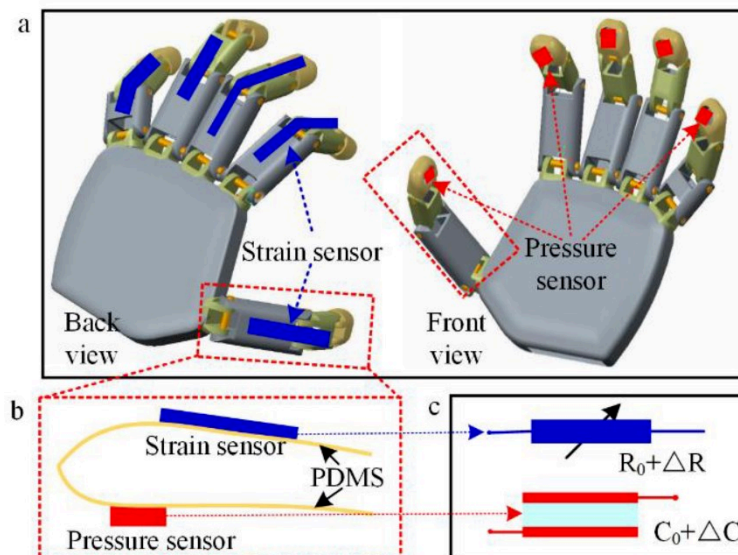
charges conductrices de base sont prometteurs et peuvent couvrir une large gamme de résistances initiales [26].

La fonctionnalisation des fibres renforcées est une nouvelle méthode pour fabriquer des CRFs possédantes un contrôle in-situ de l'état des structures. Les réseaux conducteurs sont formés par incorporation de charges conductrices, comme les CNTs, le graphène, la PANi, à la surface des fibres renforcées par des différentes méthodes d'enduction ou de déposition présentées dans la Section 2.2. Cette couche conductrice, en augmentant la force d'adhésion avec la matrice polymère, peut également garantir l'interaction entre la matrice et les fibres renforcées afin d'augmenter les propriétés mécaniques des composites structuraux [116]. Bien que cette approche reste toujours en phase de développement, elle est très attrayante pour l'avenir.

### 3.2.3. Robotique molle

La robotique molle est un sous-domaine de la robotique qui concerne la fabrication des robots à base de matériaux souples. Contrairement aux robots à corps rigides construits à partir de métaux, de céramiques et de plastiques durs, les robots mous peuvent modifier leur forme de manière active et/ou passive avec des méthodes de contrôle adaptées. Divers capteurs multimodaux doivent être intégrés dans ces systèmes à corps mou afin de fournir des retours d'information sensoriel pour obtenir une certaine autonomie du robot et aller au-delà du contrôle en boucle ouverte. Parmi les nombreuses modalités de détection, la détection mécanique joue un rôle important. Afin d'effectuer des tâches avec succès comme les systèmes biologiques, les robots à corps mou doivent percevoir leur propre forme par des capteurs de déformation et être capables de détecter les stimuli externes par des capteurs de pression (afin de mimer la proprioception) [117].

L'exemple donné ici est le doigt robotique, Figure 1-22.



**Figure 1-22** : (a) Schéma des doigts robotiques avec les capteurs de pression et de déformation intégrés, (b) les capteurs installés sur le substrat mou, (c) schéma principe du fonctionnement des capteur [118] (CC-BY).

Les données de pression et de déformation sont très importantes pour que le doigt robotique puisse interagir correctement avec l'environnement extérieur sans le détériorer, notamment pour saisir des objets, toucher des obstacles et reconnaître la morphologie d'un objet. Le capteur de déformation est monté sur la surface arrière du doigt afin collecter les données relatives à l'angle de flexion du doigt. Le capteur de pression est fixé à l'extrémité du doigt pour recueillir les données de pression appliquée. L'état de flexion du doigt robotique est capturé par le capteur de déformation, mais il est difficile pour le processeur de savoir si l'objet est saisi avec succès ou non avec uniquement les données de déformation. Le capteur de pression intégré à l'extrémité du doigt permet de compléter les données afin de déterminer la réussite de l'action [118].

En raison des exigences de la robotique et des différentes applications biomédicales, une vaste gamme de capteurs de pression et de déformation souples a été mise au point, ce qui offre un énorme potentiel pour la mise en œuvre d'un système de perception mécanique compatible pour les robots mous.

Pour l'instant, ce type de capteur nécessite des procédures manuelles pour la fabrication et ils sont difficiles à miniaturiser [117]. Aussi, certains inconvénients comme l'hystérésis, la non-linéarité et la dérive de la réponse de température impliquent des limitations sur leur utilisation.

#### 3.2.4. Internet des Objets (IdO)

Internet des Objets (IdO) désigne le concept de connexion des objets et des appareils de la vie quotidienne au réseau internet, permettant de collecter et d'échanger des données. Cela permet à ces objets de communiquer et d'interagir entre eux, ainsi qu'avec les humains, créant ainsi un réseau d'appareils interconnectés.

Les capteurs piézo-résistifs ont trouvé un large éventail d'applications dans l'IdO en raison de leur capacité à mesurer la pression, la force et la déformation mécanique comme présenté dans la Section 3.1. Ils jouent un rôle crucial dans divers scénarios, l'exemple donné est la réalisation des usines de l'industrie 4.0.

L'Industrie 4.0 est un nouveau terme qui est introduit depuis 2011 dans le but de révolutionner les processus de fabrication [119]. L'Industrie 4.0 conduit à une fabrication intelligente promettant des processus industriels autonomes grâce à l'utilisation de machines et d'appareils qui communiquent entre eux. Les capteurs piézo-résistifs sont intégrés dans les machines afin de surveiller leur état de santé ou dans les réservoirs ou les pipelines pour contrôler un fonctionnement correct du processus. Il est également possible de recueillir des informations, de les analyser et de créer une action qui tire des enseignements des processus, comme par exemple déclencher d'une maintenance préventive avant que la défaillance se produise. L'objectif principal du concept d'Industrie 4.0 est de caractériser les processus de fabrication hautement numérisés, où le flux d'informations entre les différents dispositifs est contrôlé dans un environnement où l'intervention humaine est très limitée [119].

Récemment, la fusion technologie de l'intelligence artificielle (IA) émergente et de l'électronique fonctionnelle pour la mesure de données robustes a donné naissance à un nouveau domaine de systèmes intelligents capables de détecter, d'analyser et de prendre des décisions à l'aide d'algorithmes assistés *par Machine Learning*. En outre, avec le développement du réseau 5G, le taux d'acquisition des données de détection est en mesure de répondre aux exigences de l'analyse des *big data* et d'IA. De plus, l'*Artificial Intelligence of Things* (AIdO = IA + IdO) basé sur l'intégration collective de l'IA et de l'IdO a également émergé et a été considéré comme la technologie de pointe pour permettre des écosystèmes intelligents dans de diverses applications IdO [120].

#### **4. Conclusion**

A travers de cet état de l'art, nous avons balayé les divers aspects des transducteurs piézo-résistifs. Nous avons d'abord présenté les fondements théoriques de l'effet piézo-résistif associés aux matériaux qu'ils soient conducteurs métalliques ou semiconducteurs. Cette compréhension théorique est essentielle pour saisir le fonctionnement et les performances de ces transducteurs. Nous avons aussi pu détailler différentes techniques de fabrication des transducteurs piézo-résistifs à l'échelle macroscopique avec la fonctionnalisation d'un substrat flexible ou à l'échelle microscopique pour la fabrication des MEMS. Enfin, la description des vastes applications traditionnelles et émergentes a été présentée. Ces connaissances fournissent un socle solide pour la suite de cette thèse.

Dans le cadre de la thèse, concernant la fabrication des transducteurs flexibles et extensibles, deux méthodes ont été sélectionnées et seront comparées pour notre étude : premièrement l'enduction par trempage d'un substrat élastique dans un liquide de PCE, , puis la polymérisation in-situ. Ces deux procédés ont l'avantage d'être simples à mettre en œuvre.

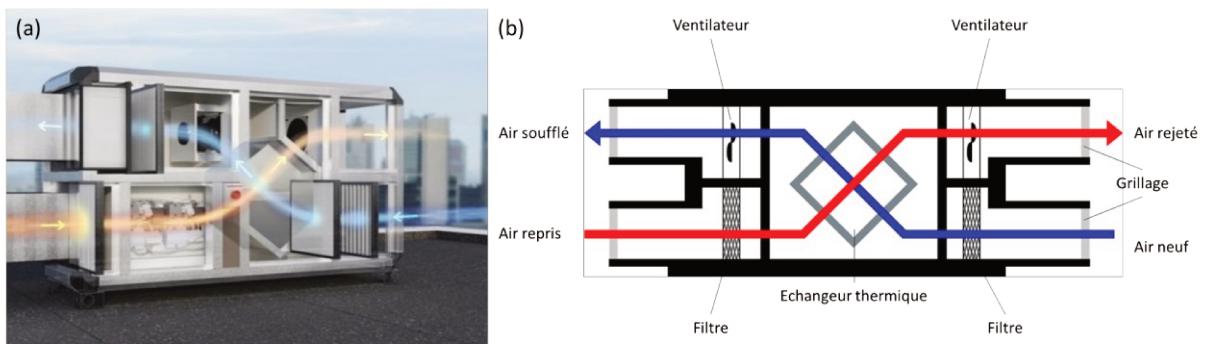
Comme il existe des capteurs de pression récents sous forme de MEMS qui permettent de mesurer finement la pression d'air, un développement d'un système de la détection de la perte de charge est donc envisageable, en installant deux capteurs de pression sur les deux côtés d'un filtre à air. Ce système servira de référence pour les systèmes de transduction textile développés.

## **Chapitre 2 : Conception, fabrication et caractérisation des capteurs de perte de charge à partir des capteurs de pression commerciaux**

Après l'état de l'art sur les capteurs piézo-résistifs, cette partie du manuscrit s'attache à présenter la conception d'un capteur de perte de charge à partir de capteurs de pression commerciaux afin de détecter le niveau colmatage d'un filtre à air. Dans un premier temps, sont présentés les effets physiques associés à la filtration d'air. Notamment, nous décrivons l'augmentation de la perte de charge engendrée par l'effet du colmatage du filtre et la consommation d'énergie dans des systèmes de chauffage, de ventilation et de climatisation (CVC). Ensuite, dans un second temps, les différentes phases de conception et de fabrication du système de détection à partir des capteurs sélectionnés sont décrites. Finalement, les caractéristiques et performances du système sont présentées avec des tests dans une gaine de ventilation à l'échelle du laboratoire.

## 1. Les effets de la filtration sur la perte de charge et la consommation d'énergie dans une CTA

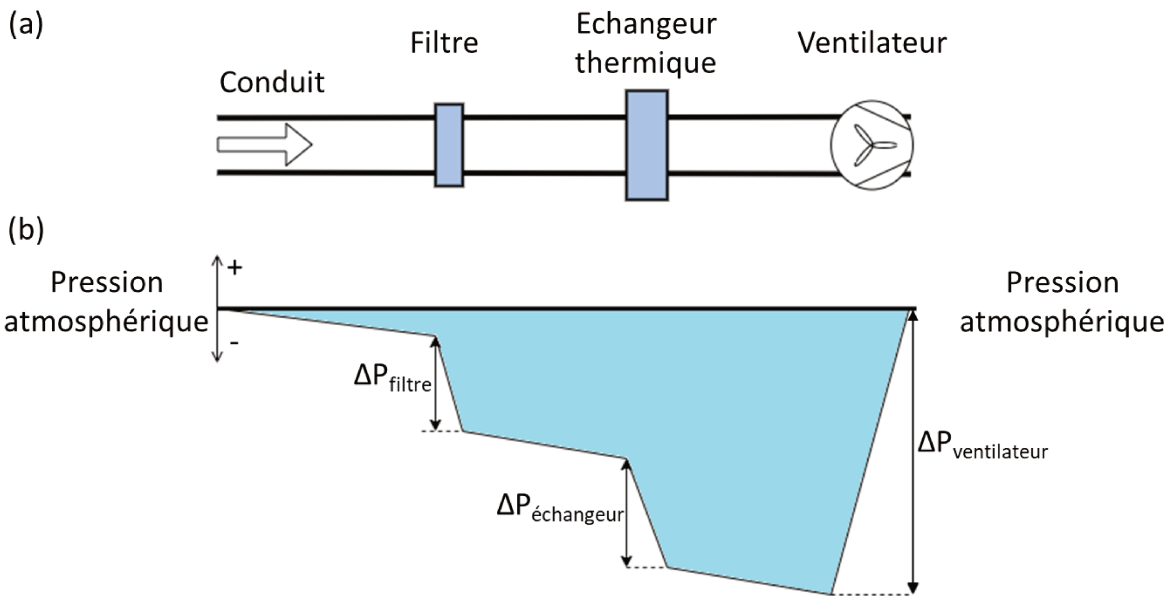
Une centrale traitement d'air (CTA) est un système de ventilation et de climatisation utilisé pour traiter l'air dans un espace clos, un bâtiment par exemple. Elle est conçue pour contrôler la qualité de l'air intérieur en éliminant les polluants par la circulation d'air entre l'extérieur et l'intérieur, en ajustant la température et l'humidité. La plupart des CTAs sont installés en dehors des bâtiments (généralement sur les toits) pour des raisons de sécurité, de nuisances sonores et d'échauffement du système. La Figure 2-1(a) présente une CTA typique en double flux et la Figure 2-1(b) illustre son schéma de principe.



**Figure 2-1 :** (a) Centrale de traitement d'air en double flux (©2023 Groupe Titanair®) et (b) son schéma de principe.

Dans cet exemple, l'air neuf venant de l'extérieur et l'air repris venant de l'intérieur du bâtiment sont aspirés, en traversant les filtres, par des ventilateurs motorisés. Les deux flux se croisent dans une cellule d'échangeur thermique où les températures de l'air soufflé et de l'air rejeté sont contrôlées. Cela a pour but de récupérer l'énergie contenue dans l'air intérieur chaud et pollué et qui est donc destiné à être rejeté. La configuration des conduits et des composants à l'intérieur de la CTA (les filtres à air, les ventilateurs et l'échangeur de chaleur) peut varier et affecter la distribution de la pression dans l'ensemble du système. La Figure 2-2 schématise une configuration typique d'un circuit du flux dans la CTA montrée préalablement et la distribution de la pression correspondante dans le système.

La variation de la pression statique dans une CTA en traversant ses différents composants est illustrée sur la Figure 2-2(b).



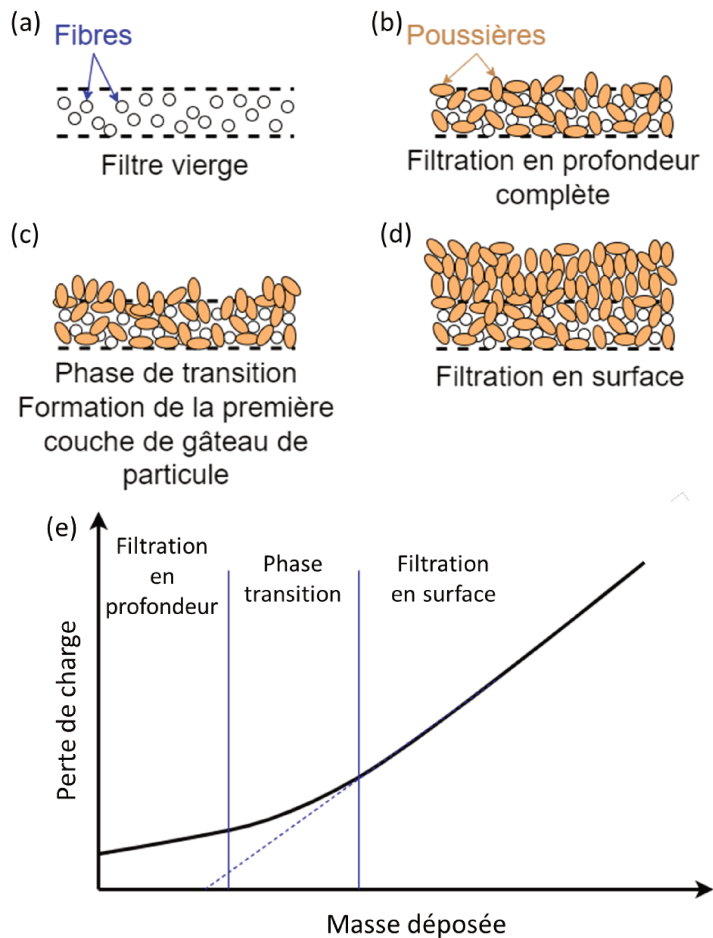
**Figure 2-2 :** (a) Schéma d'un circuit du flux d'air dans une centrale traitement d'air, (b) distribution de la pression statique dans le système fonctionnant en extraction.

Toutes les pertes de charge générées par le frottement du flux avec les parois, la filtration et le changement de la géométrie des canaux doivent être compensées par le ventilateur pour maintenir un débit d'air continu. Le seul élément dont la perte de charge varie est le filtre qui se colmate au cours du temps. Généralement, cette augmentation de  $\Delta P$  est compensée par une augmentation de la puissance consommée par le ventilateur afin de maintenir un renouvellement d'air constant, bien qu'il n'y ait aucune réglementation et uniformité d'usage dans le domaine.

### 1.1. Principe de la filtration d'air

Dans cette étude, nous nous focalisons sur la perte de charge générée par la filtration et l'accroissement de la consommation énergétique associée. La Figure 2-3 illustre les principes de la filtration d'un air chargé en particules solides sur un média filtrant fibreux ainsi que la variation de la perte de charge à chaque étape de filtration en fonction de la masse des particules capturée à débit constant.





**Figure 2-3** : Schémas de l'évolution de la charge en particules solides sur le média filtrant en fibres, (a) filtre vierge, (b) phase de filtration en profondeur, et (c) phase de transition et (d) phase de filtration en surface. (e) Illustration de la perte de charge en fonction de la masse des particules capturée à débit constant.

Dans un premier temps, les particules sont capturées par le réseau de fibres. Cette phase, durant laquelle la perte de charge augmente lentement, s'appelle la filtration en profondeur. Une fois que les espaces entre les fibres sont bouchés par des particules, le processus de filtration en profondeur est considéré comme terminé. La phase de transition représente la saturation de la première couche de la matière à la surface. Durant cette étape, la perte de charge augmente lentement. Ensuite, les poussières commencent à s'accumuler sur la surface du filtre afin de former un gâteau de particules, qui définit le départ de la filtration en surface, Figure 2-3(c) [121]. Pour une vitesse de filtration constante durant cette phase, comme les caractéristiques de chaque couche de particules tendent à être similaires, l'augmentation de la résistance à l'air est quasi constante [122]. C'est pour cela que la perte de charge augmente linéairement avec le temps.

D'après l'Equation 2-1, pour un fonctionnement à débit constant, la puissance consommée par le ventilateur  $W$  est proportionnelle à la perte de charge générée au système [122]:

$$W = \frac{\Delta P \times Q}{\eta_{\text{ventilateur}}} \quad \text{Equa. 2-1}$$

Où  $Q$  est le débit volumique du flux qui est le produit de la vitesse du fluide et la section de la vaine et  $\eta_{\text{ventilateur}}$  est l'efficacité du ventilateur, qui est définie par le rendement de la conversion énergie électrique en énergie aéroulique. Le  $\eta_{\text{ventilateur}}$  dépend du type du moteur et du forme de l'hélice, la pression statique dans le système et le débit [123]. Si la perte de charge augmente, il est donc nécessaire d'augmenter la vitesse du ventilateur afin de conserver le même débit de filtration. Par conséquent, la consommation énergétique du ventilateur augmente.

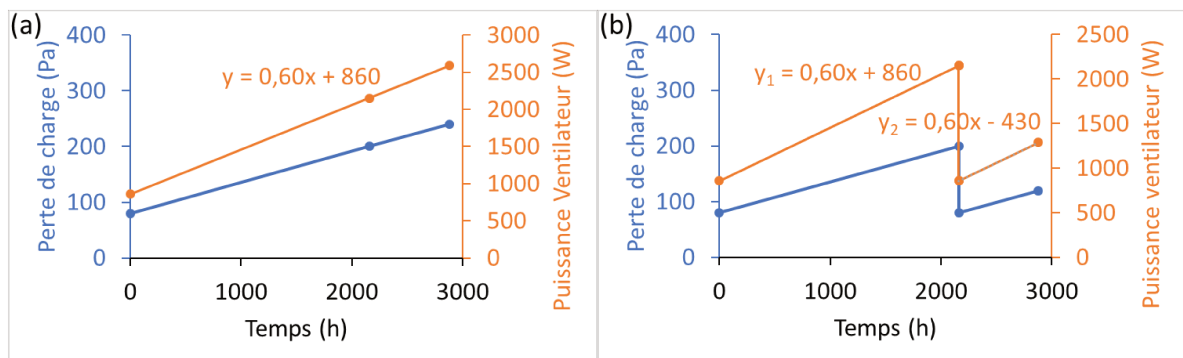
## **1.2. Evaluation de la surconsommation énergétique d'une CTA fonctionnant avec filtre colmaté**

Afin d'estimer l'ampleur de la surconsommation énergétique d'une CTA lors de son fonctionnement avec un filtre colmaté, cette partie de la thèse propose une simulation avec la CTA modèle ULTI+R32-11-050 de chez ETT, fonctionnant à débit constant. Le plan de filtration utilisé pour cette CTA présente une perte de charge standard de 80 Pa pour un débit de 13 600 m<sup>3</sup>/h (3,7 m<sup>3</sup>/s, 2,6 m/s avec la section de 1,2 × 1,2 m<sup>2</sup>).

Les conditions de colmatage de filtres de CTA sont très variables selon les localisations géographiques, les variations météorologiques d'une année sur l'autre et les activités humaines. Un cas d'étude de CTA pour une utilisation de filtre sur une durée de trois mois est arbitrairement déterminé. Sur cette durée de trois mois, nous avons considéré que le filtre passe d'une perte de charge de 80 Pa à 200 Pa (norme européenne [124]) pour un débit constant de 13 600 m<sup>3</sup>/h.

Pour évaluer l'impact du changement de filtre avec un mois de retard, la Figure 2-4 présente la variation de la perte de charge et de la puissance consommée du ventilateur pour assurer un débit constant sur une période de quatre mois (2 880 heures) d'utilisation : une fois sans changement de filtre et une fois avec un changement du filtre effectué à trois mois. La

puissance électrique consommée du ventilateur  $W$  est donnée par le logiciel de fournisseur (EBM Papst) au point de fonctionnement donné.



**Figure 2-4 :** Variation de la perte de charge et de la puissance du ventilateur pendant 4 mois (a) sans changement du filtre et (b) changement du filtre à 3 mois.

La consommation énergétique  $CE$  du ventilateur pendant 4 mois peut être calculée par l'Equation 2-2 :

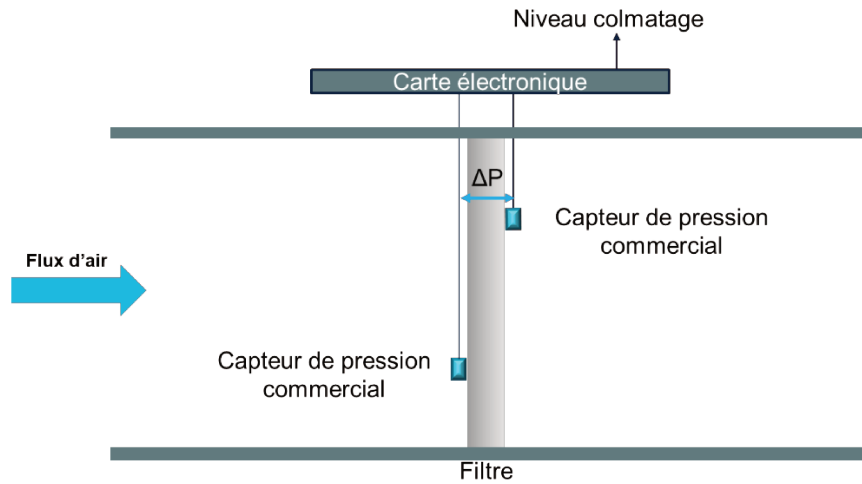
$$CE = \int_0^{2880} f(t)dt \quad \text{Equa. 2-2}$$

Où  $f(t)$  est l'équation de la puissance du ventilateur en fonction du temps  $t$ . Les  $CE$  sans et avec changement du filtre au bout de 4 mois calculées sont donc 4 661 kWh et 3 732 kWh respectivement. Une différence de 929 kWh est donc observée, ce qui indique une surconsommation importante lors d'un retard de changement du filtre. Ceci démontre l'intérêt économique du remplacement du filtre lorsque celui-ci est colmaté. Le changement opportun du filtre dans une CTA peut contribuer significativement à l'économie d'énergie, comme illustré par 929 kWh de la consommation énergétique supplémentaire du ventilateur avec un report d'un mois. Ces résultats soulignent l'importance de maintenir les filtres en bon état de fonctionnement pour optimiser l'efficacité énergétique des systèmes de ventilation.

## 2. Détection de la perte de charge à partir d'un capteur commercial piézo-résistif

L'idée de cette partie est d'installer deux capteurs de pression, l'un en amont et l'autre en aval d'un filtre à air afin de mesurer des différences de pression entre les deux côtés du filtre, Figure 2-5. Cette différence de pression est la mesure directe de la perte de charge du filtre et

peut être communiquée à une carte électronique. Arbitrairement (en fonction des entreprises de maintenance), un filtre est considéré comme colmaté lors que sa perte de charge atteint trois fois la valeur initiale au même débit de filtration.



**Figure 2-5 :** Principe de la détection de la perte de charge à partir des capteurs de pression piézo-résistifs.

### 2.1. Cahier des charges du dispositif

En disposant des capteurs de chaque côté d'un filtre, il est nécessaire de déterminer une différence de pression avec une résolution inférieure à 10 Pa. Cette précision est nécessaire pour observer la différence de perte de charge entre un filtre neuf et un filtre encrassé, qui ont respectivement des pertes de charge d'environ 60 et 200 Pa. Etant donné que le coût d'un filtre est de l'ordre de dizaines de centimes, il est préférable de produire un système de détection à un coût le plus abordable possible. De plus, il est important que la maintenance des filtres ne nécessite pas de travail supplémentaire pour les techniciens. Par conséquent, il est préférable de développer un système intégrable au cadre du filtre, qui reste fixé au filtre. De plus, les capteurs ne doivent pas perturber le flux d'air afin de ne pas générer une perte de charge additionnelle. Idéalement, dans une vue à plus long terme, le capteur sera connecté à une électronique sans fil (RFID) présente dans la gaine de ventilation en contact avec une électronique présente sur la cadre du filtre. Cette configuration permettra en plus de vérifier si le filtre est correctement placé pendant la maintenance (les plis doivent être verticaux).

## 2.2. Choix du capteur

Bosch a introduit depuis 2018 sur le marché des capteurs de pression MEMS piézo-résistifs de précision relative de 3 Pa, la série BMP3XX. L'architecture MEMS de capteur est montré dans la Section 2.3. du Chapitre 1. Ces capteurs fabriqués en grande quantité, sont plus économiques que les capteurs différentiels utilisés pour la détection de pression de l'air, et ont des dimensions réduites. Ils permettent un suivi précis de l'altitude en mesurant la pression dans des dispositifs mobiles, tels que les drones, les téléphones portables, les systèmes de navigation etc.

Les caractéristiques techniques principales des capteurs choisis sont exposées dans le Tableau 2-1.

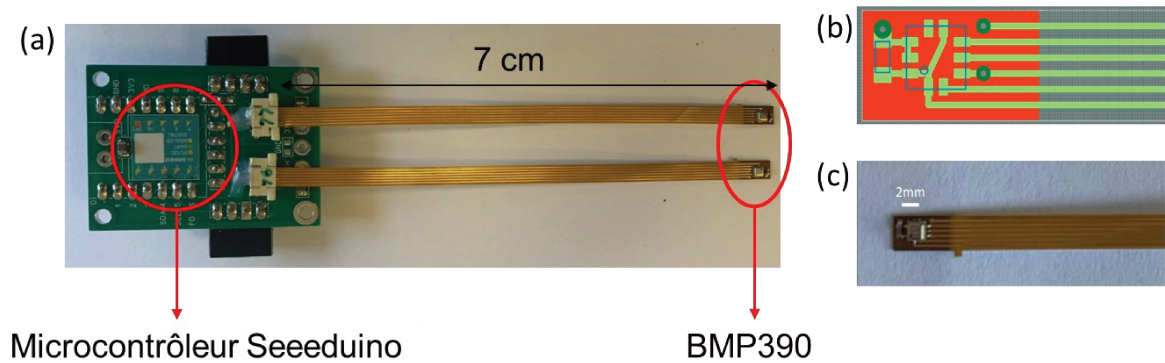
**Tableau 2-1** : Caractéristiques du capteur BMP390.

Taille	<b>2,0 x 2,0 x 0,75 mm<sup>3</sup></b>
Précision de la pression relative	<b>± 3 Pa</b> (7 ... 11 10 <sup>4</sup> Pa, 25 ... 40 °C)
Précision de la pression absolue	<b>±50 Pa</b> (3 ... 11 10 <sup>4</sup> Pa, 0 ... 65 °C)
Prix (Mouser-27/10/2021)	<b>1,35€ (/10000)</b>

Les spécifications techniques indiquent que le capteur de pression a une taille réduite en comparaison des filtres installés dans une CTA. Le modèle BMP390 peut atteindre une précision relative de ±3 Pa par rapport à une référence de pression mesurée au préalable. La précision absolue de mesure de pression est de ±50 Pa. En théorie, avec ces spécifications, il est possible de mesurer la perte de charge d'un filtre pendant le colmatage, après une étape d'étalonnage appropriée.

## 2.3. Implantation sur substrat électronique flexible

Pour évaluer ces capteurs, leurs capacités de détection ainsi que l'intégration sur un filtre, ils sont installés sur des circuits électroniques flexibles et reliés à un électronique de contrôle et de traitement filaire. Sur la Figure 2-6 est présentée le circuit électronique flexible permettant de déporter le capteur sur un filtre de manière discrète.

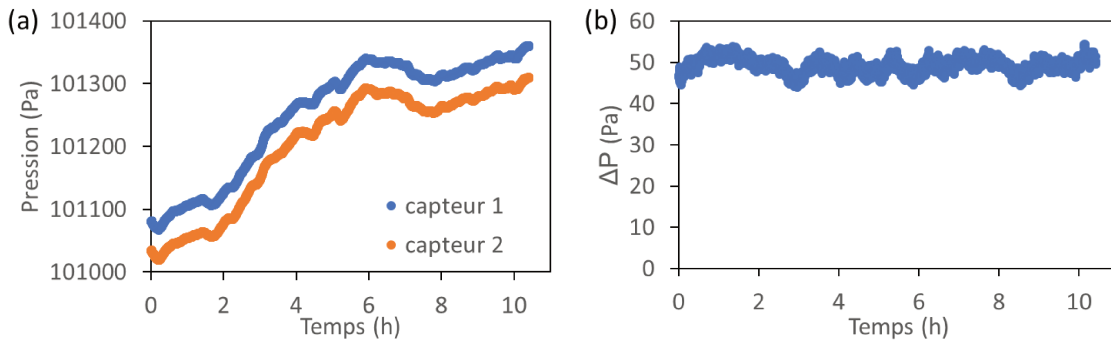


**Figure 2-6 :** (a) Image du système de détection avec capteurs BMP390 interfacés au Microcontrôleur par circuits flexibles, (b) schéma de l'implantation électronique sur électronique flexible et (c) image du prototype de capteur reporté sur électronique flexible.

Un capteur est brasé sur ce circuit imprimé flexible, qui a une épaisseur de 75  $\mu\text{m}$ . Une fois la configuration de mesure déterminée, le circuit électronique rigide peut être intégré sur le cadre du filtre, et les capteurs déportés de part et d'autre du filtre à l'aide des électroniques flexibles. L'objectif est de minimiser la surface face au flux d'air pour éviter toute augmentation de la perte de charge ou tout écoulement turbulent qui pourrait influencer de manière significative la mesure. L'électronique flexible est interfacée avec un Microcontrôleur Seeduo type XIAO, elle-même connectée à un PC, mais qui pourrait être en théorie connectable en RFID avec une électronique fixe dans la CTA.

#### 2.4. Etude statistique de la différence de pression

Afin de déterminer si deux capteurs de pression montrent une bonne précision de mesure et la même variation en fonction de condition environnementale, une étude statistique est effectuée avec 10 000 de mesures pendant 10 h sur deux capteurs enfermés dans une même boîte (pas d'interférence, ouverture de porte etc.), Figure 2-7.

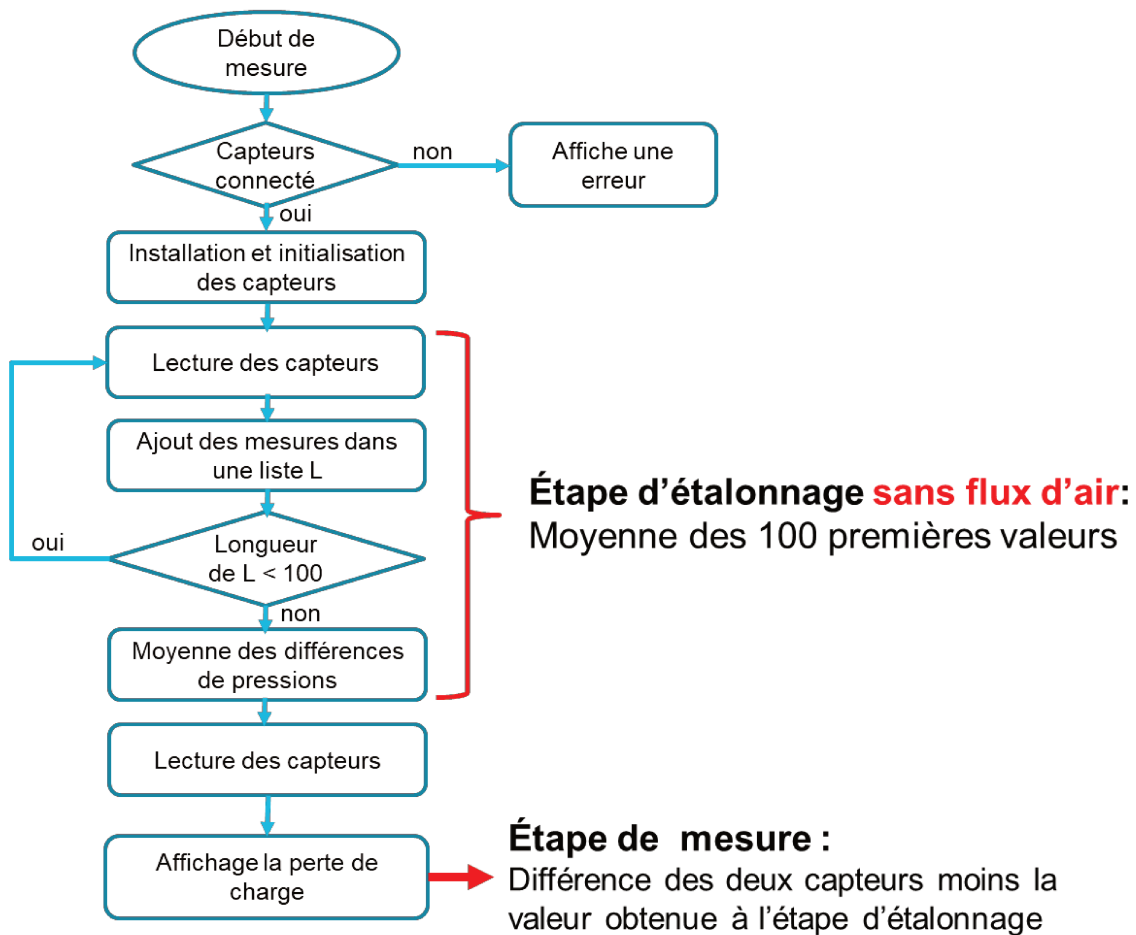


**Figure 2-7 :** Etude statique de 10000 mesures des capteurs dans des conditions identiques, (a) Les pressions mesurées des deux capteurs et (b) la différence de pression.

Les résultats de la Figure 2-7 montrent les résultats obtenus de mesure de pression pendant 10 heures de mesure, et la différence de pression mesurée résultante. Les valeurs de pression mesurées par les deux capteurs évoluent de la même manière en fonction des conditions environnementales, la différence de pression résultante étant constante autour de 50 Pa. Etant donné que la précision absolue de mesure de la pression par rapport à une pression donnée est de  $\pm 50$  Pa, pour un couple de capteurs, la différence des valeurs mesurées peut varier entre 0 et 100 Pa en valeur absolue. La différence de pression détectée entre ces deux capteurs présente une moyenne de 49,2 Pa, bien comprise entre 0 et 100 Pa. L'écart-type de ces 10000 valeurs est de 1,7 Pa. Avec ce système de détection de la différence de pression, une précision suffisamment élevée est obtenue pour mesurer la perte de charge d'un filtre dans une CTA dont le  $\Delta P$  initial est d'environ 30 à 50 Pa.

## 2.5. Programmation du système

Un programme Arduino est développé pour le fonctionnement du système. Le schéma logique du programme est montré dans la Figure 2-8.



**Figure 2-8 :** Schéma logique du programme de système de détection de la perte de charge. Lorsque la connexion électrique des capteurs est vérifiée, quatre coefficients de configuration sont définis pour initialiser les capteurs. Ces coefficients sont : les fréquences de suréchantillonnage de la pression et de la température, le filtre numérique permettant de traiter les signaux afin de minimiser les bruits, et la vitesse de sortie des données. Pour connaître la différence de mesure due à la précision de la pression absolue, une moyenne des 100 valeurs est calculée pour un couple de capteurs dans la condition environnementale identique (sans flux d'air en amont et en aval du filtre), afin d'étalonner le système. Pendant l'étape de mesure de la perte de charge, le résultat observé est donc la différence de pression mesurée par les deux capteurs en amont et en aval d'un filtre soustrait la différence intrinsèque due à la précision de la pression absolue de chaque capteur, mesurée lors de l'étalonnage.



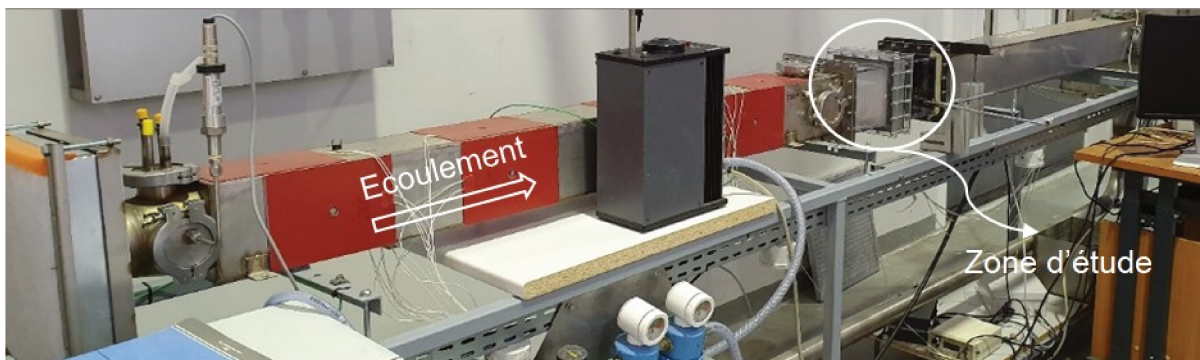
### 3. Test en CTA à l'échelle laboratoire

#### 3.1. Méthodologie expérimentale

Les tests de ces capteurs sont effectués dans une gaine de ventilation équipée de capteurs différentiel de pression, qui servent de référence de la pression amont et aval et fonction des paramètres du ventilateur, afin d'évaluer en conditions de laboratoire le système de détection développé dans la section précédente.

##### 3.1.1. Banc de caractérisation

Pour caractériser les filtres à air, le dispositif expérimental, montré dans la Figure 2-9, comprend une CTA à l'échelle laboratoire. Elle constitue une veine linéaire de 340 cm de long et une section carrée de  $15 \times 15 \text{ cm}^2$ , avec les mêmes dimensions que la section de passage de l'air du filtre étudié. Un ventilateur centrifuge réglable permet d'aspirer l'air en aval du filtre. Le débit maximum du flux peut atteindre à  $140 \text{ m}^3/\text{h}$ , correspondant à une vitesse débitante de  $1,72 \text{ m/s}$  par rapport à la section de la veine. Il y a une section en plexiglas de 40 cm de long au milieu de la veine, en tant que zone d'étude, où des filtres sont installés. Deux tubes percés sur la paroi, en amont et en aval du filtre, sont reliés sur un capteur différentiel de la pression précis ( $5050 \pm 0,2 \text{ Pa}$ ) pour mesurer la différence de pression. Ce dispositif est utilisé comme référence pour la vérification des valeurs observées par le système de détection développé.



**Figure 2-9** : Banc de caractérisation – mini CTA à l'échelle du laboratoire.

##### 3.1.2. Propriétés du filtre étudié

Le filtre étudié dans ce projet est un filtre de classe F7 avec efficacité moyenne contre les particules de  $0,4 \mu\text{m}$  de 35% selon la norme européenne ISO 16890, qui est fabriqué par Group

TITANAIR® avec des dimensions réduites adaptées à la section de la gaine de ventilation. Le média filtrant est fibreux constitué des fibres synthétiques en polypropylène électret avec un diamètre de 12,8 µm. Les dimensions de ce filtre de section carrée sont de 19 cm de côté et de 4,8 cm de profondeur. La surface frontale de passage de l'air, en réduisant par le cadre métallique pour la fixation, est de 15 × 15 cm<sup>2</sup>. Pour optimiser la perte de charge du filtre et aussi augmenter la surface de filtration, le média filtrant est plissé en 22 plis de 7 mm de large et de 42 mm de hauteur, la surface de filtration totale est de 3215 cm<sup>2</sup>. À la vitesse débitante maximale du banc de caractérisation de 1,72 m/s, la vitesse de filtration est calculée de 0,12 m/s. Sachant que, pour un filtre neuf avec média filtrant plat, la perte de charge générée est autour de 300 Pa à une vitesse de filtration (égale à la vitesse débitante) de 1,72 m/s, et que cette valeur diminue à 30 Pa grâce à cette structure géométrique plissée. Les caractéristiques principales du média filtrant sont présentées dans le Tableau 2-2.

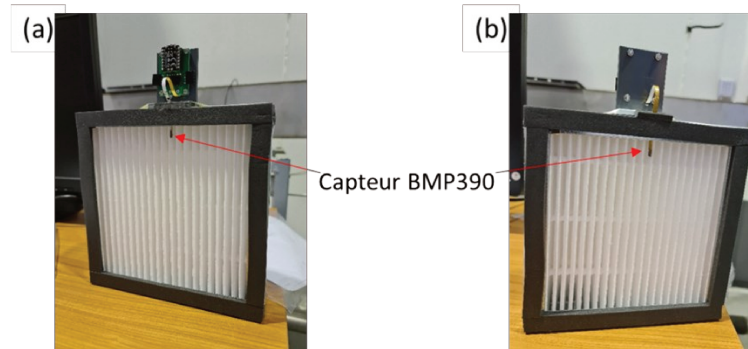
**Tableau 2-2** : Caractéristiques du média filtrant du filtre F7.

Surface de filtration	Epaisseur	Diamètre des fibres	Perméabilité
3215 cm <sup>2</sup>	0,7 mm	12,8 ± 0,2 µm	8,53 e <sup>-11</sup> m <sup>2</sup>

### 3.2. Caractérisation du capteur de perte de charge sur filtre

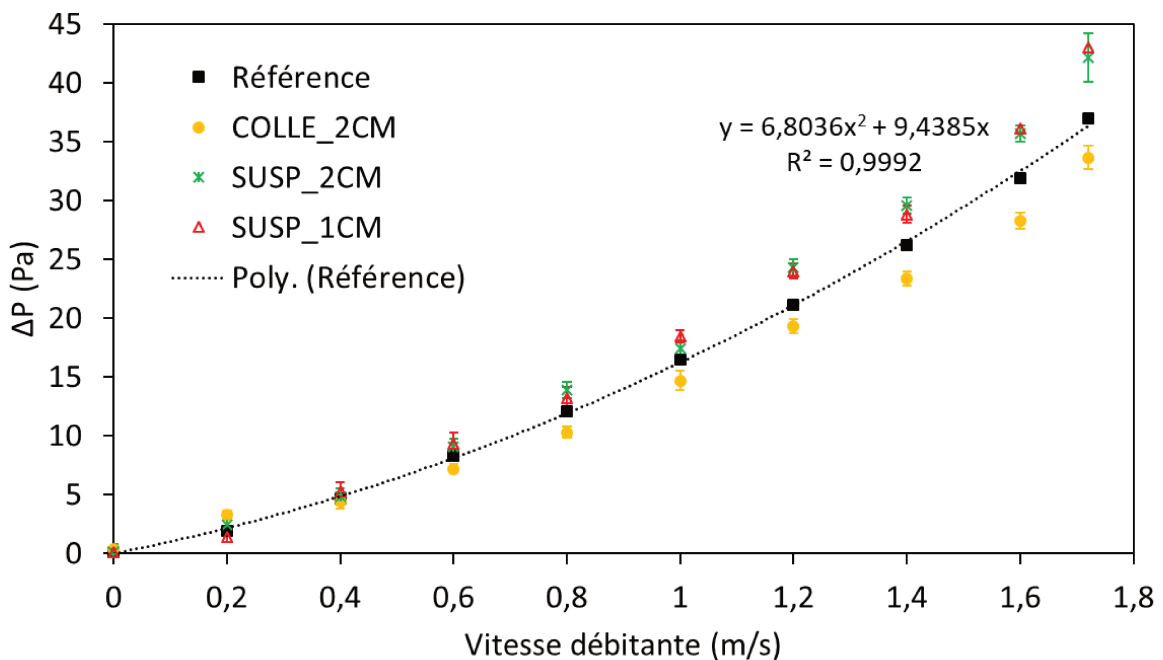
La carte électronique reliée aux circuits flexibles est installée sur un support lui-même fixé sur la partie extérieure du cadre du filtre, Figure 2-10. Des fentes sont réalisées sur le cadre pour le passage des capteurs et de leurs nappes connectiques.

Dans un premier temps, les tests avec les capteurs suspendus dans le vide aux distances de 0 cm, 1 cm et 2 cm du bord du filtre ont été réalisés. Ensuite, les capteurs sont collés à 2 cm de distance du filtre au milieu d'un pli sur le média filtrant, Figure 2-10.



**Figure 2-10** : Filtre équipé de ses capteurs et de sa carte électronique, (a) face en amont et (b) face en aval.

Les résultats de mesure avec différentes configurations de l'installation des capteurs sont montrés sur la Figure 2-11.



**Figure 2-11** : Mesures de la perte de charge en fonction de la vitesse de filtration avec les différentes configurations d'installation du système de détection ainsi la mesure référente du capteur différentiel.

D'après les résultats, la perte de charge augmente avec la vitesse de filtration de 0 à 36 Pa pour une vitesse débitante allant de 0 à 1,72 m/s selon la référence de mesure. Une courbe de tendance avec une équation de degré polynomiale de 2 est obtenue. Selon la loi de Darcy-Forchheimer, qui définit une relation quadratique entre la perte de charge et la vitesse débitante du fluide, ce résultat semble cohérent. Pour les valeurs observées avec les capteurs collés sur le filtre, la perte de charge augmente de 0 à 33 Pa de la vitesse nulle à la vitesse

maximale. En comparant avec le système de référence, à partir de la vitesse de 0,4 m/s, la valeur est toujours inférieure à celle de la référence et cet écart augmente avec la vitesse. À la vitesse maximale de 1,72 m/s, un écart de 3 Pa est détecté, correspond à une erreur de 9%. Cela peut s'expliquer par la localisation des capteurs. Les prises d'air du système de référence sont sur la paroi de la gaine de ventilation à une distance de 20 cm en amont et en aval du filtre. Les valeurs mesurées sont donc les pressions moyennes sur les deux côtés du filtre sans tenir compte la non-homogénéisation du flux due à la géométrie du filtre (la forme plissée). Les capteurs BMP390 sont collés dans des creux du média filtrant, le changement géométrique peut générer une différence de la vitesse de filtration autour du filtre. De plus, avec l'effet de bord, la vitesse du flux sur la paroi est considérée comme nulle, c'est donc la pression statique que le système référentiel mesure. Les capteurs sont collés dans les plis du média filtrant en biais par rapport au flux, les valeurs mesurées comprennent donc la pression statique et la pression dynamique. Cela peut conduire à une différence de mesure entre le système développé et le système de référence. Les résultats pour les capteurs suspendus à 1 cm et 2 cm du bord du cadre sont quasiment identiques avec une petite déviation supérieure par rapport aux mesures référentielles. Les erreurs calculées sont d'environ 10%, pour les mêmes raisons que la configuration avec les capteurs collés sur filtre. De plus, comme les capteurs ne sont pas fixés et que les substrats électroniques sont flexibles, la vibration due au flux d'air peut aussi générer une déviation des résultats mesurés. Cependant, ce système de deux capteurs de pression, que ce soit suspendu dans l'air à 1 ou 2 cm du bord, ou collé sur le filtre, permet de détecter la perte de charge d'un filtre avec une précision de l'ordre du Pa.

Toutefois, l'utilisation de capteur de ce type de capteur implantés sur des substrats flexibles suspendus devant le filtre, voir collés à celui-ci, se prête mal à une détection de colmatage dans une CTA industrielle, c'est -à-dire ayant une section de gaine de l'ordre du  $m^2$ . En effet, le colmatage d'un filtre dans ce cas est impacté par plusieurs facteurs comme les activités autour de la CTA, la taille et la densité des particules filtrées, la saison ou encore le filtre lui-même. Tous ces facteurs induisent un colmatage inhomogène du filtre. Le défaut de la méthode se voit alors clairement, suivant le placement du capteur différentiel, le colmatage ne sera pas correctement évalué. Il serait possible d'améliorer le dispositif en recourant à une matrice de capteurs afin de mieux cartographier la perte de charge mais se pose la question du nombre minimal de capteurs par unité de surface et de leur placement. De plus, ajouter

des capteurs sur substrat flexible implique une potentielle perturbation de la mesure car cela va inmanquablement perturber le flux d'air. Enfin, le coût d'un tel système sera prohibitif pour un déploiement industriel à large échelle. Une meilleure solution consisterait à développer un capteur perméable au flux d'air couvrant l'ensemble de la section du filtre, ce qui permettrait de détecter les paramètres du flux d'air à différents endroits. L'utilisation d'un transducteur piézo-résistif sous forme de fil textile dans une architecture déterminée au préalable permettrait de répondre à cette problématique. Ce type de transducteur peut être installé ou même intégré sur le média filtrant et couvrir toute la surface du filtre. Il permet également de minimiser les impacts de l'intégration du capteur sur le filtre sans générer de perte de charge avec une structure textile très perméable au flux d'air. Encore, le fil en polymère peut être jeté directement avec le filtre lorsque celui-ci atteint sa fin de vie. Enfin, des perspectives en science des matériaux permettraient de rendre ce type de polymère biodégradable ou même recyclable [125–127]. Le prochain chapitre de ce travail de thèse concerne le développement de ce type de fil piézo-résistif.

## 4. Conclusion

Un système de détection de la perte de charge d'un filtre à air est développé avec les capteurs BMP390 chez Bosch. Ce système de détection intégrable sur le filtre lui-même permet de mesurer la différence de pression entre les deux côtés du filtre avec une précision de l'ordre de 1 Pa, ce qui est largement suffisant pour la détection d'une perte de charge de l'ordre de 100 Pa pour un filtre colmaté (perte de charge initiale de 30-35 Pa à  $1,7 \text{ m}\cdot\text{s}^{-1}$ ). Cependant, il est important de souligner qu'une étape d'étalonnage des capteurs sans flux d'air est indispensable. Par conséquent, il est nécessaire d'asservir le système de détection avec le fonctionnement des ventilateurs. Ce dispositif de mesure ouvre ainsi la voie à une maintenance prédictive permettant une diminution de la consommation énergétique des ventilateurs et une valorisation du filtre. Ces travaux ont été présentés à la Conférence Filtech2023 à Cologne, Allemagne.

En perspective, il serait intéressant d'observer la robustesse à long terme du système de détection, ainsi que son comportement dans des conditions réelles, afin de déterminer sa durabilité et l'impact de la pollution particulaire sur ses performances.

Le coût total du système, comprenant deux capteurs BMP390 et un microcontrôleur Seeednuino XIAO, est évalué à 8,70 euros. Ce coût est à comparer à celui d'un filtre de quelques dizaines de centimes. Cependant, ce système permet d'économiser la surconsommation énergétique due à l'utilisation d'une CTA avec un filtre colmaté. De plus, ce système intégré au filtre peut permettre d'optimiser la logistique et la temporalité de la maintenance des filtres d'un parc de CTA.

Il reste encore des optimisations nécessaires à réaliser pendant la phase de développement avant une mise en œuvre industrielle, pour que le système puisse être utilisé non seulement sur des filtres dans des CTAs, mais aussi dans des domaines applicatifs de la domotique. Par exemple, un système de communication sans fil a été développé pour ces capteurs lors d'un stage de BUT, afin qu'il n'y ait aucun branchement électrique à réaliser avec le filtre. Cette amélioration permettrait de vérifier que l'installation des filtres est correctement réalisée. Il est fréquent, en pratique, que des filtres à particules soient placés avec leurs plis orientés horizontalement plutôt que verticalement, avec encore là des conséquences sur la qualité de filtration et son efficacité énergétique.

Cependant, l'inhomogénéité du colmatage, influencée par divers facteurs, rend difficile l'évaluation cartographique de l'obstruction du filtre. La multiplication d'intégration de capteurs BMP390 se révèle inefficace pour cartographier l'obstruction en raison de la perturbation du flux d'air et du coût. Une solution potentielle est suggérée, impliquant le développement d'un capteur perméable au flux d'air, utilisant un transducteur piézo-résistif sous forme de fil textile. Cette approche permettrait une détection locale du colmatage sur toute la surface du filtre, tout en minimisant les perturbations du flux d'air et en offrant la possibilité d'intégrer le capteur directement dans le média filtrant. Le prochain chapitre du travail de cette thèse se concentre sur le développement de ce type de fil piézo-résistif.

## **Chapitre 3 : Réalisation des transducteurs piézo-résistifs sous forme de fil textile**

Dans le chapitre précédent, un système de détection de la perte de charge est développé avec un capteur de pression commercial. Ce chapitre présente la fabrication de transducteurs piézo-résistifs sous forme de fils textiles. Il est nécessaire de sélectionner un substrat de fil textile et de concevoir des méthodes efficaces de fonctionnalisation pour le rendre conducteur électrique. Dans ce chapitre, les propriétés de ces transducteurs à différentes étapes de fabrication sont étudiées du point de vue morphologique, électrique et mécanique.



## 1. Choix des matériaux et méthodes

### 1.1. Substrat textile

Un fil textile est défini comme un assemblage de fibres courtes ou de grande longueur de filaments. Les caractéristiques des fils peuvent être différentes selon la nature, l'origine du textile et les procédés de préparation et de filature. Depuis longtemps, les humains fabriquent des fils textiles par transformations physiques et mécaniques des matières naturelles sans modifier leur composition. L'origine de ces matières premières peut être végétale, cellulosique comme le coton et le lin, animale ou protéique comme la soie et la laine, ou minérale ou silicatée comme l'amiante et les métaux. De nos jours, afin d'améliorer les propriétés des textiles, les fibres ou filaments ont été modifiées chimiquement. Ces fibres chimiques peuvent être divisées en deux groupes selon la nature : les fibres artificielles provenant d'une transformation chimique de substances naturelles (la cellulose par exemple), et les fibres synthétiques fabriquées par synthèse de composés organiques [128]. Les fibres synthétiques les plus courantes sont le polyester, le polyamide, le polyuréthane et son dérivé l'élasthanne.

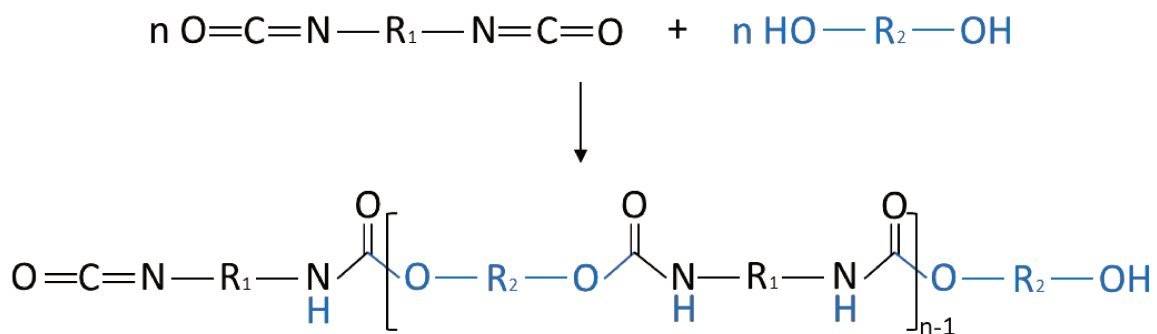
Les fibres élastiques sont une catégorie de fibres dotées d'élasticité et de réversibilité. Selon l'élongation élastique, elles peuvent être classées en : fibres hautement élastiques (400% à 800%), fibres moyennement élastiques (150% à 390%), fibres faiblement élastiques (20% à 150%) et fibres micro-élastiques dont le pourcentage est inférieur à 20% [129].

Un paramètre clé pour décrire la densité linéaire d'un textile est le tex, égale à la masse en grammes par 1000 m de fil en continu. L'unité utilisée, dans notre cas, est le décitex (abréviation dtex), donc un dixième de tex :

$$1 \text{ dtex} = 10^{-1} \text{ tex} = 1 \text{ g}/10 \text{ 000m} \quad \text{Equa. 3-1}$$

L'élasthanne, plus connu avec son nom commercial Lycra® (ou Spandex® dans les régions anglo-saxonnes), est commercialisé par la société américaine DuPont depuis 1960. Celui-ci est largement utilisé pour la fabrication de vêtements sportifs grâce à ses propriétés d'élasticité et d'une grande solidité. Plus précisément, les fibres lycra® peuvent montrer une élongation à la rupture de 650% [130]. Ce matériau résiste correctement à l'hydrolyse, au rayonnement ultraviolet, à l'oxygène et à l'huile [131]. Depuis 2019, avec une nouvelle technologie Lycra® EcoMade développée par le groupe The Lycra Company™, le déchet de Lycra® peut être

recyclé à 100% pour créer de l'élasthanne ayant les mêmes performances que la fibre d'origine [132]. La réaction chimique de formation de l'élasthanne est présentée dans la Figure 3-1.



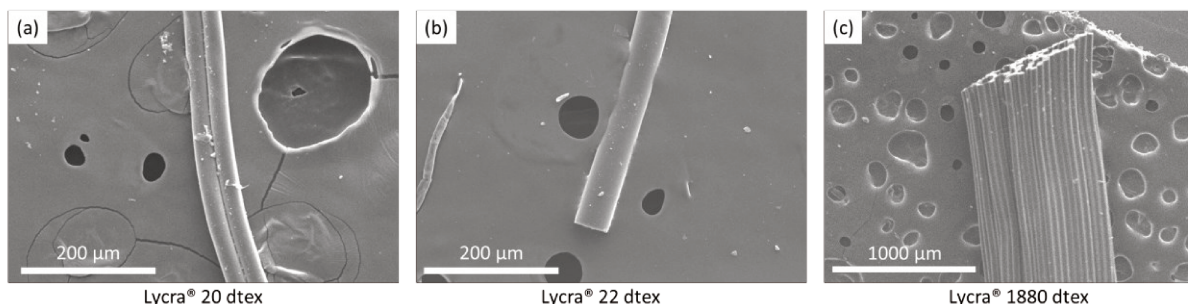
**Figure 3-1** : Réaction chimique de l'élasthanne à partir de ses monomères.

Une analyse thermomécanique du Lycra® a été effectuée par Bhat et al. [133]. Une légère rétraction du fil est apparue à partir de 75°C, et la température de défaillance du matériau a été déterminée expérimentalement à 189°C. Donc, les protocoles de fabrication des transducteurs doivent subir des traitements de température inférieurs à 189°C.

Des fils Lycra® de différentes densités ont été reçus au début de la thèse (Tableau 3-1). Il y a deux types de fils : monobrins ou multibrins comme présentés sur les images MEB de la Figure 3-2. Les fils lycra de densité 20, 22 et 475 dtex sont fournis par le Groupe Payen [134]. Les fils multibrins Lycra® 1880 dtex sont fournis gracieusement par Monsieur Carras, de la société Filix™ [135]. Filix™ confectionne et assemble de différentes fabriques textiles afin de répondre aux besoins des clients.

**Tableau 3-1** : Densités des fils Lycra® et leurs nombres de filaments.

Densité (dtex)	Nombre de filaments
20	2
22	1
475	24
940	56
1240	112
1880	112



**Figure 3-2** : Images MEB des fils Lycra® de différentes densités et de nombre de filaments

(a) Lycra® 20 dtex, (b) Lycra® 22 dtex et (c) Lycra® 1880 dtex.

Le Lycra® 22 dtex est monobrin, les autres sont tous multibrins avec des densités de filament différentes. Les filaments sont assemblés parallèlement pour former des fils multibrins. Une étude préalable nous a permis de choisir le fil Lycra® 1880 dtex dans un premier temps, qui est le fil le plus facile à manipuler. Ce fil contient 112 filaments ayant un diamètre moyen de 50 μm. Un modèle physique de comportement lors de l'élongation est très complexe à établir à cause de la structuration multibrin, qui peut faire apparaître des hystérésis dus à la friction inter-brins. Le fil Lycra® 22 dtex monobrin a été donc également utilisé lors de cette étude dans un objectif de simplification.

## 1.2. Charge conductrice

Dans le Chapitre I, les différents types de charges semi-conductrices utilisées pour produire des composites possédant des propriétés piézo-résistives ont été présentés en plus des méthodes d'élaboration de transducteurs. Pour l'application visée, les matériaux sous forme de micro- et nano-particules sont éliminés afin de ne pas générer des micro- et nano-polluants supplémentaires dans les systèmes de traitement d'air. Le matériau conducteur choisi pour cette étude est un polymère conducteur, le PEDOT. Ce matériau possédant une conductivité électrique intrinsèque est sélectionné à cause de sa bonne stabilité électrique, chimique et environnementale. Il est également connu pour ses propriétés électromécaniques pour la fabrication des transducteurs piézo-résistifs. De plus, comme la dispersion aqueuse du PEDOT:PSS est disponible commercialement, une production importante de transducteurs peut être effectuée facilement.

### **1.3. Méthodes de fonctionnalisation**

Dans le but de fonctionnaliser le fil Lycra® par le polymère conducteur PEDOT, nous avons d'abord sélectionné la méthode d'enduction par trempage. Une première méthode de fonctionnalisation directe du fil Lycra® 1880 dtex par l'enduction par trempage dans une solution de PEDOT:PSS (Clevios P) est effectuée. Le fil est successivement trempé et séché sept fois dans une dispersion aqueuse du PEDOT:PSS afin de créer les couches conductrices sur la surface du substrat. Malheureusement, le fil lycra reste blanc et ne se teinte pas de la couleur bleu foncé du PEDOT. La résistance du fil obtenue par cette méthode est très élevée donc non mesurable par un multimètre avec une limite de 1 GΩ. Ce résultat n'est guère étonnant car le Lycra® est un matériau hydrophobe et le PEDOT:PSS est une dispersion aqueuse.

Pour résoudre ce problème, la première solution étudiée est le traitement de surface par surfactant. Le surfactant fluoré utilisé dans cette étude est le Capstone™ FS-30. Cette méthode a fonctionné, donnant des transducteurs possédant des facteurs de jauge de l'ordre de la dizaine. Cependant, les surfactants fluorés captent l'attention des législateurs et nous avons opté pour d'autres méthodes permettant une fonctionnalisation similaire. Cette méthode de fonctionnalisation par traitement de surface est donc présentée dans l'Annexe 2.

La seconde solution, afin d'augmenter l'affinité entre le substrat et le PEDOT:PSS, est d'ajouter du poly(éthylène glycol diacrylate) (PEGDA) dans le fil Lycra® et de le réticuler.

## **2. Fonctionnalisation des fils textiles**

### **2.1. Méthode d'enduction par trempage à l'aide du PEGDA**

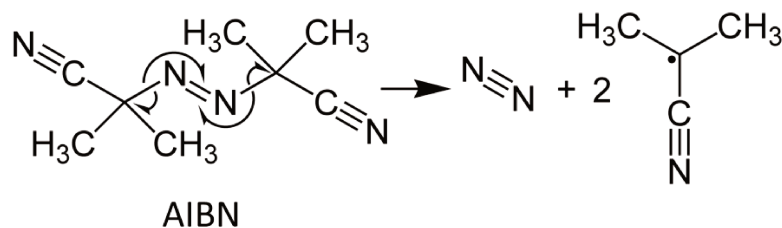
#### **2.1.1. Matériaux utilisés**

Il est connu que pour le Lycra®, du silicone de type polydiméthylsiloxane (PDMS) est ajouté durant la fabrication des fils Lycra®. Ce silicone améliore la tenue mécanique de l'élasthanne et donc prolonge sa durée de vie. Cette séquestration permet également les lavages.

Le Clevios™ P est une dispersion aqueuse commerciale de PEDOT:PSS fournie par Heraeus®, marque du groupe Bayer. Le produit est fabriqué par la polymérisation de l'EDOT dans de l'eau

en présence du PSS. Cette dispersion possède une concentration de 1,3wt% de PEDOT:PSS et la proportion massique de PEDOT:PSS est de 1:2,5 (ratio molaire de 1:1,8). La masse molaire moyenne du PSS est d'environ 400 000 g/mol, celle de PEDOT est de l'ordre de quelque millier de g/mol. [136] Le produit a une densité de 1,003 g/cm<sup>3</sup> et les particules de PEDOT:PSS ont une taille entre 170 et 520 nm.

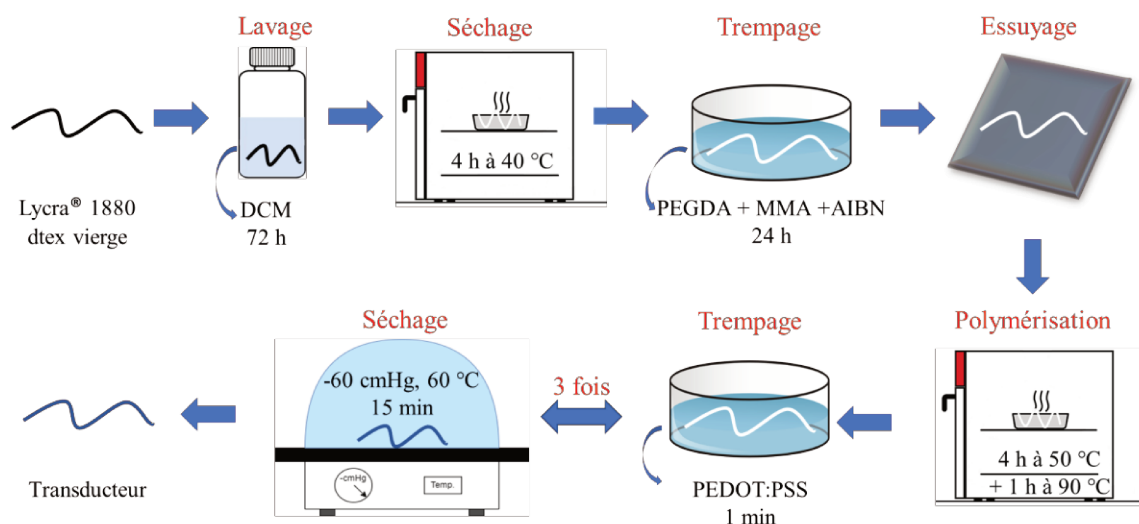
En général, le poly(oxyde d'éthylène) (POE) peut être utilisé comme additif du PEDOT:PSS pour améliorer l'extensibilité et la conductivité du matériau [101]. Dans notre étude, étant donné qu'il a une bonne affinité avec le polymère conducteur et l'élasthanne, celui-ci est intégré dans le fil afin de combiner les propriétés chimiques des deux composants. Le poly(éthylène glycol) diacrylate (PEGDA, *Mn* = 700, commandé de Sigma-Aldrich), est utilisé pour cette méthode. Il se présente sous une forme liquide. L'initiateur de polymérisation choisi pour la réticulation de PEGDA est l'azobisisobutyronitrile (AIBN, commercialisé par Sigma-Aldrich), solide sous forme de poudre blanche. Ce produit est facilement décomposé en gaz de diazote et en un radical qui est stable à cause de la présence du groupement nitrile, Figure 3-3 [137].



**Figure 3-3** : Réaction de décomposition de l'AIBN.

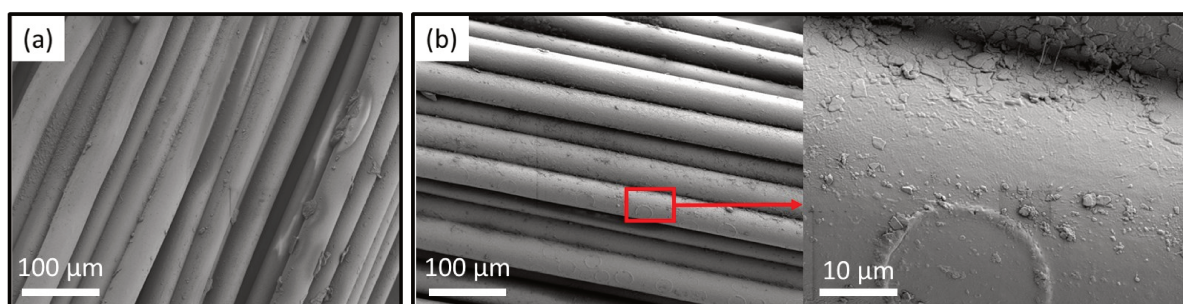
### 2.1.2. Protocole de la fonctionnalisation

Le protocole de fonctionnalisation est schématisé dans la Figure 3-4.



**Figure 3-4 :** Protocole de la fonctionnalisation du filtre Lycra® 1880 dtex par l’enduction par trempage à l’aide du PEGDA.

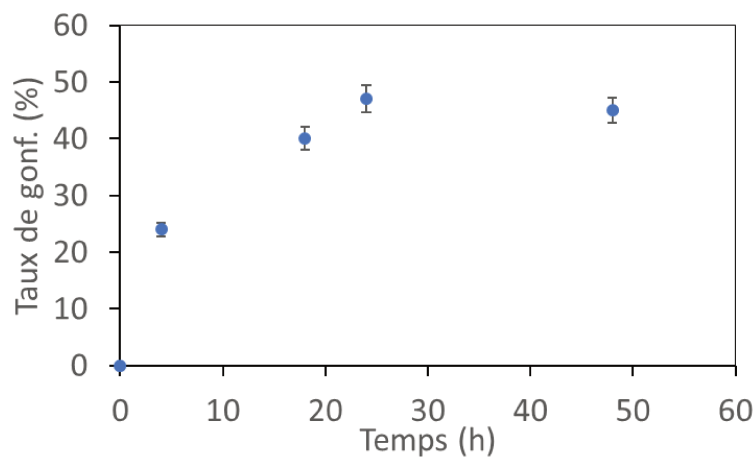
Dans un premier temps, le Lycra® 1880 dtex vierge est lavé par un trempage de 72 h dans du dichlorométhane (DCM, commandé de Sigma-Aldrich). Ce lavage a pour but d’enlever du silicone au niveau de la surface du fil. Car ce composant empêche la fonctionnalisation à cause de sa propriété hydrophobe. Ensuite les fils lavés sont chauffés dans un four à 40°C pendant 4 h pour évaporer le DCM. Cette étape de lavage induit une perte de masse de 6% ( $\Delta m/m_0$ , où  $\Delta m$  est la différence de masse avant et après le lavage, et  $m_0$  la masse initiale du fil vierge). Cette réduction massique montre qu’une partie des composants du Lycra® a été retirée grâce au lavage. La Figure 3-5 montre la morphologie de la surface du fil après cette étape, avec des marques d’évaporation du DCM circulaires.



**Figure 3-5 :** Images MEB du fil Lycra® 1880 dtex (a) vierge et (b) lavé par DCM.

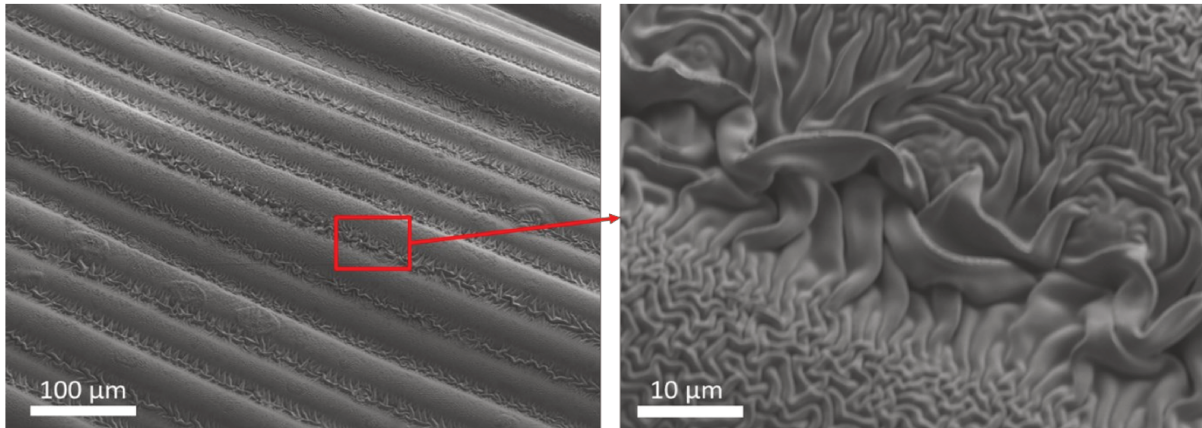
La formulation de précurseur PEGDA se compose de 88,5wt% de PEGDA, 8,5wt% de méthacrylate de méthyle (MMA) et 3wt% d’AIBN. Le MMA est introduit pour faciliter la dissolution de l’AIBN dans le PEGDA. Le mélange est agité jusqu’à ce que l’AIBN soit complètement dissous. Ensuite, en vue d’atteindre un taux de gonflement maximum  $\Delta m/m_0$

(où  $\Delta m$  est la différence de masse avant et après le gonflement, et  $m_0$  la masse initiale du fil lavé) du PEGDA, une étude de gonflement de la solution de précurseurs sur le fil Lycra® 1880 dtex a été effectuée, Figure 3-6. Le fil est immergé dans la solution dans une boîte de pétri en conditions ambiante. Avant chaque prise de masse, le fil est essuyé avec du papier absorbant pour enlever la solution en surface et entre les filaments.



**Figure 3-6 :** Etude du taux de gonflement du PEGDA dans le fil Lycra® 1880 dtex lavé en fonction du temps de trempage.

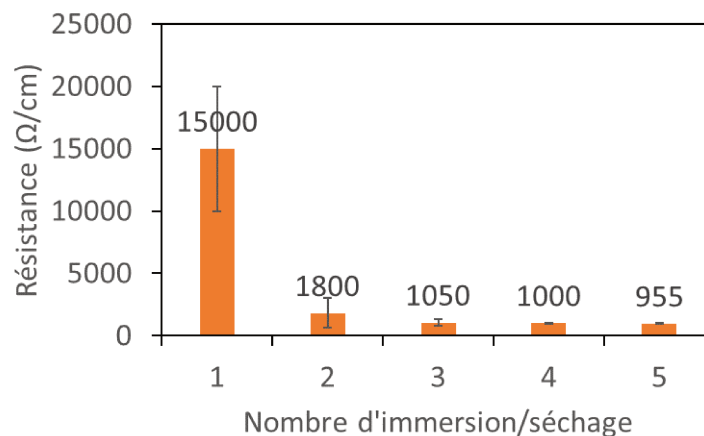
D'après les résultats observés dans la Figure 3-6, le taux de gonflement atteint à maximum de 45% après 24 h de trempage. De plus, l'augmentation progressive de la masse sur 24 h montre que la solution de précurseurs pénètre bien dans le Lycra® et n'est pas qu'adsorbé en surface sur le fil multibrin par capillarité. Pour le protocole final, le temps de gonflement a été choisi de 24 h. Après essuyage de la surface, la polymérisation in-situ du PEGDA est réalisée en chauffant le textile dans un four à 50°C pendant 4 heures, suivi d'une étape de post-cuisson à 90°C pendant 1 heure afin de terminer la réaction. La Figure 3-7 montre des images de la surface du fil contenant du PEGDA polymérisé.



**Figure 3-7 :** Images MEB du fil Lycra® 1880 dtex avec PEGDA polymérisé entre les filaments et à la surface.

Malgré l'essuyage après le trempage, le PEGDA polymérisé reste visible entre les filaments en raison de l'effet de capillarité qui retient le précurseur entre les filaments. La polymérisation du PEGDA se produit également à la surface des fils d'élasthanne, Figure 3-7.

Pour déposer la couche conductrice, le Lycra®/PEGDA est immergé dans la dispersion du PEDOT:PSS pendant 1 min, puis séché dans un dessiccateur sous vide de -60 cmHg à une température de 60°C pendant 15 min. Ce procédé peut être répété plusieurs fois. La variation de la résistance en fonction du nombre d'immersion/séchage est montrée dans la Figure 3-8.

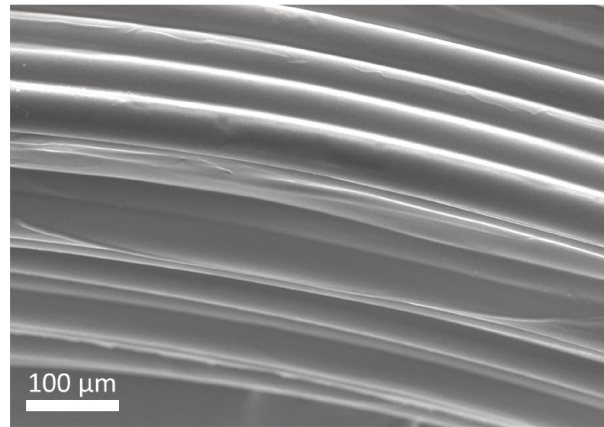


**Figure 3-8 :** Evolution de la résistance électrique en fonction du nombre de couches de PEDOT:PSS.

La résistance diminue en fonction du nombre d'immersion/séchage. La première immersion/séchage conduit à une résistance moyenne de 15 kΩ/cm. Pour deux immersions/séchages, la résistance diminue jusqu'à 1800 Ω/cm. Trois immersions/séchages donnent une valeur de 1050 Ω/cm. Pour la 4<sup>e</sup> et la 5<sup>e</sup>, la résistance ne varie plus beaucoup,



passant de 1050  $\Omega/\text{cm}$  à 955  $\Omega/\text{cm}$ . Après une répétition de trois fois, la conductivité du transducteur reste quasi-constante, à cause d'un recouvrement total du textile par le polymère conducteur. Trois immersions/séchages du fil dans la dispersion de PEDOT:PSS sont suffisantes pour fabriquer un transducteur homogène, Figure 3-9.



**Figure 3-9** : Recouvrement uniforme du fil par la couche conductrice de PEDOT:PSS.

Le recouvrement uniforme du PEDOT:PSS sur le fil est montré dans la Figure 3-9. Un des inconvénients principaux de l'utilisation du PEDOT:PSS est la fragilité du transducteur, c'est-à-dire que la couche conductrice se décolle et se délamine pour 80% de déformation. La solution pour résoudre ce problème est la polymérisation in-situ de l'EDOT au niveau interfacial du Lycra®, méthode qui permet de créer électrodes élastiques robustes. La deuxième méthode étudiée lors de cette thèse est donc la polymérisation in-situ de l'EDOT.

## 2.2. Méthode de polymérisation in-situ de l'EDOT

Une autre façon de déposer le polymère conducteur est une polymérisation chimique interfaciale de l'EDOT. Le protocole de la fonctionnalisation s'est inspiré sur les travaux de Plesse et al. [101], portant sur la fonctionnalisation de films.

### 2.2.1. Matériaux utilisés

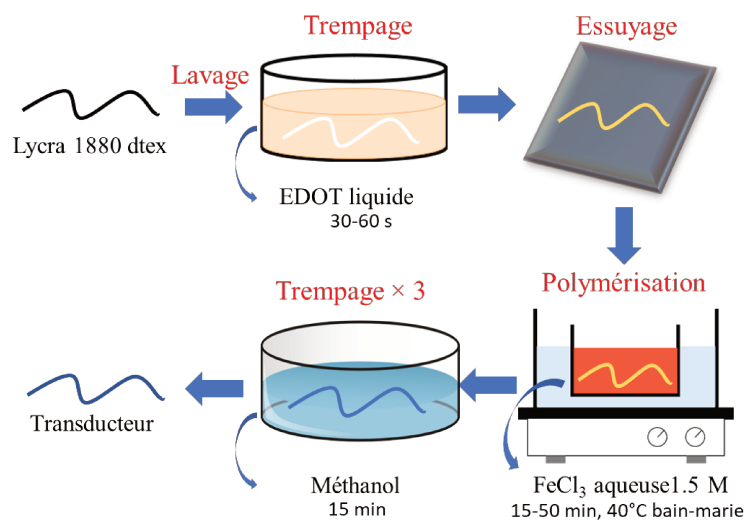
L'EDOT est un liquide transparent. Celui-ci est commandé chez Manchester Organics®, avec une pureté > 97%. Le produit a été distillé pour enlever les impuretés, notamment les oligomères, avant l'utilisation.

L'oxydant utilisé pour la polymérisation est le chlorure de fer(III) ( $\text{FeCl}_3$ ). Le  $\text{FeCl}_3$  anhydre est commandé chez VWR®. Le produit a été dissous dans l'eau à 1,5 M. Avant chaque réaction, la solution a été agitée au moins 1 h pour garantir l'homogénéisation du mélange.

Le solvant de lavage choisi est le méthanol ( $\text{MeOH}$ ) qui permet de dissoudre l'EDOT et le  $\text{FeCl}_3$ . Celui-ci est commandé chez VWR® également avec une pureté supérieure ou égale 99,8%.

### 2.2.2. Protocole de fonctionnalisation

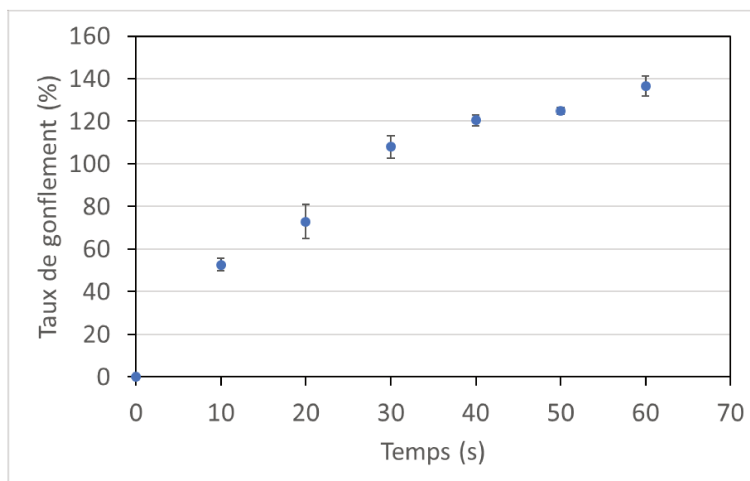
Le protocole est schématisé dans la Figure 3-10.



**Figure 3-10** : Protocole de la fonctionnalisation du Lycra® avec la méthode de polymérisation in-situ de l'EDOT.

Le protocole commence par un lavage du fil Lycra® 1880 dtex par DCM pour enlever du silicone qui se trouve à la surface, afin de ne pas empêcher la fonctionnalisation.

Ensuite, le fil lavé est trempé dans le liquide de l'EDOT et essuyé avec du papier absorbant pour éliminer le produit en excès qui se trouve entre les filaments et à la surface. Le taux de gonflement du monomère dans l'élasthanne ( $\Delta m/m_0$ , où  $\Delta m$  est la différence de masse avant et après le gonflement, et  $m_0$  la masse initiale du fil lavé) en fonction du temps d'immersion du fil est montré dans la Figure 3-11.

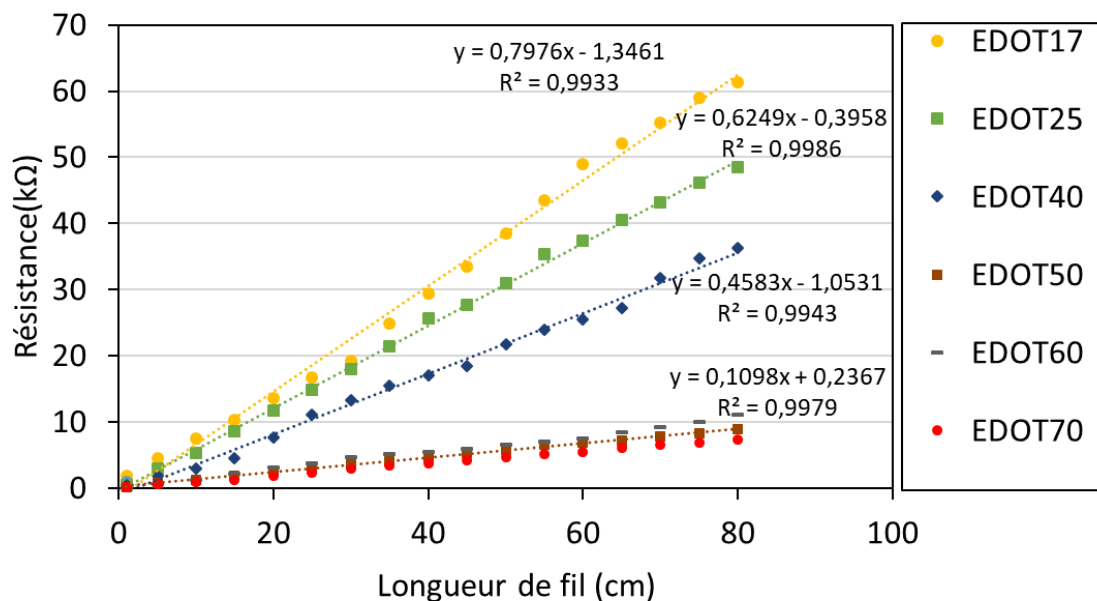


**Figure 3-11** : Taux de gonflement d'EDOT dans le fil Lycra® 1880 dtex en fonction du temps d'immersion.

Le pourcentage de gonflement augmente avec le temps d'immersion et cette augmentation se ralentit au cours du temps. En 30 s d'immersion, un taux de gonflement de 110% est observé, et pour 60 s, 135%. Cette augmentation progressive montre que l'EDOT gonfle le fil Lycra® et n'est pas seulement adsorbé à la surface et entre les filaments par un effet capillaire. Le taux de gonflement d'EDOT est un paramètre important à contrôler, afin d'obtenir un matériau conducteur tout en préservant l'élasticité du matériau initial. J'ai choisi un temps d'immersion de 30 s donnant un taux de gonflement de 110%, car ce paramètre permet d'obtenir des électrodes élastiques conductrices [101].

Le fils gonflé d'EDOT est ensuite polymérisé dans la solution de  $\text{FeCl}_3$  de 1,5 M, dans un bain-marie chauffé à 40°C. A l'aide d'une observation visuelle de la coloration homogène du fil, un temps minimal de 15 min a été sélectionné. Une étude de l'effet du temps de polymérisation (entre 15 et 50 min) sur les propriétés du fil fonctionnalisé a été réalisée.

Les résistances des transducteurs ont été mesurées pour différentes longueurs de fils et pour tous les temps de polymérisation afin de vérifier l'homogénéité de fonctionnalisation. Elles sont présentées sur la Figure 3-12 (nomenclature EDOTXX avec XX égal au temps de polymérisation).



**Figure 3-12** : Résistance des fils fonctionnalisés avec différents temps de polymérisation en fonction de la longueur du fil.

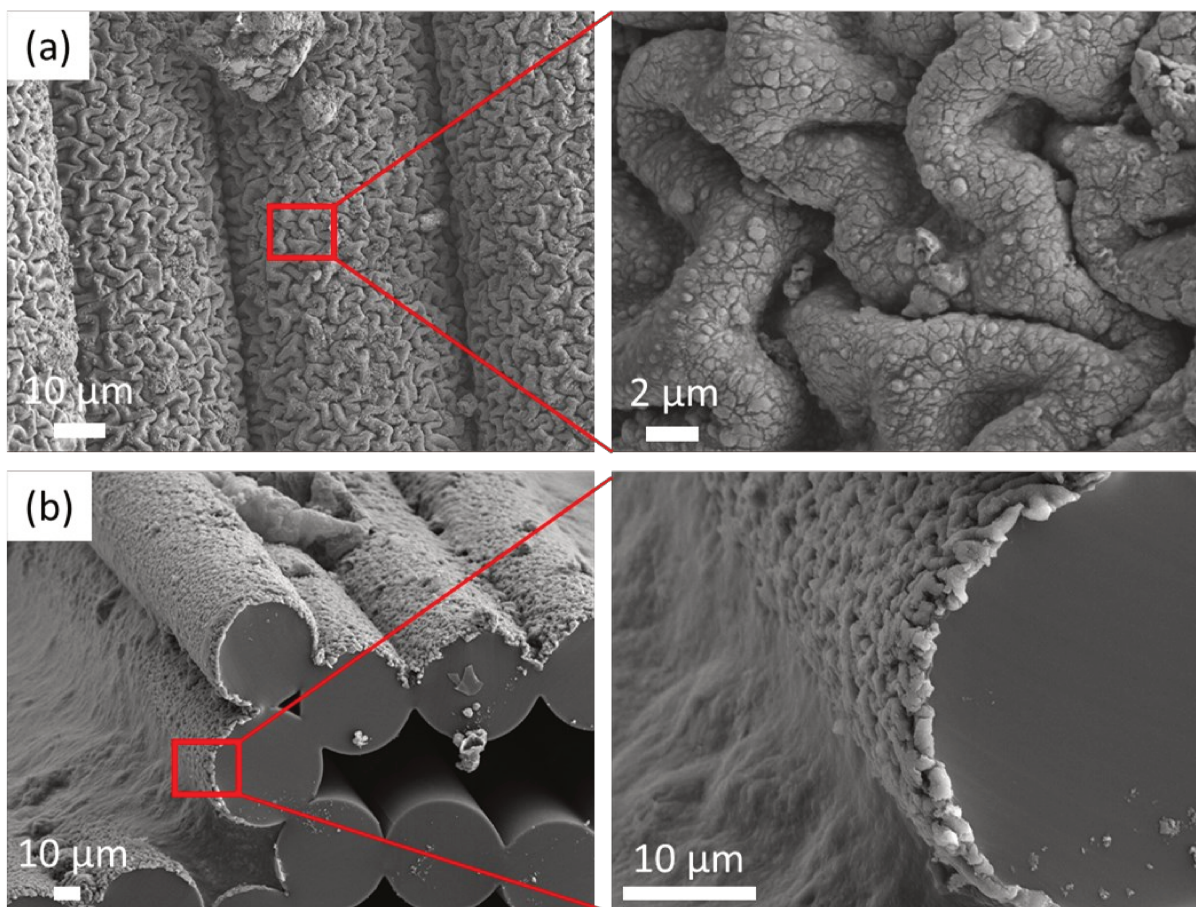
En analysant les courbes obtenues, une augmentation linéaire de la résistance électrique en fonction de la longueur du fil a été observée, avec un coefficient de détermination ( $R^2$ , compris entre 0 et 1, définit quantitativement la linéarité, un  $R^2$  plus élevé correspondant à une meilleure réponse linéaire) de 0,99 pour tous les temps de polymérisation. Cette forte corrélation linéaire indique que la résistance électrique du matériau varie de manière prévisible en fonction de la longueur, et ce jusqu'à 80 cm, et démontre l'homogénéité de la fonctionnalisation. Nous avons également constaté que l'augmentation du temps de polymérisation permet de minimiser la résistance des fils. Par exemple, pour une longueur de 80 cm, la résistance est de 62 kΩ pour le fil polymérisé pendant 17 min et de 9 kΩ pour celui de 50 min. Cette diminution de la résistance s'explique par la formation d'une plus grande quantité de PEDOT, le matériau conducteur, au cours de la polymérisation.

De plus, il est aussi intéressant de noter que les courbes correspondantes aux temps de polymérisation de 50, 60 et 70 min se superposent, suggérant ainsi que la polymérisation atteint son point de saturation après 50 min et qu'il n'est plus possible d'augmenter significativement la quantité de PEDOT dans le fil.

En conclusion, le temps de polymérisation est fixé entre 15 et 50 min pour cette méthode de fonctionnalisation, ce qui conduit à une résistance de l'ordre de 10 kΩ pour des longueurs de

80 cm. Avec cette longueur importante, le transducteur pourrait être intégré dans des plans de filtration d'environ 1 m à l'échelle industrielle. La longueur maximale des échantillons obtenue avec une bonne homogénéité est d'environ 2 m.

Finalement, pour terminer la réaction, les transducteurs sont lavés dans du méthanol pendant 15 min trois fois, afin d'enlever les impuretés qui restent dans le fil. Le méthanol est ensuite évaporé sous la sorbonne pendant 1 h à température ambiante (20°C). Les images de microscopie électronique à balayage du transducteur polymérisé pendant 15 min sont montrées dans la Figure 3-13. Pour l'image de la section, le fil a été coupé par une lame.



**Figure 3-13** : Images MEB du transducteur EDOT15 (a) la surface et (b) la section.

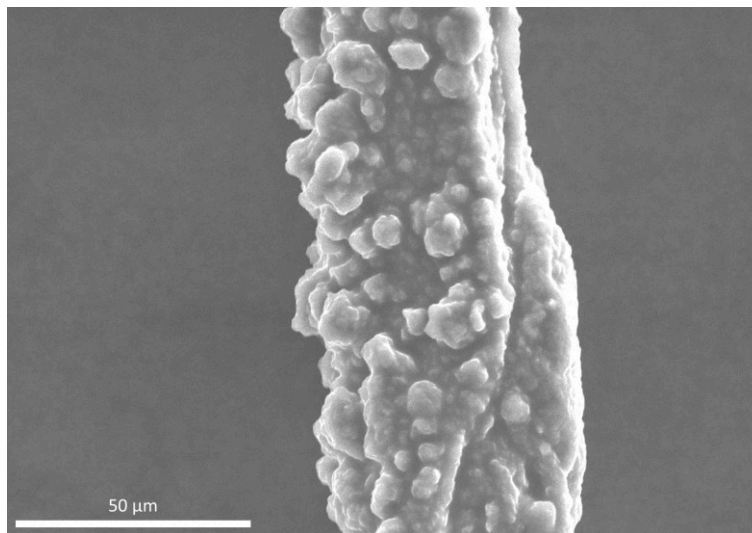
D'après les images de la Figure 3-13(a), le PEDOT est formé à la surface du fil, et les variations de volumes associés au procédé ont généré une structure de plis aléatoires dans toutes les directions. Au niveau de la section du transducteur, il peut être observé que la polymérisation de l'EDOT s'effectue sur le côté extérieur du fil, et que les surfaces et les filaments intérieurs ne sont pas fonctionnalisés. La réaction produisant cette couche de PEDOT se déroulant à

l'interface fil/solution où les monomères et l'oxydant se rencontrent, je suppose que la solution oxydante ne peut pénétrer dans le fil multibrin.

### 2.2.3. Fonctionnalisation du Lycra® monobrin

Comme mentionné dans la Section 1.2, il existe des fils Lycra® monobrin. L'objectif était de simplifier la structuration de fil afin de faciliter la modélisation physique du transducteur. Avec le fil de 22 dtex, bien que beaucoup plus difficilement manipulable, j'ai réussi à le fonctionnaliser par ce protocole de fabrication, en modifiant quelques paramètres.

Comme la fibre est très fine avec un diamètre d'environ 50  $\mu\text{m}$ , pour faciliter la manipulation manuelle et ne pas créer des nœuds, le Lycra® 22 dtex de 10 cm était enroulé sur un pilulier en verre. La masse est très faible (10 cm correspond à  $22 \cdot 10^{-6}$  g), la quantité du silicone extraite n'est donc pas mesurable. Pour la détermination du niveau de gonflement de l'EDOT par pesée, nous avons donc gardé arbitrairement le temps d'immersion de 30 s dans l'EDOT mais sans essayer le fil, très fragile et collant. Avec une polymérisation de 11 min, il a été possible d'observer une coloration homogène. Pour finir, le fil est lavé par trois bains de méthanol pendant 15 min. La morphologie de l'échantillon est présentée sur la Figure 3-14, montrant que du PEDOT est bien formé à la surface de la fibre.



**Figure 3-14** : Image MEB du Lycra® 22 dtex fonctionnalisé par polymérisation in-situ de l'EDOT.

Même si le diamètre du fil est faible de 50  $\mu\text{m}$ , j'ai toutefois réussi à caractériser sa résistance électrique avec un multimètre. La résistance observée pour une longueur de 1 cm est d'environ 3,4 M $\Omega$ . Vu la section réduite de la fibre et donc une quantité limitée du PEDOT

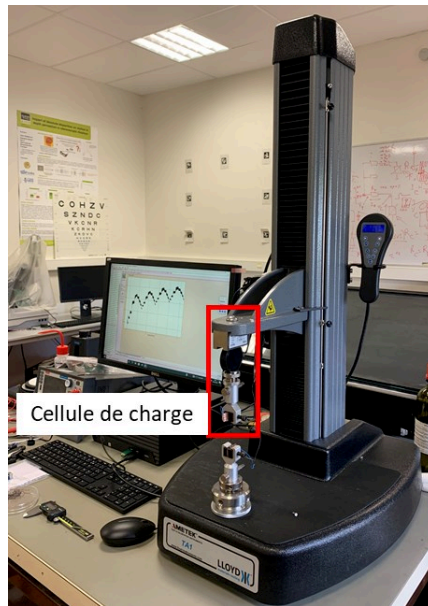
formée, cette valeur est élevée par rapport au cahier des charges présenté dans la Section 1.1. Cependant, cela ouvre une perspective très intéressante. Avec les différentes technologies textiles, plusieurs fils monobrins conducteurs peuvent être assemblés dans d'autres architectures de fils multibrins pour obtenir des transducteurs originaux.

### **3. Caractérisations des propriétés mécaniques**

Une fois les transducteurs fabriqués, afin de vérifier l'adaptation de l'application de notre projet, les caractérisations des différentes propriétés ont été effectuées. Étant donné que les transducteurs élaborés sont destinés à fonctionner en allongement, il est donc nécessaire d'étudier leurs propriétés mécaniques en élongation, en déterminant les modules de Young ( $E$ ).

#### **3.1. Méthode de caractérisation**

La première caractérisation mécanique des fils que j'ai réalisée est une mesure expérimentale du module de Young, afin de pouvoir comparer le changement du fil textile depuis le substrat Lycra® 1880 dtex jusqu'aux transducteurs. Celle-ci est réalisée par le banc de traction de Lloyd Instruments™ modèle LS1 (Figure 3-15) qui permet de déformer le matériau analysé uniaxialement. Cette machine a une vitesse d'extension/compression maximale de 2032 mm/min, et peut être équipée des cellules de charge interchangeables de haute précision de la série YLC® pour les mesures de tension, de compression et de cycles à force nulle. Sa capacité de traction varie entre 5 et 1000 N selon la cellule de charge installée. Durant notre étude, le capteur de force utilisé est celui de 5 N (soit le plus petit existant), possédant une précision de 0,5%.



**Figure 3-15** : Machine de traction LS1 de Lloyd Instruments™ avec cellule de charge interchangeable.

La machine est programmable à l'aide d'une interface utilisateur sur l'ordinateur de contrôle en utilisant le logiciel NexygenPlus. Les données de force appliquée et d'élongation de la machine peuvent être enregistrées avec une vitesse d'acquisition maximale de 100 Hz. La fréquence choisie par défaut est de 50 Hz. Les mors métalliques de serrage sont utilisés pour la fixation des fils sur la machine, avec une géométrie striée de la surface, afin d'éviter le glissement du fil.

La rigidité d'un matériau élastique peut être définie par le module de Young ( $E$ ). Il représente la capacité d'un matériau à résister à la déformation lorsqu'une force lui est appliquée. Le module de Young est défini comme le rapport de la contrainte ( $\sigma$ , force appliquée par unité de surface) à la déformation ( $\varepsilon$ , variation de longueur par unité de longueur) dans la direction de la force appliquée (Equation 3-2), pour une déformation élastique.

$$E = \frac{\sigma}{\varepsilon} = \frac{\sigma}{\frac{l_t - l_0}{l_0}} \quad \text{Equa. 3-2}$$

Où  $l_t$  est la longueur à l'instant  $t$  et  $l_0$  est la longueur initiale du transducteur sous une précharge de 0,01 N.

Pour un fil multi-filament, qui constitue plusieurs brins, comme dans notre cas, la contrainte d'extension est calculée par la force totale appliquée sur le fil ainsi que la surface totale de la section transversale de tous les brins combinés. Pour simplifier l'étude, le fil multibrin de  $N$



section  $a$  est considéré comme un fil monobrin de section  $N \times a$ . La contrainte est donc calculée par l'Equation 3-3 :

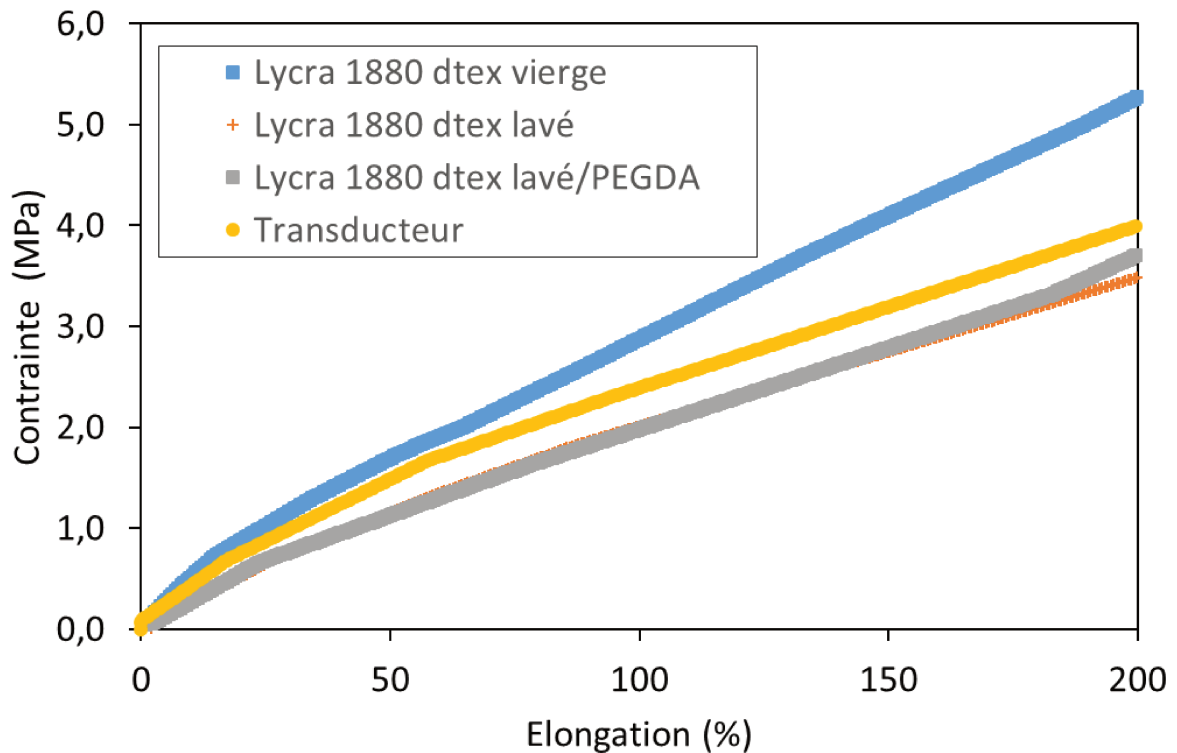
$$\sigma = \frac{F}{A} = \frac{F}{N \times a} \quad \text{Equa. 3-3}$$

Où,  $F$  est la force appliquée sur le fil,  $A$  est la section totale du fil,  $N$  est le nombre de filaments et  $a$  est la section d'un brin. Dans le cas du Lycra® 1880 dtex, qui a 112 filaments de diamètre de 50  $\mu\text{m}$ , la section totale du fil est égale à 0,22  $\text{mm}^2$ .

Dans notre étude, le module de Young est calculé comme la meilleure pente à l'origine de la courbe de contrainte en fonction de l'élongation. Les mesures de  $E$  ont été effectuées sur des échantillons d'environ 50 mm, avec une précharge de 0,01 N. Cette caractérisation s'est effectuée jusqu'à une déformation de 200% d'allongement par rapport à la longueur initiale avec une vitesse de 100 mm/min. La courbe de la contrainte en fonction de la déformation peut être tracée automatiquement par le logiciel, et la valeur du module de Young est calculée selon la courbe observée.

### **3.2. Propriétés mécaniques du transducteur fonctionnalisé par enduction par trempage à l'aide du PEDGA**

Nous avons étudié les changements de  $E$  lors des différentes étapes de fonctionnalisation. Les courbes de contrainte mécanique en fonction de l'élongation des fils à chaque étape de fonctionnalisation sont montrées dans la Figure 3-16. Leurs modules de Young sont également résumés dans le Tableau 3-2 (chaque valeur est une moyenne sur 5 tests).



**Figure 3-16 :** Courbes de contrainte en fonction de l'élongation des fils à chaque étape de fonctionnalisation.

**Tableau 3-2 :** Module de Young du fil à différente étape de fabrication.

Étape de fonctionnalisation	$E$ (MPa)
Lycra® 1880 dtex vierge	4,5±0,7
Lycra® 1880 dtex lavé	2,6±0,2
Lycra® 1880 dtex lavé/ PEGDA polymérisé	2,8±0,1
Transducteur	3,5±0,3

Les courbes de contrainte en fonction de l'élongation montrent une forme typique d'un matériau élastique. Le module de Young du fil vierge diminue de 4,5 MPa à 2,6 MPa après lavage, parce qu'une partie du silicone est éliminée. La Figure 3-16 montre que les fils lavés ou les fils avec PEGDA polymérisé ont des propriétés mécaniques similaires, car les deux courbes se superposent. Le module de Young augmente légèrement de 2,6 MPa à 2,8 MPa après la fonctionnalisation par PEGDA, qui a un  $E$  de 30 MPa [138]. Le transducteur final montre un module de Young de 3,5 MPa. Il est plus rigide que le fil des deux étapes précédentes, car une couche de PEDOT:PSS dont le module de Young est de 1,5 GPa [74,139],

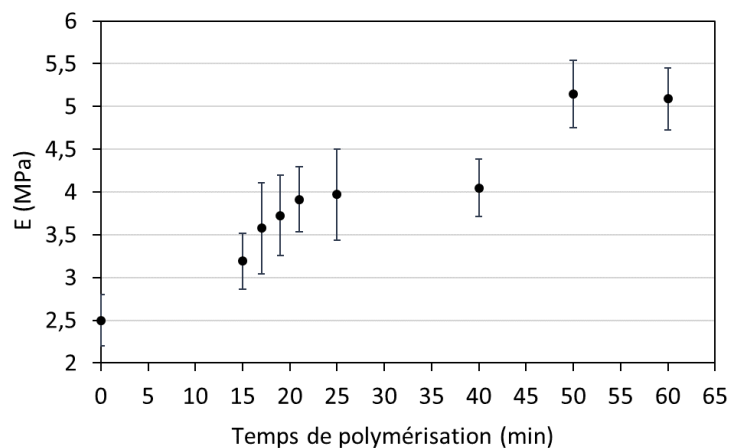
est présente à la surface. Cependant, cette valeur reste toujours plus faible que celle du Lycra® 1880 dtex vierge (4,5 MPa).

Ces expériences permettent de conclure que, bien que des matériaux supplémentaires plus rigides que l'élasthanne sont ajoutés dans le fil Lycra® 1880 dtex, le matériau conserve l'élasticité native des fils d'élasthanne. Cependant, comme une certaine quantité du PDMS est éliminée, une moindre stabilité mécanique du fil multibrin peut être entraînée. Mais, cette élimination nous permet de déposer une couche de PEDOT:PSS sur le fil, ce qui confère la conductivité électrique du transducteur.

En conservant ses propriétés mécaniques du fil tout au long de la fabrication, le transducteur peut se déformer sous des faibles contraintes, comme le Lycra® vierge, et produire des variations de résistance associées à cette déformation.

### 3.3. Propriétés mécaniques des transducteurs fonctionnalisés par polymérisation in-situ de l'EDOT

Les modules de Young des transducteurs à base de Lycra 1880 dtex sont caractérisés pour des temps de réaction entre 15 et 60 minutes, et sont présentés dans la Figure 3-17.



**Figure 3-17:** Module de Young des transducteurs en fonction du temps de polymérisation.

0 min pour le fil lavé par DCM.

Durant la polymérisation de l'EDOT, les molécules de PEDOT se forment au niveau interfacial du fil. La quantité du PEDOT croît avec le temps de polymérisation [140]. Le fil se rigidifie de 2,5 MPa pour le fil non fonctionnalisé jusqu'à 5,2 MPa pour le fil polymérisé pendant 50 min. La période de 0 à 20 min est caractérisée par une augmentation lente mais continue du

module de Young, indiquant une phase de maturation progressive. Entre 20 et 40 minutes de polymérisation, la valeur du module Young est constante et un saut est observé pour 50 min suggérant un changement significatif dans la structure ou les propriétés mécaniques de ces matériaux. Cette observation de la variation de ces propriétés mécaniques permet d'adapter avec précision le transducteur pour son application. En faisant changer le taux de gonflement du matériau initial, je pense qu'une gamme plus large de module de Young peut être obtenue.

## 4. Conclusion

Selon les recherches de l'état de l'art et pour répondre au besoin de la caractérisation de flux d'air, le fil élasthanne Lycra® 1880 dtex est choisi pour fabriquer des transducteurs piézo-résistifs sous forme de fil textile, comme substrat élastique, à cause de son élasticité remarquable (4,5 MPa) sur une grande gamme d'élongation. La fonctionnalisation par le polymère conducteur intrinsèque PEDOT prouve son efficacité à obtenir des matériaux conducteurs par une mesure de résistance initiale par unité de longueur de l'ordre du k $\Omega$ /cm pour les transducteurs fabriqués.

Deux méthodes de fonctionnalisation du fil Lycra® 1880 dtex par PEDOT sont réalisées :

- Le PEDOT:PSS commercial a été successivement déposé sur le fil à l'aide du PEGDA qui augmente l'affinité entre le substrat et le polymère conducteur. Cette méthode permet de fabriquer un transducteur avec une résistance de 1050  $\Omega$ /cm.
- La polymérisation in-situ de l'EDOT gonflé dans du fil a réussi à former une couche de PEDOT à la surface, qui conduit à une résistance de l'ordre du k $\Omega$  du transducteur (5cm). Les propriétés mécaniques du fil ont été conservées par cette méthode de fonctionnalisation. Des échantillons d'une longueur d'environ 2 mètres peuvent être produits avec cette technique.

Grâce à ces deux méthodes développées, les propriétés mécaniques du fil Lycra® sont peu modifiées. Les modules de Young des transducteurs sont conservés dans l'ordre du MPa comme le fil vierge.

Avec la méthode de fonctionnalisation par l'enduction par trempage à l'aide du PEGDA, nous avons publié un acte [76] à la conférence *IEEE Sensors 2022* et un article [141] dans le journal *Sensors & Actuators A*.

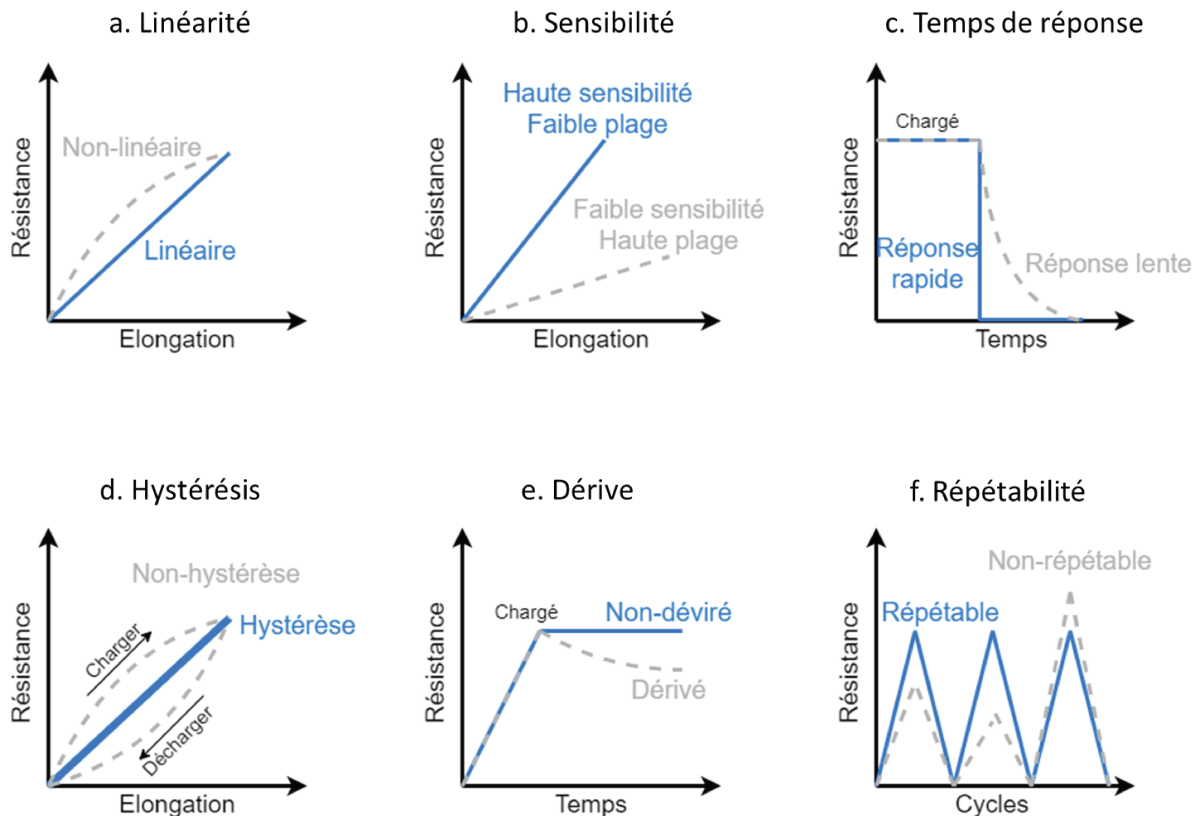
Les propriétés électromécaniques des transducteurs ainsi que des démonstrations de détection sur les flux d'air sont présentées dans le Chapitre 4.

## **Chapitre 4 : Caractérisation des propriétés électromécaniques des transducteurs**

Dans le chapitre précédent, la fabrication de deux transducteurs piézo-résistifs sous forme de fil textile et leurs propriétés mécaniques, morphologiques et électriques sont décrites. Dans ce chapitre, nous montrons les caractérisations électromécaniques réalisées sur ces transducteurs. Une étape d'entraînement sur une plage de déformation plus élevée que la plage de déformation d'intérêt est proposée. Cet entraînement préalable du transducteur permet de stabiliser et d'améliorer sa réponse électromécanique. Il s'agit d'une innovation dans notre approche du développement de fils sensoriels hautement extensibles. En outre, les transducteurs sont étirés en modes dynamique et statique. À la fin de cette partie, un cas d'utilisation pour la caractérisation de flux d'air est proposé.

## 1. Introduction

La caractérisation électromécanique du transducteur représente la variation de la résistance en fonction de l'élongation, qui peut être décrite par six paramètres principaux: la linéarité, la sensibilité, le temps de réponse, l'hystérésis, la dérive et la répétabilité, Figure 4-1 [142].



**Figure 4-1** : Mesures de la performance d'un transducteur piézo-résistif : (a) linéarité, (b) sensibilité et plage de réponse linéaire, (c) temps de réponse, (d) hystérésis, (e) dérive et (f) répétabilité [142].

La réponse linéaire facilite les procédures d'étalonnage en réduisant les équations d'ajustement à des polynômes du premier ordre (courbe bleue de la Figure 4-1). Dans les modèles de régression linéaire, le coefficient de détermination ( $R^2$ ). En revanche, les réponses non linéaires nécessitent une analyse informatique complexe [142].

Pour les transducteurs qui possèdent une réponse linéaire, la sensibilité, représentée par le facteur de jauge, est un des paramètres clés. Pourtant, la plage de la réponse linéaire est aussi importante pour définir le seuil de détection, celui-ci doit s'adapter à l'application visée. Le temps de réponse représente le temps de changement de la résistance jusqu'à sa valeur finale

après un stimuli mécanique sur le transducteur. Ce paramètre est important pour la caractérisation d'une déformation dynamique.

Un autre aspect est l'hystérésis de résistance qui peut se produire entre les cycles de déformation d'allongement et de relâchement. Elle est souvent attribuée à la nature viscoélastique intrinsèque du polymère, le frottement interne des charges conductrices et l'intégrité mécanique instable lors d'une déformation cyclique importante [26].

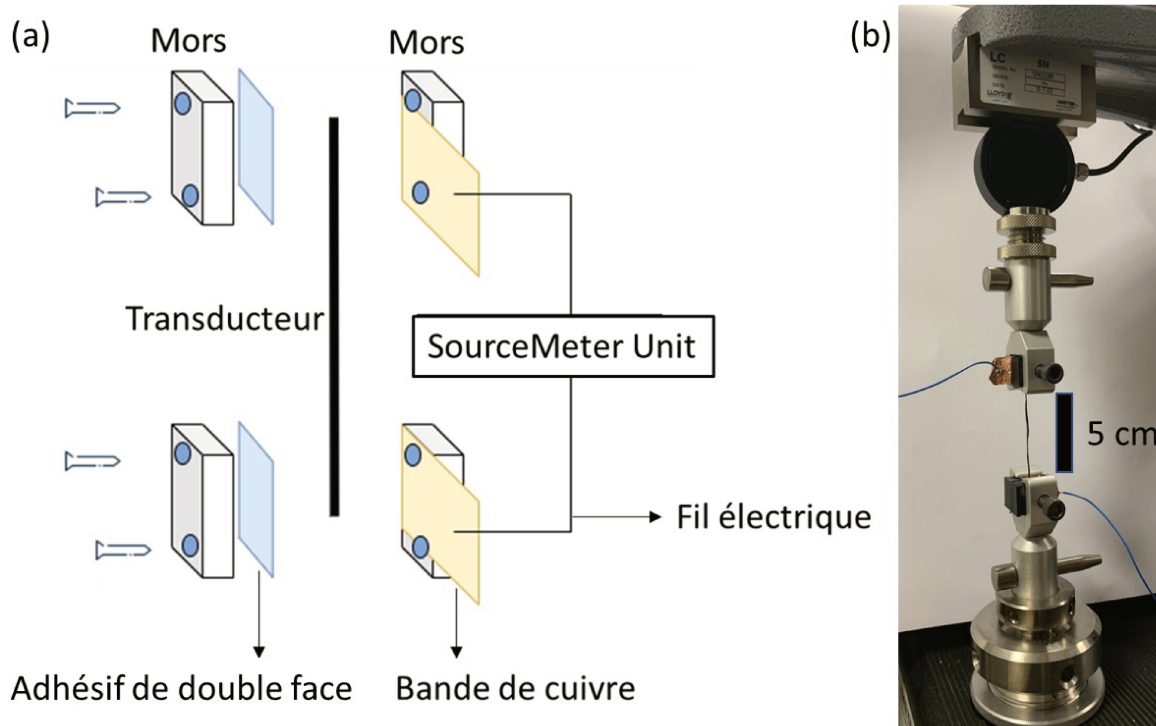
La dérive est le changement de la résistance du transducteur au fil du temps (pouvant être significatif d'une dégradation lente par exemple). Elle est également importante pour la précision, en particulier pour les applications telles que le transducteur subi une déformation statique pendant de longue durée.

La répétabilité représente la stabilité de la variation de la résistance lors de tests cycliques. Elle est importante pour un fonctionnement robuste et stable d'un transducteur, ce qui est particulièrement crucial pour les mesures chroniques sur des longues durées. L'application de multiples cycles de déformation à un transducteur représente le moyen le plus courant de quantifier la répétabilité. Les changements irréversibles associés à une défaillance mécanique due à une fracture ou à une déformation plastique représentent les sources les plus évidentes d'une mauvaise répétabilité [143].

### **1.1. Banc de caractérisation des propriétés électromécaniques**

La première difficulté de la réalisation de mesure est de relier les fils conducteurs avec le SourceMeter Unit (SMU). Pour assurer une bonne connexion, un schéma d'installation du fil est illustré dans la Figure 4-2.





**Figure 4-2 :** (a) Schéma d'installation du transducteur et sa connexion avec le SourceMeter Unit. (b) Photo du fil installé sur la machine de traction.

Pour éviter les courts-circuits passant par la machine de traction, des mors sont fabriqués en impression 3D avec la résine de Phrozen™ *Water assable Rapid Black*, qui est un matériau isolant. Puisque la surface de contact est lisse, le transducteur est collé dessus avec de l'adhésif double face. Afin d'assurer le contact électrique, sur l'autre mors est scotchée une bande de cuivre qui plaque le fil conducteur. Les bandes de cuivre sont plus grandes que les mors avec les fils électriques soudés sur la partie extérieure des mors, qui sont reliés au SMU. Les mors sont assemblés avec des vis afin de fixer le transducteur avec une connexion électrique stable pour la mesure de la résistance. Cependant, nous ne pouvons éviter le changement de la géométrie (une compression ou un écrasement) du fil au niveau de la jonction, à cause de la compression subie par le serrage.

Comme la caractérisation des propriétés mécaniques présentée dans le Chapitre 3 Section 3, le transducteur étudié possède toujours une longueur initiale d'environ 50 mm pour une précharge de 0,01 N.

### 1.2. Traitement des données et calcul du facteur de jauge

Le SMU utilisé nous permet de collecter une série de mesures de la résistance d'un transducteur pour différentes elongations dans le temps. Ces mesures successives forment un

premier signal de base, montrant l'évolution de la résistance au fil du temps. Cependant, pour évaluer l'importance des variations d'amplitude de la résistance en fonction de la déformation du transducteur, il est nécessaire de le rendre relatif à la résistance initiale, c'est-à-dire la valeur à la longueur initiale avant étirement (sous la précharge de 0,01 N). Cette variation de la résistance relative est définie par l'Equation 4-1 :

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{R_t - R_0}{R_0} \quad \text{Equa. 4-1}$$

Où,  $R_t$  est la valeur de résistance mesurée à l'instant  $t$ ,  $R_0$  est la résistance initiale avant étirement.

Les propriétés électromécaniques du transducteur piézo-résistif sont représentées par le facteur de jauge ( $K$ ). Cependant, comme il n'y a pas d'interface entre la machine de traction et le SMU, pour que la collecte des données se fasse de façon cohérente, les valeurs acquises par les deux machines étaient, dans un premier temps, traitées manuellement avec Microsoft Excel pour les resynchroniser.

L'Equation 4-2 donne l'expression du calcul du facteur de jauge:

$$K = \frac{\frac{\Delta R'}{R'_0}}{\Delta \varepsilon} = \frac{\frac{R'_t - R'_0}{R'_0}}{\frac{l_t - l_0}{l_0}} \quad \text{Equa. 4-2}$$

Où,  $R'_t$  est la résistance à la longueur  $l_t$  à l'instant  $t$  et  $R'_0$  est la résistance à la longueur  $l_0$ . Dans notre étude, le  $K$  est calculé pour chaque cycle de déformations, l'Equation 4-2 devient donc :

$$K = \frac{\frac{\Delta R_n}{R_{0,n}}}{\Delta \varepsilon} = \frac{(R_{t,n} - R_{0,n})}{R_{0,n} \Delta \varepsilon} \quad \text{Equa. 4-3}$$

Où, et  $R_{t,n}$  est la résistance maximale du cycle  $n$  et  $R_{0,n}$  est la résistance initiale du cycle  $n$  au début de la phase d'étirement.

Afin de déterminer un  $K$  moyen pour les tests avec 10 000 cycles de déformation,  $X$  cycles sont sélectionnés avec un intervalle de temps identique tout au long de la caractérisation. Ce nombre de cycles  $X$  est différent selon le nombre de cycles total du test.

## 2. Résultats et discussions

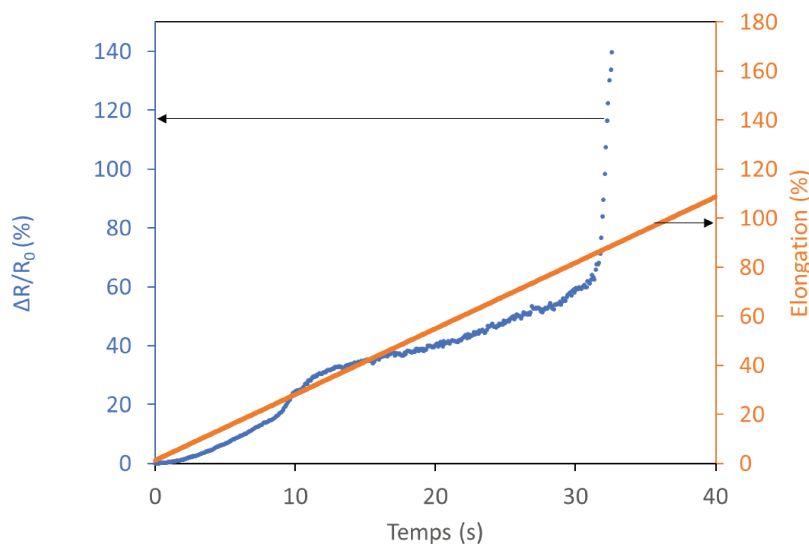
### 2.1. Transducteur fonctionnalisé par enduction par trempage

Pour rappel des résultats présentés dans le Chapitre 3, ce type de capteur a une résistance initiale de  $3512 \pm 12 \Omega$  pour un échantillon de 50 mm avec la précharge de 0,01 N. Les propriétés électromécaniques du transducteur sont caractérisées dans cette partie.

#### 2.1.1. Caractérisation en sortie de fabrication

##### 2.1.1.1. Test de sollicitation continue

La variation de la résistance électrique du transducteur est caractérisée avec une vitesse d'étirement constante de 100 mm/min jusqu'à la rupture de la conductivité. L'évolution de la résistance en fonction de l'élongation est montrée sur la Figure 4-3.



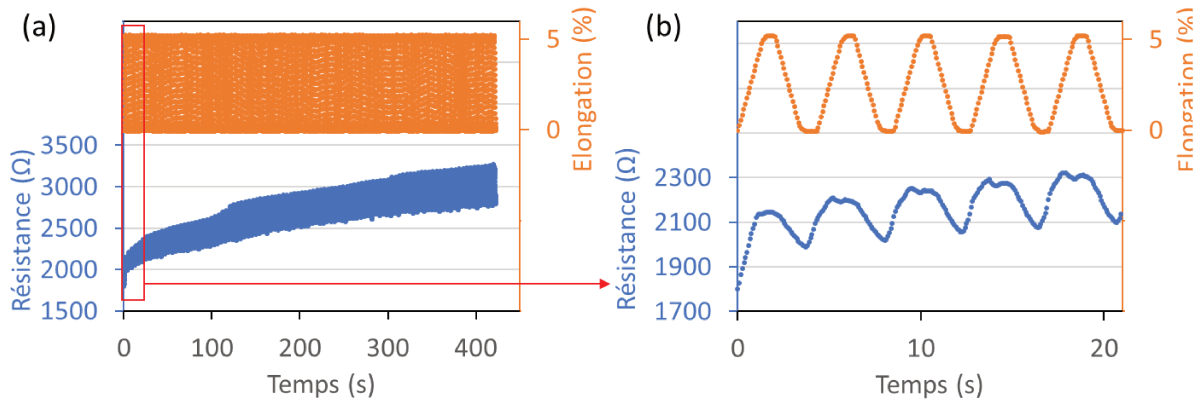
**Figure 4-3** : Test de traction du transducteur avec vitesse d'étirement de 100 mm/min.

La résistance augmente avec l'élongation au cours du temps. Le comportement du transducteur présente deux phases de variation linéaire de la résistance dans deux plages de déformation (0-20% et 40-85% avec un  $K$  de 0,7 et 0,6 respectivement), et une phase de transition se produit avec une plus grande variation de la résistance entre 20 et 40% de déformation. Une fois que le transducteur est étiré jusqu'à 85%, une brusque augmentation de la résistance est observée. Nous supposons que la variation de la résistance relative dans la plage de déformation est due à plusieurs raisons : la formation de craquelures sur le fil multi-filament, l'amincissement de la couche conductrice causé par l'effet de Poisson [11] et le réarrangement de la géométrie du fil (glissement des filaments individuels et la diminution

de la distance entre les filaments fonctionnalisés à l'extérieur). Pour la première phase entre 0 et 20% d'étirement, comme la couche conductrice de PEDOT:PSS a une élasticité moins importante que le fil Lycra® [144], considérant que la force d'adhésion entre cette couche et le substrat est assez importante, la couche conductrice s'étire avec le fil. Avec l'effet de Poisson, la résistance du PEDOT:PSS déposé sur la surface augmente avec l'amincissement de la couche. Pour la deuxième phase, entre 20% et 40% d'allongement, la résistance augmente plus fortement, indiquant que la rupture de la couche conductrice se produit dans cette gamme de déformation. Pour la troisième phase, à partir de 40% d'allongement, les craquelures s'élargissent avec l'étirement du transducteur et le comportement de réponse du transducteur est similaire à la première phase. Lorsque la déformation atteint 85%, nous avons observé une rupture du chemin conducteur, représentée par une brusque augmentation de la valeur de la résistance. La discontinuité de la couche conductrice se produit à cette valeur de déformation, en corrélation avec le blanchissement du fil, ce qui correspond à une délamination de la couche de PEGDA/PEDOT:PSS du substrat. Cette délamination est due à la différence de  $E$  entre le Lycra® 1880 dtex/PEGDA polymérisé (2,5 MPa) et la couche de PEGDA/PEDOT:PSS (1,5 GPa pour PEDOT:PSS [139]). En effet, cette non concordance entre ces deux matériaux correspondant à la susceptibilité différente des matériaux à se déformer avec des gammes d'élasticité très différentes. Cet effet provoque une délamination à 85% de déformation de la couche conductrice. Il faut noter également que le fil Lycra® 1880 dtex possède des comportements mécaniques complexes à l'étirement car il a une configuration multi-filaments.

#### *2.1.1.2. Test cyclique*

Ensuite, le transducteur en sortie de fabrication est caractérisé électro-mécaniquement sur la plage de déformation correspondant à l'application entre 0 et 5% par un test cyclique. Cent cycles sont effectués avec une vitesse d'étirement de 100 mm/min, pour une précharge de 0,01 N. La Figure 4-4 montre la variation de la résistance au cours de l'essai.

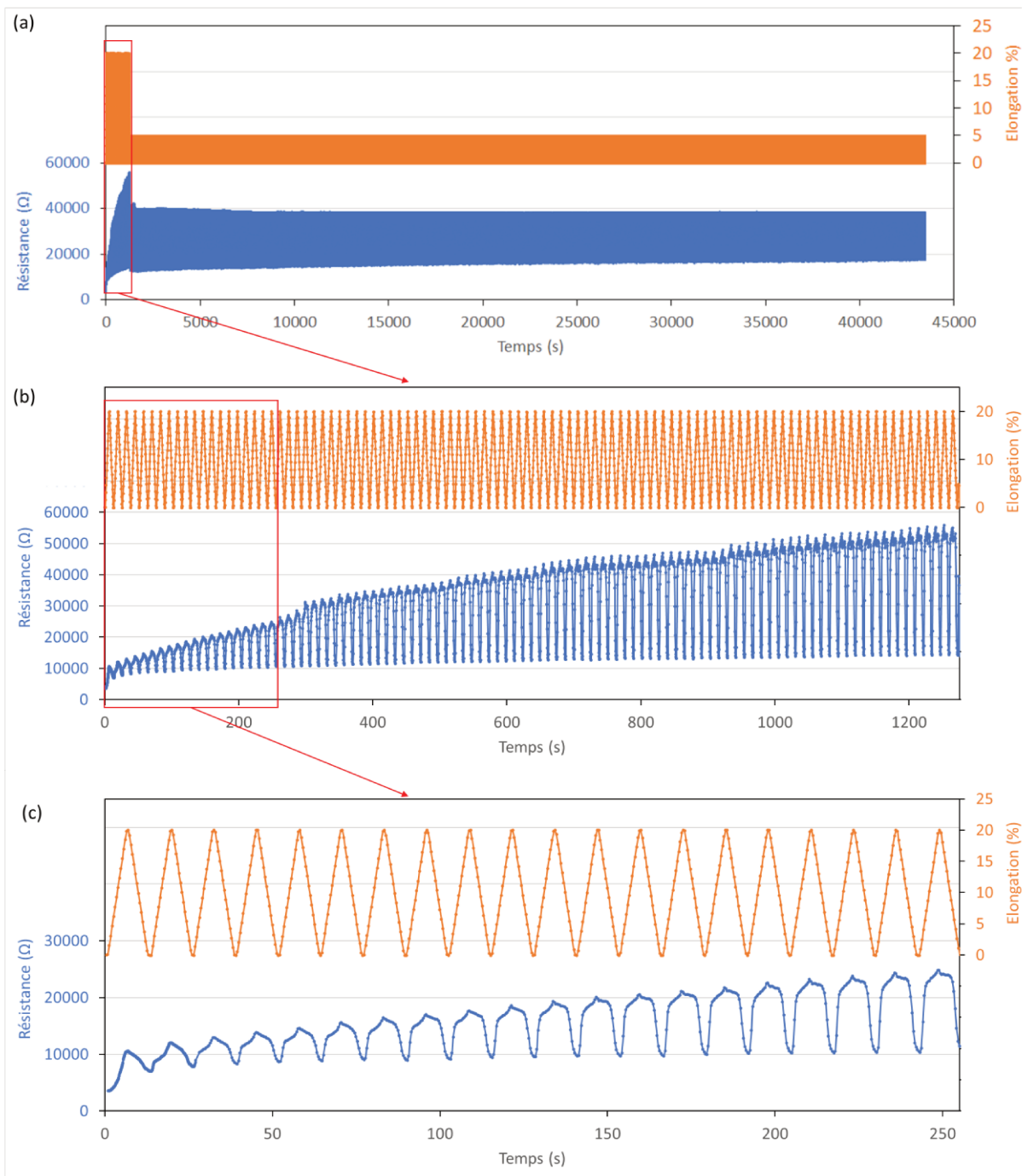


**Figure 4-4 :** (a) Test cyclique du transducteur avec 100 cycles de 5% d'élongation et (b) les premiers 5 cycles.

Le résultat montre que les résistances à l'étirement et au relâchement augmentent au cours du test. La valeur de la résistance passe de 1800 Ω initialement à 2800 Ω à la fin de 100 cycles de déformation. De même, l'amplitude de la variation de la résistance s'écarte progressivement de  $\Delta R = 343 \text{ } \Omega$  pour le premier cycle à  $\Delta R = 464 \text{ } \Omega$  pour le dernier, ce qui représente des augmentations de la variation de la résistance relative de 15% et 19% respectivement. Le facteur de jauge est de 4 et 3 pour le premier et le dernier cycles respectivement. En comparant ce résultat avec l'état de l'art, cet ordre de grandeur est attendu et un transducteur possède une valeur de  $K$  de l'ordre de l'unité et des valeurs de la résistance de l'ordre du kΩ est utilisable. Cependant, pour un transducteur piézo-résistif, il est idéal de présenter une variation constante avec la déformation. Il est donc nécessaire de développer une méthodologie afin de stabiliser la réponse électromécanique de ce transducteur.

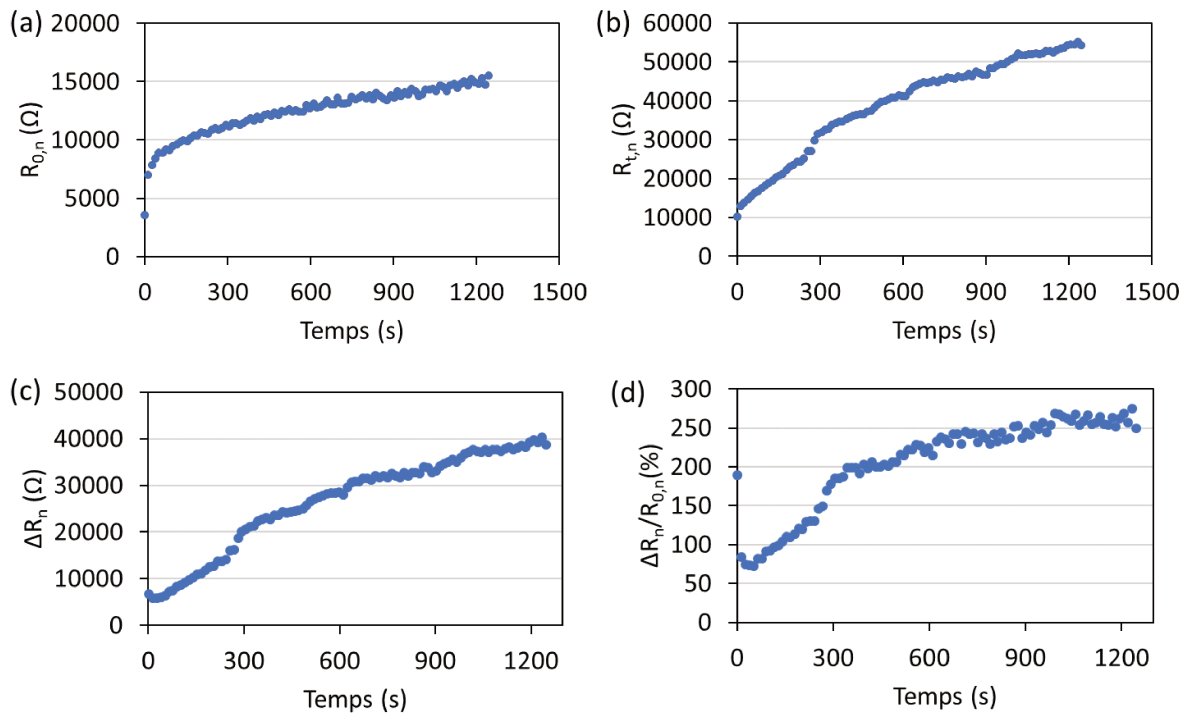
### 2.1.2. Etudes d'entraînement

Afin de stabiliser les propriétés électromécaniques des fils, nous avons testé une étape d'entraînement consistant en des étirements cycliques avec une plus grande amplitude de déformation que celle d'intérêt de 0 à 5%. Un entraînement du transducteur par 100 cycles d'étirement/relâchement avec une élongation de 20% à une vitesse de 100 mm/min est présenté dans La Figure 4-5, suivi par une caractérisation de 10 000 cycles à 5% d'élongation sans faire de pause.



**Figure 4-5 :** (a) Evolution de la résistance et l'élongation du transducteur en fonction du temps (b) durant l'entraînement du fil et (c) durant les premiers 20 cycles.

La résistance initiale  $R_{0,1}$  du transducteur après fabrication est de  $3519 \Omega$  avec une longueur initiale de 50 mm sous la précharge de 0,01 N. Pendant l'entraînement, la résistance du fil augmente lors de l'étape d'étirement et diminue une fois le fil relâché. Pour mieux comprendre les phénomènes, pour chaque cycle, les résistances à l'état repos et étiré à 20%, les variations des résistances absolue et relative sont montrées en fonction du temps dans la Figure 4-6.



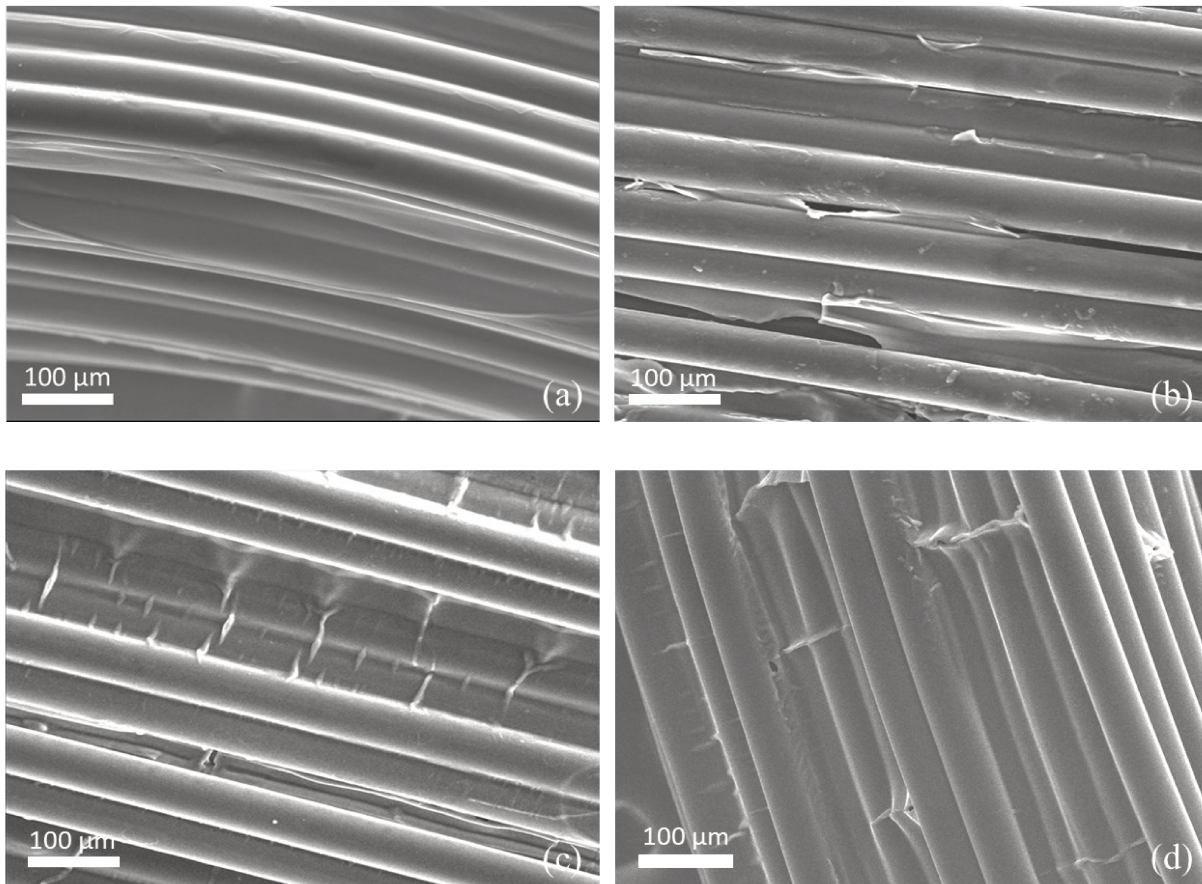
**Figure 4-6 :** (a) Résistance à l'état repos pour chaque cycle, (b) Résistance à 20% d'étirement pour chaque cycle, (c) variation de la résistance absolue de chaque cycle et (d) variation de la résistance relative pour chaque cycle.

L'augmentation de la résistance au relâchement est plus remarquable pendant les cinq premiers cycles et doit être corrélée à des changements morphologiques irréversibles importants se produisant dans la couche conductrice revêtue sur le substrat élastomère. Ensuite, la résistance atteint une valeur plateau de 15400 Ω. Concernant la variation de la résistance à l'état étiré, une augmentation plus importante que celle de la résistance au relâchement a été observée, passant de 10173 à 54146 Ω, montrant l'exacerbation des propriétés électromécaniques tout en gardant des résistances au relâchement faibles de l'ordre de 15 kΩ. Pendant les cinq premiers cycles, l'augmentation de la résistance au relâchement, corrélée à des changements morphologiques irréversibles importants se produisant sur la couche conductrice, est prédominante sur  $\Delta R_n/R_{0,n}$ . Il en résulte une diminution de la variation de la résistance absolue pour les premiers cinq cycles, ce qui correspond à une variation de la résistance relative de 189% à 72%. Du 5<sup>e</sup> au 100<sup>e</sup> cycle de la phase d'entraînement, l'augmentation continue de la résistance à l'étirement devient prédominante et entraîne une augmentation continue de la variation de la résistance relative de  $\Delta R_5/R_{0,5} = 72\%$  (avec  $\Delta R_5 = 6402\ \Omega$ ) à  $\Delta R_{100}/R_{0,100} = 263\%$  (avec  $\Delta R_{100} = 38\ 570\ \Omega$ ), démontrant quantitativement l'augmentation de la variation de la résistance relative

déclenchée par des déformations mécaniques identiques répétées de 20% d'élongation, bien que la résistance du fil à l'état repos augmente. L'augmentation de la résistance à l'étirement jusqu'à 53 226  $\Omega$  indique que la rupture de la couche conductrice se produit en stimulant le fil textile à 20% de déformation, sans perdre la conductivité électrique permettant la sollicitation de ce fil à un degré d'allongement inférieur.

Pour mieux comprendre les relations structure-propriétés des transducteurs, les propriétés morphologiques du transducteur avant et après l'entraînement ont été étudiées par microscopie électronique à balayage (MEB) et sont présentées Figure 4-7.

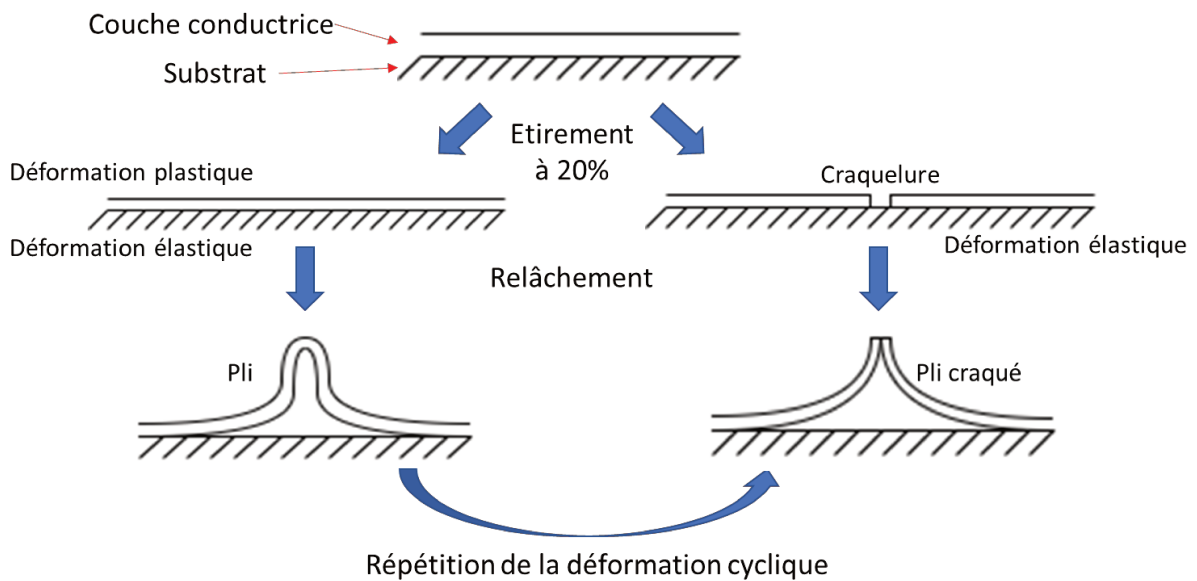




**Figure 4-7 :** (a) Image MEB du transducteur avant l'entraînement, (b) image de MEB du transducteur après l'entraînement avec des craquelures parallèle au sens de déformation, (c) et (d) images MEB du transducteur après l'entraînement avec des plis sans ou avec cassure de la couche conductrice perpendiculaires au sens de déformation.

Avant l'entraînement, la couche conductrice est uniformément recouverte à la surface du fil, Figure 4-7(a). Après les 100 cycles d'entraînement, deux types de fissures apparaissent aléatoirement à différents endroits du fil :

- Des craquelures parallèles à la direction d'étirement due à la séparation des filaments du fil multibrin pendant la déformation, Figure 4-7(b).
- Des plis qui peuvent présenter des craquelures perpendiculaires à la direction de déformation, Figure 4-7(C) et (d). Un schéma de principe d'une hypothèse de la création de ce type de craquelures est illustré dans la Figure 4-8.



**Figure 4-8** : Schéma principe d'une hypothèse de la formation des craquelures perpendiculaires au sens d'étirement.

Suite à l'étirement du fil de substrat, la couche conductrice s'allonge également. Cependant, comme la couche conductrice est moins élastique que le substrat, l'extension implique une déformation plastique plus importante que celle du Lycra®. En corrélation avec les résultats présentés lors de la caractérisation électromécanique présentés dans la Section 2.1.1.1 de ce chapitre, une élongation de 20% représente la gamme d'élongation induisant une possibilité de la rupture de la couche conductrice. L'augmentation de la résistance électrique à l'état étiré pour le même stimulus mécanique répété de 20% d'élongation est due à l'augmentation de la quantité de plis craqués à la surface du fil. Effectivement, un pli craqué génère une séparation électrique locale à l'état étiré en raison de la rupture de la couche conductrice apparaissant à l'emplacement de la fissure, ce qui augmente la résistance électrique du fil. Lorsque le transducteur revient à l'état relâché, comme la couche conductrice a subi une déformation plastique, celle-ci finit par se plisser et former les plis avec ou sans fissure perpendiculaire à la direction de la déformation. Les plis craqués se reconnectent physiquement, diminuant ainsi à nouveau la résistance électrique du fil. La résistivité globale du fil augmente significativement en raison de la quantité de plis craqués générés, cette quantité augmente au cours du processus d'entraînement. Cela explique pourquoi l'apparition progressive de plis craqués affecte principalement la résistance à l'étirement par rapport à la résistance au relâchement à partir du 5<sup>e</sup> cycle de l'étape d'entraînement.

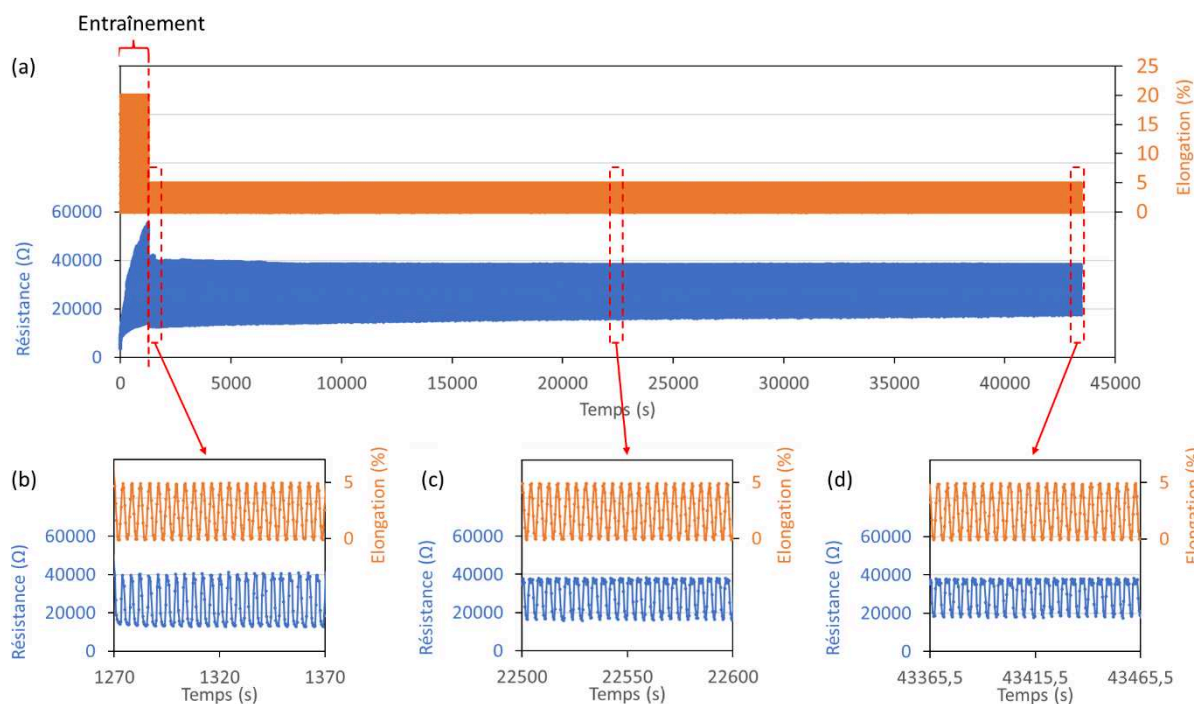
Ce comportement du fil permet une réduction des chemins conducteurs au même endroit d'un étirement à l'autre, fournissant une mémoire et résultant en un effet piézo-résistif élevé du transducteur [145].

### 2.1.3. Tests après entraînement

Après l'entraînement du fil avec une déformation cyclique de 100 fois 20% d'étirement, les propriétés électromécaniques sont caractérisées à 5% d'élongation. Un test cyclique et test à élongation constante seront présentés.

#### 2.1.3.1. Test cyclique

À la suite de l'entraînement, le fil a été caractérisé sur la plage de déformation visée pour l'application d'intérêt (entre 0 et 5%) avec 10 000 cycles d'étirement/relâchement, Figure 4-9.



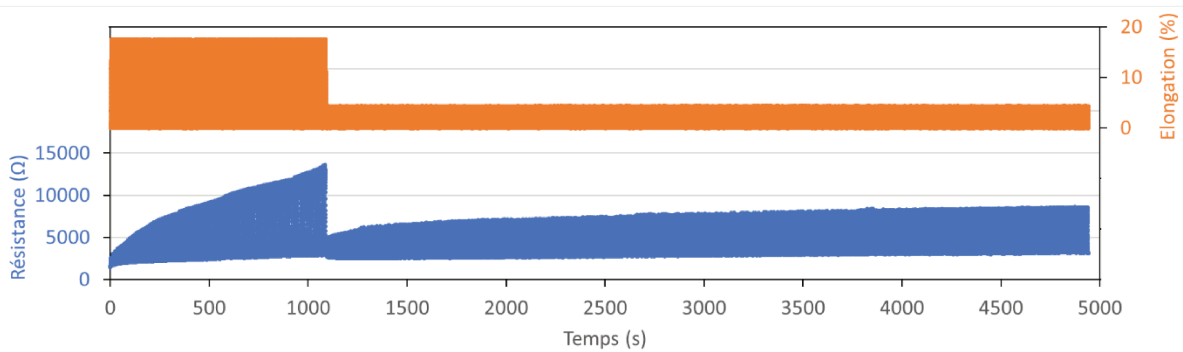
**Figure 4-9** : Variation de la résistance du transducteur avec le test cyclique, (a) entraînement par 100 cycles à 20% d'étirement, et caractérisation par 10000 cycles à 5% d'étirement, (b) premières 100 s de la caractérisation, (c) 100 s au milieu de la caractérisation et (d) les dernières 100 s.

Afin d'éviter la déconnecter/reconnecter le fil, et donc de changer sa résistance initiale, nous avons sollicité le fil dans la gamme 0-5% directement après l'entraînement. Durant la caractérisation du transducteur par 10 000 cycles de 5% d'étirement, une variation de la

résistance a été observée avec une moyenne de 115% (calculée avec 50 cycles, sélectionnés avec un intervalle du temps identique tout au long du test). Pour mettre en évidence le phénomène, un agrandissement dans trois zones de réponse du transducteur est présenté dans la Figure 4-9(b), (c) et (d). Pour les premières 100 secondes, la résistance augmente de 15 k $\Omega$  au relâchement à 40 k $\Omega$  à l'étirement, comme montré dans la Figure 4-9(b). Ensuite, une diminution de l'amplitude de la variation de la résistance est observée jusqu'à la fin du test cyclique. Pour les derniers cycles, la résistance passe de 18 k $\Omega$  à 38 k $\Omega$ . Cette diminution de la résistance relative est plus remarquable lors des 50 premiers cycles, passant de 167% à 120%, ensuite, elle devient de moins en moins importante de 120% à 111% pendant les cycles suivants. Des dégradations mécaniques du transducteur peuvent être l'origine de cette dérive. Après l'étape d'entraînement, pendant les 50 premiers cycles à 5% de déformation, la relaxation mécanique du fil provenant de la déformation de 20% a besoin du temps pour s'adapter à la déformation réduite. C'est pourquoi cette diminution de la variation de la résistance est plus remarquable au début de la caractérisation. Néanmoins, le transducteur fabriqué montre une bonne cyclabilité après l'entraînement. Le facteur de jauge moyen calculé sur 50 cycles pris tout au long de la caractérisation avec un intervalle de temps identique est de 25.

Cette amplification de la réponse électromécanique avec l'étape d'entraînement est également démontrée par deux autres expériences supplémentaires avec des fils provenant de lots de fabrication différents (Annexe 3). D'après ces trois tests, le facteur de jauge moyen des transducteurs fabriqués avec cette méthode de fonctionnalisation est de  $53 \pm 27$ . La dispersion élevée de cette valeur est due à la fabrication manuelle des fils. Cette dispersion pourra être réduite avec une automatisation du procédé. Ces trois expériences démontrent avec robustesse qu'une étape d'entraînement du transducteur sous forme de fil élastique est nécessaire pour stabiliser et améliorer les propriétés électromécaniques.

En comparant avec le transducteur sans entraînement qui présente un  $K$  de 3 (Figure 4-4) et une déviation continue des résistances. Ces résultats montrent la contribution de l'étape d'entraînement à l'augmentation de la sensibilité du transducteur. Le test avec une phase d'entraînement effectuée par une déformation de 17% d'étirement, suivi par 1000 cycles de déformation de 5%, est illustré dans Figure 4-10.

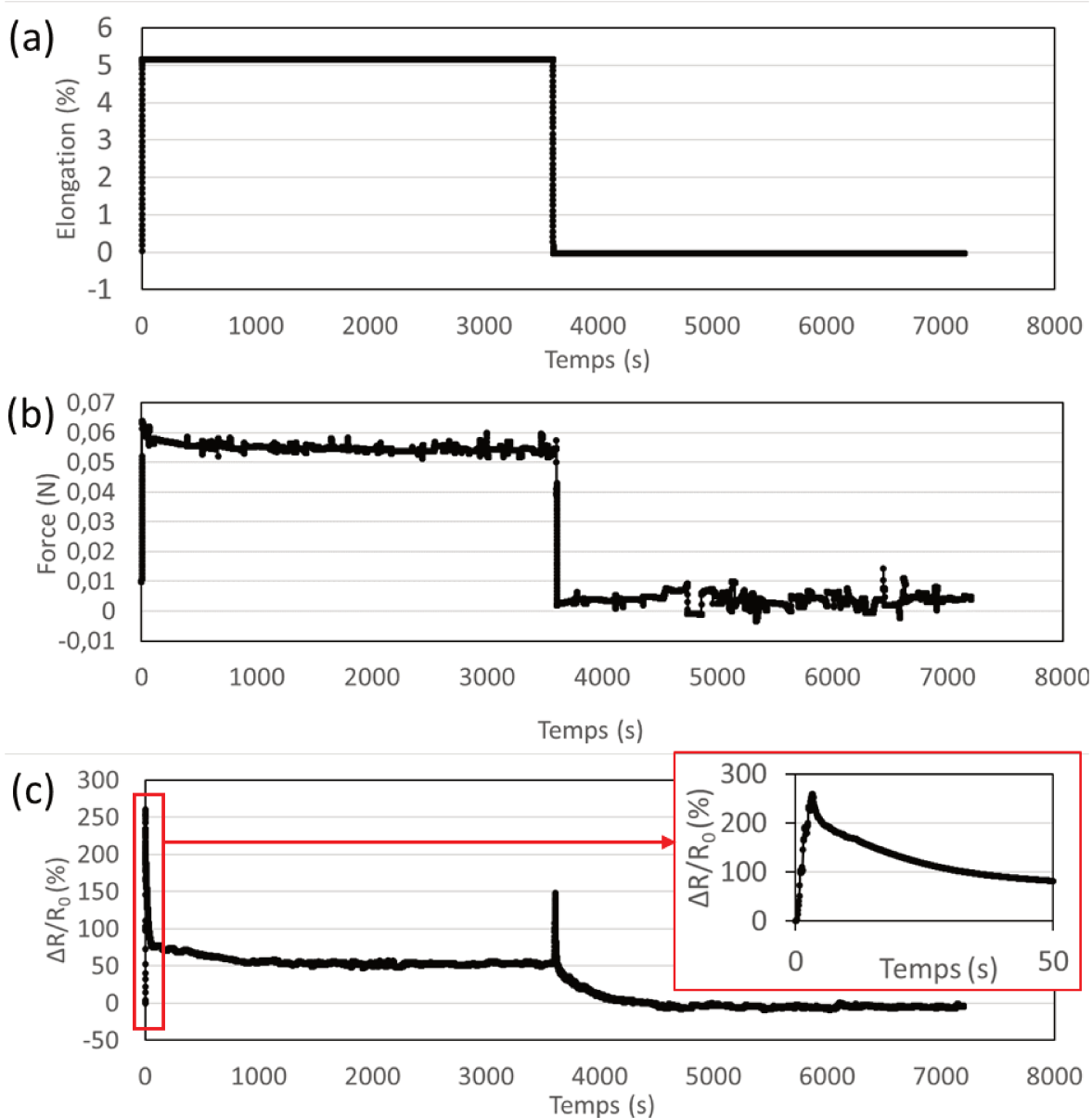


**Figure 4-10** : Caractérisation des propriétés électromécaniques du transducteur avec l'entraînement à 17% d'élongation et la déformation d'intérêt de 0 à 5% pour 1000 cycles.

Nous observons toujours une augmentation de l'amplitude de la variation de la résistance relative de 70% à 296% pendant l'entraînement à 17%. Cependant, la caractérisation cyclique à 5% d'allongement commence par une variation de la résistance de 52% pour le premier cycle, et cette variation de la résistance relative augmente pendant les 50 cycles jusqu'à une valeur plateau de 100%. Cette déviation du résultat démontre que les 100 cycles d'entraînement à une déformation de 20% sont adéquats pour la plage de déformation de 5% de la détection ciblée. Sans cette étape, la sollicitation du transducteur vierge ne permet pas d'obtenir un transducteur stable pour une déformation de 5%, car il y a une continuité des changements structuraux qui modifie la résistance. Le fil est ensuite exposé à des sollicitations de déformation de 0 à 20% pour structurer un échantillon avec des craquelures qui sont capables de se déformer/réformer de manière réversible pour les étirements de 0 à 5%. Ces craquelures entraînent une variation stable et appréciable de la résistance en fonction de la déformation mécanique [146]. Ce phénomène peut s'expliquer non seulement par l'apparition des craquelures, mais aussi par le réarrangement des multi-filaments du fil, Figure 4-7(b).

#### 2.1.3.2. Test à élongation constante

Après chaque test dynamique, lorsque le fil retourne à sa longueur initiale, une diminution inertielle plus longue de la variation de la résistance a été constatée. Ainsi, pour mieux comprendre les propriétés électromécaniques du transducteur, un test à élongation constante est effectué avec un autre transducteur entraîné qui a une longueur initiale de 50 mm sous la force de précharge de 0,01 N, Figure 4-11.



**Figure 4-11 :** Test à élongation constante à 5% pendant 60 min et suivi d'un relâchement à la longueur initiale pendant 60 min, (a) élongation en fonction du temps, (b) force appliquée en fonction du temps et (c) résistance en fonction du temps.

Le fil a été maintenu pendant 60 min à l'état étiré et relâché, Figure 4-11(a). La force appliquée pour cette déformation est mesurée pendant le test et est illustrée, Figure 4-11(b). Comme la force appliquée sur le transducteur est faible, les mesures de force sont un peu bruitées. Pour étirer le fil à une déformation de 5%, une charge de 0,06 N est nécessaire. En raison de la relaxation mécanique du fil, une légère diminution de la force d'environ 0,005 N est observée au cours des premières 400 s de l'étape de maintien en déformation. Ensuite, la valeur de la force reste constante jusqu'au relâchement du fil. Cependant, le fluage du matériau apparaît

lorsque le fil est relâché à sa longueur initiale, car la force appliquée est inférieure à la précharge de 0,01 N. Un test supplémentaire en force constante serait nécessaire à la compréhension des propriétés de fluage.

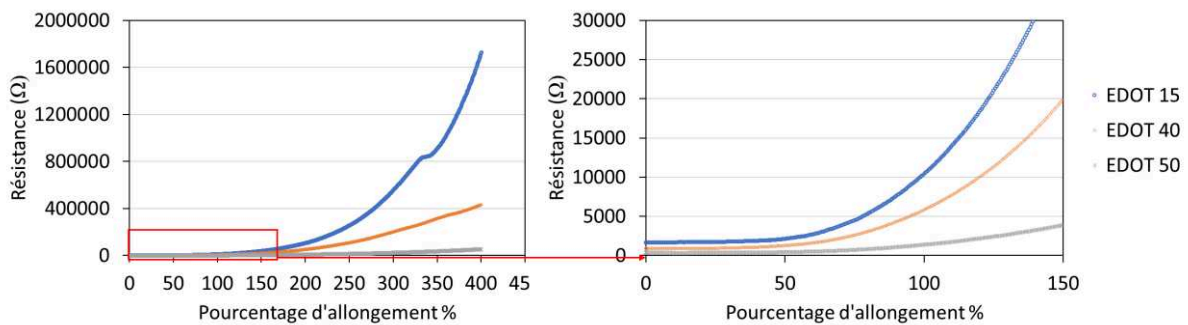
Un effet inertiel de la variation de la résistance est observé. La Figure 4-11(c) montre une augmentation de la résistance de 155% due à l'extension du fil de 0 à 5% de déformation. Lorsque le fil est maintenu étiré, la valeur de la résistance diminue à partir de la valeur maximale pendant environ 1400 s, certainement causée par le réarrangement mécanique de la couche conductrice fonctionnalisée avec le fil central, puis reste constante avec une augmentation de 45% par rapport à  $R_0$ . Au début de l'étape de relâchement, une augmentation de la résistance est observée, ce qui pourrait s'expliquer par un effet ressort. Après environ 1500 s de stabilisation à l'état relâché, la résistance revient à une valeur proche de  $R_0$ . Cet effet inertiel du changement de la résistance peut être pris en compte selon la dynamique de détection souhaitée lors de l'utilisation du transducteur.

## 2.2. Transducteur fonctionnalisé par polymérisation in-situ de l'EDOT

Comme présenté dans le Chapitre 3 Section 2.2.2., la polymérisation est étudiée avec un temps compris entre 15 et 50 min, nous avons sélectionné donc arbitrairement les échantillons polymérisés pendant 15, 40 et 50 min pour étudier leurs propriétés électromécaniques (nomenclature EDOTXX avec XX égale au temps de polymérisation).

### 2.2.1. Test de traction avant entraînement

Lors de la première expérience, nous avons soumis le fil à un étirement de 400% tout en mesurant simultanément la résistance avec le SMU avec une vitesse d'étirement de 100 mm/min pour une précharge de 0,01 N, Figure 4-12. La longueur initiale des échantillons est de 5 cm.



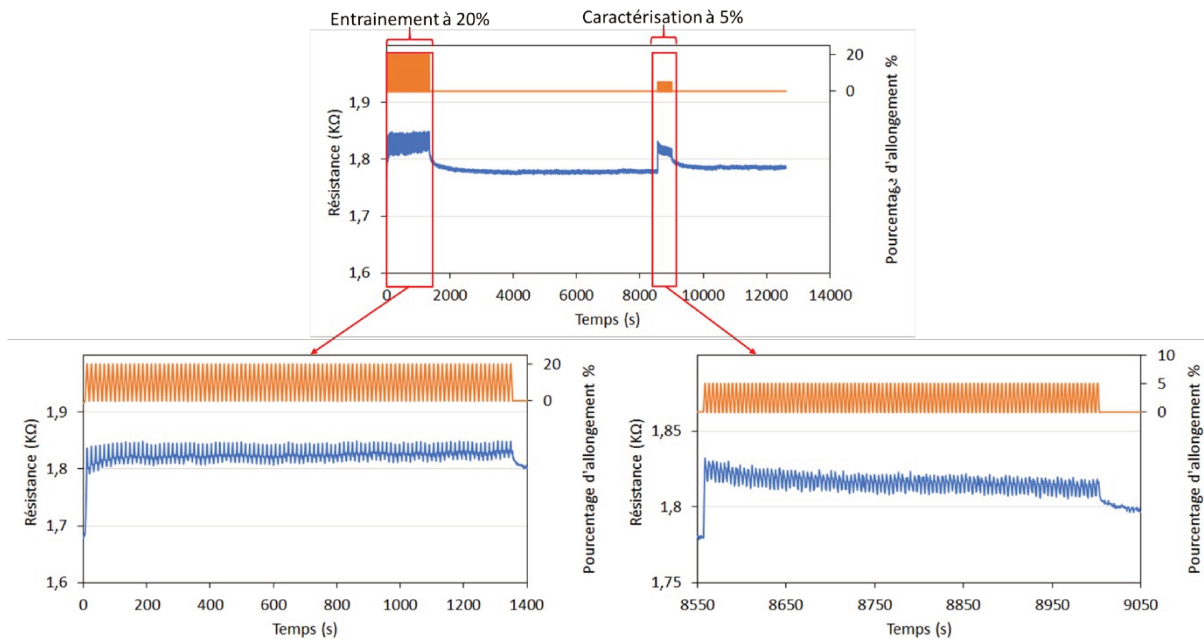
**Figure 4-12** : Evolution de la résistance en fonction du pourcentage d'allongement pour les échantillons polymérisés à 15, 40 et 50 min.

En examinant les courbes illustrées dans Figure 4-12, nous observons que la résistance du fil augmente à mesure que le pourcentage d'allongement augmente. Des augmentations de la résistance de 100500%, 47400% et 15700% sont observées avec un allongement de 400% pour les fils polymérisés pendant 15, 40 et 50 min respectivement. Les différences comportementales peuvent s'expliquer par la quantité de PEDOT formé à la surface de l'élasthane, qui engendre des épaisseurs des couches conductrices fonctionnalisées différentes. Lorsque le temps de polymérisation est plus long, la quantité de matière conductrice augmente et donc les chemins de conduction sont plus difficiles à se casser et à se déformer (module de Young plus important). Cela suggère que des temps de polymérisation plus longs conduisent à des matériaux moins sensibles à l'étirement. Cependant, cette méthode de fonctionnalisation permet de fabriquer des transducteurs robustes, avec des résistances facilement mesurables, sans couper les chemins de conduction jusqu'à un étirement élevé de 400%.



### 2.2.2. Tests cycliques avec entraînement

Au vu de l'effet d'amélioration des propriétés mécaniques par l'entraînement sur les transducteurs à base de Lycra/PEGDA/PEDOT :PSS, nous avons décidé d'effectuer une étude d'entraînement préalable à la caractérisation du transducteur lycra/PEDOT pour la gamme d'élongation d'intérêt de 0 à 5%. Etant donné que ce fil peut être étiré jusqu'à 400% en gardant le chemin de conduction, cette étude a inclus donc les essais d'entraînement couvrant un large éventail de déformation, avec des entraînements allant de 20% à 100%. Cependant, le comportement du transducteur est différent du Lycra®/PEGDA/PEDOT:PSS. En effet, une diminution de la résistance est observée après la sollicitation du fil, nous avons décidé de laisser le fil se stabiliser 13 h avant la caractérisation à 5% d'étirement. La Figure 4-13 illustre un exemple d'évolution de la résistance lors de 100 cycles d'entraînement avec une déformation de 20%, suivis par 100 cycles avec 5% de déformation, pour l'échantillon polymérisé pendant 15 min.



**Figure 4-13** : Evolution de la résistance de EDOT15 au cours de l'entraînement de 100 cycles avec 20% d'étirement suivi par 100 cycles avec 5% d'étirement.

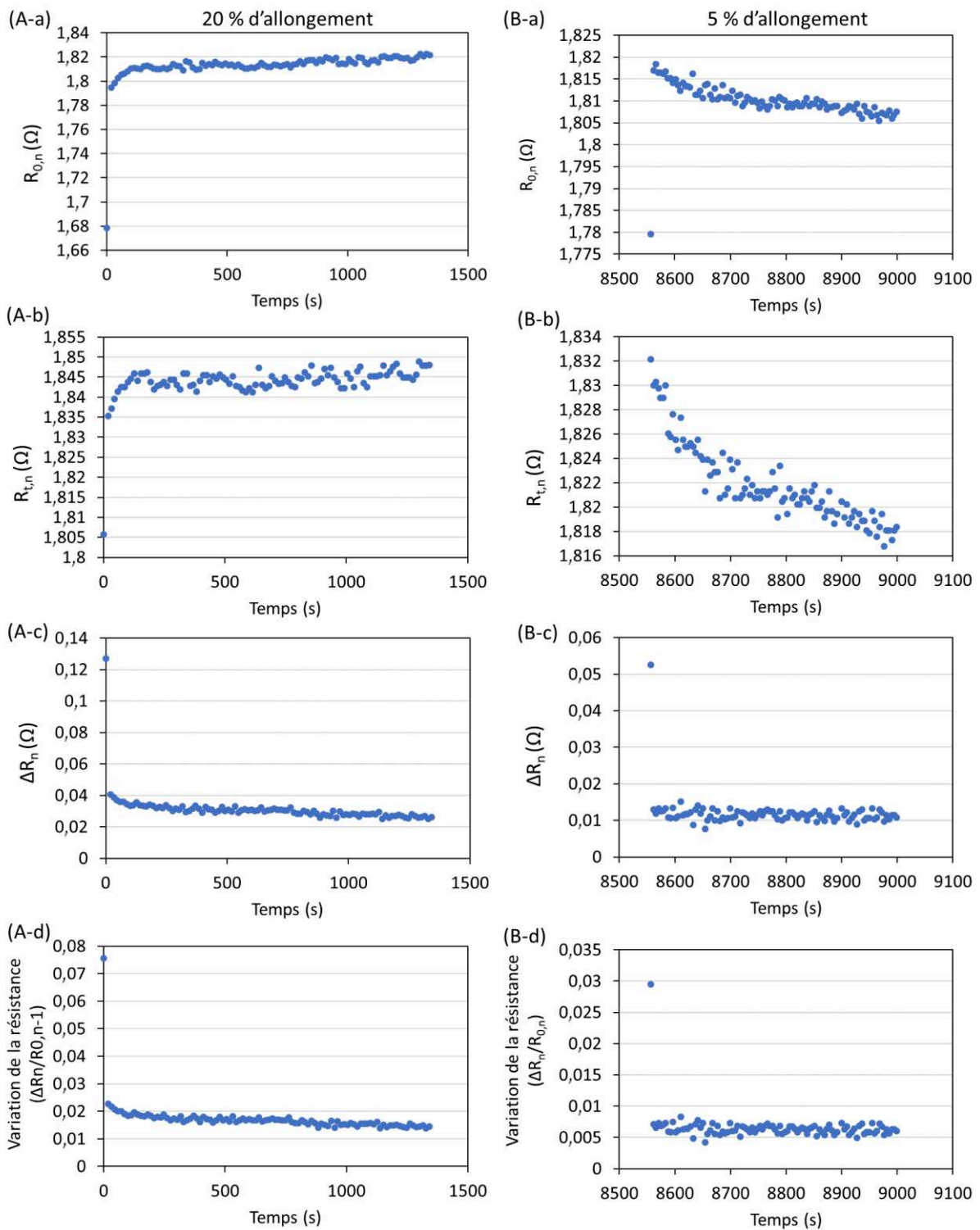
Une augmentation de la résistance de 1,67 kΩ à 1,84 kΩ est observée due à la déformation de 0 à 20% pour le premier cycle, ce qui représente une croissance de 10%. À partir du deuxième cycle, la variation de la résistance reste quasi-stable entre une moyenne de 1,81 kΩ et 1,84 kΩ. Cela dit, les propriétés électromécaniques du transducteur ne se sont pas améliorées pendant cette étape d'entraînement à 20% d'élongation. Ensuite, le fil est relâché à sa

longueur initiale pendant 13 h afin que la résistance diminue jusqu'à stabilisation. Le temps de stabilisation de la résistance est déterminé pour une diminution de 99% par rapport à la valeur finale au bout de 13 h à l'état relâché. Dans le cas présenté dans la Figure 4-13, ce temps de stabilisation a été déterminé à 110 min.

Après l'entraînement, la caractérisation à 5% de déformation commence par une augmentation de la résistance de 1,77 k $\Omega$  à 1,83 k $\Omega$  pour le premier cycle, ce qui représente une augmentation de 3%. Ensuite, une légère diminution des résistances à l'état étiré et à l'état relâché est déterminée pour les premiers 30 cycle, suivie par une variation de la résistance stable entre 1,81 k $\Omega$  et 1,82 k $\Omega$  en moyenne. A la fin de la caractérisation cyclique à 5%, la résistance est de 1,79 k $\Omega$  pour un temps de stabilisation de 60 min.

Une observation clé est apparue : le premier cycle de chaque déformation présente une variation de résistance plus importante par rapport aux cycles suivants. Cela peut être expliqué par la relaxation mécanique du matériau lors de passage d'un état dynamique à un état statique. En effet, entre le premier cycle et le deuxième cycle d'une caractérisation dynamique, les relaxations n'ont pas le temps de se produire.

Pour mieux comprendre les phénomènes, les variations de la résistance relative pour chaque cycle pendant l'entraînement et la caractérisation sont traitées par un programme Matlab. L'algorithme (Annexe 4) permet de sélectionner les pics de la courbe de la résistance et donc de déterminer les résistances à l'étirement et au relâchement pour chaque cycle. Les résultats de la résistance au relâchement  $R_{0,n}$  et à l'étirement  $R_{t,n}$ , la variation de la résistance absolue  $\Delta R_n$  et relative  $\Delta R_n/R_{0,n}$  pour chaque cycle pendant l'entraînement à 20% de déformation et la caractérisation à 5% de déformation sont illustrées dans la Figure 4-14.

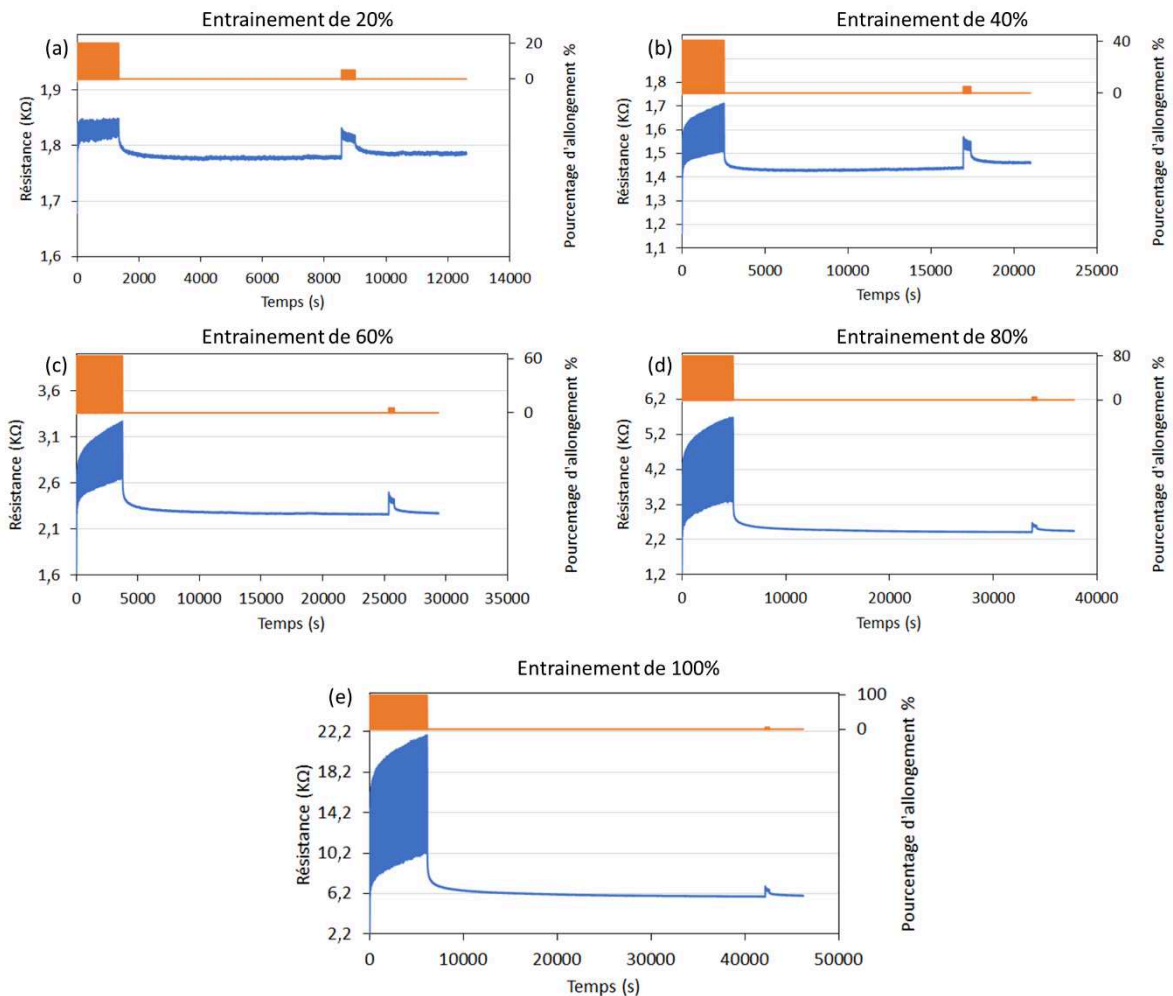


**Figure 4-14** : Résistance à l'état (a) relâché et (b) étiré, variation de la résistance (c) absolue et (d) relative pour chaque cycle pendant (A) l'entraînement de 20% d'étirement et (B) la caractérisation à 5%.

Pendant l'entraînement, une augmentation notable de la résistance à l'état relâché est observée pour le premier cycle de 1,68 k $\Omega$  à 1,79 k $\Omega$  lors d'un passage d'un état statique à un état dynamique, ce qui représente une augmentation de la variation de la résistance relative de 0,07 pour le premier étirement. Ensuite, une croissance légère de cette valeur est montrée dans la Figure 4-14(A-a) pendant les cycles suivants. Concernant la résistance à l'état étiré, la tendance de l'augmentation de la valeur est moins importante que celle de la résistance à l'état relâché, ce qui donne une diminution de la variation de la résistance absolue entre le 2<sup>e</sup> et le 100<sup>e</sup> cycles, Figure 4-14(A-c). La variation de la résistance relative calculée est diminuée de 0,02 à 0,015. Pendant la caractérisation à 5% de déformation, Figure 4-14(B), le premier étirement donne toujours une augmentation de la variation de la résistance relative importante de 0,03. Cette valeur diminue de 0,03 à 0,006 lors le passage du premier au deuxième cycle, et étant donné que la tendance de la diminution des résistances à l'étirement et au relâchement est identique, cette variation de la résistance reste constante jusqu'à la fin du test, même si elle est faible, une réponse stable est observée. Le facteur de jauge calculé pour la déformation de 5% d'allongement après un entraînement de 100 fois 20% d'allongement pour ce transducteur est de 0,6 pour le premier cycle et 0,1 pour les cycles suivants.

Ce résultat nous permet de conclure que l'entraînement à 20% de déformation ne produit pas d'amélioration des propriétés électromécaniques du transducteur. Etant donné que le transducteur peut maintenir ses chemins de conduction jusqu'à une déformation de 400%, il est donc intéressant d'étudier les entraînements avec une élongation plus importante.

Cette étude est effectuée sur des échantillons polymérisés pendant 15 min avec des pourcentages d'entraînement supérieurs de 40%, 60%, 80% et 100%, suivis par une caractérisation de 100 cycles à 5% d'élongation. Les résultats sont présentés dans la Figure 4-15.

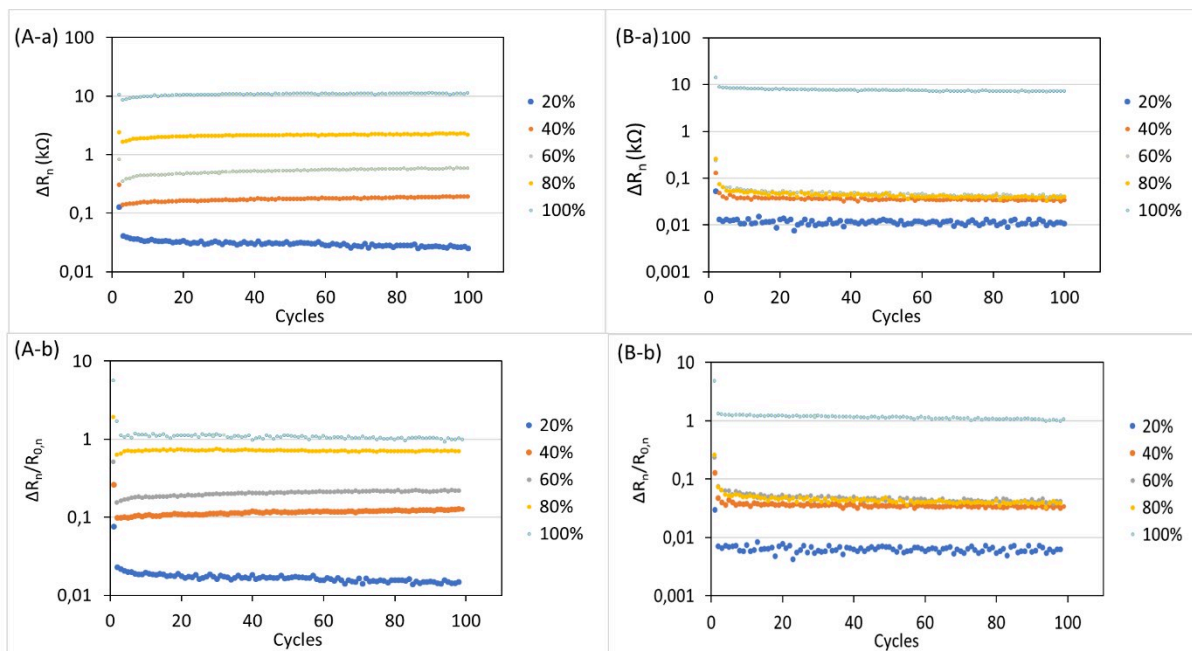


**Figure 4-15** : Evolution de la résistance au cours de l'entraînement de 100 cycles avec (a) 20%, (b) 40%, (c) 60%, (d) 80% et (e) 100% de déformation, suivis par 100 cycles avec 5% de déformation du fil polymérisé pendant 15 min.

Pour les entraînements à différents pourcentages d'élongation, les résistances au relâchement possèdent toujours une augmentation, pendant les 100 cycles. De plus, les tendances de l'augmentation de la valeur augmentent à mesure que le pourcentage d'étirement s'allonge. Cela signifie qu'une dégradation de la couche conductrice se produit continuellement au cours de l'entraînement. Il est logique que cette dégradation soit plus importante pour les déformations plus importantes. Concernant la résistance à l'étirement, elle croît continuellement pendant l'entraînement. Comme la résistance au relâchement, la croissance est plus importante lorsque la sollicitation augmente. Pendant tous les entraînements, la variation de la résistance augmente avec le pourcentage d'allongement de l'entraînement (sauf celui à 20% d'élongation). Après ces entraînements et une stabilisation de 13 h à l'état relâché des transducteurs, ils sont caractérisés à 5% d'élongation. Les premiers

cycles après la stabilisation, lors d'un passage d'un état statique à un état dynamique montrent une variation de résistance plus importante que les cycles suivants. Ce phénomène est observé pour toutes les courbes de caractérisation. Ensuite, à partir du deuxième cycle, une diminution de la résistance au relâchement et à l'étirement est observée. Cette diminution peut être expliquée par une stabilisation (effet inertiel, un équilibre est trouvé) du transducteur dans un état dynamique pour une déformation continue de 5% d'élongation.

Pour plus de lisibilité, les variations de la résistance absolue et relative pour chaque cycle de déformation pendant les entraînements à différents pourcentages d'élongation et les caractérisations suivies à 5% d'élongation sont représentées dans la Figure 4-16.



**Figure 4-16** : Evolution de la variation de la résistance (A) absolue et (B) relative pour chaque cycle de déformation en fonction du temps (a) au cours de l'entraînement de 100 cycles de 20% à 100% d'allongement, (b) après l'entraînement de 100 cycles de 5%.

Pendant l'entraînement, pour les premiers cycles, des  $\Delta R_1$  allant de 0,16 k $\Omega$  à 14,3 k $\Omega$  sont observées pour des déformations allant de 20% à 100%. Pour tous les entraînements, la variation de résistance est toujours plus grande pour le premier cycle que pour le second. Par exemple, pour l'entraînement de 100% d'élongation, la valeur de  $\Delta R_1/R_{0,1}$  est de 5,65, trois fois plus grande que celle de  $\Delta R_2/R_{0,2}$ . Ensuite, comme l'augmentation de la résistance au relâchement est plus faible que celle de la résistance à l'étirement (sauf pour l'entraînement à 20% d'élongation), une augmentation de l'amplification de la variation de la résistance

absolue est observée. Cela signifie qu'une amélioration des propriétés électromécaniques des transducteurs est détectée à partir d'un entraînement à 40% d'élongation, Figure 4-16(B-a).

Pendant la caractérisation à 5% d'élongation après entraînement, les variations de la résistance absolues et relatives des transducteurs entraîné à 40%, 60% et 80% d'élongation n'ont pas une grande différence, ce qui signifie que le pourcentage d'entraînement entre 40% et 80% engendre la même modification des propriétés électromécaniques du transducteur polymérisé pendant 15 min.

Nous pouvons noter dans la Figure 4-16(A-b) que la variation de la résistance relative lors d'une déformation de 100% au cours de l'entraînement et la caractérisation à 5% d'élongation après la stabilisation est presque similaire autour de 1. Cette observation est quelque peu surprenante, car nous pourrions nous attendre à ce que la résistance augmente davantage avec une déformation de 100%. Cet effet pourrait s'expliquer par l'épaisseur fine de la couche conductrice. Sachant que le temps de polymérisation de 15 min est le minimum pour former une couche conductrice homogène à la surface du fil Lycra®, l'épaisseur de cette couche est donc limitée. Lorsque le fil subit un stimulus continue de 100 fois 100% de déformation, des craquelures définitives et séparées pourraient donc se former. Dans ce cas, pendant la caractérisation, même avec une déformation faible de 5%, la couche conductrice pourrait donc se séparer entièrement au niveau des craquelures.

Il est important de noter que ce test a été effectué une seule fois, et d'autres facteurs, tels que des variations minimales dans les conditions d'essai, pourraient influencer les résultats. Cette similitude pourrait également résulter d'une éventuelle erreur expérimentale, par exemple une mauvaise connexion électrique. Il est donc nécessaire de refaire le test et étudier les entraînements avec des pourcentages d'élongation supérieurs afin de confirmer ou infirmer cette exacerbation exceptionnelle des propriétés électromécaniques.

Les variations de la résistance pour les échantillons polymérisés pendant 40 et 50 min ont également été analysées (Annexe 5). Par soucis de lisibilité, seuls les résultats de variation de résistance relative et facteurs de jauge sont synthétisés dans les Tableaux 4-1 et 4-2 et la Figure 4-17. Nous observons le même phénomène que le transducteur polymérisé pendant 15 min. Pendant l'entraînement, la variation de la résistance augmente avec l'augmentation du pourcentage d'allongement. Une augmentation de la variation plus importante pour les

premiers étirements par rapport aux cycles suivants est observée pour toutes les courbes. En excluant ces premiers cycles, les valeurs de la variation de la résistance relative restent quasi-constantes.

Les résultats montrent que la déformation du fil impacte directement la variation de la résistance. Après l'entraînement, durant la caractérisation à 5% de déformation des transducteurs, les phénomènes sont identiques. Il y a toujours une augmentation notable de la variation de résistance lors des premiers cycles, et une légère diminution de la variation de la résistance relative pendant les quatre cycles suivants. Ensuite, cette variation reste constante jusqu'à la fin du test.

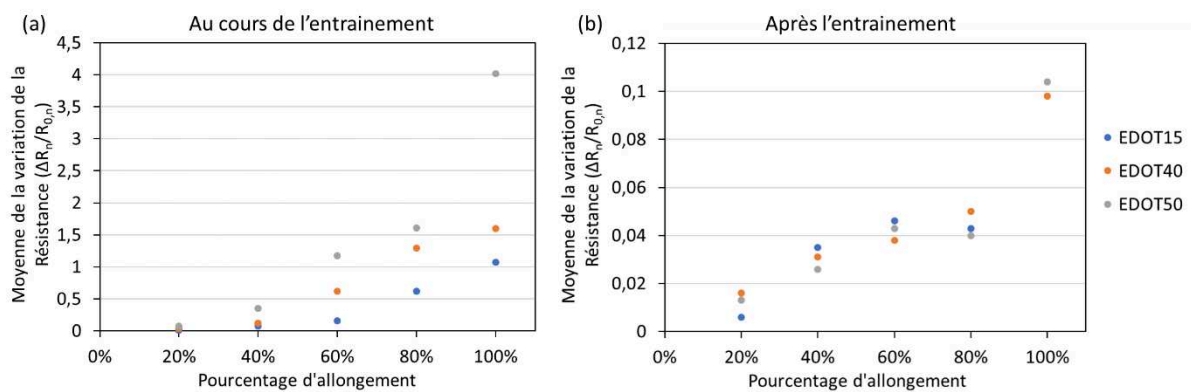
Pour approfondir cette analyse, nous avons calculé la moyenne de la variation de la résistance relative ( $\Delta R_n/R_{n,0}$ ) sans tenir compte du premier cycle pour l'ensemble de nos échantillons, polymérisés pendant 15, 40 et 50 min, tant au cours de l'entraînement de différents pourcentages d'allongement qu'après lors de la caractérisation à 5% d'allongement. Cela nous permet d'établir une comparaison claire entre les échantillons ayant subi des durées de polymérisation variables. Les résultats de cette comparaison pour tous les fils sont récapitulés dans le Tableau 4-1 pour faciliter la lecture et l'interprétation, mettant en évidence l'influence du temps de polymérisation et de l'intensité de l'entraînement sur la réponse de nos traducteurs aux déformations mécaniques à 5% d'élongation.

**Tableau 4-1** : Moyenne de la variation de la résistance relative au cours et après l'entraînement à différents pourcentages d'allongement pour EDOT15, EDOT40 et EDOT50.

	Moyenne de la variation de la résistance ( $\Delta R_n/R_{n,0}$ )					
	EDOT15		EDOT40		EDOT50	
	Au cours de l'entraînement	Après l'entraînement	Au cours de l'entraînement	Après l'entraînement	Au cours de l'entraînement	Après l'entraînement
20%	0,013	0,006	0,035	0,016	0,072	0,013
40%	0,074	0,035	0,121	0,031	0,352	0,026
60%	0,160	0,046	0,624	0,038	1,172	0,043
80%	0,619	0,043	1,297	0,050	1,607	0,040
100%	1,071	1,139	1,596	0,098	4,018	0,104



La valeur 1,139 pour EDOT15 à 5% après l'entraînement à 100% semble être en dehors des valeurs attendues. Cela pourrait résulter d'erreurs expérimentales, comme nous l'avons déjà mentionné en examinant la Figure 4-16(A-b) ou d'exacerbation exceptionnelle des propriétés électromécaniques. Afin d'illustrer les données de ce Tableau 4-1, nous traçons des courbes illustrant l'évolution de la moyenne de la variation de la résistance relative pendant et après l'entraînement en fonction du pourcentage d'allongement, en excluant délibérément la valeur de l'échantillon EDOT15 à 5% après l'entraînement à 100% afin d'améliorer la lisibilité, Figure 4-17.



**Figure 4-17** : Evolution de la moyenne de la variation de la résistance relative en fonction du pourcentage d'allongement (a) au cours de l'entraînement de 100 cycles avec 20%, 40%, 60%, 80% et 100% d'allongement, et (b) caractérisation de 100 cycles avec 5% d'allongement après l'entraînement.

D'après les résultats présentés dans la Figure 4-17(a), nous constatons que, pour l'entraînement, la moyenne de la variation de la résistance relative évolue avec l'augmentation du pourcentage d'allongement. Par exemple, pour l'échantillon polymérisé pendant 15 min, cette valeur augmente de 0,013 à 1,071. De plus, cette augmentation devient de plus en plus importante avec le pourcentage d'étirement. Il est également intéressant de noter que, la variation de la résistance augmente à mesure que la durée de polymérisation s'allonge pour un entraînement. Cependant, cette tendance est plutôt aléatoire pour la sollicitation à 5%. Le résultat de l'amélioration des propriétés électromécaniques étant toujours du même ordre pour tous les échantillons sauf à 100% d'élongation.

Les facteurs de jauge calculés à 5% d'élongation pour les échantillons avec différents pourcentages d'entraînement sont présentés dans le Tableau 4-2.

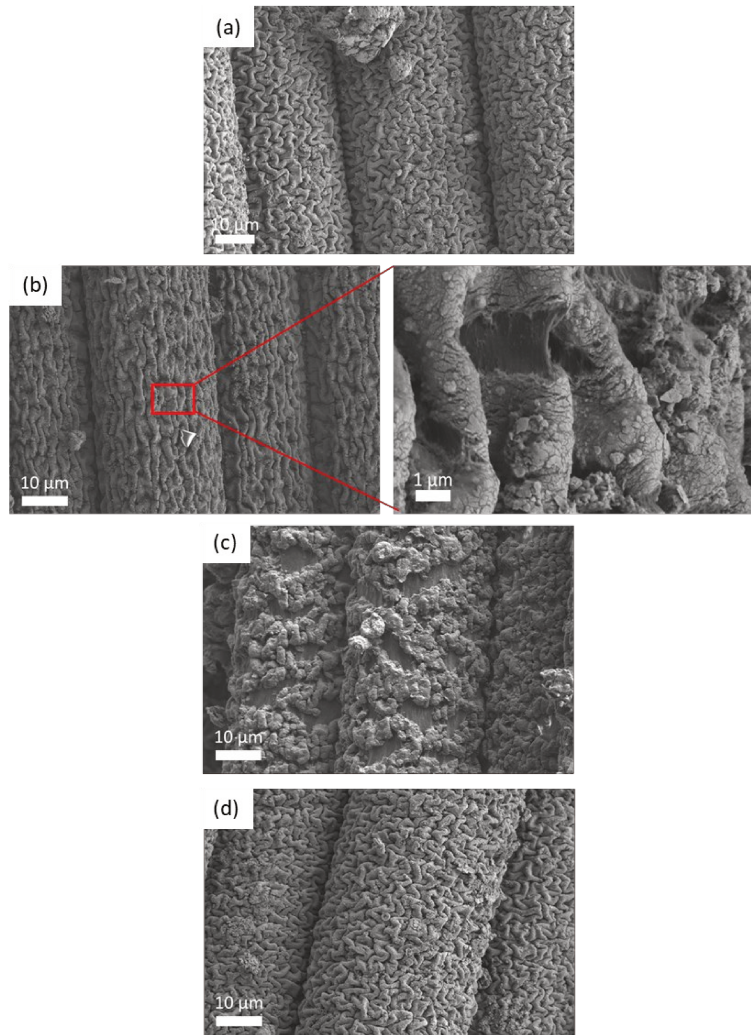
**Tableau 4-2** : Facteur de jauge des transducteurs pour la déformation de 5% avec différents pourcentages d'entraînement.

	<b>EDOT15</b>	<b>EDOT40</b>	<b>EDOT50</b>
<b>20%</b>	0,12	0,32	0,26
<b>40%</b>	0,70	0,62	0,52
<b>60%</b>	0,92	0,76	0,86
<b>80%</b>	0,86	1,00	0,80
<b>100%</b>	22,78	1,96	2,08

Les résultats montrent que les facteurs de jauge des échantillons sont très peu impactés par le temps de polymérisation, sauf l'échantillon EDOT15 entraîné à 100% d'élongation. L'ordre de grandeur des facteurs de jauge augmente avec le pourcentage d'entraînement de 0,3 pour 20% à 2 pour 100%. Cela signifie que la sensibilité la plus élevée est observée avec l'entraînement de 100 fois 100%. Sachant que les transducteurs ne perdent pas leurs conductivités jusqu'à 400% d'étirement, en perspective, il serait donc intéressant d'étudier des entraînements avec des pourcentages d'élongation supérieurs.

### 2.2.3. Propriétés morphologiques

Pour mieux comprendre les propriétés électromécaniques des transducteurs fabriqués, une étude des propriétés morphologiques est effectuée sur le transducteur fabriqué avec un temps de polymérisation de 15 min. Les images MEB de la surface des transducteurs au repos et à l'état étiré sont présentées dans la Figure 4-18.

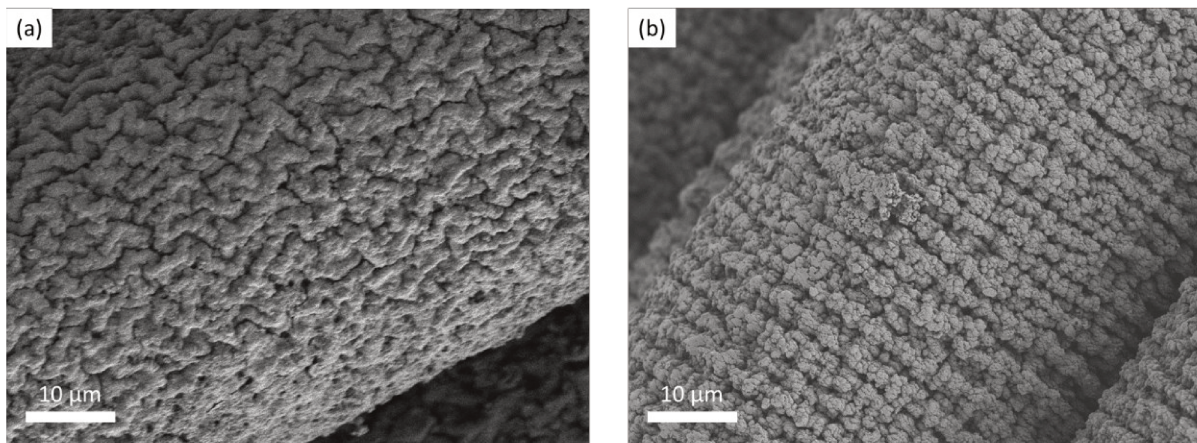


**Figure 4-18** : Images MEB du transducteur polymérisé pendant 15 min (a) à sortie de la fabrication, (b) étiré à 20% d'élongation, (c) étiré à 100% d'élongation et (d) retour à la longueur initiale.

Un test de traction a été effectué sur le fil polymérisé pendant 15 min. Avant la déformation, le PEDOT est formé à la surface de l'élasthanne, avec une texturation aléatoire dans toutes les directions sur les filaments, Figure 4-18(a), due aux effets de gonflement contraction du procédé de fonctionnalisation. Lorsque le fil est étiré à un allongement de 20% ( Figure 4-18(b)), le fil devient plus fin avec l'effet de Poisson, et comme il y a une forte interaction entre la couche conductrice et le substrat, le PEDOT s'allonge au sens d'étirement avec le fil. Comme les propriétés mécaniques du PEDOT et de l'élasthanne sont différentes, pendant la traction, la couche conductrice se casse dans la direction perpendiculaire à la direction d'allongement. Lorsque le pourcentage d'étirement devient plus important à 100%, Figure 4-18(c), les petites fissures du PEDOT se relient, et finalement, les grandes craquelures de la couche conductrice se forment, laissent apparaître des zones lisses d'élasthanne moins (ou non) conductrices et

conduisent à une augmentation importante de la résistance du transducteur. Au retour, une obtention de la texturation aléatoire, similaire à l'état initial, est observée, sans craquelures, Figure 4-18(d).

Par ailleurs, une texturation d'un échantillon polymérisé avec de l'EDOT non distillé pendant 11 min a été envoyée dans un laboratoire chez un partenaire et subi un test mécanique à 200% d'étirement. Les images MEB avant et après sollicitation mécaniques sont présentées sur la Figure 4-19 (b).



**Figure 4-19** : Image MEB d'un échantillon (a) avant et (b) après un test mécanique à 200% d'élongation.

Après le test mécanique à 200% d'étirement, une réorientation de la texturation du PEDOT est observée. Les craquelures parallèles, qui sont perpendiculaires au sens d'étirement, avec une séparation claire sont apparues. Malheureusement, nous n'avons été en mesure de reproduire ce résultat que partiellement. Grâce à ces structurations perpendiculaires au sens d'étirement, lors des déformations suivantes, la couche conductrice pourrait permettre de se séparer aux mêmes endroits où il y a des craquelures, ce qui pourrait conduire à une variation de la résistance plus importante et répétable.

### 2.3. Bilan des transducteurs fonctionnalisés

Afin de comparer les propriétés des deux transducteurs fonctionnalisés par les deux méthodes : (1) enduction par trempage, nommé Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS et (2) polymérisation in-situ, nommé EDOTXX, le Tableau 4-3 résume les caractéristiques de nos transducteurs.

**Tableau 4-3** : Bilan des caractéristiques des transducteurs.

	<b>Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS</b>	<b>EDOTXX</b>
Méthode de fabrication	Polymérisation de PEGDA + 3 couches d'enduction par trempage	Polymérisation in-situ
Résistance initiale	1050 $\Omega$ /cm	112 $\Omega$ /cm (50 min de polymérisation)
Module de Young	3,5 MPa	3,2 – 5,1 MPa (entre 15 et 50 min de polymérisation)
Élongation maximum sans perte de la conductivité	85% d'étirement	Conservation de conductivité jusqu'à 400% d'étirement
Procédure d'entraînement	100 fois 20% d'étirement	100 fois 100% d'étirement
Facteur de jauge à 5% d'élongation	25	2
Répétabilité	10000 cycles	100 cycles

Le transducteur Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS possède une résistance initiale par unité de longueur de 1050  $\Omega$ /cm, qui est environ 10 fois plus grande que celle de EDOT50. Les propriétés mécaniques des deux transducteurs sont dans le même ordre de grandeur que le fil Lycra® 1880 dtex vierge. Après une étape d'entraînement de 100 cycles à 20% d'élongation, le transducteur Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS présente un facteur de jauge de 25, démontré par un test sur 10000 cycles d'étirement-relâchement à 5% d'élongation. De plus, une grande variation de la résistance est répétable sur tous les cycles de déformation. Cependant, un inconvénient de ce transducteur est la fragilité de la couche conductrice déposée à la surface du substrat. La délamination de la couche conductrice se déroule à 85% d'étirement, corrélée à une augmentation brusque de la résistance. Le transducteur EDOTXX possède une sensibilité plus faible que le transducteur Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS, représenté par un facteur de jauge de l'ordre de l'unité pour tous les paramètres étudiés. Cependant, les chemins de conduction sont conservés jusqu'à une élongation d'au moins 400%. De plus, la sensibilité pourrait être améliorée en augmentant le pourcentage d'étirement pendant l'entraînement, ou le nombre de cycle de l'entraînement.

Pour comparer ces résultats avec l'état de l'art, les caractéristiques clés de certains transducteurs piézo-résistifs sous forme de fil, pour la détection de déformation < 10%, sont présentés dans le Tableau 4-4.

**Tableau 4-4** : Caractéristiques des transducteurs dans l'état de l'art.

	<b>Méthode de fabrication</b>	<b>Résistance initiale</b>	<b>Facteur de jauge</b>
Ce travail Lycra/PEGDA/PEDOT :PSS	3 couches d'enduction par trempage	1050 $\Omega$ /cm	25 pour 5% d'étirement, prouvé par 10000 cycles
Ce travail EDOTXX	Polymérisation in- situ	112 $\Omega$ /cm (50 min de polymérisation)	2 pour 5% d'étirement, prouvé par 100 cycles
PU/CB@nanocristaux de cellulose/caoutchouc naturel [27]	80 couches par enduction	1,9 M $\Omega$ /cm	39,9 pour 1% d'étirement prouvé par 10000 cycles
PU/nanofils de ZnO [147]	Formation hydrothermique des nanofils de ZnO sur PU	6 M $\Omega$ /cm	15,2 pour étirement < 10%
PU/nanofils d'argent [32]	Co-précipitation, réduction, filtration sous vide et enduction	-	20 pour 0,3% d'étirement
PEDOT/nanocellulose sulfatée [83]	Polymérisation in- situ	-	3,2 pour 1,5% d'étirement prouvé par 9 cycles
Polycarbonate/ MWCNT [148]	Fibres composite filée par fusion	Résistivité $\approx$ 50 M $\Omega$ .cm	16 pour 2% d'étirement

En comparant avec les transducteurs présentés dans la littérature, nos transducteurs possèdent des sensibilités similaires. Cependant, les méthodes de fabrication sont plus simples à réaliser et elles conduisent à des transducteurs avec des résistances initiales plus faibles par rapport aux autres.

### 3. Cas d'usage des transducteurs

#### 3.1. Etude théorique de la réduction de la vitesse avec colmatage du filtre

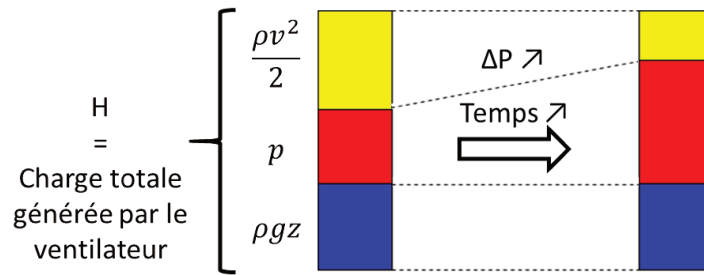
Avant d'attaquer la partie expérimentale, une étude théorique de la faisabilité de mesurer la perte de charge par la diminution de la vitesse est effectuée. Pour certaines CTAs fonctionnant à charge constante, le débit est réglé au début du fonctionnement et ne peut pas s'adapter avec l'évolution de la perte de charge. Selon l'Equation 2-1 du Chapitre 2, le débit diminue lorsque  $\Delta P$  augmente et la puissance consommée reste constante. Ce qui peut également s'expliquer par le théorème de Bernoulli, en appliquant les hypothèses suivantes :

- Le fluide ne possède pas de viscosité (fluide parfait).
- L'écoulement est stationnaire, c'est-à-dire que la vitesse et la densité restent les mêmes au fil du temps.
- L'écoulement est incompressible. Dans ce cas, la densité du fluide peut être considérée comme constante, quelle que soit la variation de la pression dans l'écoulement. Le nombre de Mach,  $Ma$ , est le rapport entre la vitesse locale du fluide et la vitesse du son dans le fluide. Un écoulement d'air est considéré comme incompressible si le  $Ma$  est inférieur à 0,3. Pour l'air, la vitesse du son est d'environ 340 m/s. En conséquence, si la vitesse du flux d'air est inférieure à 102 m/s, l'écoulement reste donc incompressible. Dans le cas du traitement de l'air dans une CTA, la vitesse est généralement en dessous de 2,7 m/s pour éviter que l'eau condensée ne soit transportée à la surface des gaines.

D'ailleurs, la charge générée par le ventilateur, qui est égale à l'énergie totale, est définie par :

$$H = \frac{\rho v^2}{2} + p + \rho g z \quad \text{Equa. 2-2}$$

Où  $\frac{\rho v^2}{2}$  est la charge cinétique,  $\rho g z$  est la charge potentielle qui est constante dans ce cas d'étude et  $p$  la charge statique. La Figure 4--20 schématise le changement énergétique du système de filtration lors du fonctionnement.



**Figure 4-20** : Schéma de la variation de l'énergie durant le colmatage du filtre.

Durant la filtration de l'air, le filtre se colmate avec des particules et donc la perte de charge augmente. Cette augmentation de la perte de charge (perte de pression pour traverser le filtre) doit être compensée par une utilisation supplémentaire de la charge générée par le ventilateur, l'autre partie de la charge étant utilisée pour créer de l'énergie cinétique. A charge de ventilateur constante, l'augmentation de la perte de charge du système résulte en une énergie cinétique diminuée. Cela nous ouvre la piste pour déterminer la perte de charge par la mesure indirecte de la décroissance de la vitesse du flux durant la filtration, pour des charges de ventilateur constantes.

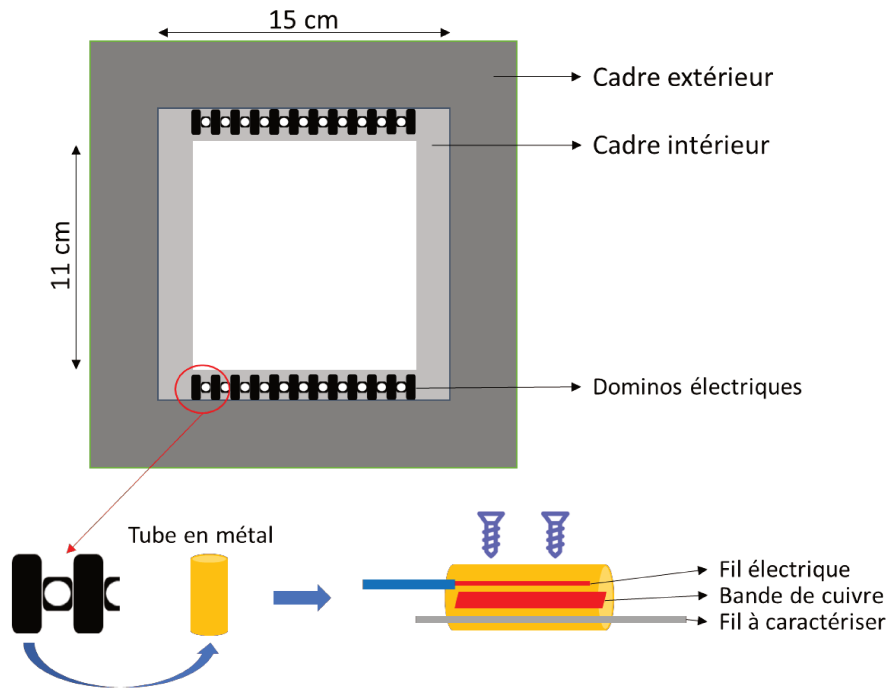
### 3.2. Tests à l'échelle du laboratoire

L'efficacité et la pertinence de tout dispositif dépendent de son application pratique. Dans cette section, nous explorons les tests d'utilisation concrets de nos transducteurs pour la mesure de la vitesse d'air. Par conséquent, les tests sont réalisés en écoulement libre, c'est-à-dire les transducteurs sont exposés au flux d'air directement en présence d'une résistance aéraulique.

Les transducteurs testés pour cette étude ont tous subi préalablement un entraînement au moins 15 h avant des tests pour stabiliser la résistance électrique. Quelle que soit la méthode d'installation, une précharge de 0,01 N est toujours appliquée sur les fils étant position initiale. La résistance électrique est mesurée par le SMU présenté dans la Section 1.1.

Le banc expérimental utilisé pour effectuer les tests est le même que celui présenté dans le Chapitre 2 Section 3.1.1. Un schéma de d'installation des transducteurs dans une gaine de ventilation est présenté dans la Figure 4-21.



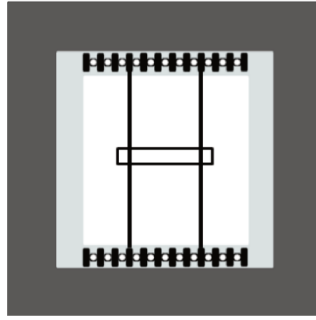


**Figure 4-21** : Structure mécanique d'installation et de connexion des transducteurs filaires.

Deux cadres d'installation sont utilisés pour fixer les transducteurs dans la gaine de ventilation. Un cadre extérieur en PVC non conducteur de courant aux dimensions appropriées de la veine d'essai, présentant cependant une section de passage de l'air de 15 cm × 15 cm, Figure 4-21. Un second cadre intérieur avec une section réduite de 11 cm × 11 cm est fixé sur le cadre extérieur. Il convient de noter que cette réduction de la section entraîne ainsi une augmentation de la gamme de vitesses d'air s'appliquant sur les fils, atteignant une vitesse maximale de 3,19 m/s par rapport à la vitesse débitante maximale dans la veine de 1,72 m/s (6,19 km/h, section de la veine 15 cm × 15 cm). Les dominos électriques sont installés sur les deux côtés, les transducteurs et les fils électriques sont fixés ensemble dans les tubes métalliques avec des vis. Pour assurer une bonne connexion entre le transducteur et le fil électrique, une bande de cuivre est insérée entre ces deux éléments. De plus, la bande de cuivre permet d'augmenter la surface de contact afin d'éviter d'abîmer les transducteurs avec pression de fixation appliquée par les vis. Les fils électriques sont ensuite reliés au SMU pour la mesure de la résistance du transducteur. Cette méthode d'installation est adaptable à l'intégration des transducteurs sur les filtres avec cadre.

### 3.2.1. Résultats avec élément résistif à l'écoulement de forme rectangulaire

Une ailette en plastique sous forme de rectangulaire est mise en place pour augmenter la résistance aéroulque du système, afin de déformer le transducteur élastique, Figure 4-22.

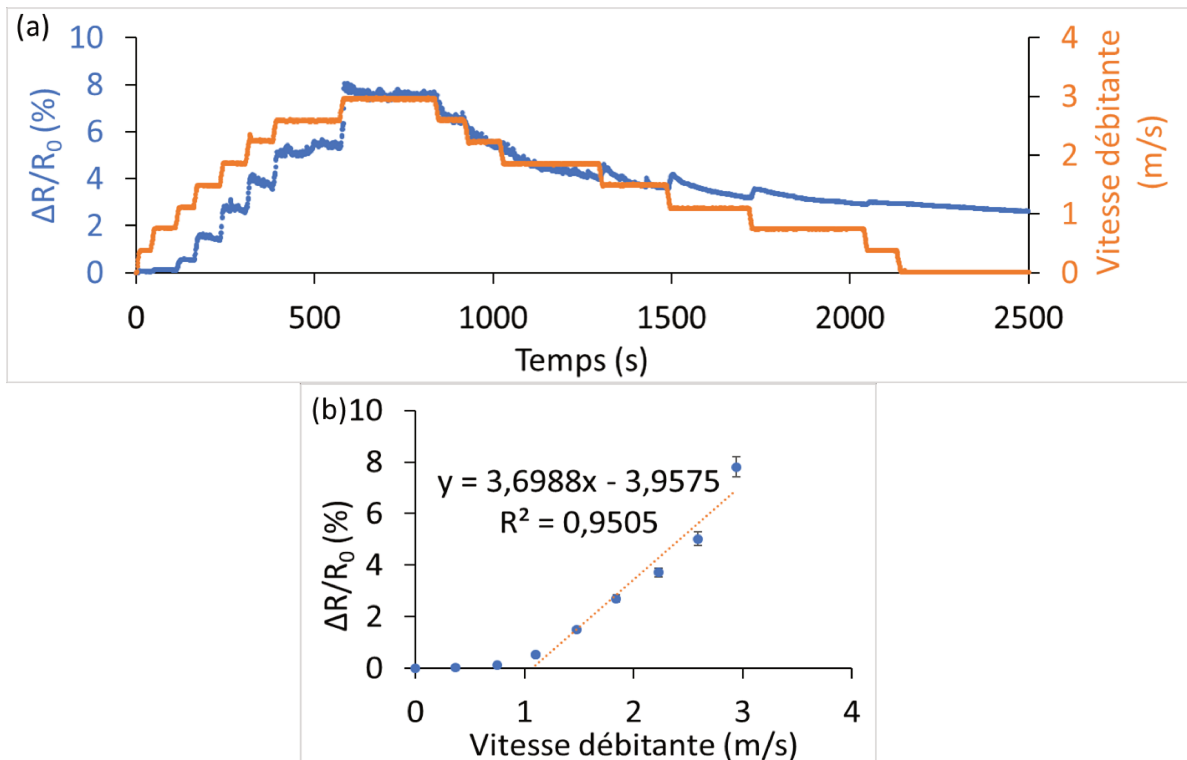


**Figure 4-22** : Schéma de la résistance aéroulique fixée sur deux fils.

La taille de l'ailette plastique est de 1 cm × 6 cm. Elle est collée au milieu de la veine sur les fils et face au flux d'air.

### 3.2.1.1. Transducteur Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS

La variation de la résistance en fonction de la vitesse d'air, avec le transducteur Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS entraîné 100 fois 20%, est montré dans la Figure 4-23. Une courbe de tendance est tracée pendant l'augmentation de la vitesse débitante, pour une vitesse débitante supérieure à 1 m.s<sup>-1</sup> Figure 4-23(b).



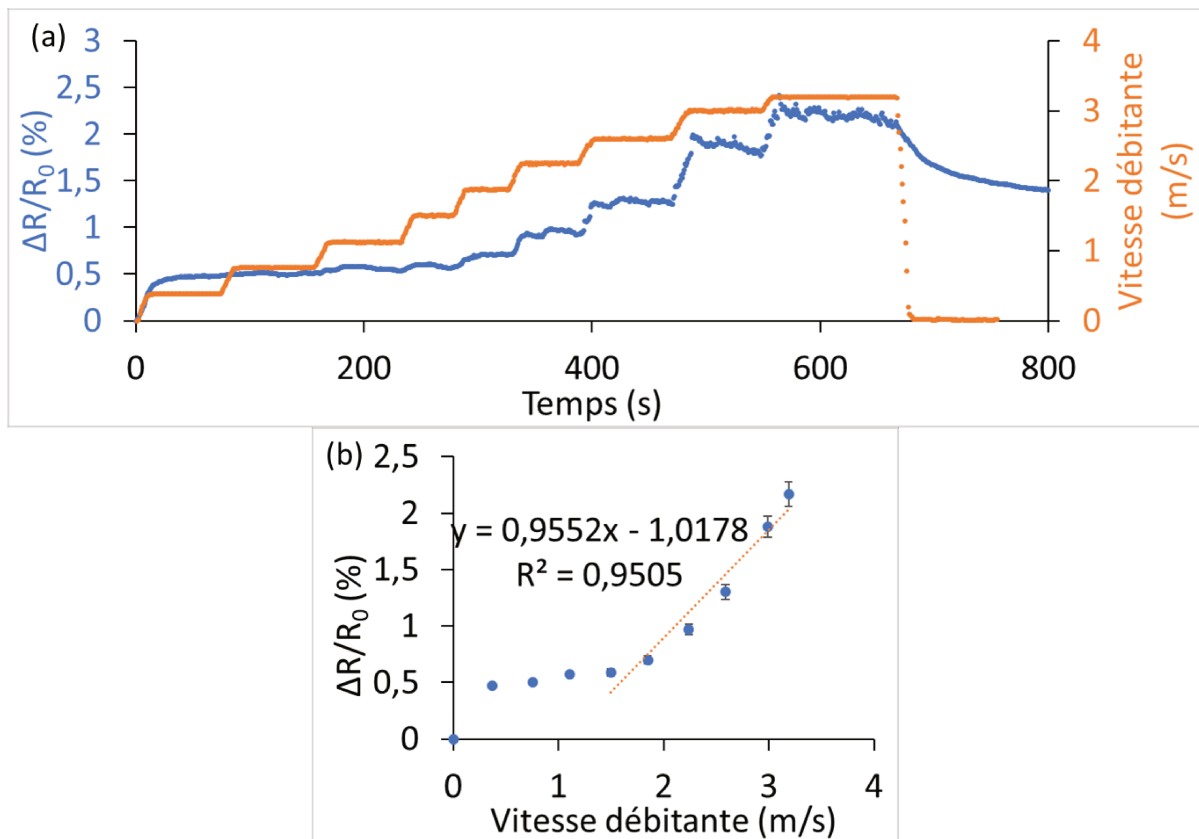
**Figure 4-23** : (a) Variation de la résistance en fonction de la vitesse débitante. (b) Courbe de tendance pour l'augmentation de la vitesse.

Globalement, la résistance du transducteur augmente avec la vitesse débitante. Il est aussi intéressant de noter qu'à vitesse constante, la résistance reste constante. Pendant

l'augmentation de la vitesse débitante de 0 à 3 m/s, une augmentation de 0,8 % de la résistance est observée pour des vitesses faibles jusqu'à 1,2 m/s. Ensuite, cette augmentation devient de plus en plus remarquable lorsque la vitesse monte jusqu'à 3 m/s. Pour une vitesse débitante d'air supérieure à 1 m.s<sup>-1</sup>, si on considère que la variation de résistance relative est linéaire, une pente de 3,6 est observée pour cette augmentation de la résistance, Figure 4-23(b). Une augmentation de la résistance de 8% est déterminée pour la vitesse débitante de 3 m/s. Cependant, l'effet inertiel est toujours observé lorsque la vitesse diminue, ce qui signifie qu'un temps de stabilisation est nécessaire après chaque déformation. Cela permet à la résistance de retourner à sa valeur initiale avant de lancer le test suivant.

#### 3.2.1.2. *Transducteur EDOT15*

Comme l'autre méthode de fonctionnalisation, le transducteur fonctionnalisé par polymérisation in-situ de l'EDOT pendant 15 min est testé de manière identique (entraîné 100 fois 20% d'étirement), avec le même élément résistif à l'écoulement, et le résultat est montré dans la Figure 4-24.

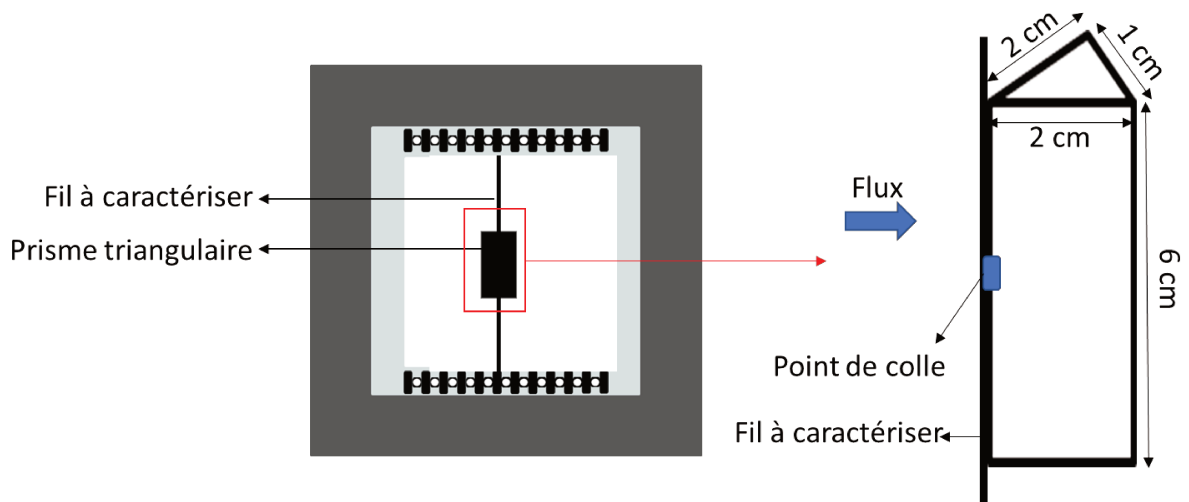


**Figure 4-24 :** (a) Variation de la résistance en fonction de la vitesse débitante. (b) Courbe de tendance pour l'augmentation de la vitesse.

Lorsque la vitesse débitante varie de 0 à 3 m/s, trois phases de changement de la résistance peuvent être observées. Une augmentation de la résistance 0,5% est déterminée lorsque la vitesse débitante passe de 0 à 0,5 m/s. Ensuite, avec une vitesse entre 0,5 et 1,5 m/s, la résistance reste quasi-constante, ce qui signifie que le flux n'est pas assez fort pour créer une force suffisante sur l'ailette. La variation de la résistance est plus importante lorsque la vitesse dépasse de 1,5 m/s. Une augmentation de la résistance de 2,6% est observée pour une vitesse de 3 m/s. La pente d'augmentation de la résistance est de 0,95 pour la vitesse passant de 1,5 à 3 m/s.

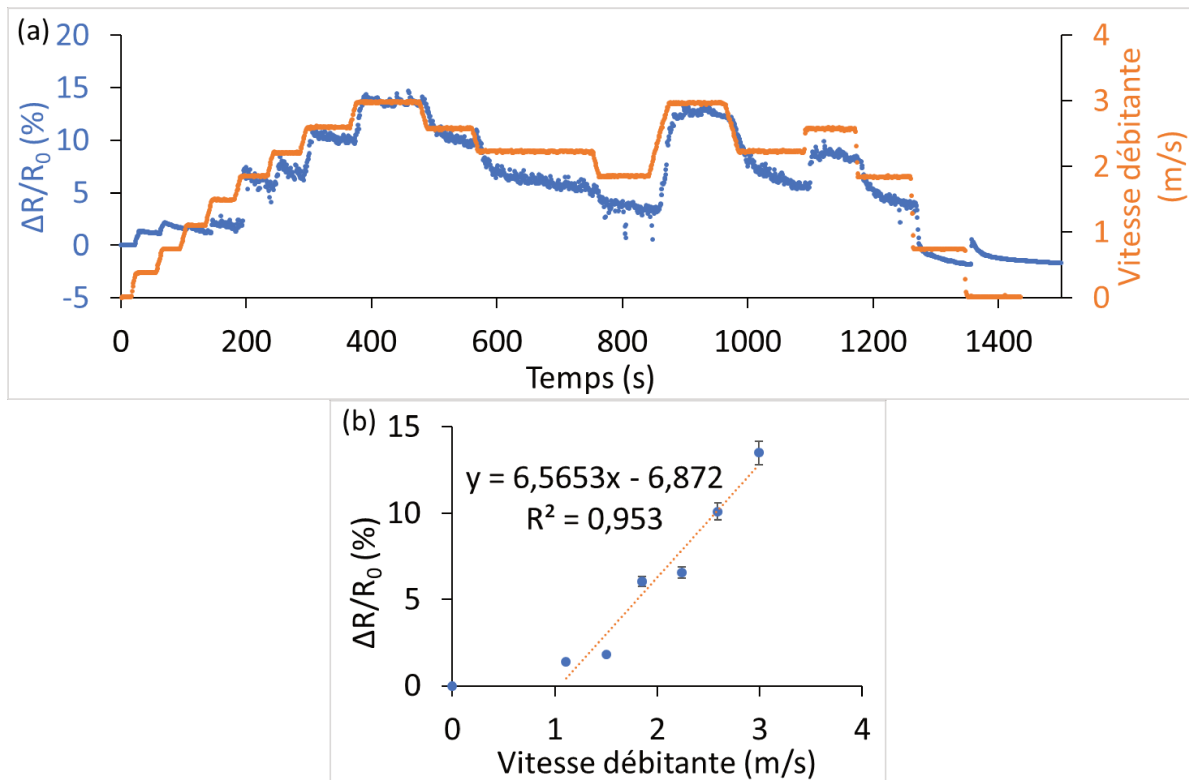
### 3.2.2. Résultats avec élément résistif à l'écoulement de forme prisme triangulaire

Comme nous ne contrôlons pas l'aérodynamique de la résistance aéraulique introduite, un second motif de la résistance aéraulique sous forme de prisme triangulaire a été également étudié, le but étant de limiter les vibrations sur le transducteur. Le prisme en carton a une hauteur de 6 cm et une base en triangle isocèle (2 cm les côtés et 1 cm la base) comme montré dans la Figure 4-25.



**Figure 4-25** : Schéma d'installation du prisme triangulaire.

Le prisme est fixé sur le transducteur par un point de colle UV au côté sommet pour que les deux côtés soient équilibrés avec le flux d'air. Ce motif est caractérisé avec le transducteur EDOT15. Le résultat de la variation de la résistance du transducteur, associé à la variation de la vitesse débitante d'air en fonction du temps, est présenté dans la Figure 4-26.



**Figure 4-26 :** (a) Variation de la résistance en fonction de la vitesse débitante. (b) Courbe de tendance pour la première augmentation de la vitesse.

Comme le motif précédent, une augmentation de la résistance est observée avec la vitesse débitante. Cependant, une légère diminution de la résistance est détectée lorsque la vitesse passe de 0 à 1 m/s. Cela peut être expliqué par un temps de stabilisation insuffisant avant de lancer la manipulation, ce qui entraîne également une résistance inférieure à sa valeur initiale à la fin du test. A partir de la vitesse de 1 m/s, une variation linéaire de la résistance est obtenue avec une pente de 6,56 Figure 4-26(b). Le bruit du signal de la résistance mesurée peut être dû à la vibration du prisme triangulaire lors de passage du flux d'air. Cependant, cette vibration est négligeable par rapport à la déformation du transducteur due au flux d'air. Avec ce motif de la résistance aéraulique, une croissance de 13% de la résistance électrique est observée lorsque la vitesse augmente de 0 à 3 m/s.

### 3.2.3. Bilan des résultats à l'échelle du laboratoire

Afin de résumer les résultats de la variation de la résistance des transducteurs en fonction de la vitesse d'air et d'étudier l'impact des motifs de la résistance aéraulique, un bilan des résultats à l'échelle laboratoire est présenté dans le Tableau 4-5.

**Tableau 4-5** : Bilan des résultats des transducteurs pour la caractérisation du flux d'air.

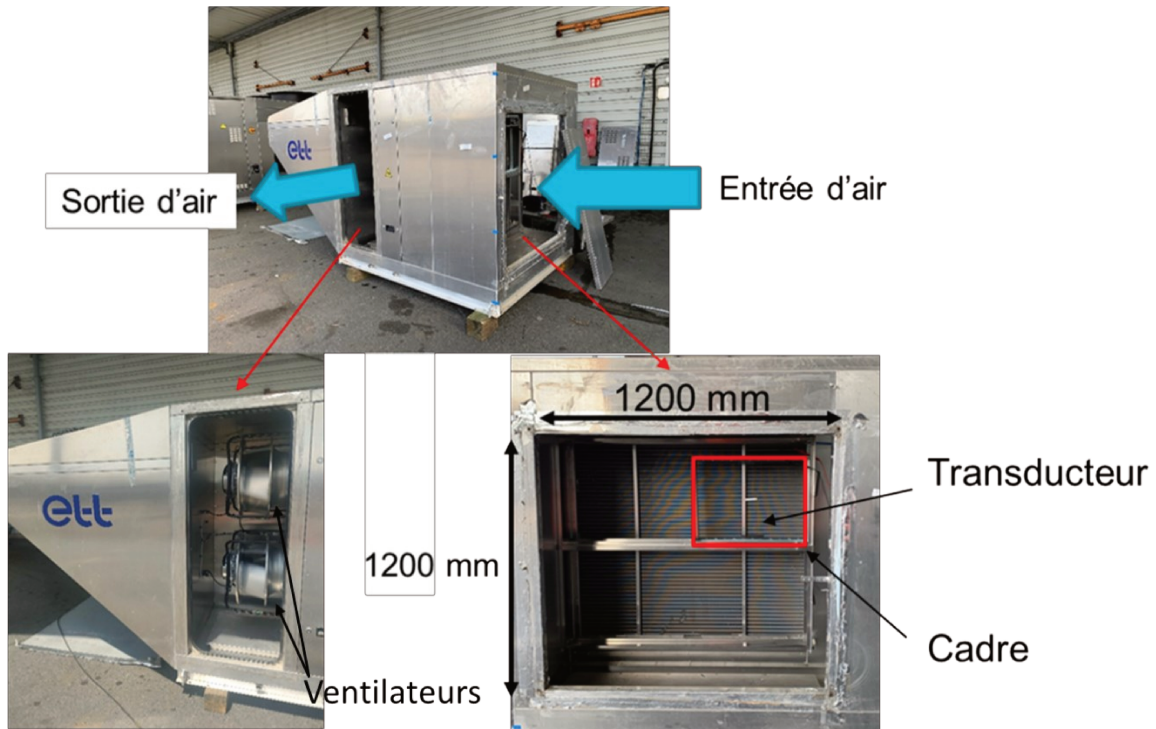
	Motif de la résistance aéraulique	$\Delta R/R_0$ pour vitesse de 1,5 m/s	$\Delta R/R_0$ pour vitesse de 3 m/s	Pente de la variation de la résistance pour vitesse entre 1,2 et 3 m/s
Transducteur Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS	Ailette 6 cm × 1 cm	1,5%	8%	3,6
Transducteur EDOT15	Ailette 6 cm × 1 cm	0,5%	2,5%	0,9
	Prisme triangulaire	2%	13%	6,5

Les résultats montrent que, pour la même résistance aéraulique d'ailette 6 cm × 1 cm, le transducteur Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS possède une variation de la résistance plus importante que le transducteur EDOTXX. Cette observation est en accord avec les facteurs de jauge des deux transducteurs, qui est de 25 pour Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS et de 2 pour EDOTXX. Une pente de la variation de la résistance plus élevée est donc obtenue avec le transducteur plus sensible, Lycra/PEGDA/PEDOT:PSS. D'après les résultats des facteurs de jauge en laboratoire avec la machine de traction, et considérant que la relation élongation – variation de résistance est linéaire, une élongation de l'ordre de 1% est observée pour le motif ailette à la vitesse débitante de 3 m.s<sup>-1</sup>. Ce résultat justifie pleinement le choix arbitraire de la gamme d'élongation d'intérêt de 0 à 5% pour caractériser les transducteurs. Concernant le second motif prisme triangulaire, une augmentation de la résistance plus importante est observée car la taille du prisme est plus importante et que ce prisme n'est fixé que sur un fil. De plus avec ce prisme, des résultats plus stables et réversibles sont obtenus. Mais des études plus poussées tant du point de vue des tests métrologiques que du point de vue modélisation aérodynamique devront être réalisés pour déterminer la robustesse de cette réponse.

### 3.3. Tests à l'échelle industrielle

Pour évaluer l'efficacité de nos transducteurs en fil textile élastique et comme il est possible d'en réaliser des longueurs homogènes de 2,5 m, ils sont aussi intégrés dans une centrale traitement d'air (CTA) à l'échelle industrielle. La CTA que nous avons utilisée est de l'industriel ETT (Energie, Transfert, Thermique) modèle ULTI+ R32-11-050 (voir Figure 4-27). Cette CTA

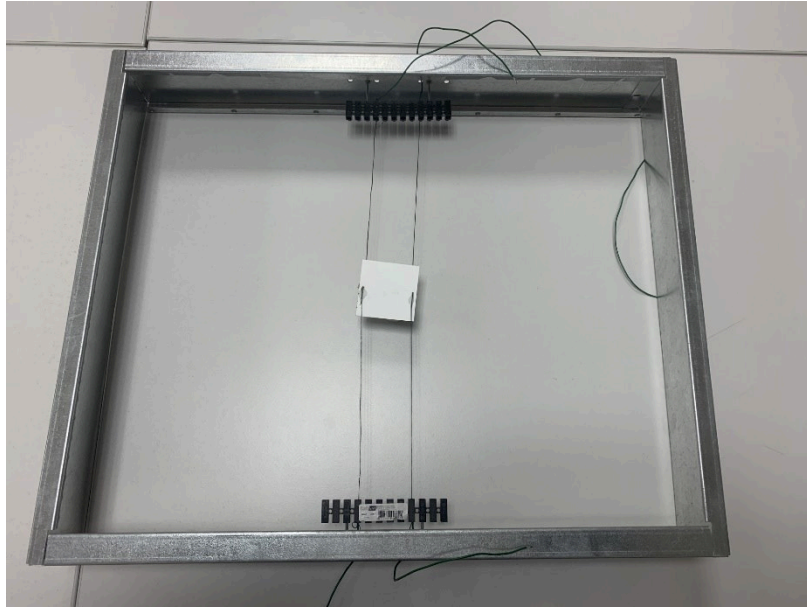
est équipée de deux ventilateurs K3G500PA2803 et présente une perte de charge principale associée à un échangeur thermique à ailette de 80 Pa pour un débit d'air de 13200 m<sup>3</sup>/h.



**Figure 4-27** : Photographies de la centrale de traitement d'air utilisée.

La veine d'air, d'une dimension de 1200 mm × 1200 mm, est divisée en deux sections distinctes. Dans l'une de ces sections, un cadre de filtre est installé. A l'intérieur de ce cadre, le média filtrant est enlevé, et deux transducteurs à caractériser sont mis en place avec une longueur de 40 cm, ce qui est illustré dans la Figure 4-28. Les dominos électriques sont utilisés comme dans les tests à l'échelle du laboratoire pour la connexion électrique. Pour rappel, cette installation a été réalisée avec une précharge de 0,01 N et en ajoutant une résistance aéroulique de 6 cm × 6 cm. Les mesures des résistances ont été réalisées avec le SMU.



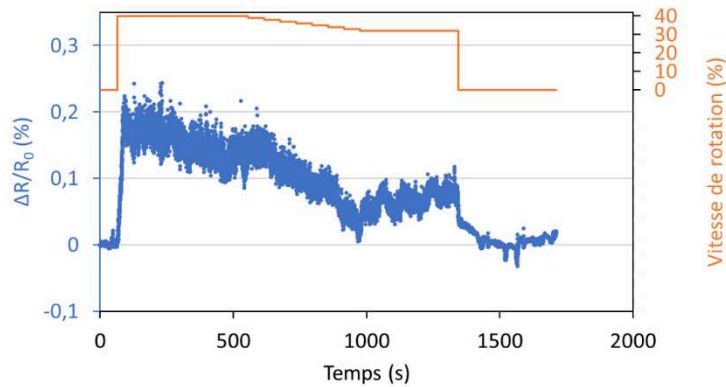


**Figure 4-28** : Photo de l'installation des fils dans la cadre avec une ailette de 6 cm × 6cm.

Le paramètre réglable de cette CTA est la vitesse de rotation de ventilateur, exprimée en pourcentage. Dans un cas réel de l'utilisation, la vitesse débitante est généralement définie à 2,6 m/s (correspond à un débit de 13600 m<sup>3</sup>/h). Lorsqu'un filtre F7 utilisé pour cette CTA est neuf, la perte de charge de celui-ci est de 80 Pa pour cette vitesse. D'après la norme EN13053 [124], un filtre à air classe F7 est défini comme colmaté une fois que sa perte de charge atteint 200 Pa, ce qui représente une augmentation de 120 Pa. Avec cette augmentation de la perte de charge, en gardant la charge du ventilateur constante, la vitesse diminue de 2,6 m/s à 2,1 m/s pour cette CTA. Cette diminution est observée avec le logiciel EBM Papst du fournisseur de ventilateur. Dans notre cas d'étude, comme il n'y a pas de filtre, l'augmentation de la perte de charge de 160 Pa à 280 Pa est donc simulée par ajustement la vitesse de rotation de ventilateur de 40% à 32%. Ici, nous avons négligé la diminution de la perte de charge à cause de la diminution de la vitesse débitante. Ce changement de vitesse de rotation a été effectué pour étudier la réponse de la résistance de notre transducteur et ainsi mimer le colmatage du filtre à charge de ventilateur constante.

Le transducteur caractérisé pour cette étude est fonctionnalisé par polymérisation in-situ de l'EDOT pendant 15 min. Il est aussi préalablement entraîné par 100 cycles de 20% d'allongement.

Pour simuler le colmatage d'un filtre à air, lors de ce premier test, nous avons diminué la vitesse de rotation progressivement de 40% à 32% avec un pas de -1%/min, Figure 4-29.

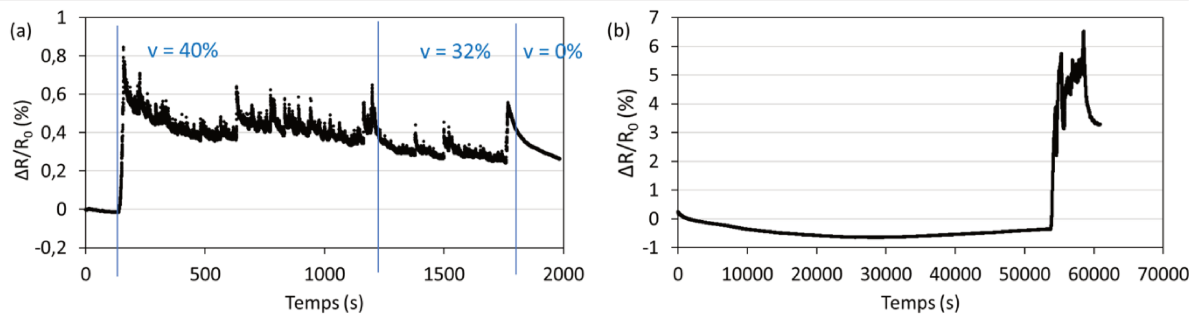


**Figure 4-29** : Variation de la résistance en fonction de la vitesse de rotation

Pendant le test, une augmentation de 0,2% de la variation de résistance relative a été observée pour un passage de vitesse de rotation de 0 à 40%. Lorsque la vitesse est maintenue, une légère diminution de la résistance est détectée à cause de l'effet inertiel. Pendant la diminution progressive de la vitesse de rotation de 40% à 32%, la résistance a également diminué de 0,1%. A vitesse constante de 32%, une petite déviation a été obtenue. Une fois que le ventilateur est stoppé, un temps de stabilisation de 2 min est nécessaire pour que la résistance retombe à sa valeur initiale. Avec la résonance mécanique due au flux d'air, la vibration de la résistance aérodynamique engendre donc une longueur du fil instable lorsque la vitesse reste constante. Etant donné que la mesure de résistance effectuée par le SMU est en temps réel et qu'il n'y a pas de filtre du signal, le bruit du signal est donc affiché sur la courbe. Ce bruit est plus important avec la vitesse débitante élevée. Cela peut ouvrir une possibilité de déduire la vitesse par la mesure de l'amplitude de la vibration du signal bruité.

Ce test a été effectué une seconde fois avec le même transducteur, malheureusement, le résultat n'est pas répétable (Annexe 6). Etant donné que la CTA était placée à l'extérieur, et le PEDOT est un matériau sensible à la température et à l'humidité, nous supposons que la déviation de la résistance peut être due au changement des conditions environnementales. De plus, le résultat peut être également impacté par la présence du vent.

Le test suivant a été donc réalisé dans une salle climatisée avec une température contrôlée de 20°C et une humidité relative fixée de 63%. Le transducteur étudié était aussi EDOT15 entraîné 100 fois 20% d'étirement. Cette fois-ci, la vitesse a été changée directement de 40% à 32% et ensuite remontée à 40%, Figure 4-30. Une étude du temps de stabilisation a été aussi effectuée pendant 15h, Figure 4-30(b).



**Figure 4-30 :** (a) Variation de la résistance en fonction de la vitesse de rotation des ventilateurs, (b) Etude du temps de stabilisation avec augmentation de la température de 20 °C à 30 °C à 53000 s.

Lors du passage de la vitesse de rotation de 0 à 40%, une augmentation de la résistance de 0,8% est observée cette fois-ci. Pendant que la vitesse reste constante, une stabilisation de la résistance est détectée à 0,4%. Les pics de la courbe sont générés par le passage devant la machine (à 4 m) d'une personne impliquant un changement d'homogénéité du flux avec un passage d'obstacle et donc de contrainte appliquée sur l'ailette. Cela montre que le système de détection est sensible au changement de vitesse. Pour le passage de la vitesse de rotation de 40% à 32%, un saut de la résistance est observé en premier. Bien que le signal soit bruité, le signal de la variation de la résistance baisse environ 0,1% due au changement de vitesse. Pour la suite du test, nous examinons le comportement du transducteur dans un état de repos avec ventilateur éteint pendant 15 h. Une diminution de la résistance est détectée jusqu'à -0,7% par rapport à la valeur initiale. La modification principale apportée à cette étude est l'augmentation de la température ambiante de 20 °C à 30 °C à 53 000 s. Le résultat illustré dans la Figure 4-30(b) montre l'effet de l'augmentation de la température sur la résistance du fil de 5% en situation de repos, qui est environ 10 fois plus importante que la variation de la résistance du au flux d'air. Un étalonnage de la résistance avec la température du transducteur peut ne pas suffire. Une solution qui peut être proposée est d'installer un autre transducteur sans résistance aérodynamique dans la veine, qui ne donc se déforme pas avec le flux d'air, mais sa résistance électrique change avec les conditions environnementales. En l'utilisant comme référence, le système permettrait de détecter finement la variation de la vitesse du flux.

#### 4. Conclusion

Dans ce chapitre, les propriétés électromécaniques des transducteurs fabriqués avec deux méthodes de fonctionnalisation : par enduction par trempage à l'aide du PEGDA et par polymérisation in-situ de l'EDOT, ont été caractérisées.

Pour la méthode d'enduction par trempage, après un entraînement de 100 cycles à 20% d'allongement, le transducteur présente une sensibilité améliorée due à la formation de craquelures et représentée par un facteur de jauge de 25 pour une plage de déformation de 5%. En outre, la répétabilité élevée est démontrée par 10 000 cycles avec une variation répétable de la résistance électrique. Ces résultats ont été publiés [141] avec une étude quantitative de l'entraînement.

Pour la seconde méthode, les études de temps de polymérisation de 15, 40 et 50 min ont été réalisées avec des entraînements de 100 cycles de pourcentage d'étirement allant de 20% à 100%. D'après les résultats, les entraînements préalables permettent de minimiser l'impact du temps de polymérisation. La meilleure sensibilité est observée avec un pourcentage d'entraînement de 100%, qui représente un facteur de jauge le plus élevé de 2 pour la plage de déformation de 5%. Ce résultat augmente même jusqu'à 22,8 pour EDOT15, mais reste à confirmer.

En comparant avec l'état de l'art, les facteurs de jauge de nos transducteurs sont dans les mêmes ordres de grandeur. Cependant, les méthodes de fonctionnalisation sont plus simples, et elles conduisent à des résistances initiales 1000 fois plus faibles sur un substrat fil textile.

Les transducteurs ont été également utilisés pour la détection de la vitesse du flux d'air en présence des différents types de résistances aérauliques tant à l'échelle du laboratoire que de l'industrie.

Pour le transducteur EDOT15, une augmentation de 13% de la résistance électrique est observée pour une vitesse débitante allant de 0 à 3 m/s dans une gaine de ventilation à l'échelle du laboratoire.

Concernant les tests de la caractérisation du flux à l'échelle industrielle, le transducteur fonctionnalisé par polymérisation in-situ est sensible à la variation de la vitesse de l'air. Dans la CTA d'ETT, la simulation d'une augmentation de la perte de charge de 200 Pa, qui représente

une diminution de la vitesse des ventilateurs de 40% à 32%, engendre une diminution de la résistance du transducteur EDOT15 (entraîné 100 fois 20% d'étirement) 0,1%. Par rapport au système de détection directe de perte de charge développé dans le Chapitre 2, la précision de la mesure de perte de charge par les transducteurs à fils piézo-résistifs est plus faible, mais reste mesurable. La mesure est en effet indirecte par la différenciation de la vitesse d'air lorsque la perte de charge totale de la CTA augmente, permettant de détecter un seuil et d'alerter en cas de colmatage. Les transducteurs filaires peuvent discriminer des vitesses d'air dans une gamme allant de 1 à 3 m/s. Des perspectives des technologies textiles permettraient de remplacer les résistances aérauliques par des architectures textiles afin de conserver une grande perméabilité et de minimiser l'impact sur le flux d'air en termes de perte de charge ajoutée. Avec nos transducteurs sensibles aux paramètres environnementaux, plus d'expériences visant à approfondir la connaissance sont nécessaires pour cibler l'application finale.

## Conclusion générale

Dans le cadre de ce travail de thèse, financé dans le cadre du projet ANR SAFIRS dont le but est de développer des outils innovants, destinés à la mesure et au contrôle dans les centrales de traitement d'air, en vue d'une consommation énergétique optimale des CTAs et de la maintenance optimisée des filtres à air. L'objectif final est d'embarquer un système de capteur de perte de charge positionné sur le filtre. Deux approches ont été étudiées au cours de cette recherche.

La première approche a exploré la mesure directe de la différence de pression sur les deux côtés du filtre, grâce à la programmation de deux capteurs de pression, le modèle BMP390 de Bosch ayant été retenu. Les spécifications techniques de ce capteur décrivent une précision de la pression relative mesurée de  $\pm 3\text{Pa}$ . Avec sa taille réduite de  $0,75 \times 2 \times 2 \text{ mm}^3$  par rapport à la gaine de ventilation et l'implantation sur les circuits électronique flexible, l'augmentation de la perte de charge et la génération de turbulences peuvent être négligées. Après une étape d'étalonnage, les capteurs collés sur le filtre permettent de déterminer la perte de charge avec une corrélation satisfaisante en comparant les résultats avec une mesure de référence. Pour une perte de charge à 30 Pa à la vitesse débitante de 1,7 m/s, un écart de 3 Pa est observé, qui correspond à une erreur de 10%. Cette précision de mesure indique qu'il est possible d'utiliser ce système de détection intégré au filtre pour déterminer un seuil de colmatage de filtre, ouvrant ainsi la voie à une maintenance prédictive, ainsi qu'à réduire la consommation énergétique de CTAs.

Avant d'équiper des filtres à air par le système développé, une évaluation de la robustesse à long terme (de quelques mois) du système dans des conditions réelles est importante. L'objectif est de déterminer sa durabilité et son comportement face à la pollution particulaire en position face au flux d'air (pression dynamique) ou de côté (pression statique). Malgré la précision des mesures, cette approche ne permet pas de détecter des différences de pressions localement sur l'ensemble de la section du filtre afin de connaître l'inhomogénéité du colmatage.

En alternative, une seconde approche a été donc suggérée pour améliorer le système: l'exploration d'un transducteur piézo-résistif sous forme de fil textile, qui est considéré plus rentable que la fabrication d'un capteur MEMS. De plus, avec la perméabilité à l'air, en couvrant toute la section du filtre, cette approche permet de minimiser l'impact de l'intégration du système sur le filtre afin d'éviter d'augmenter la perte de charge. Cependant, cette solution permet une mesure indirecte, détectant une diminution de vitesse débitante due à l'augmentation de la perte de charge du filtre, pour une charge de ventilation constante. Pour la réalisation de ce type de transducteur, deux méthodes de fonctionnalisation du fil élasthanne Lycra® 1880 dtex comme substrat par le polymère conducteur électrique PEDOT ont été étudiées.

- Le PEDOT:PSS commercial a été enduit sur le Lycra® 1880 dtex préalablement fonctionnalisé au PEGDA. Ce PEGDA permet d'augmenter l'affinité entre le substrat et le polymère conducteur électrique, enduit par trempage. Avec cette méthode de fonctionnalisation simple de 3 couches de dépôt, le transducteur fabriqué possède un module de Young de 3,5 MPa et une résistance initiale faible de 3512  $\Omega$  pour 50 mm. Afin d'améliorer et de stabiliser les propriétés électromécaniques du transducteur, nous avons proposé une étape d'entraînement qui représente 100 cycles d'étirement/relâchement à 20% d'élongation. Durant l'entraînement, les craquelures sur la couche conductrice sont formées pour que les chemins de conduction se coupent toujours aux mêmes endroits lors de déformation, après l'entraînement, de 5% d'élongation. Cela conduit à une variation de la résistance électrique stable et répétable du transducteur, qui possède un facteur de jauge de 25 pour la plage de déformation de 5% et une durabilité élevée de 10000 cycles à cette élongation. Pour mieux comprendre le transducteur, une analyse plus poussée est nécessaire pour étalonner la réponse de la résistance électrique en fonction des conditions environnementales, car le PEDOT:PSS est connu pour sa sensibilité à l'humidité et à la température. Aussi, un des inconvénients de ce transducteur est la fragilité de la couche conductrice. C'est-à-dire qu'elle se délamine avec des déformations importantes (> 85% d'élongation) ou lors de l'utilisation à condition mécaniquement difficile (frottement, cisaillement, etc.). L'enduction avec différents revêtements

encapsulants sera nécessaire pour protéger la couche conductrice des UVs et de l'oxygène afin d'améliorer la durée de vie du transducteur.

- Une couche de PEDOT peut être formée par la polymérisation in-situ de l'EDOT gonflé dans du fil Lycra® 1880 dtex. Une étude du temps de polymérisation a été réalisée entre 15 et 50 min. Cette méthode conduit à des transducteurs solides qui peuvent être étirés jusqu'à 400% d'élongation en gardant des chemins de conduction, avec des résistances initiales de l'ordre de k $\Omega$ . De plus, les propriétés mécaniques des transducteurs sont conservées dans le même ordre de grandeur que le fil vierge. Concernant les propriétés électromécaniques, une étude de l'entraînement de 100 cycles d'étirement/relâchement avec élongation allant de 20% à 100% a été réalisée pour les transducteurs polymérisés pendant 15, 40 et 50 min. Les résultats montrent que l'impact du temps de polymérisation peut être minimisé par l'entraînement et le facteur de jauge le plus élevé ( $K=2$ ) pour la plage de déformation de 5% est observé avec l'entraînement de 100 fois 100%.

Sachant qu'un entraînement à une déformation plus importante permet d'améliorer plus les propriétés électromécaniques, et que les transducteurs peuvent s'étirer jusqu'à 400% d'élongation, il est donc intéressant d'effectuer des entraînements à des élongation plus élevées jusqu'à 400%. Aussi, les tests de répétition sont indispensables pour observer des résultats robustes lors de l'étude. Comme pour l'autre méthode de fonctionnalisation, la caractérisation des transducteurs à différentes conditions environnementales (température et humidité) est nécessaire pour approfondir la connaissance des propriétés des transducteurs.

Pour les transducteurs fabriqués par les deux méthodes de fonctionnalisation, des tests à force constante supplémentaires sont nécessaires afin de connaître le fluage des matériaux lors de l'utilisation statique. Comme les fils sont très élastiques et que la force appliquée pour une élongation de 5% est très faible (0,06 N), le capteur de force que nous avons utilisé pour la machine de traction a du mal à maintenir cette force en constante afin d'évaluer la variation de la longueur du fil. La solution proposée pour cette caractérisation est d'utiliser un poids et de filmer l'état du fil par un caméra fixe. La longueur du fil pourra donc être déterminée par un traitement d'image, synchronisé à la mesure de résistance.

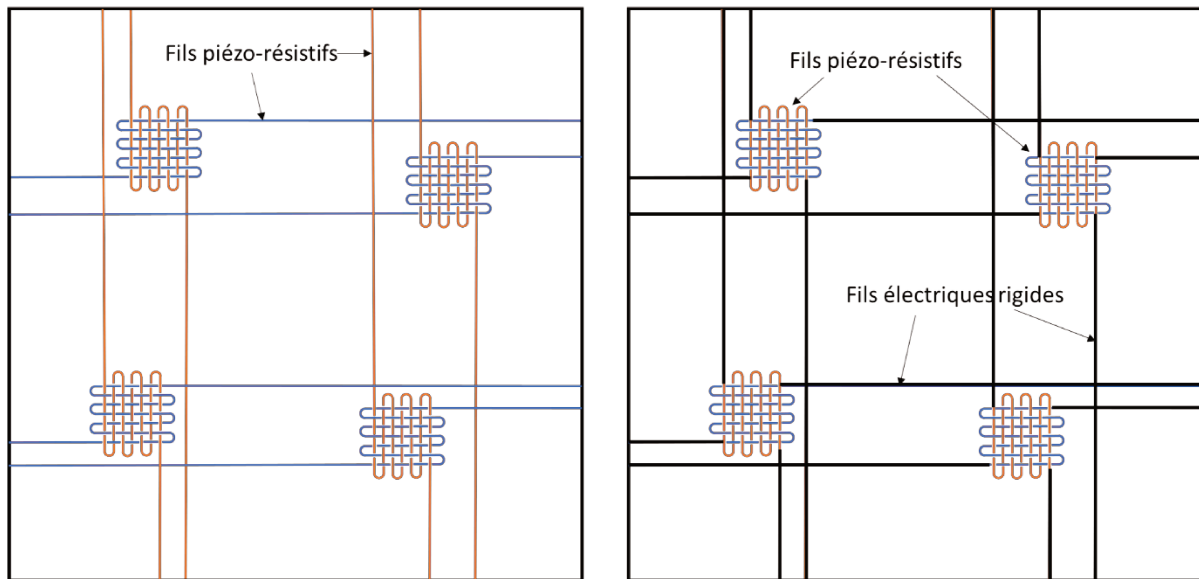


Aussi, les caractérisations des transducteurs ont toutes été effectuées avec une vitesse d'étirement de 100 mm/min. Selon les différents cas d'application, cette vitesse de sollicitation peut être différente. Il est donc intéressant de caractériser les propriétés électromécaniques de nos transducteurs à différentes vitesses d'étirement pour déterminer la gamme de fréquence de fonctionnement.

Finalement, les transducteurs filaires ont été testés pour la détection de la vitesse d'air dans une gaine de ventilation à l'échelle laboratoire et à l'échelle industrielle dans une CTA chez ETT. Les résistances aérauliques sont mises en place pour conduire une déformation des transducteurs afin de permettre de détecter une variation de la résistance due au flux d'air. À l'échelle laboratoire, le transducteur fabriqué avec la méthode d'enduction par trempage montre une augmentation de 8% de la résistance électrique pour une vitesse du flux de 3 m/s, avec une ailette de  $6 \times 1 \text{ cm}^2$ . Pour le transducteur fabriqué par polymérisation in-situ de l'EDOT, c'est le motif de la résistance aéraulique du prisme triangulaire qui possède une variation de la résistance la plus élevée de 13% pour cette vitesse. Lors des tests dans la CTA, malgré que le matériau soit sensible aux conditions environnementales, ce transducteur montre une sensibilité à la variation de la vitesse d'air.

La solution proposée pour éliminer le changement des conditions environnementales est l'utilisation d'un transducteur référentiel qui reste dans le même milieu du système de détection et qui ne déforme pas avec le flux d'air. Cela permet de comparer la variation de la résistance avec une valeur référentielle. Aussi, des répétitions des tests restent toujours nécessaires pour approfondir la connaissance de nos transducteurs lors de cette utilisation.

En perspective, il serait intéressant d'utiliser le potentiel des technologies de mise en œuvre textile afin de créer une structure multi-capteurs avec résistance aéraulique, grandement perméable au flux d'air, générant de perte de charge de 1 Pa maximum. Deux configurations exemplaires sont montrées dans la Figure CG-1.



**Figure CG-1** : Démonstrations des structures multi-capteurs avec résistance aéraulique à partir des fils piézo-résistifs.

Des tissus à base des fils piézo-résistifs peuvent être mis en place par des technologies textiles et permettent l'augmentation de la résistance aéraulique afin de déformer les fils. Ces tissus peuvent être placés sur des filtres à différentes positions pour détecter localement la perte de charge, ce qui nous renseigne sur l'accumulation inégale des particules sur des filtres. La fixation de ces tissus peut se faire avec les fils piézo-résistifs ou avec des fils électriques rigides, reliant à une carte électrique pour l'acquisition des données. Il est également possible d'explorer d'autres motifs de tissus et alternatives de fixation.

Pour finir, bien que des progrès significatifs aient été réalisés dans le développement de systèmes de détection de perte de charge, des étapes supplémentaires restent nécessaires pour renforcer la durabilité et élargir les applications potentielles de ces transducteurs. Ces résultats ouvrent la voie à des améliorations continues et à de futures applications dans d'autres domaines, comme la détection des mouvements humains, la robotique molle, présentées dans le Chapitre 1.

## Contributions

### Articles :

- H. Wu, C. Lahuec, F. Seguin, L. Dupont, and A. Khaldi, "Sensitive stretchable textile transducer based on Lycra1880/PEGDA/PEDOT:PSS," in *2022 IEEE Sensors*, Dallas, TX, USA: IEEE, Oct. 2022. doi: 10.1109/SENSORS52175.2022.9967155.
- H. Wu *et al.*, "Stretchable piezoresistive textile yarn strain transducer for low deformation detection," *Sens. Actuators Phys.*, vol. 363, p. 114755, Dec. 2023, doi: 10.1016/j.sna.2023.114755.

### Présentations posters:

- H. Wu, C. Lahuec, F. Seguin, L. Dupont, and A. Khaldi, "Sensitive stretchable textile transducer based on Lycra1880/PEGDA/PEDOT:PSS," in *2022 IEEE Sensors*, Dallas, TX, USA
- H. Wu, C. Lahuec, F. Seguin, L. Dupont, and A. Khaldi, "Sensitive stretchable textile transducer based on Lycra1880/PEGDA/PEDOT:PSS," in *48<sup>th</sup> International Conference on Micro and Nano Engineering - Eurosensors*, Leuven, Belgium

### Présentation orale :

- A. Khaldi *et al.*, "Intergration of pressure sensing system onto air filter", in *Filtech 2023*, Cologne, Germany

## Bibliographie

- [1] N. Nassif, The impact of air filter pressure drop on the performance of typical air-conditioning systems, *Build. Simul.* 5 (2012) 345–350. <https://doi.org/10.1007/s12273-012-0091-6>.
- [2] M. Zaatari, A. Novoselac, J. Siegel, The relationship between filter pressure drop, indoor air quality, and energy consumption in rooftop HVAC units, *Build. Environ.* 73 (2014) 151–161. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2013.12.010>.
- [3] B. Stephens, A. Novoselac, J. Siegel, The Effects of Filtration on Pressure Drop and Energy Consumption in Residential HVAC Systems (RP-1299), *HVACR Res.* 16 (2010) 273–294. <https://doi.org/10.1080/10789669.2010.10390905>.
- [4] T. Xia, Y. Bian, L. Zhang, C. Chen, Relationship between pressure drop and face velocity for electrospun nanofiber filters, *Energy Build.* 158 (2018) 987–999. <https://doi.org/10.1016/j.enbuild.2017.10.073>.
- [5] C.S. Smith, Piezoresistance Effect in Germanium and Silicon, *Phys. Rev.* 94 (1954) 42–49. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.94.42>.
- [6] L.E. Hollander, G.L. Vick, T.J. Diesel, The Piezoresistive Effect and its Applications, *Rev. Sci. Instrum.* 31 (1960) 323–327. <https://doi.org/10.1063/1.1716967>.
- [7] A.M. Grancarić, I. Jerković, V. Koncar, C. Cochrane, F.M. Kelly, D. Soulat, X. Legrand, Conductive polymers for smart textile applications, *J. Ind. Text.* 48 (2018) 612–642. <https://doi.org/10.1177/1528083717699368>.
- [8] W. Thomson, XIX. On the electro-dynamic qualities of metals:—Effects of magnetization on the electric conductivity of nickel and of iron, *Proc. R. Soc. Lond.* (1857) 546–550. <https://doi.org/10.1098/rspl.1856.0144>.
- [9] B.J. Feder, Arthur C. Ruge, Inventor of Vital Stress Gauge, Dies at 94, *N. Y. Times* (2000) 11.
- [10] Y. Zhao, Y. Liu, Y. Li, Q. Hao, Development and Application of Resistance Strain Force Sensors, *Sensors* 20 (2020) 5826. <https://doi.org/10.3390/s20205826>.
- [11] A.S. Fiorillo, C.D. Critello, S.A. Pullano, Theory, technology and applications of piezoresistive sensors: A review, *Sens. Actuators Phys.* 281 (2018) 156–175. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2018.07.006>.
- [12] P.L. Rossiter, *The electrical resistivity of metals and alloys*, Cambridge university press, 1991.
- [13] K. Hoffmann, *An Introduction to Stress Analysis using Strain Gauges*, 2012. [https://www.hbm.com/fileadmin/mediapool/files/books/hoffmann-book/HBM\\_Karl-Hoffmann\\_An-Introduction-to-Stress-Analysis-using-Strain-Gauges.pdf](https://www.hbm.com/fileadmin/mediapool/files/books/hoffmann-book/HBM_Karl-Hoffmann_An-Introduction-to-Stress-Analysis-using-Strain-Gauges.pdf).
- [14] L.W. Yap, S. Gong, Y. Tang, Y. Zhu, W. Cheng, Soft piezoresistive pressure sensing matrix from copper nanowires composite aerogel, *Mater. Sci.* 61 (2016) 1624–1630. <https://doi.org/10.1007/s11434-016-1149-0>.
- [15] W. Zeng, X.-M. Tao, S. Chen, S. Shang, H.L.W. Chan, S.H. Choy, Highly durable all-fiber nanogenerator for mechanical energy harvesting, *Environ. Sci.* 6 (2013) 2631–2638. <https://doi.org/10.1039/c3ee41063c>.
- [16] M. Park, J. Im, M. Shin, Y. Min, J. Park, H. Cho, S. Park, M.-B. Shim, S. Jeon, D.-Y. Chung, J. Bae, J. Park, U. Jeong, K. Kim, Highly stretchable electric circuits from a composite material of silver nanoparticles and elastomeric fibres, *Nat. Nanotechnol.* 7 (2012) 803–809. <https://doi.org/10.1038/nnano.2012.206>.

- [17] Y. Zang, F. Zhang, C. Di, D. Zhu, Advances of flexible pressure sensors toward artificial intelligence and health care applications, *Mater. Horiz.* (2015) 140–156. <https://doi.org/10.1039/C4MH00147H>.
- [18] C. Celle, A. Cabos, T. Fontecave, B. Laguitton, A. Benayad, L. Guettaz, N. Pélissier, V.H. Nguyen, D. Bellet, D. Munoz-Rojas, Oxidation of copper nanowire based transparent electrodes in ambient conditions and their stabilization by encapsulation: Application to transparent film heaters, *Nanotechnology* 29 (2018) 085701. <https://doi.org/10.1088/1361-6528/aaa48e>.
- [19] N.L. Nguyen, N. Colonna, A. Ferretti, N. Marzari, Koopmans-compliant spectral functionals for extended systems, *Phys Rev X* 8 (2017) 021051. <https://doi.org/10.1103/PhysRevX.8.021051>.
- [20] W.M. Linhart, R. Kudrawiec, Temperature dependence of band gaps in dilute bismides, *Semicond. Sci. Technol.* 33 (2018) 073001. <https://doi.org/10.1088/1361-6641/aacc4b>.
- [21] S.-H. Wei, A. Zunger, Predicted band-gap pressure coefficients of all diamond and zinc-blende semiconductors: Chemical trends, *Phys. Rev. B* 60 (n.d.) 5404. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.60.5404>.
- [22] J. Simon, V. Protasenko, C. Lian, H. Xing, D. Jena, Polarization-Induced Hole Doping in Wide-Band-Gap Uniaxial Semiconductor Heterostructures, *Science* 327 (2010) 60–64. <https://doi.org/10.1126/science.1183226>.
- [23] W.P. Mason, R.N. Thurston, Use of Piezoresistive Materials in the Measurement of Displacement, Force, and Torque, *J. Acoust. Soc. Am.* 29 (1957) 1096–1101. <https://doi.org/10.1121/1.1908710>.
- [24] S.S. Kumar, B.D. Pant, Design principles and considerations for the ‘ideal’ silicon piezoresistive pressure sensor: a focused review, *Microsyst Technol* 20 (2014) 1213–1247. <https://doi.org/10.1007/s00542-014-2215-7>.
- [25] G. Lammel, S. Armbruster, C. Schelling, H. Benzel, J. Brasas, M. Illing, R. Gampp, V. Senz, F. Schafer, S. Finkbeiner, Next generation pressure sensors in surface micromachining technology, in: 13th Int. Conf. Solid-State Sens. Actuators Microsyst. 2005 Dig. Tech. Pap. TRANSDUCERS05, IEEE, 2005: pp. 35–36.
- [26] L. Duan, D.R. D’hooge, L. Cardon, Recent progress on flexible and stretchable piezoresistive strain sensors: From design to application, *Prog. Mater. Sci.* 114 (2020) 100617. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100617>.
- [27] X. Wu, Y. Han, X. Zhang, C. Lu, Highly Sensitive, Stretchable, and Wash-Durable Strain Sensor Based on Ultrathin Conductive Layer@Polyurethane Yarn for Tiny Motion Monitoring, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 8 (2016) 9936–9945. <https://doi.org/10.1021/acsami.6b01174>.
- [28] S. Iijima, Helical microtubules of graphitic carbon, *Nature* 354 (1991) 56–58. <https://doi.org/10.1038/354056a0>.
- [29] T. Yamada, Y. Hayamizu, Y. Yamamoto, Y. Yomogida, A. Izadi-Najafabadi, D.N. Futaba, K. Hata, A stretchable carbon nanotube strain sensor for human-motion detection, *Nat. Nanotechnol.* 6 (2011) 296–301. <https://doi.org/10.1038/nnano.2011.36>.
- [30] K. Suzuki, K. Yataka, Y. Okumiya, S. Sakakibara, K. Sako, H. Mimura, Y. Inoue, Rapid-response, widely stretchable sensor of aligned MWCNT/elastomer composites for human motion detection, *Acs Sens.* 1 (2016) 817–825. <https://doi.org/10.1021/acssensors.6b00145>.

- [31] Y. Li, Y. Shang, X. He, Q. Peng, S. Du, E. Shi, S. Wu, Z. Li, P. Li, A. Cao, Overtwisted, resolvable carbon nanotube yarn entanglement as strain sensors and rotational actuators, *ACS Nano* 7 (2013) 8128–8135. <https://doi.org/10.1021/nn403400c>.
- [32] S. Chen, Y. Wei, S. Wei, Y. Lin, L. Liu, Ultrasensitive Cracking-Assisted Strain Sensors Based on Silver Nanowires/Graphene Hybrid Particles, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 8 (2016) 25563–25570. <https://doi.org/10.1021/acsami.6b09188>.
- [33] M.P. D'Evelyn, D.E. Slutz, B.E. Williams, Elastic properties of CVD diamond via dynamic resonance measurements., *MRS Online Proc. Libr. OPL* 383 (1995) 115. <https://doi.org/10.1557/PROC-383-115>.
- [34] A.A. Barlian, W.-T. Park, J.R. Mallon, A.J. Rastegar, B.L. Pruitt, Review: Semiconductor Piezoresistance for Microsystems, *IEEE* 97 (2009) 513–552. <https://doi.org/10.1109/JPROC.2009.2013612>.
- [35] S. Sahli, D.M. Aslam, Ultra-high sensitivity intra-grainpoly-diamond piezoresistors, *Sens. Actuators Phys.* 71 (1998) 193–197. [https://doi.org/10.1016/S0924-4247\(98\)00181-2](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(98)00181-2).
- [36] E. Louis, A. Macdiarmid, H.K. Chiang, Synthesis of Electrically Conducting Organic Polymers : Halogen Derivatives of Polyacetylene, (CH), *J. Chem. Soc. Chem. Commun.* 16 (1977) 578–580. <https://doi.org/10.1039/C39770000578>.
- [37] C.K. Chiang, C.R. Fincher, Jr., Y.W. Park, A.J. Heeger, H. Shirakawa, E.J. Louis, S.C. Gau, A.G. MacDiarmid, Electrical Conductivity in Doped Polyacetylene, *Phys Rev Lett* 39 (1977) 1098. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.39.1098>.
- [38] The Nobel Prize in Chemistry 2000, (2000). <https://www.nobelprize.org/prizes/chemistry/2000/press-release/>.
- [39] G. Kaur, R. Adhikari, P. Cass, M. Bown, P. Gunatillake, Electrically conductive polymers and composites for biomedical applications, *RSC Adv.* 5 (2015) 37553–37567. <https://doi.org/10.1039/C5RA01851J>.
- [40] B. Guo, L. Glavas, A.-C. Albertsson, Biodegradable and electrically conducting polymers for biomedical applications, *Prog. Polym. Sci.* 38 (2013) 1263–1286. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2013.06.003>.
- [41] J.R. Reynolds, B.C. Thompson, T.A. Skotheim, *Conjugated Polymers: Perspective, Theory, and New Materials* (4th ed.), CRC Press, 2019. <https://doi.org/10.1201/b22235>.
- [42] R. Balint, N.J. Cassidy, S.H. Cartmell, Conductive polymers: Towards a smart biomaterial for tissue engineering, *Acta Biomater.* 10 (2014) 2341–2353. <https://doi.org/10.1016/j.actbio.2014.02.015>.
- [43] R. Ravichandran, S. Sundarrajan, J.R. Venugopal, S. Mukherjee, S. Ramakrishna, Applications of conducting polymers and their issues in biomedical engineering, *J. R. Soc. Interface* 7 (2010). <https://doi.org/10.1098/rsif.2010.0120.focus>.
- [44] M.H. Gharahcheshmeh, K.K. Gleason, Texture and nanostructural engineering of conjugated conducting and semiconducting polymers, *Mater. Today Adv.* 8 (2020) 100086. <https://doi.org/10.1016/j.mtadv.2020.100086>.
- [45] G. Wallace, G. Spinks, Conducting polymers ? bridging the bionic interface, *Soft Matter* 3 (2007) 665. <https://doi.org/10.1039/b618204f>.
- [46] S.C. Rasmussen, Early Histroy of Conjugated Polymers, in: *Conjug. Polym. Perspect. Theory New Mater.*, 4th ed., CRC Press, 2019: pp. 1–35. <https://doi.org/10.1201/b22235>.
- [47] V.S. Jamadade, D.S. Dhawale, C.D. Lokhande, Studies on electrosynthesized leucoemeraldine, emeraldine and pernigraniline forms of polyaniline films and their

- supercapacitive behavior, *Synth. Met.* 160 (2010) 955–960. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2010.02.007>.
- [48] A. Soroudi, M. Skrifvars, Melt blending of carbon nanotubes/polyaniline/polypropylene compounds and their melt spinning to conductive fibres, *Synth. Met.* 160 (2010) 1143–1147. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2010.02.038>.
- [49] X. Liu, K.J. Gilmore, S.E. Moulton, G.G. Wallace, Electrical stimulation promotes nerve cell differentiation on polypyrrole/poly (2-methoxy-5 aniline sulfonic acid) composites, *J Neural Eng* 6 (2009) 065002. <https://doi.org/10.1088/1741-2560/6/6/065002>.
- [50] E. Falletta, P. Costa, C.D. Pina, S. Lanceros-Mendez, Development of high sensitive polyaniline based piezoresistive films by conventional and green chemistry approaches, *Sens. Actuators A* 220 (2014) 13–21. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2014.09.004>.
- [51] S.C. Rasmussen, Early History of Polypyrrole: The First Conducting Organic Polymer, *Bull Hist Chem* 40 (2015).
- [52] D.-H. Kim, S.M. Richardson-Burns, J.L. Hendricks, C. Sequera, D.C. Martin, Effect of immobilized nerve growth factor on conductive polymers: electrical properties and cellular response, *Adv. Funct. Mater.* 17 (2007) 79–86. <https://doi.org/10.1002/adfm.200500594>.
- [53] X. Cui, J.F. Hetke, J.A. Wiler, D.J. Anderson, D.C. Martin, Electrochemical deposition and characterization of conducting polymer polypyrrole/PSS on multichannel neural probes, *Sens. Actuators Phys.* 93 (2001) 8–18. [https://doi.org/10.1016/S0924-4247\(01\)00637-9](https://doi.org/10.1016/S0924-4247(01)00637-9).
- [54] Y. Li, K.G. Neoh, E.-T. Kang, Plasma protein adsorption and thrombus formation on surface functionalized polypyrrole with and without electrical stimulation, *J. Colloid Interface Sci.* 275 (2004) 488–495. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2004.02.060>.
- [55] A. Akkouch, G. Shi, Z. Zhang, M. Rouabhia, Bioactivating electrically conducting polypyrrole with fibronectin and bovine serum albumin, *J. Biomed. Mater. Res. Part Off. J. Soc. Biomater. Jpn. Soc. Biomater. Aust. Soc. Biomater. Korean Soc. Biomater.* 92 (2010) 221–231. <https://doi.org/10.1002/jbm.a.32357>.
- [56] S. Bousalem, C. Mangeney, M.M. Chehimi, T. Basinska, B. Miksa, S. Slomkowski, Synthesis, characterization and potential biomedical applications of N-succinimidyl ester functionalized, polypyrrole-coated polystyrene latex particles, *Colloid Polym. Sci.* 282 (2004) 1301–1307. <https://doi.org/10.1007/s00396-004-1065-8>.
- [57] N. Ferraz, M. Strømme, B. Fellström, S. Pradhan, L. Nyholm, A. Mihranyan, In vitro and in vivo toxicity of rinsed and aged nanocellulose–polypyrrole composites, *J. Biomed. Mater. Res. A* 100 (2012) 2128–2138. <https://doi.org/10.1002/jbm.a.34070>.
- [58] S. Meng, M. Rouabhia, G. Shi, Z. Zhang, Heparin dopant increases the electrical stability, cell adhesion, and growth of conducting polypyrrole/poly (L, L-lactide) composites, *J. Biomed. Mater. Res. Part Off. J. Soc. Biomater. Jpn. Soc. Biomater. Aust. Soc. Biomater. Korean Soc. Biomater.* 87 (2008) 332–344. <https://doi.org/10.1002/jbm.a.31735>.
- [59] S. Brahim, A. Guiseppi-Elie, Electroconductive hydrogels: Electrical and electrochemical properties of polypyrrole-poly (HEMA) composites, *Electroanal. Int. J. Devoted Fundam. Pract. Asp. Electroanal.* 17 (2005) 556–570. <https://doi.org/10.1002/elan.200403109>.
- [60] J.-W. Lee, F. Serna, J. Nickels, C.E. Schmidt, Carboxylic acid-functionalized conductive polypyrrole as a bioactive platform for cell adhesion, *Biomacromolecules* 7 (2006) 1692–1695. <https://doi.org/10.1021/bm060220q>.
- [61] Y. Liu, F. Wu, Synthesis and application of polypyrrole nanofibers: a review, *Nanoscale Adv* 5 (2023). <https://doi.org/10.1039/d3na00138e>.

- [62] Z. Qin, Y. Lv, X. Fang, B. Zhao, F. Niu, L. Min, K. Pan, Ultralight polypyrrole crosslinked nanofiber aerogel for highly sensitive piezoresistive sensor, *Chem. Eng. J.* 427 (2022) 131650. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.131650>.
- [63] D.D. Zhou, X.T. Cui, A. Hines, R.J. Greenberg, Conducting polymers in neural stimulation applications, *Implant. Neural Prostheses 2 Tech. Eng. Approaches* (2010) 217–252. [https://doi.org/10.1007/978-0-387-98120-8\\_8](https://doi.org/10.1007/978-0-387-98120-8_8).
- [64] C.A. Thomas, K. Zong, P. Schottland, J.R. Reynolds, Poly (3, 4-alkylenedioxyppyrrrole) s as highly stable aqueous-compatible conducting polymers with biomedical implications, *Adv. Mater.* 12 (2000) 222–225. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1521-4095\(200002\)12:3<222::AID-ADMA222>3.0.CO;2-D](https://doi.org/10.1002/(SICI)1521-4095(200002)12:3<222::AID-ADMA222>3.0.CO;2-D).
- [65] A. Peramo, M.G. Urbanchek, S.A. Spanninga, L.K. Povlich, P. Cederna, D.C. Martin, In situ polymerization of a conductive polymer in acellular muscle tissue constructs, *Tissue Eng. Part A* 14 (2008) 423–432. <https://doi.org/10.1089/tea.2007.0123>.
- [66] E. Mitiraka, M.J. Jafari, M. Vagin, X. Liu, M. Fahlman, T. Ederth, M. Berggren, M.P. Jonsson, X. Crispin, Oxygen-induced doping on reduced PEDOT, *J. Mater. Chem. A* 5 (2017) 4404–4412. <https://doi.org/10.1039/C6TA10521A>.
- [67] J. Simpson, S. Kirchmeyer, K. Reuter, Advances and applications of inherently conductive polymer technologies based on poly (3, 4-ethylenedioxythiophene), in: 2005 AIMCAL Fall Tech. Conf. 19th Int. Vac. Web Coat. Conf., 2005.
- [68] V. Mottaghitalab, G.M. Spinks, G.G. Wallace, The development and characterisation of polyaniline—single walled carbon nanotube composite fibres using 2-acrylamido-2 methyl-1-propane sulfonic acid (AMPSA) through one step wet spinning process, *Polymer* 47 (2006) 4996–5002. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2006.05.037>.
- [69] J. Zhou, G. Lubineau, Improving electrical conductivity in polycarbonate nanocomposites using highly conductive PEDOT/PSS coated MWCNTs, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 5 (2013) 6189–6200. <https://doi.org/10.1021/am4011622>.
- [70] H. Zeng, X. Zhu, Y. Liang, X. Guo, Interfacial layer engineering for performance enhancement in polymer solar cells, *Polymers* 7 (2015) 333–372. <https://doi.org/10.3390/polym7020333>.
- [71] L. Stepien, A. Roch, R. Tkachov, B. Leupolt, L. Han, N.V. Ngo, C. Leyens, Thermal operating window for PEDOT:PSS films and its related thermoelectric properties, *Synth. Met.* 225 (2017) 49–54. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2016.11.017>.
- [72] U. Lang, N. Naujoks, J. Dual, Mechanical characterization of PEDOT:PSS thin films, *Synth. Met.* 159 (2009) 473–479. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2008.11.005>.
- [73] Y. Ding, M.A. Invernale, G.A. Sotzing, Conductivity Trends of PEDOT-PSS Impregnated Fabric and the Effect of Conductivity on Electrochromic Textile, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 2 (2010) 1588–1593. <https://doi.org/10.1021/am100036n>.
- [74] K. Rohtlaid, G.T.M. Nguyen, C. Soyer, E. Cattani, F. Vidal, C. Plesse, Poly(3,4-ethylenedioxythiophene):Poly(styrene sulfonate)/Polyethylene Oxide Electrodes with Improved Electrical and Electrochemical Properties for Soft Microactuators and Microsensors, *Adv. Electron. Mater.* 5 (2019) 1800948. <https://doi.org/10.1002/aelm.201800948>.
- [75] K.H. Hong, K.W. Oh, T.J. Kang, Preparation and properties of electrically conducting textiles by in situ polymerization of poly(3,4-ethylenedioxythiophene), *J. Appl. Polym. Sci.* 97 (2005) 1326–1332. <https://doi.org/10.1002/app.21835>.



- [76] H. Wu, C. Lahuec, F. Seguin, L. Dupont, A. Khaldi, Sensitive stretchable textile transducer based on Lycra1880/PEGDA/PEDOT:PSS, in: 2022 IEEE Sens., IEEE, Dallas, TX, USA, 2022. <https://doi.org/10.1109/SENSOR52175.2022.9967155>.
- [77] P. Calvert, D. Duggal, P. Patra, A. Agrawal, A. Sawhney, Conducting Polymer and Conducting Composite Strain Sensors on Textiles, *Mol. Cryst. Liq. Cryst.* 484 (n.d.) 291/[657]-302/[668]. <https://doi.org/10.1080/15421400801904690>.
- [78] J. Eom, R. Jaisutti, H. Lee, W. Lee, J.-S. Heo, J.-Y. Lee, S.K. Park, Y.-H. Kim, Highly sensitive textile strain sensors and wireless user-interface devices using all-polymeric conducting fibers, *ACS Appl. Mater. Interfaces* 9 (2017) 10190–10197. <https://doi.org/10.1021/acsami.7b01771>.
- [79] M.Z. Seyedin, J.M. Razal, P.C. Innis, G.G. Wallace, Strain-responsive polyurethane/PEDOT: PSS elastomeric composite fibers with high electrical conductivity, *Adv. Funct. Mater.* 24 (2014) 2957–2966. <https://doi.org/10.1002/adfm.201303905>.
- [80] A. El Zein, C. Huppé, C. Cochrane, Development of a Flexible Strain Sensor Based on PEDOT:PSS for Thin Film Structures, *Sensors* 17 (2017) 1337. <https://doi.org/10.3390/s17061337>.
- [81] M. Bhattacharjee, M. Soni, P. Escobedo, R. Dahiya, PEDOT:PSS Microchannel-Based Highly Sensitive Stretchable Strain Sensor, *Adv. Electron. Mater.* 6 (2020) 2000445. <https://doi.org/10.1002/aelm.202000445>.
- [82] X. He, J. Shi, Y. Hao, L. Wang, X. Qin, J. Yu, PEDOT:PSS/CNT composites based ultra-stretchable thermoelectrics and their application as strain sensors, *Compos. Commun.* 27 (2021) 100822. <https://doi.org/10.1016/j.coco.2021.100822>.
- [83] X. Feng, X. Wang, M. Wang, S. Zhou, C. Dang, C. Zhang, Y. Chen, H. Qi, Novel PEDOT dispersion by in-situ polymerization based on sulfated nanocellulose, *Chem. Eng. J.* 418 (2021) 129533. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2021.129533>.
- [84] R. Luo, X. Li, H. Li, B. Du, S. Zhou, A stretchable and printable PEDOT:PSS/PDMS composite conductors and its application to wearable strain sensor, *Prog. Org. Coat.* 162 (2022) 106593. <https://doi.org/10.1016/j.porgcoat.2021.106593>.
- [85] B.-U. Hwang, J.-H. Lee, T.Q. Trung, E. Roh, D.-I. Kim, S.-W. Kim, N.-E. Lee, Transparent Stretchable Self-Powered Patchable Sensor Platform with Ultrasensitive Recognition of Human Activities, *ACS Nano* 9 (2015) 8801–8810. <https://doi.org/10.1021/acs.nano.5b01835>.
- [86] H. Deng, L. Lin, M. Ji, S. Zhang, M. Yang, Q. Fu, Progress on the morphological control of conductive network in conductive polymer composites and the use as electroactive multifunctional materials, *Prog. Polym. Sci.* 39 (2014) 627–655. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2013.07.007>.
- [87] D. Meoli, T. May-Plumlee, Interactive electronic textile development: A review of technologies, *J. Text. Appar. Technol. Manag.* 2 (2002) 1–12.
- [88] L. Groenendaal, F. Jonas, D. Freitag, H. Pielartzik, J.R. Reynolds, Poly (3, 4-ethylenedioxythiophene) and its derivatives: past, present, and future, *Adv. Mater.* 12 (2000) 481–494. [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1521-4095\(200004\)12:7<481::AID-ADMA481>3.0.CO;2-C](https://doi.org/10.1002/(SICI)1521-4095(200004)12:7<481::AID-ADMA481>3.0.CO;2-C).
- [89] S. Raman, A.R. Sankar, Intrinsically conducting polymers in flexible and stretchable resistive strain sensors: a review, *J Mater Sci* 57 (2022) 13152–13178. <https://doi.org/10.1007/s10853-022-07479-z>.

- [90] F.C. Krebs, Fabrication and processing of polymer solar cells: A review of printing and coating techniques, *Sol. Energy Mater. Sol. Cells* 93 (2009) 394–412. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2008.10.004>.
- [91] S.F. Tedde, J. Kern, T. Sterzl, J. Furst, P. Lugli, O. Hayden, Fully spray coated organic photodiodes, *Nano Lett.* 9 (2009) 980–983. <https://doi.org/10.1021/nl803386y>.
- [92] Y. Wen, J. Xu, Scientific Importance of Water-Processable PEDOT-PSS and Preparation, Challenge and New Application in Sensors of Its Film Electrode: A Review, *J. Polym. Sci. Part Polym. Chem.* 55 (2017) 1121–1150. <https://doi.org/10.1002/pola.28482>.
- [93] Y.-H. Ha, N. Nikolov, S.K. Pollack, J. Mastrangelo, B.D. Martin, R. Shashidhar, Towards a Transparent, Highly Conductive Poly(3,4-ethylenedioxythiophene), *Adv Funct Mater* (2004). <https://doi.org/10.1002/adfm.200305059>.
- [94] N. Kim, I. Petsagkourakis, S. Chen, M. Berggren, X. Crispin, M.P. Jonsson, I. Zozoulenko, Charge Transport in PEDOT Thin Films, in: *Conjug. Polym. Prop. Process. Appl.*, 4th ed., CRC Press, 2019: p. 84. <https://www.taylorfrancis.com/chapters/edit/10.1201/9780429190520-3/electric-transport-properties-pedot-thin-films-nara-kim-ioannis-petsagkourakis-shangzhi-chen-magnus-berggren-xavier-crispin-magnus-jonsson-igor-zozoulenko>.
- [95] D. Bhattacharyya, R.M. Howden, D.C. Borrelli, K.K. Gleason, Vapor phase oxidative synthesis of conjugated polymers and applications, *J. Polym. Sci. Part B Polym. Phys.* 50 (2012) 1329–1351. <https://doi.org/10.1002/polb.23138>.
- [96] T. Ojio, S. Miyata, Highly Transparent and Conducting Polypyrrole–Poly(vinyl alcohol) Composite Films Prepared by Gas State Polymerization, *Polym. J.* 18 (1986) 95–98. <https://doi.org/10.1295/polymj.18.95>.
- [97] S.G. Im, K.K. Gleason, Systematic Control of the Electrical Conductivity of Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) via Oxidative Chemical Vapor Deposition, *Macromolecules* 40 (2007) 6552–6556. <https://doi.org/10.1021/ma0628477>.
- [98] J.P. Lock, S.G. Im, K.K. Gleason, Oxidative chemical vapor deposition of electrically conducting poly (3, 4-ethylenedioxythiophene) films, *Macromolecules* 39 (2006) 5326–5329. <https://doi.org/10.1021/ma060113o>.
- [99] H. Chelawat, S. Vaddiraju, K. Gleason, Conformal, Conducting Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) Thin Films Deposited Using Bromine as the Oxidant in a Completely Dry Oxidative Chemical Vapor Deposition Process, *Chem. Mater.* 22 (2010) 2864–2868. <https://doi.org/10.1021/cm100092c>.
- [100] S. Nie, Z. Li, Y. Yao, Y. Jin, Progress in Synthesis of Conductive Polymer Poly(3,4-Ethylenedioxythiophene), *Front. Chem.* 9 (2021). <https://doi.org/10.3389/fchem.2021.803509>.
- [101] C. Plesse, A. Khaldi, Q. Wang, E. Cattan, D. Teyssié, C. Chevrot, F. Vidal, Polyethylene oxide–polytetrahydrofuran–PEDOT conducting interpenetrating polymer networks for high speed actuators, *Smart Mater. Struct.* 20 (2011) 124002. <https://doi.org/10.1088/0964-1726/20/12/124002>.
- [102] M. Zahid, H. Anwer Rathore, H. Tayyab, Z. Ahmad Rehan, I. Abdul Rashid, M. Lodhi, U. Zubair, I. Shahid, Recent developments in textile based polymeric smart sensor for human health monitoring: A review, *Arab. J. Chem.* 15 (2022) 103480. <https://doi.org/10.1016/j.arabjc.2021.103480>.
- [103] K.E. Petersen, Silicon as a mechanical material, *Proc. IEEE* 70 (1982) 420–457. <https://doi.org/10.1109/PROC.1982.12331>.

- [104] S. Armbruster, F. Schafer, G. Lammel, H. Artmann, C. Schelling, H. Benzel, S. Finkbeiner, F. Larmer, R. Ruther, O. Paul, A novel micromachining process for the fabrication of monocrystalline Si-membranes using porous silicon, in: *TRANSDUCERS03 12th Int. Conf. Solid-State Sens. Actuators Microsyst. Dig. Tech. Pap. Cat No 03TH8664*, IEEE, 2003: pp. 246–249. <https://doi.org/10.1109/SENSOR.2003.1215299>.
- [105] T.C. Duc, J.F. Creemer, P.M. Sarro, Piezoresistive Cantilever Beam for Force Sensing in Two Dimensions, *IEEE Sens. J.* 7 (2007). <https://doi.org/10.1109/JSEN.2006.886992>.
- [106] M. Maroufi, A. Bazaei, A. Mohammadi, S.R. Moheimani, Tilted beam piezoresistive displacement sensor: Design, modeling, and characterization, *J. Microelectromechanical Syst.* 24 (2015) 1594–1605. <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2015.2426180>.
- [107] L.M. Roylance, J.B. Angell, A batch-fabricated silicon accelerometer, *IEEE Trans. Electron Devices* 26 (1979) 1911–1917. <https://doi.org/10.1109/T-ED.1979.19795>.
- [108] Z. Shen, A.G.P. Kottapalli, V. Subramaniam, M. Asadnia, J. Miao, M. Triantafyllou, Biomimetic flow sensors for biomedical flow sensing in intravenous tubes, in: *2016 IEEE Sens.*, IEEE, 2016: pp. 1–3. <https://doi.org/10.1109/ICSENS.2016.7808905>.
- [109] M. Shi, H. Wu, J. Zhang, M. Han, B. Meng, H. Zhang, Self-powered wireless smart patch for healthcare monitoring, *Nano Energy* 32 (2017) 479–487. <https://doi.org/10.1016/j.nanoen.2017.01.008>.
- [110] S. Takamatsu, T. Lonjaret, D. Crisp, J.-M. Badier, G.G. Malliaras, E. Ismailova, Direct patterning of organic conductors on knitted textiles for long-term electrocardiography, *Sci. Rep.* 5 (2015) 15003. <https://doi.org/10.1038/srep15003>.
- [111] S. Lee, Y. Inoue, D. Kim, A. Reuveny, K. Kuribara, T. Yokota, J. Reeder, M. Sekino, T. Sekitani, Y. Abe, A strain-absorbing design for tissue–machine interfaces using a tunable adhesive gel, *Nat. Commun.* 5 (2014) 5898. <https://doi.org/10.1038/ncomms6898>.
- [112] L.M. Ferrari, U. Ismailov, J.-M. Badier, F. Greco, E. Ismailova, Conducting polymer tattoo electrodes in clinical electro- and magneto-encephalography, *NPJ Flex. Electron.* 4 (2020) 4.
- [113] R. Salvado, C. Lopes, L. Szojda, P. Araújo, M. Gorski, F.J. Velez, J. Castro-Gomes, R. Krzywon, Carbon fiber epoxy composites for both strengthening and health monitoring of structures, *Sensors* 15 (2015) 10753–10770. <https://doi.org/10.3390/s150510753>.
- [114] H. Zhang, E. Bilotti, T. Peijs, The use of carbon nanotubes for damage sensing and structural health monitoring in laminated composites: a review, *Nanocomposites* 1 (2015) 167–184. <https://doi.org/10.1080/20550324.2015.1113639>.
- [115] A. Naghashpour, S. Van Hoa, A technique for real-time detecting, locating, and quantifying damage in large polymer composite structures made of carbon fibers and carbon nanotube networks, *Struct. Health Monit.* 14 (2015) 35–45. <https://doi.org/10.1177/1475921714546063>.
- [116] J. Karger-Kocsis, H. Mahmood, A. Pegoretti, Recent advances in fiber/matrix interphase engineering for polymer composites, *Prog. Mater. Sci.* 73 (2015) 1–43. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2015.02.003>.
- [117] H. Wang, M. Totaro, L. Beccai, Toward Perceptive Soft Robots: Progress and Challenges, *Adv. Sci.* 5 (2018) 1800541. <https://doi.org/10.1002/adv.201800541>.
- [118] X. Cheng, F. Zhang, W. Dong, Soft Conductive Hydrogel-Based Electronic Skin for Robot Finger Grasping Manipulation, *Polymers* 14 (2022) 3930. <https://doi.org/10.3390/polym14193930>.

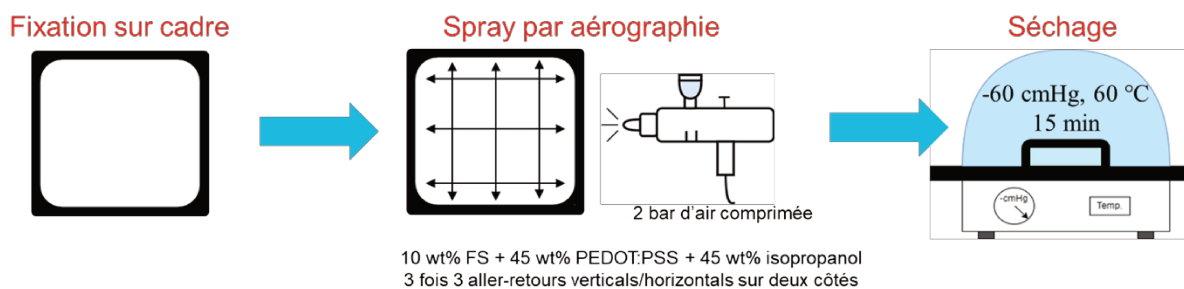
- [119] T. Kalsoom, N. Ramzan, S. Ahmed, M. Ur-Rehman, Advances in sensor technologies in the era of smart factory and industry 4.0, *Sensors* 20 (2020) 6783. <https://doi.org/10.3390/s20236783>.
- [120] Q. Shi, B. Dong, T. He, Z. Sun, J. Zhu, Z. Zhang, C. Lee, Progress in wearable electronics/photonics—Moving toward the era of artificial intelligence and internet of things, *InfoMat* 2 (2020) 1131–1162. <https://doi.org/10.1002/inf2.12122>.
- [121] T. Xia, C. Chen, Evolution of pressure drop across electrospun nanofiber filters clogged by solid particles and its influence on indoor particulate air pollution control, *J. Hazard. Mater.* 402 (2021) 123479. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2020.123479>.
- [122] Z. Ma, X. Liu, T. Zhang, Measurement and optimization on the energy consumption of fans in semiconductor cleanrooms, *Build. Environ.* 197 (2021) 107842. <https://doi.org/10.1016/j.buildenv.2021.107842>.
- [123] D. Kaya, F. Çanka Kılıç, H.H. Öztürk, Energy Efficiency in Fans, in: *Energy Manag. Energy Effic. Ind. Pract. Ex.*, Springer, 2021: pp. 419–425. [https://doi.org/10.1007/978-3-030-25995-2\\_14](https://doi.org/10.1007/978-3-030-25995-2_14).
- [124] NF EN 13053:2019, Ventilation des bâtiments - Centrales de traitement d'air - Classification et performance des unités, composants et sections, (2019).
- [125] P. Jia, Y. Shi, F. Song, Y. Bei, C. Huang, M. Zhang, L. Hu, Y. Zhou, Bio-based and degradable vitrimer-graphene/graphene oxide composites with self-healing ability stimulated by heat, electricity and microwave as temperature and fire warning sensors, *Compos. Sci. Technol.* 227 (2022) 109573.
- [126] Y. Li, W. Chen, L. Lu, Wearable and biodegradable sensors for human health monitoring, *ACS Appl. Bio Mater.* 4 (2020) 122–139.
- [127] A. Demongeot, R. Groote, H. Goossens, T. Hoeks, F. Tournilhac, L. Leibler, Cross-linking of poly (butylene terephthalate) by reactive extrusion using Zn (II) epoxy-vitrimer chemistry, *Macromolecules* 50 (2017) 6117–6127.
- [128] TextileAddict, Les fibres synthétiques, (2022). <https://textileaddict.me/les-fibres-synthetiques/> (accessed September 15, 2023).
- [129] J. Hu, J. Lu, Y. Zhu, New Developments in Elastic Fibers, *Polym. Rev.* 48 (2008) 275–301. <https://doi.org/10.1080/15583720802020186>.
- [130] M.G. Tadesse, D.A. Mengistie, Y. Chen, L. Wang, C. Loghin, V. Nierstrasz, Electrically conductive highly elastic polyamide/lycra fabric treated with PEDOT:PSS and polyurethane, *J. Mater. Sci.* 54 (2019) 9591–9602. <https://doi.org/10.1007/s10853-019-03519-3>.
- [131] E.M. Hicks, A.J. Ultee, J. Drougas, Spandex Elastic Fibers: Development of a new type of elastic fiber stimulates further work in the growing field of stretch fabrics., *Science* 147 (1965) 373–379. <https://doi.org/10.1126/science.147.3656.373>.
- [132] The LYCRA Company, Why choose LYCRA® EcoMade fiber?, (2023). <https://www.lycra.com/en/business/search-technologies/lycra-ecomade-fiber> (accessed September 13, 2023).
- [133] G. Bhat, S. Chand, S. Yakopson, Thermal properties of elastic fibers, *Thermochim. Acta* 367–368 (2001) 161–164. [https://doi.org/10.1016/S0040-6031\(00\)00673-0](https://doi.org/10.1016/S0040-6031(00)00673-0).
- [134] Groupe Payen, (2024). <https://www.groupepayen.com/en>.
- [135] Filix, (2024). <https://www.filix.fr/>.
- [136] U. Lang, E. Müller, N. Naujoks, J. Dual, Microscopical Investigations of PEDOT:PSS Thin Films, *Adv. Funct. Mater.* 19 (2009) 1215–1220. <https://doi.org/10.1002/adfm.200801258>.

- [137] R. Vanjari, T. Guntreddi, K.N. Singh, AIBN-initiated metal free amidation of aldehydes using N-chloroamines, *Green Chem* 16 (2014) 351–356. <https://doi.org/10.1039/C3GC41548A>.
- [138] N.P. Patel, C.M. Aberg, A.M. Sanchez, M.D. Capracotta, J.D. Martin, R.J. Spontak, Morphological, mechanical and gas-transport characteristics of crosslinked poly(propylene glycol): homopolymers, nanocomposites and blends, *Polymer* 45 (2004) 5941–5950. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2004.06.024>.
- [139] U. Lang, J. Dual, Mechanical Properties of the Intrinsically Conductive Polymer Poly(3,4-Ethylenedioxythiophene) Poly(Styrenesulfonate) (PEDOT/PSS), *Key Eng. Mater.* 345–346 (2007) 1189–1192. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/KEM.345-346.1189>.
- [140] G. Cao, S. Cai, Y. Chen, D. Zhou, H. Zhang, Y. Tian, Facile synthesis of highly conductive and dispersible PEDOT particles, *Polymer* 252 (2022) 124952. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2022.124952>.
- [141] H. Wu, F. Seguin, V. Koncar, C. Cochrane, L. Dupont, C. Lahuec, A. Khaldi, Stretchable piezoresistive textile yarn strain transducer for low deformation detection, *Sens. Actuators Phys.* 363 (2023) 114755. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2023.114755>.
- [142] Z. Nie, J.W. Kwak, M. Han, J.A. Rogers, Mechanically Active Materials and Devices for Bio-Interfaced Pressure Sensors—A Review, *Adv. Mater.* (2022) 2205609. <https://doi.org/10.1002/adma.202205609>.
- [143] Y. Xiao, S. Jiang, X. Zhao, H. Jiang, W. Zhang, Crack-enhanced mechanosensitivity of cost-effective piezoresistive flexible strain sensors suitable for motion detection, *Smart Mater. Struct.* 27 (2018) 105049. <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2019.100617>.
- [144] P. Li, K. Sun, J. Ouyang, Stretchable and Conductive Polymer Films Prepared by Solution Blending, *ACS Appl Mater Interfaces* 7 (2015) 18415–18423. <https://doi.org/10.1021/acsami.5b04492>.
- [145] B. Park, J. Kim, D. Kang, C. Jeong, K.S. Kim, J.U. Kim, P.J. Yoo, T. Kim, Dramatically Enhanced Mechanosensitivity and Signal-to-Noise Ratio of Nanoscale Crack-Based Sensors: Effect of Crack Depth, *Adv. Mater.* 28 (2016) 8130–8137. <https://doi.org/10.1002/adma.201602425>.
- [146] A. Abed, Z. Samouh, C. Cochrane, F. Boussu, O. Cherkaoui, R. El Moznine, J. Vieillard, Piezo-Resistive Properties of Bio-Based Sensor Yarn Made with Sisal Fibre, *Sensors* 21 (2021) 4083. <https://doi.org/10.3390/s21124083>.
- [147] X. Liao, Q. Liao, Z. Zhang, X. Yan, Q. Liang, Q. Wang, M. Li, Y. Zhang, A Highly Stretchable ZnO@Fiber-Based Multifunctional Nanosensor for Strain/Temperature/UV Detection, *Adv. Funct. Mater.* 26 (2016) 3074–3081. <https://doi.org/10.1002/adfm.201505223>.
- [148] J.R. Bautista-Quijano, P. Pötschke, H. Brünig, G. Heinrich, Strain sensing, electrical and mechanical properties of polycarbonate/multiwall carbon nanotube monofilament fibers fabricated by melt spinning, *Polymer* 82 (2016) 181–189. <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2015.11.030>.

## Annexe 1 : Fonctionnalisation de membrane électrofilée par enduction par spray

L'objectif de cette expérience est la caractérisation de flux d'air par un film piézo-résistif. La membrane utilisée comme substrat élastique a été fabriquée par le partenaire l'ENSAIT par électrofilage. Cette membrane légère et poreuse permet de se déformer sous la faible vitesse du flux d'air. Celle-ci est fonctionnalisée par enduction par spray du PEDOT:PSS afin de la rendre conductrice. Les variations du débit d'air et de l'élongation peuvent être détectées par une mesure de la variation de la résistance électrique de la membrane.

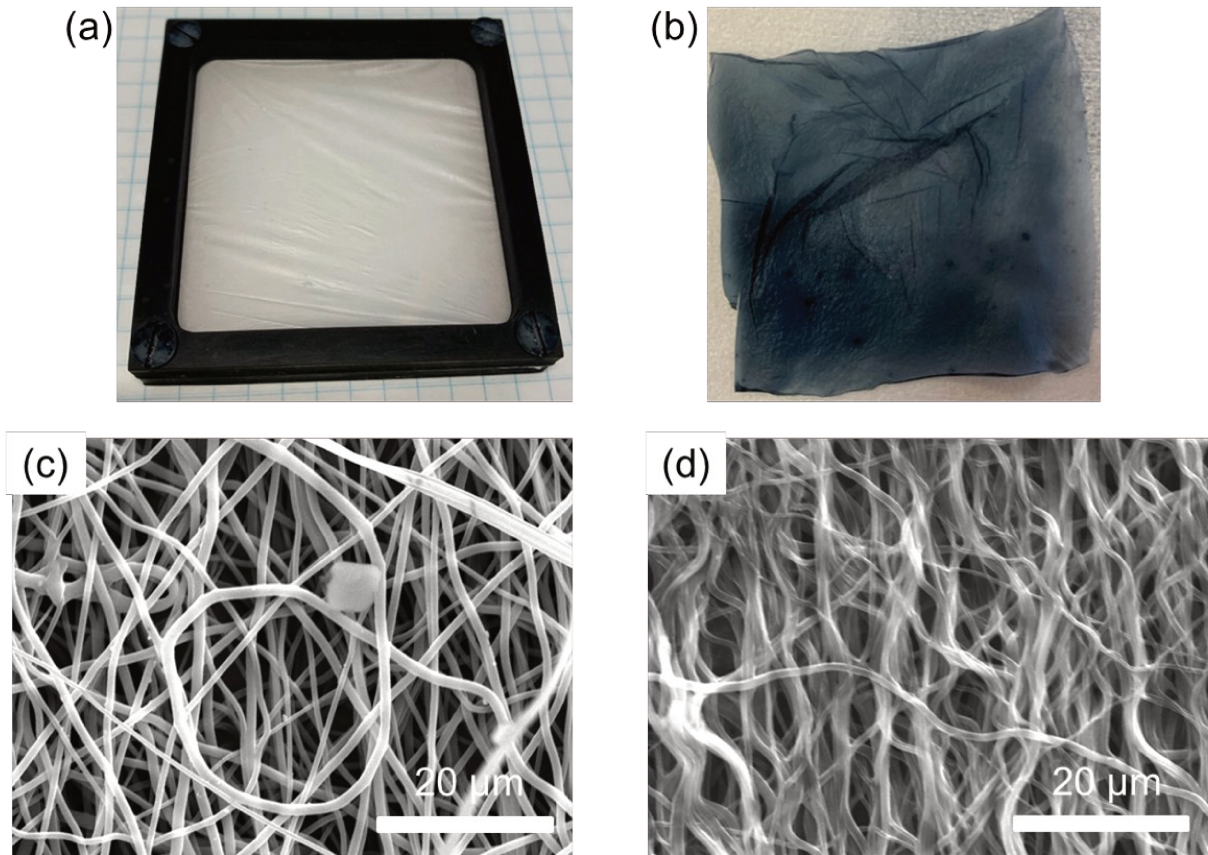
Le protocole de la fonctionnalisation est montré dans la Figure A1-1.



**Figure A1-1** : Protocole de la fonctionnalisation des membrane électrofilée par spray.

Étant donné que l'épaisseur de la membrane est trop fine de l'ordre de 30  $\mu\text{m}$ , afin de faciliter la manipulation, la membrane est dans un premier temps fixée sur un cadre carré de 5 cm  $\times$  5 cm. Ensuite, le spray est effectué par une aérogaphie avec de l'air comprimé de 2 bar. La dispersion utilisée contient 10 wt% de fluoro-surfactant (FS) Capstone FS-30, 45 wt% de PEDOT:PSS Clevios-P et 45 wt% d'isopropanol. Afin d'observer une surface homogène, 3 fois 3 aller-retours verticaux/horizontaux sur les deux côtés de la membrane sont réalisés avec une vitesse d'environ 5 cm/s. Finalement, la membrane est séchée dans un dessiccateur sous-vide de -60 cmHg à 60  $^{\circ}\text{C}$  pendant 15 min.

La Figure A1-2 montre les photos et les images MEB de la membrane avant et après la fonctionnalisation.



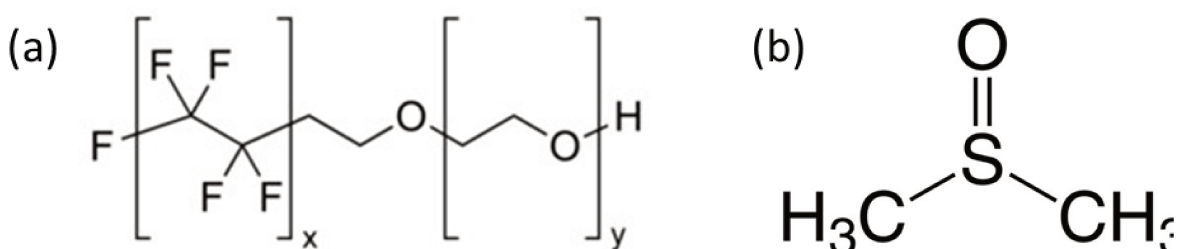
**Figure A1-2** : Photos de la membrane (a) avant et (b) après la fonctionnalisation. Images MEB de la membrane (c) avant et (d) après la fonctionnalisation.

Avant la fonctionnalisation, la membrane vierge a une couleur blanche. Après, une couleur homogène en bleu foncé a été observée, ceci montre une fonctionnalisation homogène de la membrane par spray de PEDOT:PSS contenant du FS et de l'isopropanol. Cela peut être prouvé également par une résistance de l'ordre de 10 kΩ entre 2 points d'1 cm. Les images MEB avant et après la fonctionnalisation représentent de même morphologie de la membrane, ce qui signifie que la membrane reste toujours perméable au flux d'air.

## Annexe 2 : Méthode de fonctionnalisation par traitement de surface

Zonyl® étant tensioactif fluoré est largement utilisé. Il permet non seulement d'augmenter les interactions adhésives entre le substrat et la couche conductrice en diminuant la tension superficielle, mais aussi de plastifier le polymère conducteur afin d'améliorer son extensibilité, ainsi de bonifier sa conductivité. Le Zonyl® FS-300 (FS) est un matériau amphiphile qui consiste une tête hydrophile de poly(oxyde d'éthylène) et une queue hydrophobe de poly(tétrafluoroéthylène), comme illustré dans la Figure III-HHH(a). Ce produit a été remplacé récemment par Capstone™ FS-30 commercialisé par Chemours™.

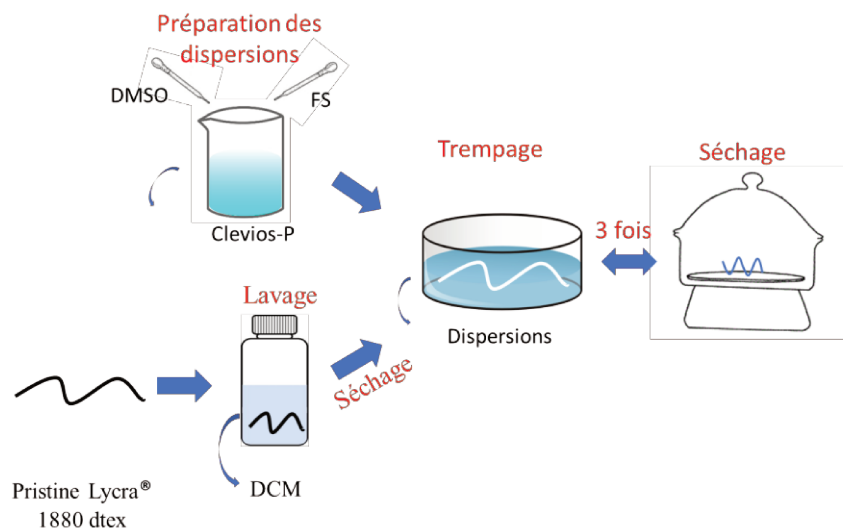
Dans le cas de cette méthode de fonctionnalisation, le solvant organosulfuré polaire diméthylsulfoxyde (DMSO) est ajouté afin d'améliorer la conductivité de PEDOT:PSS. Sa structure moléculaire est présentée dans la Figure A2-1(b). Ce produit était commandé chez Sigma-Aldrich en liquide incolore, avec la masse volumique de 1,1 g/cm<sup>3</sup>.



**Figure A2-1** : (a) Structure moléculaire du Zonyl® FS-300. (b) Structure moléculaire du DMSO.

Le protocole est montré dans la Figure A2-2.

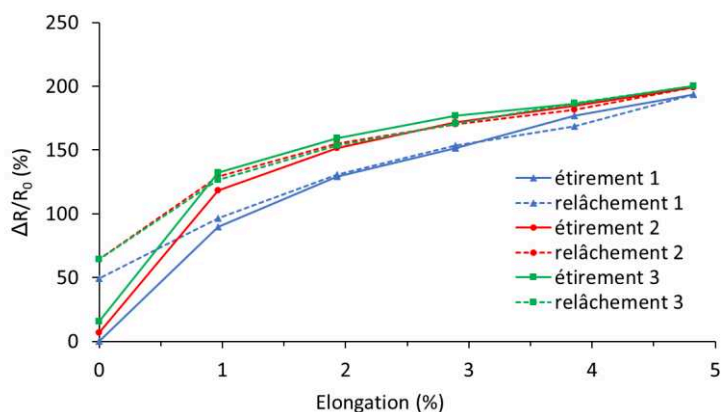




**Figure A2-2** : Protocole de la fonctionnalisation du Lycra® par traitement de surface.

Il commence par la préparation des mélanges avec différentes quantités du FS et du DMSO dans la dispersion commerciale de PEDOT :PSS. Les concentrations des composants sont référées des travaux de Savagatrup et al. [1] : 0%, 5% et 10% de DMSO et 0,1%, 1% et 10% de FS (ratios massiques par rapport à la dispersion de Clevios-P, 9 échantillons en total). Le fil Lycra® 1880 dtex lavé, comme précédant, est ensuite trempé dans ces mélanges pendant 1 min et séché dans un dessiccateur sous vide de -60 cmHg à 60°C pendant 15min. Cette étape de la déposition du PEDOT :PSS est répétée trois fois.

La caractérisation des propriétés électromécaniques du transducteur fabriqué est effectuée sur un banc manuel, qui permet d'étirer le fil avec une précision de l'ordre de 5 µm. La résistance du transducteur est mesurée par un multimètre. La valeur de la résistance initiale pour un échantillon de 50 mm est de 6,74 kΩ. Un entraînement préalable du transducteur avec 100 cycles de 20% d'étirement est effectué. Après cette étape d'entraînement et 2 h de temps de pose, la résistance augmente jusqu'à 19,7 kΩ. Le résultat de la variation relative de la résistance ( $\Delta R/R_0$ , avec  $\Delta R$  la variation de la résistance absolue par rapport à la valeur initiale  $R_0$ ), après entraînement, est montré avec 3 cycles d'étirement/relâchement de l'élongation entre 0 et 5%, Figure A2-3. Entre chaque cycle de déformation, un temps de stabilisation de 30 min est appliqué afin que la résistance du transducteur se stabilise.

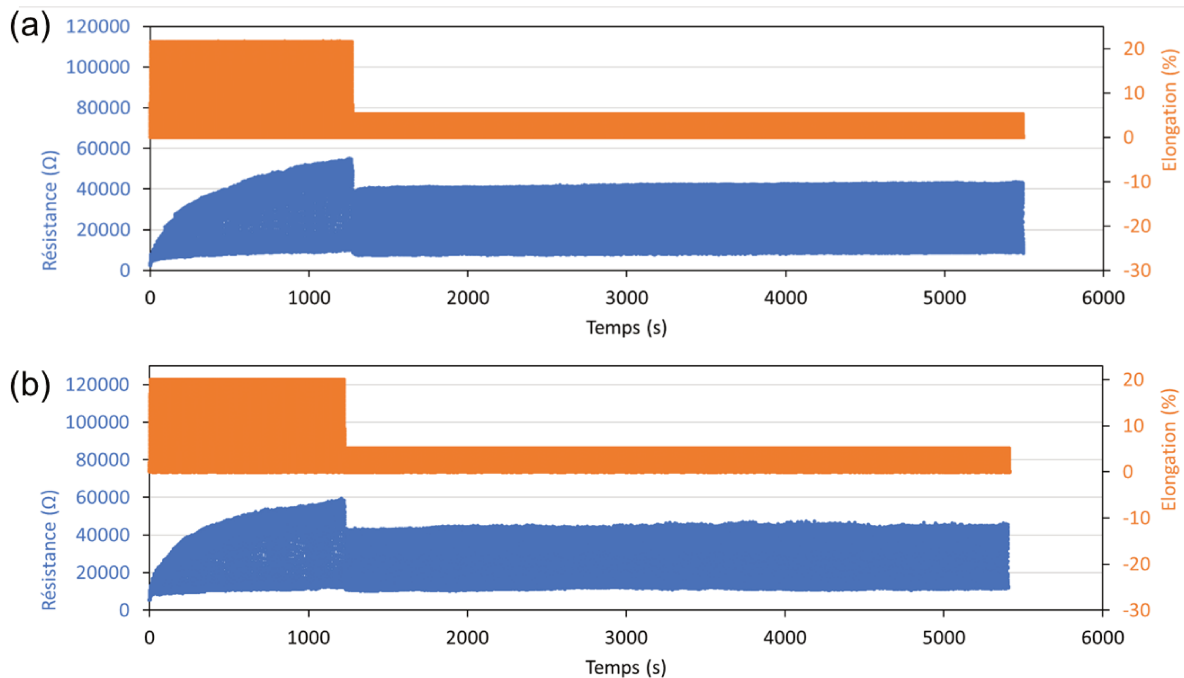


**Figure A2-3** : Propriétés électromécaniques du transducteur fonctionnalisé par traitement de surface.

Pour le premier étirement, une augmentation de la résistance de 190% est observée pour une élongation de 5%. Lorsque la longueur du fil revient à sa valeur initiale, la résistance à l'état au repos est 50% supérieure à la résistance de départ de 19,7 kΩ. Après une stabilisation de 30 min, la variation de la résistance diminue à 10%. Le facteur de jauge moyenné avec ces 3 cycles de déformation est de 38.

[1] S. Savagatrup *et al.*, "Plasticization of PEDOT:PSS by common additives for mechanically robust organic solar cells and wearables sensors" *Adv. Func. Mat.*, vol. 25, p. 427-436, Jan. 2015, doi: 10.1002/adfm.201401758

## Annexe 3 : Propriétés électromécaniques du transducteur fonctionnalisé avec enduction par trempage



**Figure A3-1** : Deux essais de caractérisation des propriétés électromécaniques du transducteur avec une étape d'entraînement et à une déformation d'intérêt de 0 à 5% pendant 1000 cycles. Facteur de jauge moyen (a) = 80 et (b) = 54. Avec le même phénomène de trois essais, il est démontré que les propriétés électromécaniques du transducteur sont robustes.

## Annexe 4 : Algorithme du programme Matlab

```
% Importation des données partir du fichier Excel
num = xlsread('ly1880lavé_EDOT15_240423_100x40.xlsx');
num_2 = num(:, 2);

figure(1)
plot(num(:, 1), num_filt)

% Trouver les pics maximaux
[pks_max, locs_max] = findpeaks(num_filt);

% Trouver les pics minimaux
[pks_min, locs_min] = findpeaks(-num_filt);
pks_min = -pks_min;

% Déterminer le nombre de cycles à calculer
num_cycles = min(length(pks_min), length(pks_max));

% Initialiser cycle_results en tant que cellule vide
cycle_results = cell(num_cycles, 1);

for i = 1:num_cycles
% Extraire les données d'un cycle
cycle_data = num_2(locs_min(i):locs_max(i));

% Calculer la valeur souhaitée pour le cycle
resistance_max = max(cycle_data(:, 3));
resistance_min = min(cycle_data(:, 3));
value = (resistance_max - resistance_min) / resistance_min;

% Stocker le résultat dans la cellule cycle_results
cycle_results{i} = value;

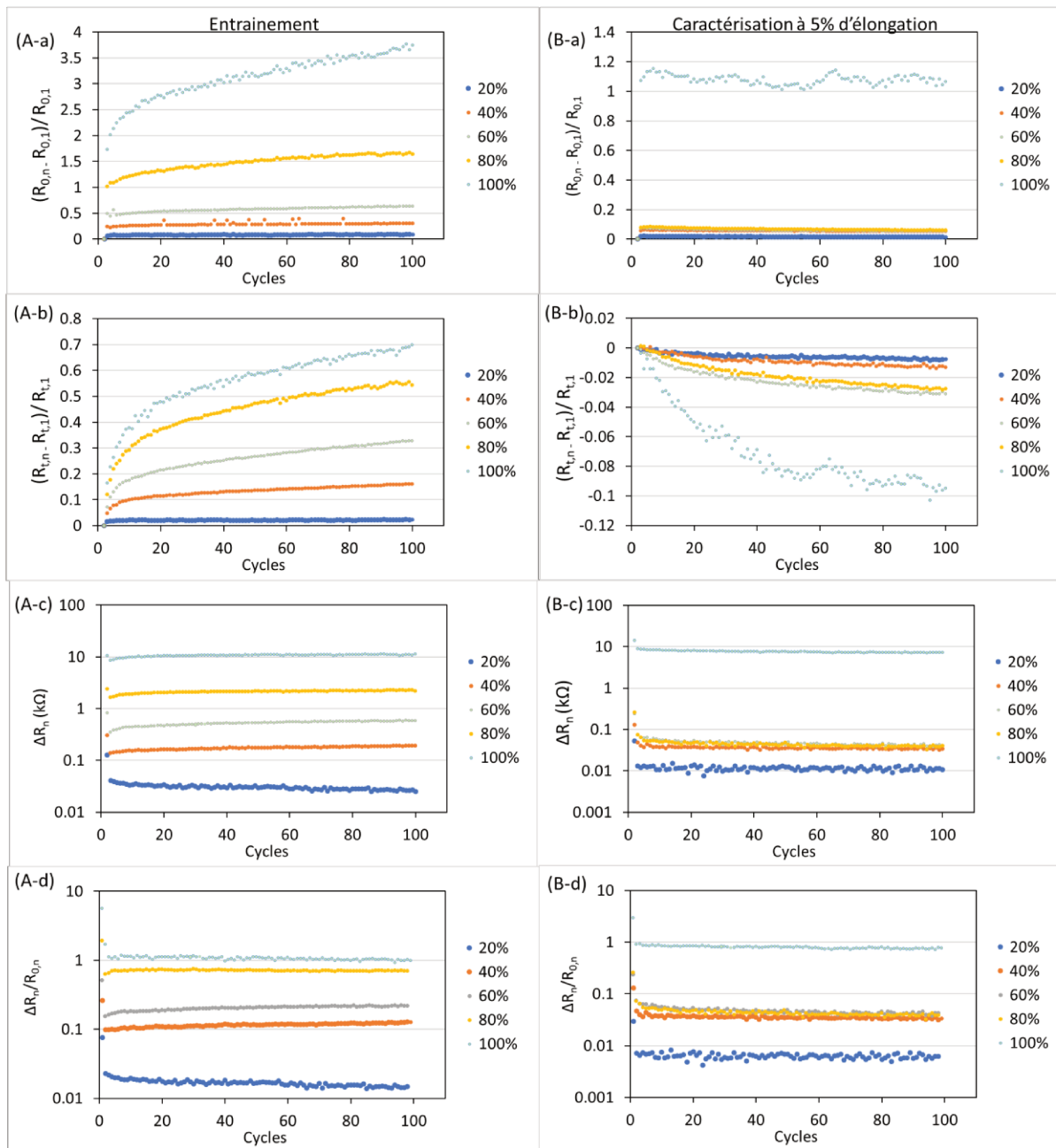
end

% Obtenir le vecteur de temps correspondant aux indices locs_min
time_cycles = num(locs_max(1:num_cycles), 1);
disp(length(time_cycles));
disp(length(cycle_results));

% Tracer le rapport en fonction du temps
figure(num_cycles + 2)
plot(num(:, 1), cycle_results, 'o-')
xlabel('Temps')
ylabel('Rapport (Max - Min) / Min')
```

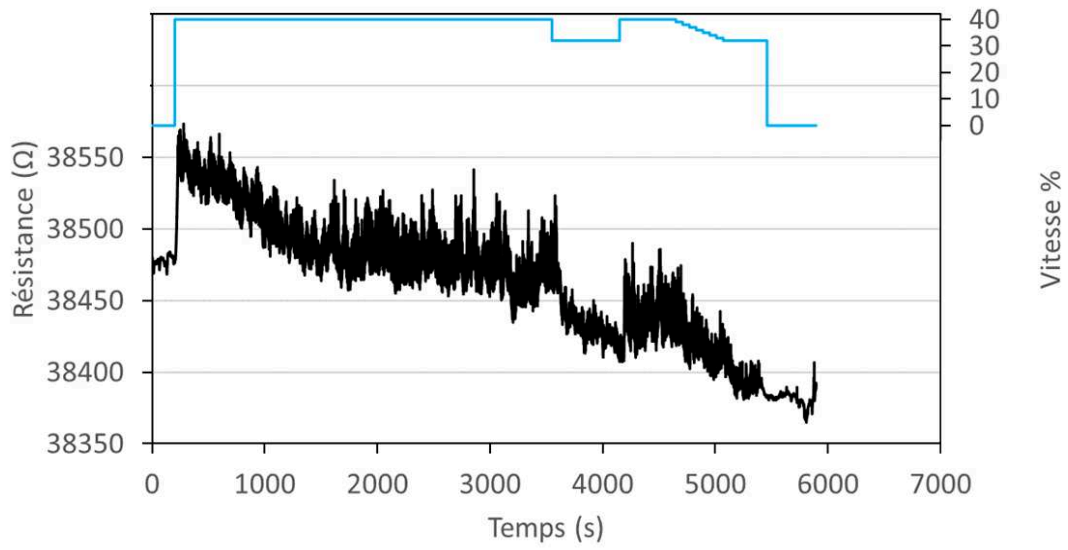
## **Annexe 5 : Caractérisation des propriétés électromécaniques des échantillons EDOT40 et EDOT50**

Pour présenter plus clairement les impacts de l'entraînement à différent pourcentage d'élongation, les résistances au relâchement et à l'étirement, les variations de la résistances absolue et relative sont illustrées dans la Figure IV-LLA. Cependant, étant donné que les tests sont effectués avec les échantillons de différents lots de fabrication, les résistances initiales des échantillons sont donc différentes. Pour démontrer plus clairement la tendance de la variation, les résistances au relâchement et à l'étirement sont présentées en rapport sous forme de  $(R_{0,n} - R_{0,1})/R_{0,1}$  et  $(R_{t,n} - R_{t,1})/R_{t,1}$  respectivement.



**Figure A5-1 :** Résistance à l'état (a) relâchement et (b) à l'étirement, variation de la résistance (c) absolue et (d) relative pour chaque cycle pendant (A) l'entraînement à différentes elongations et (B) la caractérisation à 5%.

## Annexe 6 : Caractérisation du flux d'air par le transducteur



**Figure A6-1** : Variation de la résistance en fonction de la vitesse du flux d'air dans un CTA.





**Titre :** Développement de transducteur piézo-résistifs sur substrat textile pour caractérisation de flux d'air

**Mots clés :** Transducteur piézo-résistif, PEDOT, fil flexible, perte de charge

**Résumé :** L'objectif de ce travail est le développement de solution de détection de perte de charge d'un filtre à air qui doit être intégré à celui-ci pour un fonctionnement dans une centrale de traitement d'air (CTA). En effet, la perte de charge des filtres augmente avec la durée d'utilisation, et cette évolution a un impact non négligeable sur la consommation énergétique des ventilateurs de la CTA.

Un système de mesure a été développé à partir de capteurs commerciaux connectés à un microcontrôleur, cependant ce système n'est pas perméable au flux d'air. Une solution de détection textile, basée sur le phénomène de la piézo-résistivité a été donc proposée et développée. Le substrat de base textile qui a été choisi est l'élasthanne pour ses propriétés d'élasticité, et sa capacité à se déformer sous faible contrainte.

Ce matériau a été fonctionnalisé par deux techniques avec un polymère  $\pi$  conjugué, le poly(3,4-éthylènedioxythiophène), possédant des propriétés semi-conductrices et apportant une conductivité exploitable à un fil textile unitaire sur des longueurs de l'ordre du mètre. Ces fils textiles fonctionnalisés ont été caractérisés mécaniquement, morphologiquement, électriquement et électro-mécaniquement. Les résultats ont montré une affinité de la couche conductrice sur le substrat textile, et des procédés d'entraînement ont été établis afin d'améliorer les réponses électromécaniques pour une elongation de 5%. Pour finir, des tests préliminaires de détection sur une gaine de ventilation à l'échelle du laboratoire et sur une CTA à l'échelle industrielle ont permis de conclure que ces fils pouvaient discriminer des vitesses d'air allant de 1 à 3 m/s.

**Title:** Development of piezoresistive transducers on textile substrate for airflow characterization

**Keywords:** Piezoresistive transducer, PEDOT, flexible yarn, pressure drop

**Abstract:** The aim of this work is to develop a pressure drop detecting system, which is to be integrated onto an air filter in an air handling unit (AHU). Indeed, filter pressure drop increases with the duration of use, and the evolution has a significant impact on the energy consumption of AHU.

A measurement system has been developed using commercial sensors connected to a microcontroller. But this system is not permeable to airflow. A textile sensing solution, based on the piezoresistive phenomenon, was therefore proposed and developed. The textile substrate chosen was elastane, because of its elasticity and ability to deform under low stress.

This material was functionalized by two techniques with a  $\pi$  conjugated polymer, poly(3,4-ethylenedioxythiophene), possessing semiconducting properties and bringing exploitable conductivity to a unitary textile yarn over lengths of the order of a meter. These functionalized textile yarns were characterized mechanically, morphologically, electrically and electromechanically. The results demonstrated the affinity of the conductive layer to the textile substrate, and training procedures were established to improve electromechanical responses at 5% elongation. Finally, preliminary detection tests on a laboratory-scale ventilation duct and on an industrial-scale AHU concluded that these yarns could discriminate air velocities ranging from 1 to 3 m/s.