

L'Université des sciences et technologie de Lille 1

Pour obtenir le grade de

Docteur de l'université de Lille 1

Dans le domaine de

L'Automatique et traitement du signal

Par

Nicolas TRIFIGNY

Titre de la thèse :

**Mesure in-situ et connaissance des
phénomènes mécaniques au sein d'une
structure tissée multicouches**

Numéro d'ordre: 41360

Soutenue le 9 décembre devant la commission d'examen composée de :

Jean Yves DREAN,	Professeur des Universités, UHA, Mulhouse,	rapporteur
René ROSSI,	Directeur de la recherche, EMPA, Saint Gallen, Suisse,	rapporteur
Daniel COUTELLIER,	Professeur des Universités, ENSIAME, UVHA, Valenciennes,	examineur
Emmanuelle VIDAL SALLE,	Professeur des Universités, INSA Lyon,	examineur
François BOUSSU,	Maître de Conférences, ENSAIT,	encadrant
Vladan KONCAR,	Professeur des Universités, ENSAIT,	Directeur de thèse
Cédric COCHRANE,	Maître de Conférences, ENSAIT,	invité
Damien SOULAT,	Professeur des Universités, ENSAIT,	invité



Mots clés :

- | | |
|---------------------------|---------------------------|
| 1 Capteurs filaires | 5 Fibre de verre |
| 2 Capteurs d'allongements | 6 Pedot :pss |
| 3 Tissage | 7 Mesure In-situ |
| 4 Interlock | 8 Capteurs piézorésistifs |

Résumé :

Cette thèse a été menée dans le cadre du projet ANR Numtiss. Ce projet vise à mettre au point un outil informatique de modélisation numérique du tissage. Un tel outil permettra d'apporter une plus grande précision dans la conception des préformes composites structurelles et ainsi réduire leurs temps et coûts de développements. L'objectif de la thèse est d'apporter des connaissances sur les phénomènes mécaniques agissant sur les fils au cours du tissage. Parmi ces phénomènes, la déformation longitudinale des fils de chaînes peut conduire à une perte de performances mécaniques irréversibles de ceux-ci et représente le cœur de cette étude.

Un capteur d'allongement filaire a été conçu pour réaliser les mesures *In-situ* sur les fils de chaînes pendant le tissage. Celui-ci devant être à la fois représentatif des fils de chaîne (en fibre de verre E) utilisés, robuste pour résister à tout le processus de tissage, non intrusif par rapport aux autres fils et sensible aux petites déformations (inférieures à 1%). Le capteur est composé d'un roving de verre E recouvert localement (30mm) d'une enduction piézo-résistive à base de PEDOT:PSS et de PVA. Il a été caractérisé par une série de tests sur banc de traction. Une fois ces paramètres de fabrications optimisés, le capteur a été reproduit en série. Cette série de capteurs a permis de réaliser une campagne de mesure *In-situ* sur un métier à tisser industriel, configuré pour le tissage de tissu 3D interlock orthogonal 4 couches. Les résultats démontrent l'influence des éléments consécutifs de la machine à tisser à travers des variations significatives et caractéristiques sur l'allure des signaux des capteurs.

English title:

In situ measurements and understanding of the mechanical phenomenons in a multilayers woven structure.

Key words:

- | | |
|------------------|--------------------------|
| 1 Sensors yarns | 5 E-glass fibres |
| 2 Strain sensors | 6 Pedot :pss |
| 3 Weaving | 7 In-situ measurements |
| 4 Interlock | 8 Piezoresistive sensors |

Abstract :

This thesis was conducted within the framework of the ANR project Numtiss. This project aims to develop a software tool for numerical modeling of weaving. Such a tool will provide greater accuracy in the design of structural composite preform and thus reduce time and cost of developments. The aim of the thesis is to provide knowledge on mechanical phenomena acting on the yarns during weaving. Among these phenomena, the longitudinal stress of the warp yarns can lead to irreversible loss of mechanical performances of these yarns. The study focuses on this phenomenon.

A stress yarn sensor has been designed to perform *in-situ* measurements of the warp yarns during weaving. It had to be representative of the warp yarns used (E-glassfibres), be robust to withstand the whole process of weaving, be non-intrusive compared to the other yarns and be sensitive to small deformations (less than 1 %). The final sensor consists in an E-glass roving locally covered (30mm) by a piezo-resistive coating based on PEDOT:PSS and PVA. It was characterized by a series of tests on a tensile tester bench. Once these manufacturing parameters were optimized, the sensor has been reproduced in series. This series of sensors has run a campaign of *in-situ* measurements on an industrial weaving loom configured for producing 4 layers 3D orthogonal interlock fabric. The results show the influence of the consecutive elements of the loom through significant and characteristics changes in the appearance of sensor signals.

Université des Sciences et Technologie de Lille (USTL)
Laboratoire GEMTEX de l'Ecole Nationale Supérieure des Arts et Industries Textiles
2, allée Louise et Victor Champier BP30329. 59056 Roubaix (France)

Remerciements

Tout d'abord je me dois de remercier l'ANR (Agence nationale pour la recherche) qui a financé mon travail de thèse au sein du projet Numtiss (Modélisation numérique du procédé de tissage des renforts fibreux pour matériaux composites) dans le cadre du programme de recherche ANR-09-MAPR-0018.

Je souhaite aussi remercier François BOUSSU, Maître de conférences à l'Ensait et Vladan KONCAR, Professeur des universités à l'Ensait, respectivement encadrant et directeur de ma thèse. Ils m'ont non seulement choisi et fait confiance pour ce travail de recherche, mais aussi soutenu tout au long de ces 3 années.

J'adresse mes remerciements à messieurs Jean Yves DREAN, Professeur des Universités, UHA, Mulhouse et René ROSSI, Directeur de la recherche, EMPA, Saint Gallen, Suisse, pour avoir accepté d'être les rapporteurs de mon travail de thèse. J'exprime également ma gratitude à monsieur Daniel COUTELLIER, Professeur des Universités, ENSIAME, UVHA, Valenciennes, et madame Emmanuelle VIDAL SALLE, Professeur des Universités, INSA Lyon, pour avoir pris part au jury de soutenance.

Lors de mes différents travaux dans les laboratoires, ateliers et bureaux du Gemtex (Ensait, Roubaix) j'ai reçu l'aide technique et scientifique des membres de ce laboratoire de recherche. Je souhaite donc remercier spécialement le professeur Damien SOULAT, les docteurs Fern Mary KELLY, Cédric COCHRANE, Saad NAUMAN et les techniciens de tissage Nicolas DUMONT et Tomasz KROMOWSKA.

Tout au long de ces trois années de recherches, j'ai pu apprécier l'excellente ambiance qui règne parmi les doctorants et « assimilés » du laboratoire. Je me dois de citer (et je m'excuse envers ceux que j'oublierai) quelques-uns de mes collègues « de la science » qui sont devenus des amis. Merci donc à Maxime KOWALSKI, Jean Vincent RISICATO, Boris DUCHAMP, Adrienne LECA, Guillaume LEMORT, Jonas BOUCHARD, Benjamin PROVOST, Vanessa PASQUET, Madiha ALOUI, Marie LEFEBVRE. J'ajoute une mention spéciale pour Jérôme VILFAYEAU qui a été mon partenaire de bureau et de recherche sur projet Numtiss. Sa sympathie et sa disponibilité ont rendu les années de travail en sa compagnie très agréables.

Il est temps maintenant que je remercie mes amis, mes proches et mes parents. Tous m'ont énormément apporté et soutenu dans les moments difficiles. Grâce à eux ces 3 années ont été une formidable expérience de vie. A Géraldine, j'adresse un remerciement spécial, pour toute l'aide et le soutien qu'elle m'a donné.

Enfin je souhaite dédier ce travail de thèse de doctorat à mes deux grands-pères, Raymond et Roland que j'ai perdu au cours de ces dernières années d'études. Grâce à eux j'ai appris à écrire et compter, mais surtout, ils m'ont donnés chacun à leurs manières le goût de la création, de la curiosité technique et du savoir au sens large. Je souhaite donc leur envoyer mon plus grand merci.

Table des matières

Introduction Générale	2
I. Etat de l'art sur les capteurs textiles	7
I.1. Capteurs mécaniques généralités	8
I.1.1. Jauges de déformations	8
I.1.2. Capteurs d'allongements capacitifs	9
I.1.3. Capteurs Piézo-électriques	10
I.1.4. Capteurs à fibres optiques	12
I.1.5. Capteur d'allongement textile à électrode mobile	14
I.2. Capteurs Piézo-résistifs souples et textiles	16
I.2.1. Les composites polymères conducteurs (CPC)	16
I.2.2. Polymères conducteurs.....	29
I.2.3. Piézo-résistivité des fibres de carbone	42
I.2.4. Capteurs sur base de structure textile et fils conducteurs	42
I.2.5. Enductions piézo-résistives.....	47
I.2.6. Capteurs filaires structurés à filaments piézo-résistifs	55
I.3. Conclusion	60
II. Conception, fabrication et caractérisation des capteurs fils	63
II.1. Recherches préliminaires	64
II.1.1. Le mélange	64
II.1.2. Expérimentations	65
II.2. Méthodes de production et de tests.....	67
II.2.1. Préparation des produits actifs (PEDOT:PSS).....	67
II.2.2. Enduction : mise en place du processus	69
II.2.3. Réalisation de capteurs.....	72
II.2.4. Banc de traction	76
II.2.5. Chaîne d'acquisition de données	77
II.2.6. Traitement de données.....	81
II.3. Tests et caractérisations.....	85
II.3.1. Résistivité électrique	85
II.3.2. Comportement mécanique des fils de verre	89
II.3.3. Caractérisation des films d'enduction	92

II.3.4. Caractérisation des capteurs.....	95
II.4. Conclusion	103
III. Mesure des efforts subis par un fil de verre pendant le processus de tissage	105
III.1. Description du tissage et des tissus réalisés	105
III.1.1. Principe général du tissage	105
III.1.2. Tissage sur machine à tisser industrielle Dornier	107
III.1.3. Contraintes appliquées aux fils de chaîne.....	109
III.1.4. Armures de tissage sélectionnées dans le projet	111
III.1.5. Variables du procédé de tissage investiguées	115
III.2. Mise en place du système de mesure	116
III.2.1. Sélection des capteurs	116
III.2.2. Mise en œuvre des fils capteurs	117
III.2.3. Réalisation de vidéos rapides.....	120
III.3. Résultats de mesure	122
III.3.1. Résultats première génération de capteurs	122
III.3.2. Signaux relevés en fonction des zones de la machine à tisser.....	123
III.3.3. Conversion directe des signaux de $\Delta R/R_0$ en valeur de déformation ($\epsilon\%$)	130
III.3.4. Exploitation des images de vidéo rapides.....	130
III.4. Analyse des résultats.....	132
III.4.1. Allure générale des signaux	132
III.4.2. Influence des mouvements du peigne et des cadres.....	132
III.4.3. Différence de niveau de contrainte entre les positions « levé » et « baissé » des cadres	133
III.4.4. Évolution de l'amplitude moyenne des signaux au cours du tissage	133
III.5. Optimisations possibles.....	134
III.6. Conclusion	135
Conclusion générale	138
Bibliographie générale	142

Table des illustrations

Figures

Figure 0-1:	Schématisation du principe de fonctionnement l'outil de conception de tissu interlock 3D NUMTISS.....	3
Figure I-1:	Schéma de jauge de déformation classique.....	8
Figure I-2:	Jauges de déformation capacitives souples sur polyimide, de Zeiser et Al.[20].....	9
Figure I-3:	Représentations schématiques des jauges capacitives interdigitales de Matsuzaki et Todoroki[23].....	10
Figure I-4:	Structure schématique (a) et coupe en section (b) d'un composite à fibres actives (extrait des travaux de Lin et al. [25]).....	11
Figure I-5:	Schématisation du principe du réseau de Bragg.....	12
Figure I-6:	Shématisation d'une fibre optique simple mode à zone de raccord progressif biconique.[29].....	13
Figure I-7:	Puissance optique de sortie (pour une longueur d'onde $\lambda = 1550\text{nm}$) en fonction du déplacement pour des diamètres de 40, 33 et $22\mu\text{m}$ (d'après Arregui et al. [29]).....	13
Figure I-8:	schéma du capteur d'allongement de Gibbs et Asada.[30].....	14
Figure I-9:	Réponse électrique (en Ω) du capteur de Gibbs et Asada à un mouvement angulaire (en $^\circ$) d'une articulation [30]......	15
Figure I-10:	Évolution du logarithme de la résistivité d'un CPC en fonction de son taux de charge. (Miniatures I, II et III) Représentation schématique de l'arrangement des particules conductrices dans la matrice. [13].....	17
Figure I-11:	Représentation graphique de la répartition des charges dans la matrice ainsi que des contacts entre-elles.	17
Figure I-12:	Représentation schématique de l'effet tunnel, entre deux particules conductrices, à travers une matrice polymère [31]......	18
Figure I-13:	Évolution de la résistivité des CPC de Flandin et al. en fonction du taux de charges conductrices [32].	20
Figure I-14:	Évolution de la résistance et des résistivités parallèles et perpendiculaires en fonction de l'allongement, d'un CPC chargé à 20 % en volume de NCHS [32].	21
Figure I-15:	Les 4 régimes d'évolution de la résistivité en fonction de l'allongement selon Flandin et al. [33], pour un CPC de EO et NCHS aux taux de 20 (v/v)%.....	22
Figure I-16:	Réarrangement des chemins de conduction lors de l'étrirage selon Flandin et al. [33].....	23
Figure I-17:	Allongement imposé et Variation de résistance relative en fonction du temps pour le capteur de Bilotti [34]. Enduction concentrée à 2% en masse de CNT dans le CPC. (a) 15% d'allongement max (b) 30% d'allongement max.....	24
Figure I-18:	Contraintes à la rupture pour des CPC composés de différentes charges, à différentes concentrations.[32].....	25
Figure I-19:	Évolution de la résistance relative en fonction de l'allongement relatif pour des fils de PA6 et PU. [37].....	26
Figure I-20:	Schématisation du procédé d'analyse des micro-ruptures par traitement d'image [38]......	27
Figure I-21:	Modélisation et résultats expérimentaux de l'évolution de la résistance relative en fonction de la déformation des fils de PU enduits PPy [38].	28
Figure I-22:	Structure chimiques des principaux polymères conducteurs.....	29
Figure I-23:	Résistance électrique et allongement en fonction du temps pour des échelons d'allongement et de relâchement [46].	31

Figure I-24:	Variation de résistance relative en fonction de l'allongement relatif sur trois cycles. (a) 3 m.% de PANI. (b) 4 m.%. (c) 5 m.% [49].	32
Figure I-25:	(a) résistance, allongement et contrainte en fonction du temps. (b) résistance en fonction du temps pour des cycles à 1% d'allongement et pour différents taux de charges [49].	33
Figure I-26:	Représentations graphiques des monomères de 3,4-éthylènedioxythiophène (gauche) et de styrène sulfonates (droite), constitutifs du PEDOT:PSS.	34
Figure I-27:	Densité de courant en fonction du temps dans deux films de PEDOT:PSS, le premier dans une atmosphère inerte de di-azote et le second à l'air libre.	35
Figure I-28:	Diagramme Contrainte-déformation pour des films de PEDOT:PSS dans 3 niveaux d'humidité relative (23, 40 et 55%). [52].	35
Figure I-29:	capteur d'angle de déformation flexible de Latessa et al. [53].	36
Figure I-30:	Influence de la concentration en dopant secondaire sur la résistivité d'une enduction à concentration de PEDOT:PSS constante.[55].	37
Figure I-31:	Résultats des tests en déchirement menés sur les substrats enduits à différents taux d'EG.[55].	38
Figure I-32:	Conductivité en fonction de la concentration en PEDOT:PSS (en masse) dans la solution.[56].	38
Figure I-33:	Influence de la concentration en NMP sur la conductivité, dans des solutions de PEDOT:PSS plus ou moins concentrées.[56].	39
Figure I-34:	Contrainte à la rupture en fonction du ratio de PEDOT/PVA. [57].	40
Figure I-35:	Allongement à la rupture en fonction du ratio de PEDOT/PVA. [57].	40
Figure I-36:	Module d'Young en fonction du ratio de PEDOT/PVA. [57].	40
Figure I-37:	Clichés réalisés par observation au microscope électronique à balayage, de films de PEDOT:PSS/PVA à différent ratio de PEDOT. [57].	41
Figure I-38:	Vue 3D d'un capteur de vibration à base de fibre de carbone [58].	42
Figure I-39:	Variation de la résistance électrique en fonction de l'allongement pour les 4 capteurs de Guo. (a) tissu élastique enduit, (b) tissu inélastique enduit, (c) tissu élastique avec fil conducteur et (d) tissu inélastique avec fil conducteur [59].	44
Figure I-40:	Résistance en fonction du temps des capteurs à base de PEDOT-PSS sur une répétition de 25 cycles d'allongement à 5% et relaxation. (a) comportement en surface, facteur de jauge positif [60]; (b) comportement à cœur, facteur de jauge négatif [61].	45
Figure I-41:	Résistance en fonction du temps lors de tests multi-cycles à différentes valeurs d'allongement pour un tricot de PES enduit au PEDOT [62].	46
Figure I-42:	Évolution de résistance relative en fonction de l'allongement relatif[64].	48
Figure I-43:	Vue en coupe d'un capteur au microscope électronique à balayage [14].	49
Figure I-44:	effort et résistance relative en fonction de la déformation d'un composite et de son capteur intégré [14].	49
Figure I-45:	Représentation géométrique de la position des capteurs dans une structure tissée interlock 5 couches [68].	50
Figure I-46:	Variation de résistance relative en fonction du temps pour les deux capteurs (supérieur=noir et inférieur=vert) d'un échantillon de composite 3D interlock 5 couches de verre, en flexion 3 points [68].	51
Figure I-47:	Observation au MEB de la surface de fibres de verre enduites de NTC/PP à 5,5 m.% [69]. (a) enduction sans recuit, non uniforme avec zones non couvertes. (b) grandissement plus important sur une fibre enduit sans recuit. (c) Fibres de verre enduits au NTC/PP puis recuits. Surface uniformément couverte. (d) grandissement plus important sur une fibre enduite et recuite.	52
Figure I-48:	Contrainte et résistance relative en fonction de l'allongement du capteur, avec ratio massique de 14,5 m.%. $R_0 = 494 \text{ k}\Omega$ [35].	53

Figure I-49:	Contrainte et résistance relative en fonction de l'allongement d'un capteur dans un barreau de résine PP, testé en quasi-statique (1 mm/min). 5,5 m.% d'enduction dans le fil et 0,5 m.% de NTC dans l'enduction. L'espacement initial des mords est de 20 mm [69].	54
Figure I-50:	Capteurs d'Huang et al. à différentes valeurs d'élongation [70]. (a) guipage simple et (b) guipage double du fil d'âme par les filaments enduits au carbone (FEC)	55
Figure I-51:	Évolution de la résistance en fonction de l'allongement relatif pour le FEC seul (a), les capteurs à guipage simple (b) et à double guipage (c) [70].	57
Figure I-52:	Signaux de sortie des capteurs et signaux de références pour des fréquences respiratoires de 10 BPM (a) et 30 BPM (b). En rose les signaux du capteur et en bleu ceux du système de respiration artificielle [70].	57
Figure I-53:	Forces et résistances pour les configurations de capteurs à 150 tr/m, FEC24, 48 et 144 filaments [72]. (a) Force en fonction de l'allongement relatif pour le capteur complet et pour un des 2 FEC (CCF) dans le capteur. (b) résistance en fonction de l'allongement relatif.	59
Figure I-54:	Variation de force et résistance pour les configurations de capteurs à 150 tr/m, 144 filaments en fil d'âme avec les FEC24 et FEC49 [72]. (a) Force en fonction de l'allongement relatif du capteur pour les capteurs complets et pour les FEC du capteur (un FEC sur les deux). (b) Résistance en fonction de l'allongement relatif du capteur.	59
Figure II-1:	Pistes d'enduction de PEDOT:PSS/PVA sur leurs moules.	71
Figure II-2:	Géométrie et dimension des éprouvettes de test sur banc de traction des films de PEDOT:PSS/PVA. Emplacement des électrodes d'argent en gris marqué « Ag ».	71
Figure II-3:	Influence de la température de séchage du PEDOT:PSS sur sa résistivité. [54]	72
Figure II-4:	(a) vue globale d'un capteur sur fil de 900 Tex. (b) vue rapprochée d'un fil de 300 Tex avec fils de cuivres ligaturés. (c) Zoom sur la ligature recouverte d'enduction (fil 900 Tex). (d) Zoom sur la ligature d'un fil de cuivre avant enduction (fil de 300 Tex). (c) et (d) Graduation de 1 mm.	73
Figure II-5:	Vue en coupe de la structure de fils enduit. En bleu l'enduction et en blanc les fibres. (à gauche) fil préenduit au PVA, fibres liées entre elles. Enduction au PEDOT:PSS/PVA sur le pourtour. (à droite) enduction à cœur du fil.[81]	74
Figure II-6:	Banc de traction MTS Insight 10, identique au modèle utilisé dans l'étude.[83]	76
Figure II-7:	Principe de mesure de résistance d'un film, en 2 points (a) et 4 points (b).[84]	78
Figure II-8:	Schéma d'un pont diviseur de tension	79
Figure II-9:	Schéma du montage d'un pont de Wheatstone simple (une seule résistance inconnue)	79
Figure II-10:	Multimètre numérique Keithley 3706 et Carte d'acquisition Keithley 3724.	81
Figure II-11:	Réponse harmonique du filtre elliptique du second ordre employé. (a) en amplitude. (b) en phase.	83
Figure II-12:	Résistivité des films d'enduction en fonction du ratio volumique de PEDOT:PSS et modélisations selon Kirkpatrick (Équation II-16).	87
Figure II-13:	Test d'allongement à la rupture pour deux groupes de roving de verre 300 Tex non retordus, avec la force en fonction de la déformation.	89
Figure II-14:	Test d'allongement à la rupture pour deux groupes de roving de verre 300 Tex, retordu à 25 tr/m, avec la force en fonction de l'allongement relatif.	89
Figure II-15:	Courbes de force enregistrées en fonction de déformations imposées pour un roving de verre retordu sur la gamme 0 à 1%. (a) première série de cycles pour le roving. (b) 4ème série de cycles pour le roving.	91
Figure II-16:	essai de traction sur la gamme 0 à 1% d'allongement, sur un roving 300 Tex avec mors de serrage pneumatiques, par Florimond et al (Projet NUMTISS).	92
Figure II-17:	Tests d'allongement à la rupture pour des films produits à partir de 3 ratios différents de PEDOT:PSS/PVA (6,9, 9,2 et 10,8 % en masse de PEDOT:PSS dans le PVA).	93

Figure II-18: Logarithme de la variation de la résistance en fonction de l'allongement pour différents ratios de PEDOT:PSS/PVA	94
Figure II-19: Variation de la résistance relative en fonction de la déformation des films de ratio 6,9 et 10,8 m.%. Facteurs de jauge linéaires dans la gamme de déformations de 2 à 4%.	95
Figure II-20: Tests multicycles d'allongement sur capteur 300 Tex. (a) déformation et Force en fonction du temps pour la première série de cycles. (b) Force en fonction de la déformation, pour la première série de cycles. (c) Déformation et force en fonction du temps, après 6 séries de cycles. (d) Force en fonction de la déformation, après 6 séries de cycles.....	96
Figure II-21: Vue en section des capteurs au niveau des électrodes. (a) capteur de première génération avec induction à cœur. (b) Capteur de seconde génération avec induction périphérique.	98
Figure II-22: Déformations et Variations de résistance relative en fonction du temps pour deux capteurs à ratio 9,2 m.%, de deux générations différentes. (a) Première génération. (b) Deuxième génération.	98
Figure II-23: Cycles d'allongements et relâchements à 50 mm/min (a) et 250 mm/min (b), pour une déformation commandée de 0,7%.	99
Figure II-24: Retard de réaction du capteur ou fluage et relaxation. 0,7% d'allongement et 4s de temps de maintien.....	100
Figure II-25: Variation de résistance et effort en fonction de la déformation. Equation du facteur de jauge linéaire du capteur testé (9,2 % de PEDOT:PSS/PVA et 300 Tex).	100
Figure II-26: Essai d'un capteur en fatigue sur 500 cycles d'allongements et relâchements de 0,7 %. En vert le signal résultant de la variation de résistance du capteur. En mauve, les valeurs d'effort maximal enregistrées pour chaque cycles (échelle inversée). La miniature correspond à un zoom sur le signal de variation de résistance entre la 250 ^{ème} et la 260 ^{ème} seconde.....	101
Figure II-27: Superposition de 6 cycles extraits du test de fatigue présenté sur la Figure II-26 (0,7% de déformation, 250 mm/min).....	102
Figure III-1: Étapes successives de la réalisation d'un tissu armuré sur métier à cadres.	106
Figure III-2: Schématisation simplifiée d'une machine à tisser.....	106
Figure III-3: Diagramme temporel des étapes d'un cycle de tissage à 100 coups/min.	107
Figure III-4: Vue de profil de la machine à tisser Dornier, centrée sur la foule et le point de façade. Cadres numérotés de droite à gauche.	108
Figure III-5: Schématisation de principe d'ouverture de foule: (a) foule oblique et (b) foule rectiligne. [92]	108
Figure III-6: Système de double ensouple installé sur la machine à tisser Dornier pour la production de tissage interlock 3D.	109
Figure III-7: Représentation 3D des éléments de la machine à tisser Dornier en contact avec les fils de chaîne lors du tissage. Deuxième ensouple et deuxième porte-fils non représentés.....	110
Figure III-8: Armure toile réalisée sur 8 cadres. Fils « pris » en noir et « laissés » en blanc.....	112
Figure III-9: Représentation 3D Wisetex© d'une cellule élémentaire de tissu interlock 3D orthogonal. En bleu les fils de chaîne (de liages et longitudinaux), en rouge les fils de trame	113
Figure III-10 : Schématisation 2D en section de la structure d'un tissu interlock 3D orthogonal 4 couches. En bleu et rouge les fils de chaîne (de liage et longitudinaux). En gris les fils de trame.	114
Figure III-11: Résultats de la caractérisation d'une production de capteurs 300 Tex avant mise en œuvre sur machine à tisser. En bleu clair la valeur de résistance initiale et en bleu foncé la longueur réelle entre les électrodes. En rouge les limites d'acceptation de la résistance initiale.	116
Figure III-12: Sélection d'une lisse et d'un fil de la machine à tisser Dornier	117
Figure III-13: Sélection d'un fil de chaîne avant mise en place d'un capteur.....	118
Figure III-14: Vue du mécanisme de « l'épissureur » Mesdan Jointair 116G. Un fil de verre est schématisé en bleu et un fil capteur en rouge.	118

Figure III-15: Vue de profil de la machine à tisser, centrée sur les casse-chaines.	119
Figure III-16: Dispositif de réalisation de vidéo rapide (caméra rapide Photron® APX, projecteurs « mandarine » et HMI).	121
Figure III-17: Image extraite d'une vidéo de tracking du déplacement du point de façade en vue de dessus. La cible au centre, permet le suivi d'un point précis pour la réalisation du tracking.[93].....	121
Figure III-18: Signaux brut (rouge) et filtré (passe bas, vert) d'un capteur de première génération placé dans la machine à tisser pendant le tissage d'une toile 2D. Capteur placé juste avant les casses chaines au moment de la mesure. En bleu, le découpage des périodes de tissage.....	122
Figure III-19: Suivi du déplacement du point d'un fil de trame au niveau du point de façade en fonction du temps, en mm/ms. En bleu le déplacement dans le sens chaîne (sens avant arrière) et en rouge le déplacement en sens trame (gauche droite).	123
Figure III-20: Signal issu d'un capteur passant le cylindre porte-fils.....	124
Figure III-21: Mesure <i>in-situ</i> avec capteur placé entre les casse-chaînes et les lisses. Fréquence d'acquisition de 150 Hz.....	125
Figure III-22: Mesure <i>in-situ</i> avec capteur placé dans la zone des cadres. Fréquence d'acquisition de 1000 Hz.	126
Figure III-23: Mesure <i>in-situ</i> dans la foule, entre la zone des lisses et le point de façade. Fréquence d'acquisition de 250 Hz.....	127
Figure III-24: Mesure <i>in-situ</i> avec capteur au point de façade. Fréquence d'acquisition de 1000 Hz.	128
Figure III-25: Mesure <i>in-situ</i> avec capteur dans les premières rangées de tissu. Fréquence d'acquisition de 250 Hz.	129
Figure III-26: Capteur totalement inséré dans un tissu (toile interlock orthogonale 3D 4 couches) en lieu et place d'un fil de liage.....	129
Figure III-27: prise vue en caméra rapide de l'intérieur de la foule lors du procédé de tissage.....	131
Figure III-28: Prise de vue capteur par caméra rapide, juste avant entrée dans les lisses (sur la gauche de l'image).	131

Tableaux

Tableau I-1: Détails des caractéristiques des charges employées dans l'étude de Flandin et al.[19]	19
Tableau I-2: valeurs approchées calculées des exposants critiques et taux de charge à percolation des 4 CPC de Flandin et al.	20
Tableau I-3: Mesures de résistivités sur différents CPC, à différents taux de charge et différentes pressions appliquées en compression uni-axiale, réalisées par Aneli et al. [26].....	23
Tableau II-1: Caractéristiques techniques du Printex®L6 fournis par Degusa GmbH.....	65
Tableau II-2: Principales caractéristiques mécaniques de l'Evoprene®007 (données fournisseur).	65
Tableau II-3: Relevés de la valeur de la résistance des fils et filaments enduits avec un taux de NdC de 35 m.%. [8].....	66
Tableau II-4: Détails de la composition du CleviosCPP105D. [13]	68
Tableau II-5: (a) et (b) ratios massique à sec de PEDOT:PSS par rapport au PVA, pour les solutions mères A et B.	70
Tableau II-6: Détails des procédures de tests.....	77
Tableau II-7: Détails des mesures de résistivités sur les pistes d'enductions.....	86

Tableau II-8: Formulation d'enduction retenue pour les tests sur banc de traction, sous forme de film.....	88
Tableau II-9: Résumé de tests d'allongement à la rupture sur les rovings de 300 Tex (Non retordus et retordus à 25 tr/m).....	90
Tableau II-10: Résistance initiale R0 et facteur de jauge K, pour les 4 groupes de capteurs de seconde génération.	101
Tableau III-1: Détails des 12 tissus sélectionnés dans le cadre du projet Numtiss.....	111
Tableau III-2: Limites arbitraires (recommandées) du cahier des charges du projet pour les paramètres de réglage machine.	112
Tableau III-3: Évolution des cadres de la machine à tisser, étapes par étapes pour réaliser une toile interlock 3D 4 couches. «L» signifie levé et «B» baissé.....	114
Tableau III-4: Résumé des combinaisons de paramètres de tissage testées en toile 3D interlock	115
Tableau III-5: Résumé des performances des capteurs produits pour la mesure <i>in-situ</i> sur machine à tisser en 300 Tex.....	117
Tableau III-6: Valeur de déformations calculées d'après les facteurs de jauge des capteurs obtenus par caractérisation sur banc de traction.....	130

Introduction générale

Introduction Générale

A l'heure actuelle, dans l'industrie des transports (aviation, maritime, automobile ou ferroviaire), la réduction de la consommation d'énergie est un objectif de premier ordre [1]. Le principal levier sur lequel les constructeurs peuvent agir pour réduire la consommation, est la réduction de la masse et en particulier celle des parties mobiles. Pour y parvenir, l'industrie aéronautique a de plus en plus recours à l'utilisation de matériaux composites dans la structure des appareils. Cela permet de remplacer les pièces métalliques traditionnelles, en conservant les mêmes performances mécaniques.

Consécutivement aux objectifs définis lors du protocole de Kyoto, de nouveaux niveaux d'exigences en termes de production et de rejet de CO₂ ont été émis par le conseil européen pour la recherche aéronautique (ACARE) [2]. Dans les nouvelles générations d'appareils la proportion des pièces composites atteint près de 50%. Certains éléments critiques tels que les turbines des moteurs jets, sont dorénavant remplacés par des pièces composites offrant le même niveau de performance. Cela réduit le poids et la consommation d'énergie, de manière importante car ce sont des éléments mobiles. Le maintien de la qualité de ces nouvelles pièces dans le temps est un enjeu majeur qui justifie un niveau de contrôle élevé. Ce contrôle de qualité a lieu tout au long du cycle de production et à toutes les échelles du matériau (microscopique, mésoscopique et macroscopique respectivement fibres, fils et tissus ou structure textile), pour maintenir l'assurance de performances de haut niveau.

L'un des freins majeurs à la généralisation de l'utilisation des matériaux composites pour les pièces structurelles est leur faible résistance aux impacts. C'est souvent la cause principale de délamination. De plus, ces impacts sont difficiles à détecter car ils ne laissent pas forcément de traces visibles sur les pièces. Ce défaut a jusqu'ici été compensé en augmentant le nombre de couches de renforts pour améliorer la résistance aux chocs. Mais ces structures surdimensionnées n'offrent pas un gain de poids optimal par rapport aux propriétés mécaniques intrinsèques des matériaux mis en œuvre (Fibres de carbone ou de Silice à haute ténacité et haut module). Ces structures de renfort réalisées par empilement de couches 2D, sont aujourd'hui de plus en plus remplacées par des tissages interlocks 3D, intégrant des fils de renforts longitudinaux et des fils de liages dans l'épaisseur du tissu. D'après les études réalisées sur le sujet de la résistance à l'impact des composites [3], [4], [5], les structures 3D ont démontré de hautes performances grâce à leur résistance à la délamination [6], [7]. Les tissus interlocks 3D démontrent ainsi un niveau haut de performances et une bonne résistance aux impacts grâce à leurs structures multicouches liées dans l'épaisseur [8]. Il a ainsi été prouvé que ce type de structures 3D offrait des performances supérieures aux structures 2D conventionnelles laminées [9]. Ce type de renfort est maintenant utilisé avec succès pour la fabrication d'aubes de soufflantes (turbine d'entrée d'air de moteur jet) [10].

Pour pouvoir fabriquer et mettre en œuvre des structures tissées complexes, il faut donc passer par une phase de conception et de développement elle aussi plus complexe. Cela crée alors le besoin d'un outil de simulation complet, spécialement adapté à cette problématique. L'ambition du projet Numtiss, dans lequel s'inscrit ce travail de thèse, est de développer ce nouvel outil de conception numérique du tissage.

A l'heure actuelle, le développement de renfort composite à architecture 3D interlocks, s'effectue en plusieurs phases successives :

- Design 3D de l'architecture souhaitée grâce à un logiciel de représentation 3D textile, tel que Wisetex (Stephan LOMOV, université de Louvain, Belgique), Texgen (Andrew LONG, Université de Nottingham, Royaume uni) ou encore 3D Pointcarre (société Pointcarre, France).
- Tester la faisabilité de l'architecture 3D sur métier à tisser, et le cas échéant, produire un échantillon prototype du tissu interlock.
- Contrôler la structure et les orientations de fibres par tomographie.
- Comparer et caractériser la structure réelle par rapport à la représentation 3D initiale.
- Produire un modèle 3D numérique à partir de la tomographie.

La procédure doit ainsi être recommencée jusqu'à l'obtention des performances mécaniques escomptées. Le développement de telles structures à l'heure actuelle représente donc :

- Un cout en matière première important voir très important selon les fibres hautes performances employées (jusqu'à 5000 €/kg).
- Un cout en temps élevé de par la méthode empirique employée et les temps de tissages non compressibles
- Un cout matériel et logistique, pour la mise en œuvre des contextures sur métier à tisser et pour la tomographie.

Le projet NUMTISS vise donc à proposer un outil numérique capable de remplacer, cette longue et couteuse phase de développement empirique. L'outil a pour ambition de faire le lien entre les outils de conception 3D géométrique de tissu et les logiciels de conception mécanique utilisant les éléments finis pour aboutir à des structures 3D numériques réalistes de tissus interlocks, comme le schématise la Figure 0-1.

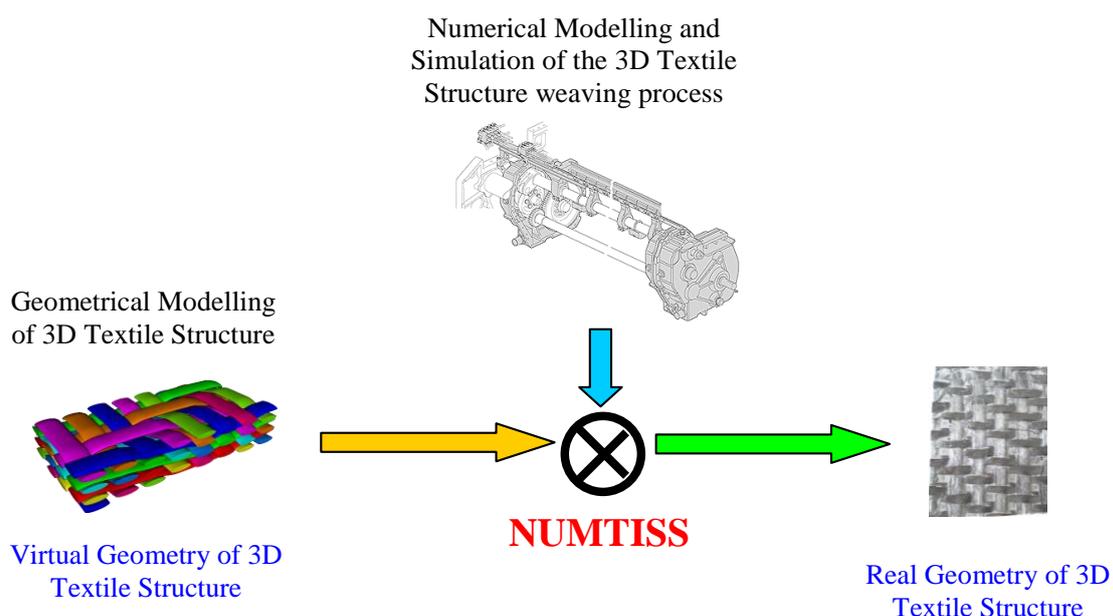


Figure 0-1: Schématisation du principe de fonctionnement l'outil de conception de tissu interlock 3D NUMTISS.

Il est donc prévu que l'outil NUMTISS puisse :

- définir une texture virtuelle et ses connexions avec les éléments de la machine à tisser pour vérifier sa faisabilité pratique.
- Anticiper les propriétés mécaniques de la structure et la dégradation provoquée par le tissage sur la matière.
- Offrir une représentation 3D précise de la géométrie réelle des fils et en particulier de leur section.

Pour arriver à ce résultat, le travail de recherche et de développement a été réparti entre les différents partenaires du projet (SAFRAN composites, HERAKLES, TRP Charvet, Cedrem, Lamcos, Mines de Douai et Gemtex). Quatre thèses ont ainsi été réalisées dans le cadre de ce projet, sur les quatre axes de recherche suivants :

- L'acquisition des contraintes appliquées aux fils lors du procédé de tissage.
- La modélisation numérique du procédé de tissage.
- La modélisation numérique du comportement mécanique du tissu.
- La modélisation du flux de résine dans la structure par infusion.

Le travail de recherche décrit dans ce rapport, s'inscrit donc dans le premier axe de recherche visant à l'acquisition de connaissances sur les efforts et déformations appliqués aux fils, par un procédé de mesure *in-situ*. Le but est de parvenir à caractériser l'impact des organes de la machine à tisser sur les fils. Les contraintes (traction, abrasion) appliquées aux fils de chaîne en particulier sont une cause de dégradation des performances de la matière. Il a été mesuré par Lee et al. [11][12] que la perte de propriété mécanique était très importante pour les fils de chaîne particulièrement, avec 30 % de réduction de l'effort à rupture sur les fils de renfort longitudinaux et jusqu'à 50 % de diminution sur les fils de liage. La conclusion de leur étude sur le tissage du verre interlock suggère en outre que certains aspects du tissage doivent être repensés pour réaliser une production de qualité. Cela confirme donc le besoin d'une étude des déformations mécaniques subies par les fils de chaîne tout au long du tissage, zone par zone. Pour cela la solution retenue, consiste à insérer des capteurs dans le métier à tisser, directement pendant son fonctionnement, et mesurer localement les déformations subies par les fils. Les connaissances acquises à travers cette étude serviront ainsi au logiciel NUMTISS pour retranscrire la réalité du tissage numériquement, avec un maximum de précision. L'évaluation de la dégradation de la santé matière en fonction de l'architecture et des paramètres choisis, est une fonction souhaitée importante pour l'outil NUMTISS, au même titre que la vérification de faisabilité et l'anticipation du comportement mécanique.

Le travail de recherche réalisé pour répondre à cette problématique de mesure *in-situ* sera présenté dans ce rapport en trois chapitres.

Le premier chapitre est consacré à la présentation d'un état de l'art des technologies de capteurs d'allongement textiles qui se veut le plus exhaustif possible. La première partie de cet état de l'art est une revue des différentes technologies et types de capteurs existants, tels que les jauges de déformation métalliques classiques, les fibres de verre à réseau de Bragg ou encore les fibres piézo-électriques. A partir de cette revue de technologies existantes, le focus est porté sur les capteurs textiles piézo-résistifs. Le principe de la piézo-résistivité est décrit et détaillé pour le cas des composites de polymères et de charges conductrices (CPC). Le cas des polymères intrinsèquement

conducteurs (ICP) est abordé ensuite, en particulier dans le cas où ils sont mélangés avec un autre polymère isolant pour former un CPC. Le PEDOT:PSS fait l'objet d'un état de l'art approfondi, justifié par les propriétés électriques et mécaniques qu'il possède et qui le rendent particulièrement adapté à notre application. Différentes applications de capteur, à structures textiles ou filaires sont ensuite présentées dans les détails de leur développement, afin de servir de base à la seconde partie du travail de recherche.

Dans le deuxième chapitre, l'ensemble des matériaux et méthodes mis en œuvre sont exposés, suivi du travail de caractérisation de l'enduction et des capteurs développés. Après avoir essayé sans succès de transférer une technologie et une enduction développées précédemment au Gemtex (Ensaït, Roubaix)[13][14] à notre application, un nouveau mélange a été mis au point. L'étude présente la recherche du seuil de percolation effectuée pour obtenir la meilleure formulation possible, en équilibrant la sensibilité de détection et résistance électrique minimale. Une sélection de mélange est ensuite caractérisée sur un banc de traction, sous forme de films puis d'enduction directement appliquée à un substrat de fil de verre E, préalablement testé seul. Après une phase d'optimisation, la caractérisation du capteur est menée au travers d'une multitude de tests sur banc de traction, afin d'évaluer les performances et la sensibilité à la fatigue de la manière la plus complète possible. A la fin de ce chapitre, le profil type des capteurs est présenté, incluant leurs dimensions, les résistances et facteurs de jauge moyens.

La troisième et dernière partie de l'étude est consacrée à la mise en œuvre sur métier à tisser des capteurs et donc aux mesures *In-situ*. Le principe du procédé de tissage est expliqué en premier lieu, suivi des particularités du métier à tisser Dornier et des spécificités du tissage des interlocks 3D multicouches. Les architectures de tissu retenues pour le projet NUMTISS sont présentées ensuite, avec un maximum de détails donnés pour les deux armures utilisées dans les mesures *In-situ*. Une fois le fonctionnement de la machine et de ces éléments connus, les détails de la mise en œuvre des capteurs sont abordés. Il est expliqué comment les capteurs sont triés et sélectionnés, comment le signal est enregistré et comment et où les capteurs sont mis en place sur le métier à tisser. Lorsque toute la procédure de mesure *In-situ* a été expliquée, on présente les résultats des tests, zone par zone. De cette manière on peut formuler des analyses générales sur l'allure des signaux et identifier le rôle des éléments constitutifs de la machine à tisser. Différents phénomènes remarquables sur les signaux et leurs causes sont ainsi discutés. L'ensemble de ces mesures est complété par des acquisitions vidéo, filmées avec une caméra rapide, qui autorise une visualisation très ralentie des mouvements de la machine et qui débouchera sur un repérage spatial vidéo (« tracking ») de ces mouvements et déformations.

La conclusion du mémoire permet de rappeler les développements effectués et résultats obtenus. Des pistes de poursuites et d'optimisations de cette technologie nouvelle sont également évoquées, pour fiabiliser les capteurs et la méthode de mesure dans le futur. Il est rappelé que la faisabilité de la méthode de mesure était à démontrer et que les résultats de cette étude débouchent sur de larges perspectives.

Chapitre premier : Etat de l'art sur les capteurs de déformations textiles

I. Etat de l'art sur les capteurs textiles

« Capteur » et « textile » sont deux mots, faisant référence à des technologies avancées, qui se retrouvent plus en plus associés depuis quelques années, au sein de la famille des textiles intelligents. Il existe de nombreuses définitions pour l'expression « textiles intelligents ». Certaines se rapportant davantage à la définition d'un textile dit « technique », d'autres sont plus orientées sur l'intégration d'électronique à la technologie textile [15], [16], [17]. En règle générale, il s'agit de textiles qui se voient enrichis par le transfert d'une haute technologie [18], telle que la micro encapsulation, ou de matériaux aux propriétés « innovantes », comme les polymères conducteurs. Cet apport de technologie et de matériaux avancés permet aux textiles intelligents d'avantages d'interactions avec le milieu extérieur et notamment peut les transformer en capteurs à fonctionnalité différente. Pour notre application la première grandeur à capter est l'allongement (des fils).

La mesure In-situ des efforts et allongements sur les fils durant le procédé de tissage n'a jamais été réalisée précédemment. Il n'existe donc pas de capteurs conçus pour mesurer ce type d'efforts et de déformation dans les conditions réelles de fonctionnement d'une machine à tisser industriel. L'état de l'art consiste ici à recenser les technologies existantes de mesure d'allongement transférables sur fil de verre, puis détailler les capteurs filaires déjà existants, en particulier utilisés pour le contrôle non destructif de structure. Enfin les phénomènes piézo-résistifs mis en œuvre dans nos recherches, à l'aide de polymères conducteurs tels que le poly(3,4-éthylènedioxythiophène) (PEDOT) et le poly(styrène sulfonâtes) de sodium (PSS) seront décrit.

Ce chapitre présente également l'état de l'art des capteurs mécaniques textiles. Les capteurs textiles peuvent être considérés comme une subdivision à la fois, des textiles intelligents en général, mais aussi simplement de l'ensemble des capteurs. Nous nous attacherons à décrire successivement les technologies et savoirs, en rapport avec notre problématique, existant dans le domaine des textiles intelligent et des capteurs souples, puis à regarder plus en détails l'éventail des capteurs textiles existants, enfin les effets piézo-resistifs seront développés dans la dernière partie.

I.1. Capteurs mécaniques généralités

I.1.1. Jauges de déformations

Le système le plus classique de mesure d'allongement est la jauge de déformation. En règle générale il s'agit d'un assemblage d'une feuille de métal fine et d'une fine plaque d'isolant électrique. La feuille de métal est découpée (par lithographie ou par attaque à l'acide) pour former des spires très serrées. Cette géométrie (Figure I-1) maximise la longueur du circuit électrique reliant les deux électrodes, sur une surface réduite. Lorsque la jauge est sollicitée en allongement, le circuit électrique s'allonge d'autant plus que le nombre de spires est important.

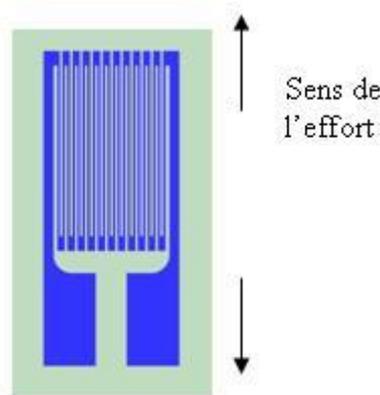


Figure I-1: Schéma de jauge de déformation classique

L'allongement du circuit électrique augmente la valeur de sa résistance électrique. La loi reliant la variation de résistance électrique à la déformation géométrique, définit le facteur de jauge K du capteur [19]. Si cette loi est une relation de proportionnalité, on a alors une équation de la forme suivante :

$$K = \frac{\frac{\Delta R}{R_0}}{\varepsilon}$$

Équation I-1 : Expression du facteur de jauge

Où ΔR est la variation de résistance entre l'instant t et la résistance initiale telle que $\Delta R = R_t - R_0$, et ε est la déformation géométrique correspondant à la différence entre la longueur initiale et la longueur à un instant t divisée par la longueur initiale, telle que :

$$\varepsilon = \frac{L_t - L_0}{L_0}$$

Équation I-2: Expression de l'allongement

Dans le cas des matériaux piézo-résistif, le facteur de jauge longitudinal est directement relié aux propriétés mécaniques des matériaux par son coefficient de Poisson. Il peut ainsi être exprimé :

$$K_l = 1 + 2 \nu$$

Équation I-3: Expression du facteur de jauge longitudinal

I.1.2. Capteurs d'allongements capacitifs

Une alternative aux jauges de déformation classiques, qui mesurent une variation de résistance électrique, existe, ce sont les capteurs d'allongement capacitifs, qui reposent sur la variation de capacitance électrique. Ces capteurs mesurent la différence de capacitance entre au moins deux conducteurs électriques placés sur un substrat isolant. Ces capteurs ont l'avantage d'offrir des facteurs de jauge (K) allant de 15 à 30, tout en étant moins sensibles au bruit électronique et à la température que les capteurs résistifs.

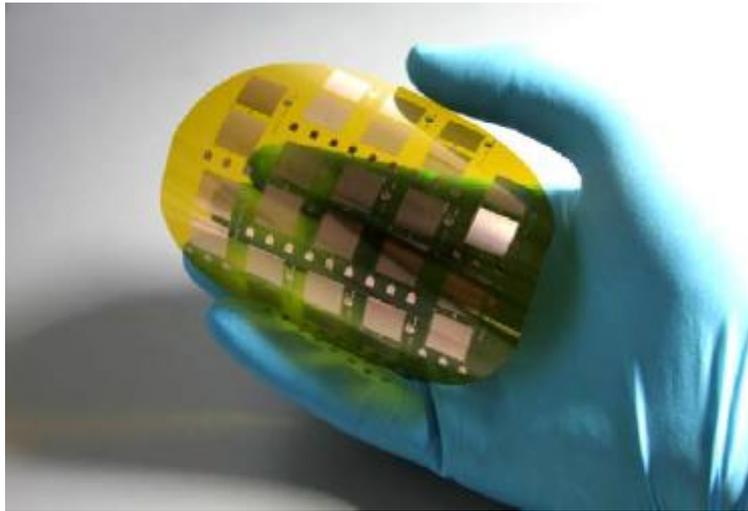


Figure I-2: Jauges de déformation capacitives souples sur polyimide, de Zeiser et Al.[20]

La découverte et le développement de cette technologie a commencé dans les années 1940 suite aux travaux de Carter et al. [21] et s'est développée depuis jusqu'aux jauges capacitives que l'on peut trouver aujourd'hui de façon courante. Récemment ce type de capteurs s'est développé sous forme de capteurs souples (Figure I-2), en utilisant des technologies de film fin, pour étendre le champ de ses applications [22][20][23]. Les travaux de R. Zeiser et Al. (2011) portent sur le développement de jauges d'allongements capacitives souples. Deux substrats à base de polymère ont été utilisés comme support pour les jauges. Le premier est un polyimide et le second est un polymère à cristaux liquides. Pour former le capteur, une couche d'alliage de chrome et cuivre très fine est déposée sur la feuille de polymère par lithographie. La géométrie du tracé de la piste métallique est très importante pour déterminer les performances du capteur. Dans cette étude, et la plupart des travaux récents sur les jauges de déformations capacitives, c'est une géométrie interdigitale qui est utilisée (Figure I-3). L'espacement des électrodes est de 15 μm et leur largeur de 45 μm . Cette géométrie permet de maximiser la sensibilité du capteur.

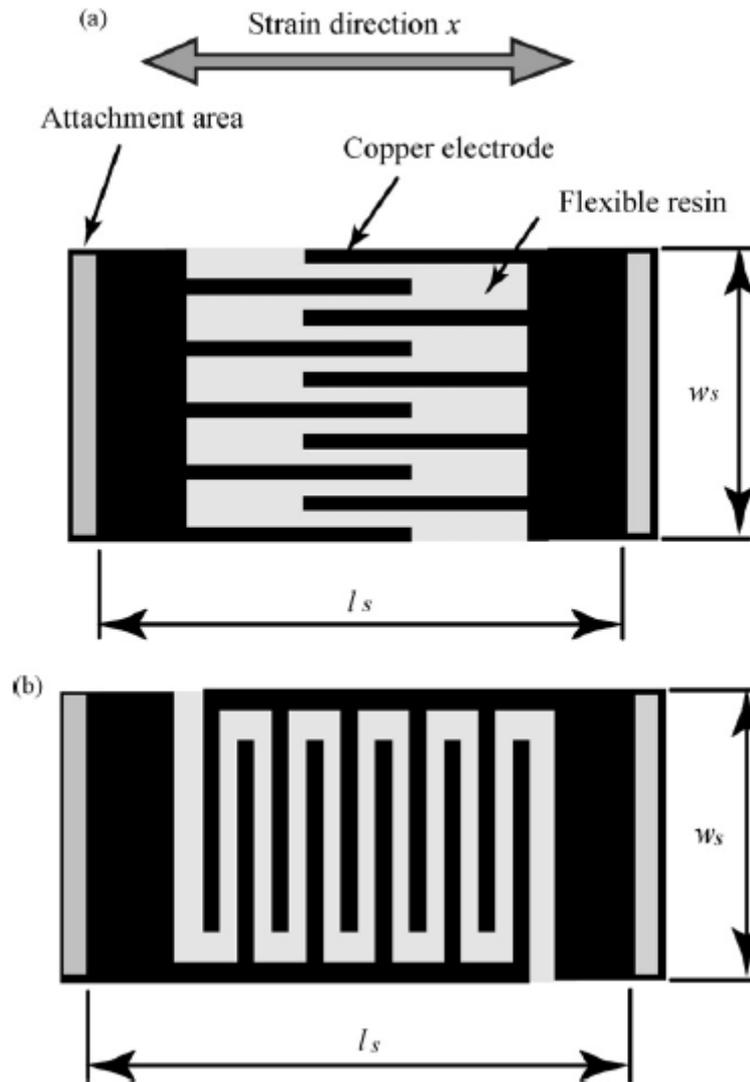


Figure I-3: Représentations schématiques des jauges capacitives interdigitales de Matsuzaki et Todoroki[23]

Avec l'allongement, la capacitance de la jauge diminue de manière proportionnelle. Ce type de capteurs est adapté à la mesure de petits allongements, les jauges de Zeiser ont été testées pour des allongements de 0,1446 % à 0,5454 % et ont délivré un facteur de jauge de -1,38 (baisse de la capacitance à l'allongement). Cette étude montre aussi que le substrat utilisé joue un grand rôle dans les performances du capteur et sa sensibilité aux effets parasites.

I.1.3. Capteurs Piézo-électriques

Les matériaux piézo-électriques produisent un champ électrique lorsqu'ils sont sollicités mécaniquement et à l'inverse se déforment si on leur applique un courant électrique. Cela est dû à leur structure cristalline. Il existe de nombreux matériaux présentant ces propriétés, qui peuvent être classés en différentes familles telles que les oxydes ferroélectriques, le quartz et composés semblables, les semi-conducteurs, les polymères et les céramiques. Ils peuvent se trouver sous différentes formes (indépendamment de leur famille chimique), composite ou en couche mince.

C'est la famille des céramiques qui est la plus répandue. Le matériau le plus utilisé à l'heure actuelle est le titanate de plomb (PZT), pour son haut coefficient piézoélectrique et sa stabilité thermique.

Ces matériaux sont capables d'agir comme actionneur mécanique ou capteur d'allongement, et sont utilisés dans une large gamme d'applications, comme par exemple la mesure d'allongement *in-situ* sur toile de parachute expérimenté par Render et Al. (1986) [24]. Render a utilisé un film souple (25 μ m) de polyfluor de vinylène (PVDF), aluminé sur les deux faces pour le contact électrique, directement collé sur la voile du parachute. Les tests sur banc de traction montrent une réponse quasi linéaire du capteur dans la zone étudiée (jusqu'à 7 % d'allongement).

Cette technologie est aujourd'hui de plus en plus transférée à l'échelle fibreuse pour le monitoring de structure composite [25][26][27]. Les travaux de Lin et al. 2013 [25] sur le développement et l'application des jauges composites à fibres piézo-électriques font état de leurs propriétés supérieures à celles des piézo-électriques monolithiques classiques. La structure composite formée de fibres piézo-céramiques et de polymères garantit une grande adaptabilité en géométrie et forme, tout en apportant plus de solidité qu'un simple film de polymères. La structure du composite peut être variable, mais la plus courante se compose d'un alignement de fibres piézo-électriques (généralement en PZT) dans une direction, noyées dans une matrice polymère. Ce composite est ensuite pris en sandwich entre deux films de polyimide préalablement imprimés d'électrodes interdigitales capacitives (Figure I-4). Ces électrodes permettent de mesurer avec efficacité le champ électrique émanant du composite. On nomme ce type de structure les composites à fibres actives (AFC).

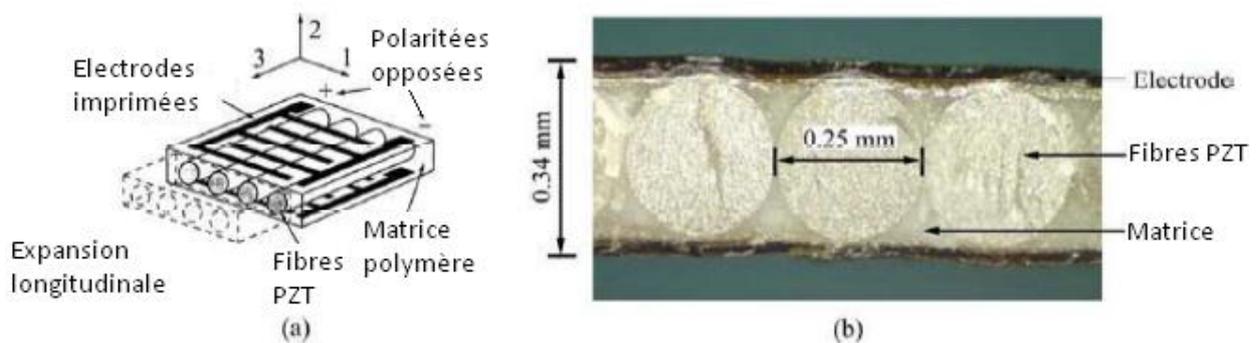


Figure I-4: Structure schématique (a) et coupe en section (b) d'un composite à fibres actives (extrait des travaux de Lin et al. [25])

Pendant ce type de structure présente des limitations à sa mise en œuvre et à son utilisation. Tout d'abord les fibres sont cassantes et relativement difficiles à travailler de par leur taille (100 à 250 μ m de diamètre). Ensuite la matrice polymère est complexe à mettre en œuvre et il est en particulier difficile de faire disparaître toutes les bulles d'air entre la fibre et la matrice. Ces bulles d'air augmentent le risque de dysfonctionnement électrique. Enfin cette matrice polymère demande des tensions électriques importantes pour que le champ électrique opère correctement entre les électrodes et les fibres. Cela limite le champ d'application de cette technologie.

Pour compenser en partie ces limitations, ont été développés les composites à fibres macro (MFC). Leur principale différence est la section rectangulaire des fibres, plutôt que circulaire. Cela permet d'améliorer le taux de fibres dans la matrice polymère ainsi que la surface de contact entre la

fibre et le film d'électrode. Les gains obtenus apportent de meilleures propriétés mécaniques et des performances en tant qu'actuateur ou capteur 50 % supérieures.

I.1.4. Capteurs à fibres optiques

Une fibre optique est composée de deux guides cylindriques et concentriques mais ayant des indices de réfraction différents. Le guide intérieur a un indice de réfraction supérieur à celui du guide extérieur, ce qui lui permet de conduire la lumière. La fibre optique est principalement utilisée pour transporter des informations mais elle est souvent aussi utilisée comme capteur d'allongement. Pour agir en tant que capteur, la structure de la fibre optique doit toutefois être modifiée, de manière à la rendre sensible à l'allongement. Différents types de structures existent tels que :

- Les réseaux de Bragg
- La distribution multimodale
- Les fibres à zone biconique

Le réseau de Bragg est une modification périodique de l'indice de réfraction du cœur de la fibre [28]. Cela agit comme un miroir à l'intérieur de la fibre mais seulement pour une longueur d'onde donnée, la longueur d'onde associée à la période des altérations d'indice de réfraction (Figure I-5). Lorsqu'on allonge la fibre capteur, on modifie le pas du réseau de Bragg (série d'altération) et c'est alors une autre longueur d'onde de lumière qui sera réfléchi.

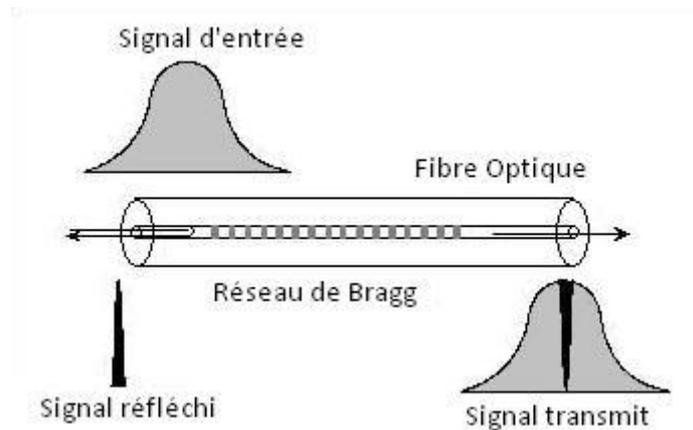


Figure I-5: Schématisation du principe du réseau de Bragg

Parmi les applications de ces capteurs, on trouve principalement le contrôle de structures composites dans le nautisme et l'aéronautique car il est facile de les intégrer à la pièce à contrôler lors de l'insertion de résine. On a alors une interface idéale entre la pièce et le capteur. Ce type de capteur peut aussi être utilisé pour concevoir des jauges de contraintes planaires. La fibre est alors enroulée de manière à former une rosette en triangle, ou chaque côté est un réseau de Bragg différent.

Pour la distribution multimodale, on mesure la variation d'intensité lumineuse et la redistribution des modes. Ces variations sont dues à un changement de géométrie de la fibre ou variation d'indice du guide d'onde multimode lors d'une perturbation extérieure.

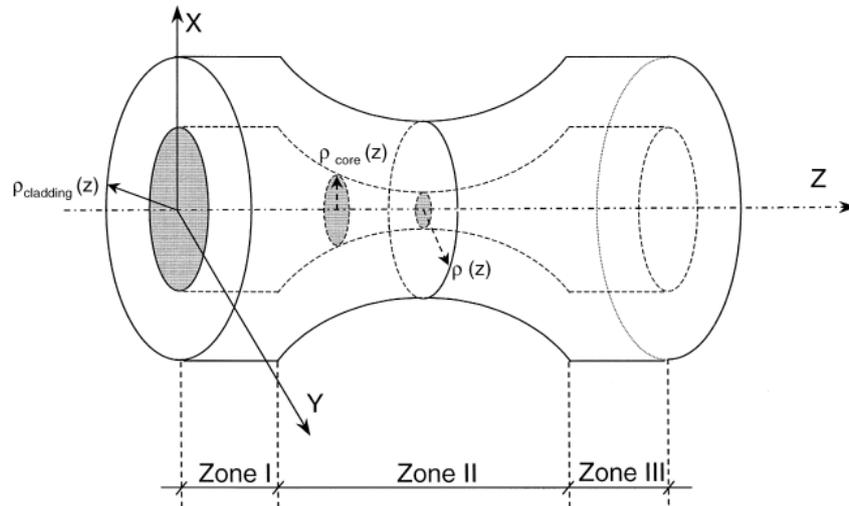


Figure I-6: Schématisation d'une fibre optique simple mode à zone de raccord progressif biconique.[29]

Les structures à raccord progressif biconiques (« biconically tapered single-mode fiber »), schématisées sur la Figure I-6, permettent de fabriquer des capteurs d'allongements optiques à bas cout. Les travaux de Arregui et al (1999, [29]) portent sur le développement de ce type de capteurs en fonction de différentes applications. Cependant la gamme d'allongement est limitée, l'étude précise un maximum 87 500 $\mu\epsilon$ (microstrain) pour une variation de 19dB (puissance optique de sortie). La réponse du capteur à l'allongement n'est pas linéaire et dépend du diamètre de la zone réduite (Figure I-7). La taille du capteur, en particulier le diamètre de la zone réduite, est donc à choisir en fonction de la gamme de mesures souhaitées. Plus la réduction de diamètre est forte et plus le capteur sera destiné à des allongements faibles. D'après la Figure I-7, on peut constater que le capteur de 22 μm de diamètre offre une réponse quasi linéaire et un bon facteur de jauge de 50 à 100 μm d'allongement environ. La longueur d'onde employée influence le résultat en « décalant » les courbes mais le comportement reste similaire.

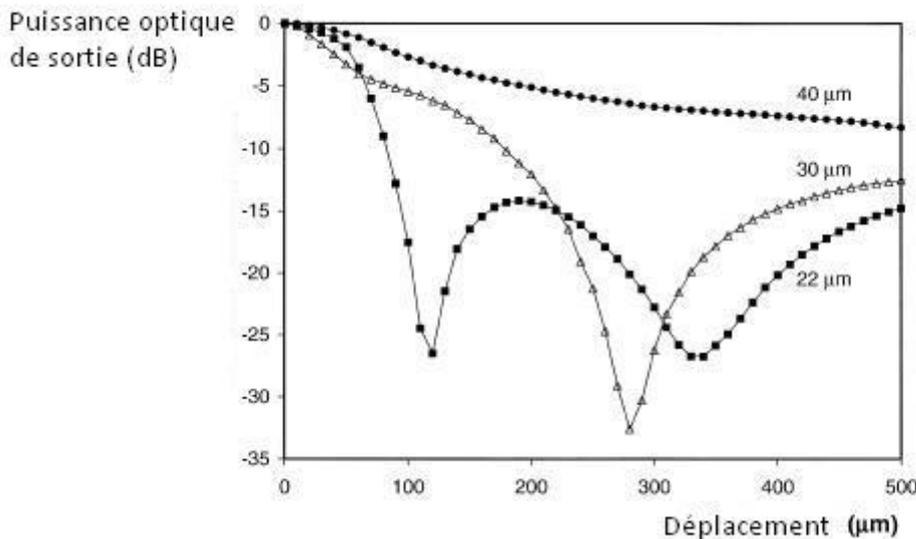


Figure I-7: Puissance optique de sortie (pour une longueur d'onde $\lambda= 1550\text{nm}$) en fonction du déplacement pour des diamètres de 40, 33 et 22 μm (d'après Arregui et al. [29])

Les intérêts de ce type de capteurs à base de fibre optique sont multiples mais les principaux pour notre étude sont l'absence de sensibilité au bruit électromagnétique et le fait qu'ils n'ont pas besoin d'être isolés électriquement.

I.1.5. Capteur d'allongement textile à électrode mobile

En 2005, Gibbs et Asada ont publié les résultats de leurs travaux sur le développement d'un nouveau capteur textile de mesure d'angle de flexion, des articulations humaines [30]. Ce capteur ne repose pas sur la modification des propriétés physiques (conductivité électrique ou optique, capacité, etc) d'un matériau lors de sa déformation géométrique mais simplement sur le principe d'une résistance variable ou potentiomètre. En effet le principe de mesure de leur capteur consiste à faire varier la distance entre deux électrodes sur un corps conducteur (potentiomètre). Les électrodes étant fixées au substrat. La valeur de la résistance mesurée est alors reliée à une valeur de longueur de fil conducteur, et cette longueur permet de calculer, via différentes équations, l'angle formé par l'articulation.

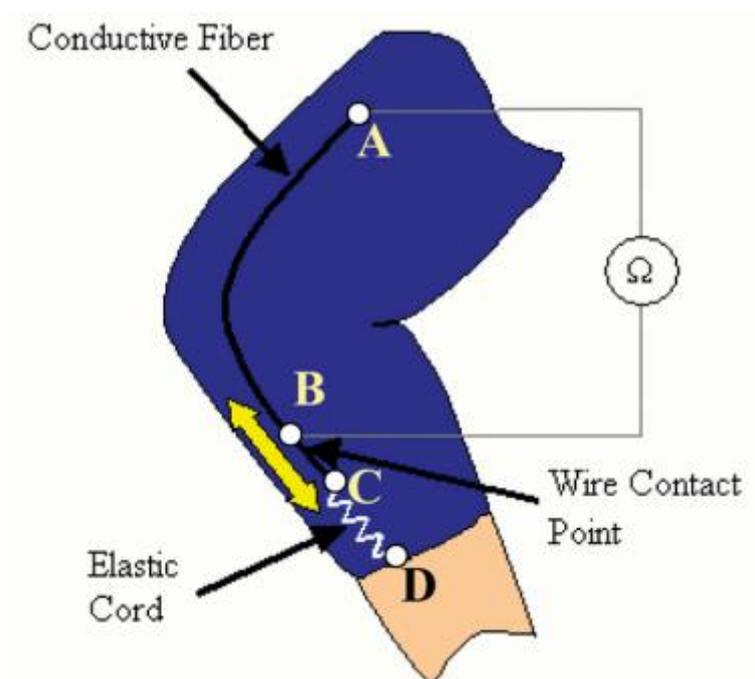


Figure I-8: schéma du capteur d'allongement de Gibbs et Asada.[30]

Sur la Figure I-8 on peut voir une représentation du capteur. Les points A et B sont les électrodes de branchements pour la mesure de résistance. Ils sont fixés sur le textile élastique (bleu) qui épouse les mouvements de l'articulation. Le fil conducteur est fixé au textile en A mais coulisse dans l'électrode B. Elle est fixée en C à un élastique lui-même fixé au textile en D. Lorsque l'articulation fléchit, le textile s'allonge et la distance AB augmente car le point B glisse « plus bas » sur la fibre conductrice. La fibre conductrice ne s'allonge pas car c'est l'élastique qui se déforme. Les fils conducteurs utilisés pour la fabrication de ces capteurs sont des fils nylon® plaqués d'argent. Leur résistance linéique est donnée pour 3,6 Ω /cm. L'auteur ne donne pas d'informations sur la nature des électrodes, le dispositif de mesure et d'enregistrement de la résistance. On peut aussi constater, sur la Figure I-9, que le capteur, malgré son fonctionnement n'impliquant pas de déformation du fil conducteur, présente un signal comprenant un niveau d'hystérésis important. La fréquence maximale de détection des mouvements pour le capteur a été relevée à 2 Hz. L'usure du capteur lors

de cycles répétés n'est pas abordée non plus, cependant l'auteur précise que, lors des tests, un recalibrage régulier du capteur est nécessaire pour garder une bonne précision.

Ce type de capteur est intéressant par son fonctionnement mécanique qui permet des mouvements de grande amplitude et par la faible valeur de sa résistance électrique. Cependant son application à la détection de petits allongements est difficilement envisageable à cause de la faible variation de résistance qui en résulterait. La fréquence de travail est aussi trop faible pour notre application. Enfin l'instrumentation nécessaire (électrode mobile notamment) compliquerait largement la mise en œuvre sur machine à tisser industrielle.

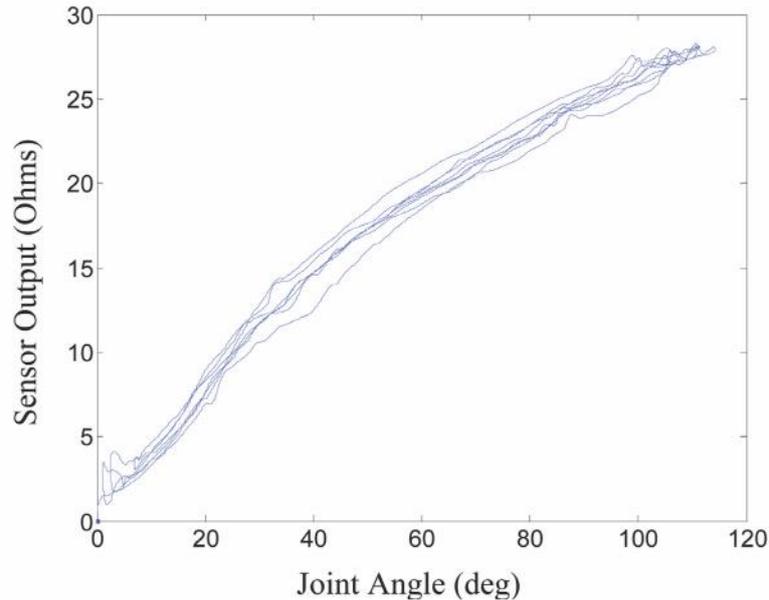


Figure I-9: Réponse électrique (en Ω) du capteur de Gibbs et Asada à un mouvement angulaire (en $^{\circ}$) d'une articulation [30].

I.2. Capteurs Piézo-résistifs souples et textiles

I.2.1. Les composites polymères conducteurs (CPC)

A l'instar de tous les matériaux composites, les CPC sont, par définition, le mélange de deux constituants : une matrice et des charges conductrices. Dans le cas des CPC la matrice est un polymère, isolant, et le renfort est une charge conductrice qui peut se trouver sous diverses formes. Il existe trois natures de charges conductrices utilisées dans les CPC, deux principales historiquement et une troisième émergente :

- Les métalliques (cuivre, argent, aluminium, nickel par exemple). Ce sont d'excellents conducteurs thermiques et électriques. En revanche leur énergie de surface très élevée implique une tendance à l'oxydation rapide.
- Les carbonées (graphite, noir de carbone, nanotube de carbone par exemple). Elles sont quant à elles stables et peu coûteuses, en dehors des nanotubes de carbone dont le coût est plus élevé.
- Les polymères conducteurs (polypyrrole, polyaniline, PEDOT par exemple). Nouvellement utilisés dans cette fonction, ils seront abordés en détails dans les deux parties suivantes.

Pour les matrices polymères il y a à aussi deux possibilités: les thermodurcissables et les thermoplastiques. Enfin, il existe trois méthodes de mise en œuvre des CPC à choisir en fonction de l'application visée et des matériaux utilisés : La polymérisation *in-situ* suivie d'une vulcanisation, la voie fondue et la voie solvant.

I.2.1.1. Propriétés électriques et phénomène de percolation.

Dans les CPC, l'augmentation de la proportion de charges par rapport à la matrice polymère provoque une augmentation de la conductivité électrique. Cependant, comme le montre la Figure I-10, cette augmentation de la conductivité n'est pas linéaire. On considère trois régions principales sur la courbe de conductivité en fonction du taux de charge. Ces trois zones sont le reflet des trois niveaux d'arrangement successifs par lesquels passent les particules conductrices dans la matrice (voir miniatures I, II, III).

Tout d'abord on observe une lente décroissance de la résistivité qui forme une asymptote supérieure. Cette zone correspond à un état où les particules ne sont pas en nombre suffisant dans la matrice pour être suffisamment proches et établir des chemins de conduction électrique. Le CPC est alors globalement isolant et sa résistivité est sensiblement égale à celle de la matrice ρ_m . Ensuite on constate une rapide chute de la résistivité pour une variation de taux de charge restreinte. Les particules conductrices sont cette fois-ci assez nombreuses pour se connecter entre elles. La conduction se fait alors soit par contact direct soit par effet tunnel ou une combinaison de ces 2 phénomènes. On qualifie cette discontinuité dans la conductivité de seuil de percolation et l'on établit sa valeur en règle générale à concentration φ_c qui correspond au point d'inflexion de la courbe. Enfin le pied de la courbe forme lui aussi une asymptote horizontale vers la valeur de résistivité de la charge seule. Dans le CPC les particules sont alors très nombreuses et rapprochées, les chemins de conduction par contact sont nombreux et bien établis. En pratique, il y a une

concentration maximale de charge intégrable dans la matrice qui varie en fonction de la nature, de la forme des particules conductrices et du procédé de mélange.

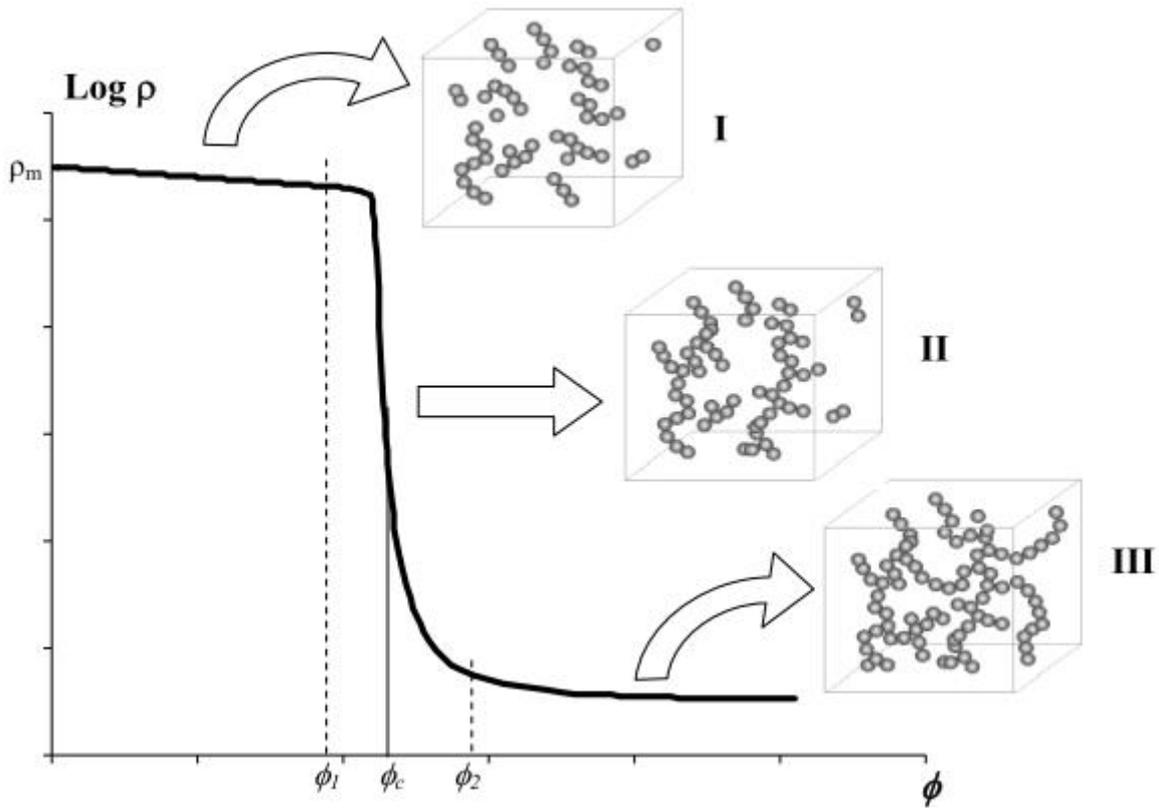


Figure I-10: Évolution du logarithme de la résistivité d'un CPC en fonction de son taux de charge. (Miniatures I, II et III) Représentation schématique de l'arrangement des particules conductrices dans la matrice. [13]

Les chemins de conceptions établis entre les particules dans le CPC sont de trois types :

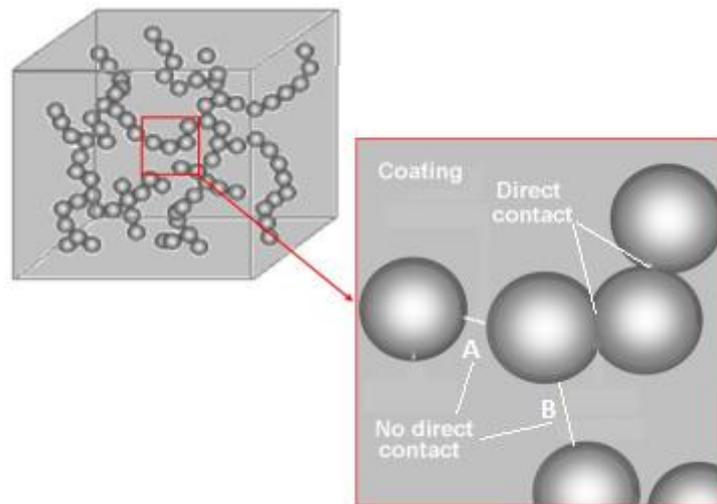


Figure I-11: Représentation graphique de la répartition des charges dans la matrice ainsi que des contacts entre-elles.

- Conduction métallique (contact direct sur la Figure I-11). Ce type de conduction intervient lorsqu'il y a contact entre les charges. Les électrons peuvent circuler librement d'une particule à l'autre comme dans un métal.
- Par saut (« hopping », « no direct contact B » sur la Figure I-11). Dans ce cas un électron, provenant d'une particule conductrice, franchit un « mur » (gap) de matrice grâce à son énergie cinétique, pour rejoindre une autre particule. La valeur de son énergie cinétique doit être supérieure à celle de l'énergie potentielle de la barrière ou « mur » à franchir. La conduction ne s'établit donc pas forcément entre les particules les plus proches mais entre celles qui présentent les niveaux d'énergies favorables.
- Par effet tunnel (« no direct contact A » sur la Figure I-11). Ce principe de conduction, n'est pas régi par les lois de la mécanique classique mais par celles de la mécanique quantique. Il consiste là aussi en un saut d'électron d'une particule à une autre en traversant une barrière de matrice. La différence avec l'effet « hopping » est que dans ce cas l'électron n'a pas l'énergie cinétique nécessaire pour surpasser l'énergie potentielle de la barrière. On considère tout de même que l'électron a une probabilité non nulle de franchir la barrière. On assimile alors l'électron à une onde (voir Figure I-12) se propageant dans la particule de départ. Lorsque l'onde heurte la barrière, elle ne disparaît pas instantanément mais décroît de manière exponentielle durant son trajet dans la barrière. Si la barrière est suffisamment fine l'amplitude de l'onde n'est pas nulle quand elle atteint l'autre côté de la barrière et il y a alors une probabilité finie pour que l'onde se retrouve dans la nouvelle particule. L'épaisseur de la barrière entre les particules joue un rôle important dans ce type de conduction.

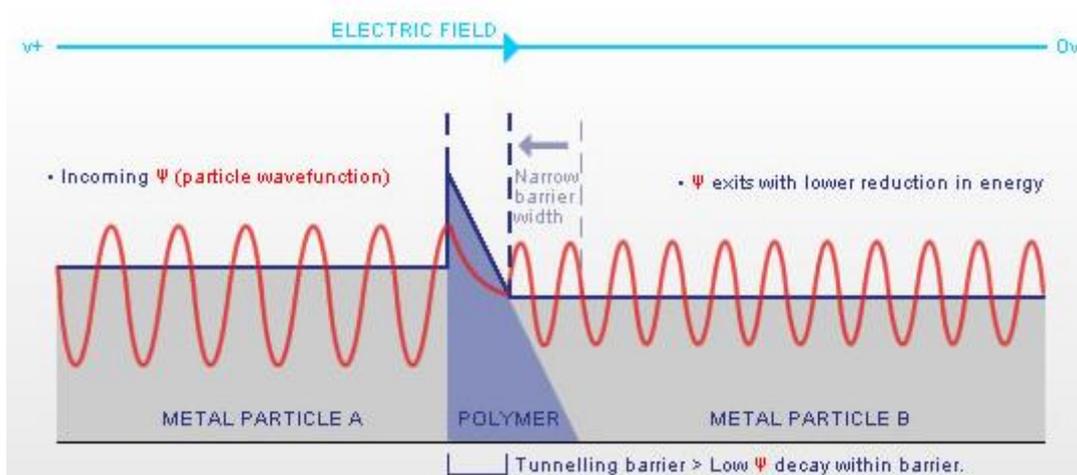


Figure I-12: Représentation schématique de l'effet tunnel, entre deux particules conductrices, à travers une matrice polymère [31].

I.2.1.2. Réaction des CPC aux déformations (allongement et compression).

Lorsqu'il est soumis à une déformation un CPC va voir la valeur de sa résistance électrique évoluer comme tous matériaux conducteurs. Cette variation de résistance est liée à deux phénomènes :

- Le changement de géométrie. En effet la résistance électrique d'un conducteur est fonction de sa résistivité et du rapport de sa longueur sur sa section (voir Équation I-4). A la manière d'une jauge de contrainte classique (cf. I.1.1), si le conducteur s'allonge, sa section va se réduire (en fonction du coefficient de Poisson du matériau), et inversement en cas de compression. D'après l'Équation I-4, si le matériau s'allonge et que sa section subit une réduction, alors la résistance électrique de l'élément va augmenter. Ce mode de changement de résistance intervient quel que soit la concentration en charge conductrice dans le CPC mais il n'est dominant que pour les taux de charge relativement supérieurs au seuil de percolation.

$$R = \rho \times \frac{l}{s}$$

Équation I-4: Expression de la résistance électrique d'un conducteur. Avec ρ la résistivité, l la longueur et s la section.

- Le changement de résistivité. Comme l'Équation I-4 le montre, la résistance est proportionnelle à la résistivité du matériau. Lorsque le CPC est saturé en particules conductrices, les chemins de conduction sont nombreux, et à l'identique d'un matériau métallique, la résistivité ne varie pas avec l'allongement ou la compression. En revanche dans le cas où le taux de charge se trouve autour du seuil de percolation, l'allongement ou la compression du CPC, va écarter ou rapprocher les charges (voir miniature II, Figure I-10 et Figure I-11). Le nombre des chemins de conduction sera alors modifié et donc par-là même la résistivité évoluera. La théorie basique (géométrique) veut donc que la résistivité augmente avec l'allongement du matériau qui éloigne les charges conductrices les unes des autres et brise des chemins de conduction.

Dans les travaux publiés en l'an 2000 [32], [33] par Flandin et al., ils ont rapporté que l'évolution de la résistance d'un CPC avec l'allongement pourrait être plus complexe qu'une simple augmentation. Flandin et son équipe ont étudié plusieurs mélanges composés d'un élastomère, l'éthylène-octène (EO) de masse volumique 0,863 g/cm³, et de différentes charges, listées ci-dessous et détaillées dans le Tableau I-1 :

- Des fibres de carbone de diamètre 10 µm et d'une longueur de 200 µm.
- Du noir de carbone faiblement structuré (NCFS), MS-ST de Columbian Chemical co.
- De deux noirs de carbone hautement structurés (NCHS), Printex 30 de Degussa et Conductex 975 Ultra de Columbian Chemical co.

Tableau I-1: Détails des caractéristiques des charges employées dans l'étude de Flandin et al.[32]

	Particle Diameter (nm)	Structure (DBPA Number)	Surface Area (m ² /g)	Volatiles (%)
Conductex 975U	21	170	242	1
Printex 30	27	102	80	1
MS-TS	300	33	8	1

Les mesures de résistance à différentes concentrations des différentes charges mettent en évidence la dépendance du seuil de percolation au type de charge. Sur la Figure I-13, on observe de fortes disparités dans la valeur des concentrations critiques de charge et dans les pentes des courbes autour du seuil de percolation.

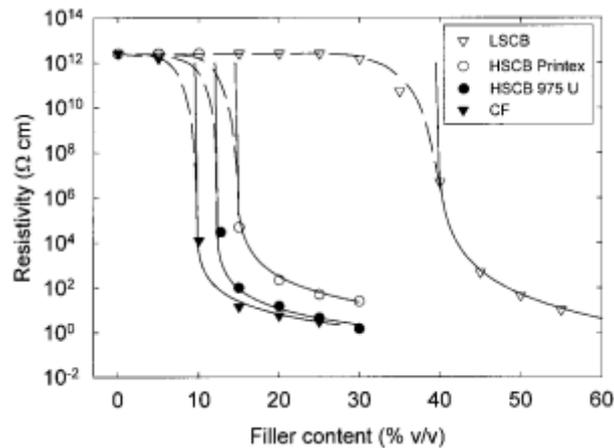


Figure I-13: Évolution de la résistivité des CPC de Flandin et al. en fonction du taux de charges conductrices [32].

En appliquant un modèle de loi de puissance (Équation I-5), à ces résultats, on obtient les valeurs numériques approchées des différents seuils de percolations et exposants critiques, rassemblés dans le Tableau I-2. L'exposant critique t correspond à la pente de courbe de percolation, c'est-à-dire l'intensité du changement de niveau de conductivité. Habituellement il est admis que sa valeur environne 2 pour ce type de système.

$$\frac{1}{\rho} = \left(\frac{V - V_c}{1 - V_c} \right)^t$$

Équation I-5: Modélisation de la résistivité d'un CPC en fonction du taux de charge. V est le taux de charge en particules conductrice, V_c est le taux de charge au seuil de percolation et t est un exposant critique.

Les résultats obtenus montrent que la structure sphérique et la surface spécifique réduite du CBFS par rapport aux CBHS repoussent le seuil de percolation à un taux de charge deux à trois fois supérieur. De nombreuses études récentes, sur le développement de capteurs à bases CPC chargés en nanotubes de carbone [34], [35][36], ont montré que du fait de la très haute surface spécifique des nanotubes, les seuils de percolation des CPC les impliquant sont très bas, de l'ordre de 1 % (en masse).

Tableau I-2: valeurs approchées calculées des exposants critiques et taux de charge à percolation des 4 CPC de Flandin et al. [32]

Filler	t	V_c (vol%)
HSCB (975U)	2.05	12
HSCB (Printex 30)	2.55	14.5
LSCB (MT-ST)	3.80	39.5
CF (DKDX)	2.04	9.5

L'étude se poursuit par des tests en traction uni-axiale des différents CPC. Dans chaque cas la résistance électrique est mesurée puis la résistance ou la résistivité normalisée est calculée. Dans le cas de CPC chargés en fibres de carbone à 20 % (en volume), la résistance augmente de façon quasi linéaire avec l'allongement jusqu'à une valeur limite d'allongement d'environ 30 % au-delà de laquelle le CPC peut être considéré comme isolant. Dans le cas de cycles répétés d'allongements et relâchements, on observe une chute de la résistivité cycles après cycles. Les mêmes comportements sont observés pour le CPC chargé en NCFs. L'auteur attribue le phénomène de baisse de la résistivité à un réalignement des charges lors des allongements, créant ou renforçant les chemins de conduction, et qui perdureraient ensuite lors des relâchements. En revanche, les tests d'allongement sur les CPC chargés en NCHS, démontrent un comportement sensiblement différent. Sur la courbe de la résistance normalisée en fonction de l'allongement de la Figure I-14, on peut voir la valeur de la résistance augmenter légèrement de 50 %, jusqu'à environ 2 % d'allongement, puis chuter largement, en dessous de sa valeur initiale, jusqu'à environ 20 % d'allongement, après quoi elle augmente de nouveau mais très lentement pour atteindre les limites de mesure de l'appareillage. Les résistivités parallèles et perpendiculaires suivent la même tendance. Dans le cas des cycles répétés les résistivités retrouvent leurs valeurs initiales cycles après cycles, en montrant une décroissance à l'allongement.

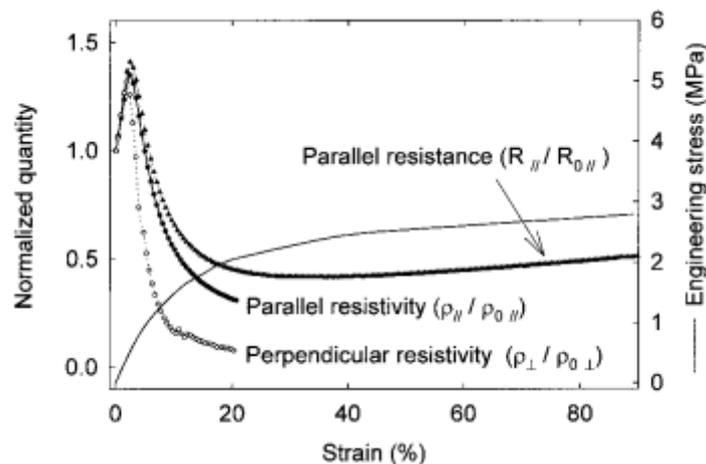


Figure I-14: Évolution de la résistance et des résistivités parallèles et perpendiculaires en fonction de l'allongement, d'un CPC chargé à 20 % en volume de NCHS [32].

Avec d'autres taux de charges dans le CPC on observe le même comportement. Le taux de charge démontre une influence sur la résistivité initiale du mélange, plus le CPC est concentré en NCHS et plus sa résistivité initiale est faible. Le taux de charge influence aussi la pente de l'augmentation de résistivité finale. Plus le taux de charge est proche du seuil de percolation et plus l'augmentation finale de la résistivité est rapide.

L'auteur découpe cette évolution de la résistivité en fonction de l'allongement en 4 régimes successifs (voir Figure I-15 et Figure I-16). L'augmentation rapide de la résistivité du régime I correspond au comportement classique des CPC, à savoir l'apparition de micro-ruptures dans la structure des réseaux de noir de carbone (décrites dans la section I.2.1, [37][38]). Le régime II correspond à la chute de résistivité entre 3 % et 20 % d'allongement. Puis la croissance finale de la résistance, entre 20 % et 1000 % d'allongement est découpée en deux régimes : Le régime III ou la croissance de la résistivité est modérée, jusqu'à environ 600 % d'allongement et le régime IV ou

l'augmentation est rapide jusque 1000 % d'allongement. Le régime III correspond à des ruptures dans le composite mais qui n'altèrent pas de manière irréversible ses propriétés mécaniques et électriques. Les chemins de conduction sont conservés. Le Régime IV en revanche est l'image de la « dépercolation » des chemins de conduction dans le CPC, c'est-à-dire la rupture du réseau formé par les charges conductrices. C'est ce qui explique cette croissance rapide et irréversible.

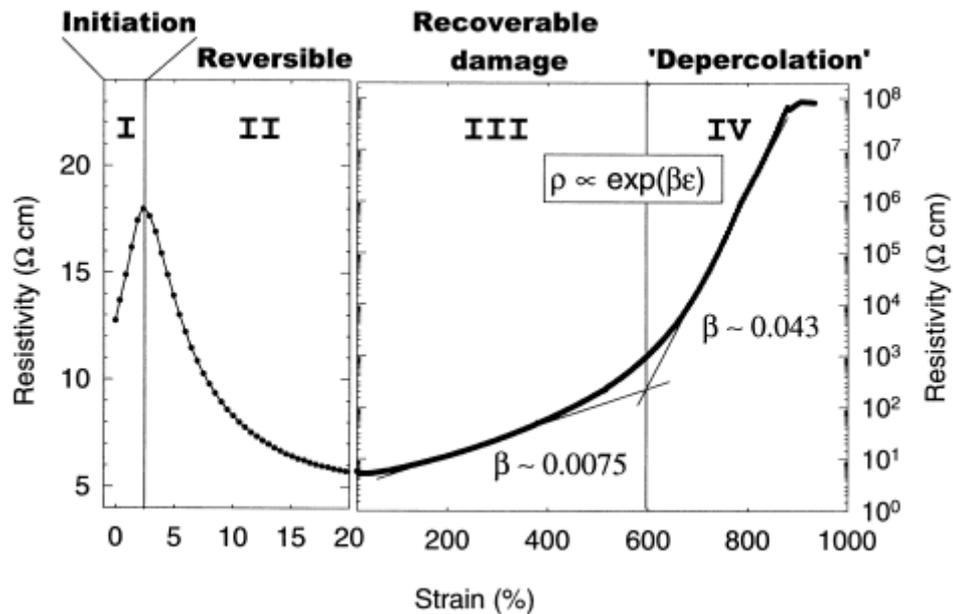


Figure I-15: Les 4 régimes d'évolution de la résistivité en fonction de l'allongement selon Flandin et al. [33], pour un CPC de EO et NCHS aux taux de 20 (v/v)%.

Même s'il ne constitue pas la norme, ce comportement observé par Flandin avec un CPC composé d'EO et NCHS, a aussi été rapporté pour quelques autres mélanges impliquant des charges hautement structurées, notamment pas Aneli et al. [39]. Dans l'étude de ce dernier, le polymère utilisé est le polysiloxane vulcanisé. Le phénomène de « montée et descente » de la résistivité est observé pour deux types de NCHS différents (P357E et P803) mélangés au polysiloxane, polymérisés au toluène, mais seulement à des taux de charges qualifiés de « faibles » par l'auteur. Pour les concentrations élevées la résistivité du CPC croît régulièrement avec l'élongation. L'auteur propose la même explication que Flandin et al. pour ce phénomène, schématisé dans la Figure I-16, à savoir un réalignement des chemins de conduction dans le CPC dû à un rapprochement des charges dans le plan de la section.

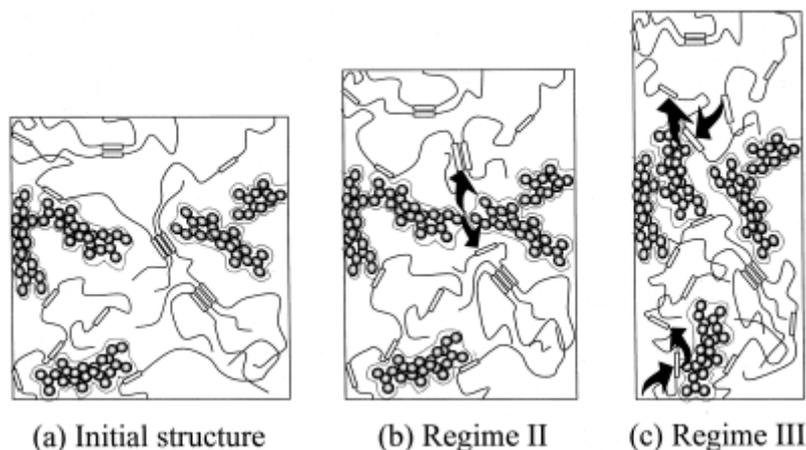


Figure I-16: Réarrangement des chemins de conduction lors de l'étirage selon Flandin et al. [33]

Cette étude montre aussi l'importance du procédé de mise en œuvre du CPC pour l'obtention de ces propriétés finales. En effet une autre série de CPC utilisant les mêmes charges, dans les mêmes proportions, avec le même polymère mais cette fois-ci vulcanisé au peroxyde, révèle des comportements sensiblement différents. En particulier les faibles taux de charges montrent cette fois-ci une croissance quasi rectiligne de leur résistivité en fonction de l'allongement.

Dans le cas où le CPC est comprimé de manière uni-axiale, Aneli et al. ont observé une baisse de la résistivité avec l'augmentation de la pression pour différents CPC et différents taux de charges. De plus, comme le résume les résultats rassemblés dans le Tableau I-3, le taux de charge influence l'amplitude de l'augmentation de résistivité. Plus le taux de charge est proche du seuil de percolation (en restant supérieur) et plus la résistivité du CPC sera élevée à la pression maximale. L'amplitude de l'augmentation de résistivité diminue très rapidement à mesure que le taux de charge augmente et s'éloigne du seuil de percolation. Pour les taux de charge les plus élevés, cette augmentation est à peine mesurable.

Tableau I-3: Mesures de résistivités sur différents CPC, à différents taux de charge et différentes pressions appliquées en compression uni-axiale, réalisées par Aneli et al. [39].

Elastomer	Filler Content (%)	ρ (Ohm \times m) at Compression Pressure, MPa			
		Atmosphere Pressure	0.1	0.5	1.5
SCI-3	30	2.1	47.8	512	1250
	50	0.18	0.6	2.2	3.8
	70	0.06	0.12	0.31	0.32
	100	0.04	0.05	0.08	0.07
SCD	30	3.2	26.3	360	423
	50	0.2	0.5	0.8	1.2
	70	0.07	0.09	0.13	0.13
	100	0.04	0.04	0.05	0.05
SCD-26M	30	9.7	152	1210	5200
	50	0.4	1.0	6.6	16.6
	70	0.09	0.16	0.56	0.67
	100	0.04	0.06	0.07	0.06
Nairit A	30	10.8	203.8	2010	6250
	50	0.5	2.8	7.2	12.3
	70	0.1	0.2	0.6	0.6
	100	0.03	0.05	0.07	0.06

Ce comportement à la compression peut sembler surprenant car on aurait pu supposer une baisse de la résistivité comme c'est le cas dans certains CPC intégrant des particules métalliques. L'auteur justifie ce phénomène en expliquant que les CPC ayant un taux de charge réduit ont un nombre de chemins de conduction limités et fragiles. Ces chemins sont détruits, par désalignement, lorsque le CPC est comprimé de manière uni-axiale. Lorsque le taux de charge est plus élevé, le CPC est saturé en particules conductrices et leurs marges de déplacement sont trop limitées pour rompre les contacts entre elles.

L'enduction CPC, développée par Bilotti et al. [34] en 2012, intégrant un mélange de polyuréthane thermoplastique (TPU) et de nanotubes de carbone (NTC), démontre un comportement similaire, lorsqu'elle est appliquée à un fil de Spandex® pour réaliser un capteur d'allongement. Sur la Figure I-17, qui présente le comportement du capteur sur une série de cycles d'allongement et relâche, on peut constater que la résistance augmente avec le premier allongement, mais ne redescend que partiellement sur le graphique (a) et remonte même sur le graphique (b) qui correspond à des allongements plus importants. Après quelques cycles, la résistance décroît avec l'allongement du capteur pour ensuite remonter lorsque le fil reprend sa longueur initiale. L'auteur explique que ce comportement est dû à deux phénomènes en compétition dans l'enduction lorsque le fil est étiré :

- La destruction des chemins de conduction qui fait augmenter la résistance
- Le réalignment des charges qui recrée ou renforce les chemins de conduction et fait diminuer la résistance.

Ces observations confirment les conclusions proposées par Flandin [32], [33] et Aneli [39] pour les résultats qu'ils ont obtenus dans leurs recherches sur les CPC de polymères amorphes et charges hautement structurées.

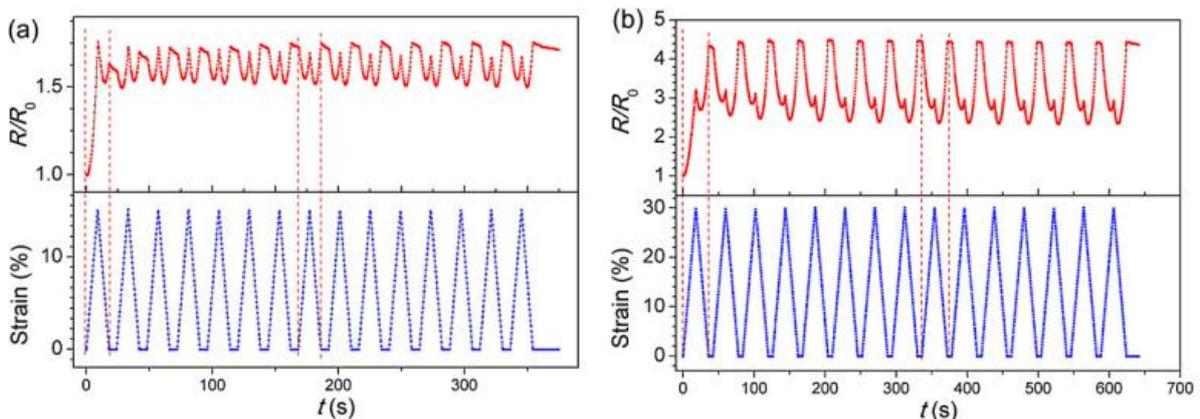


Figure I-17: Allongement imposé et Variation de résistance relative en fonction du temps pour le capteur de Bilotti [34]. Enduction concentrée à 2% en masse de CNT dans le CPC. (a) 15% d'allongement max (b) 30% d'allongement max.

I.2.1.3. Propriétés mécaniques des CPC

L'ajout de charges conductrices dans une matrice polymère, pour former un CPC, ne modifie pas seulement ses propriétés électriques mais aussi ses propriétés mécaniques. En règle générale, l'ajout de ses particules augmente le module d'Young du matériau (par rapport à celui du polymère seul). Dans le cas des élastomères vulcanisés, on observe même une augmentation de la limite

élastique. Ces performances reposent sur la qualité de l'interaction entre la matrice et la charge. En effet les efforts appliqués au CPC se concentrent sur les charges plus résistantes, mais les ruptures apparaissent à l'interaction entre les particules et la matrice. Pour ces raisons, les paramètres qui influencent majoritairement les performances mécaniques des CPC sont, comme on peut le voir sur la Figure I-18 :

- Le taux de charge
- La surface spécifique des charges
- La structure des charges.

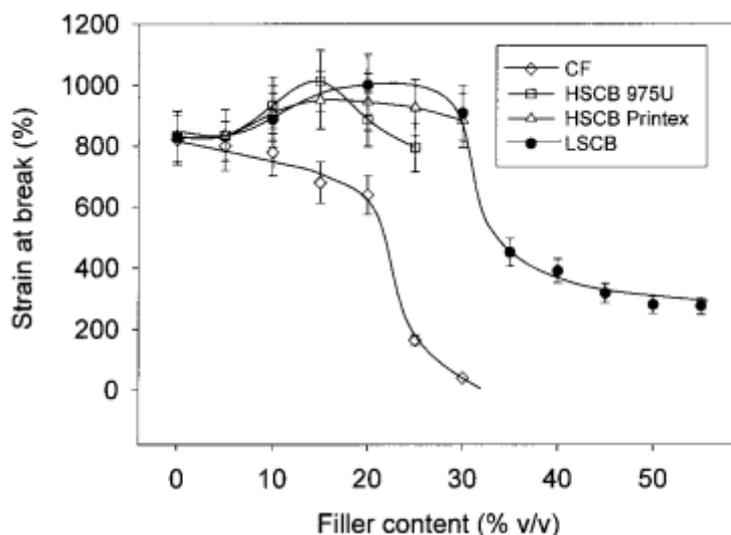


Figure I-18: Contraintes à la rupture pour des CPC composés de différentes charges, à différentes concentrations.[32]

I.2.1.4. Phénomène de micro-ruptures des enductions piézo-résistives

Dans leur étude de 2006, Xue et ses collaborateurs [37] se sont intéressés à la structure des fils enduits d'un mélange piézo-résistif lors de leur élongation. Le but étant d'investiguer les phénomènes responsables de la variation de résistance électrique. Pour cela ils ont eu recours à des observations au microscope électronique à balayage (MEB).

Le capteur étudié est formé d'un tricot de fil de Nylon (Polyamide 6-6, Pa66) et Polyuréthane (Pu) enduit de Polypyrrole (PPy). Pour l'étude au MEB des fils identiques à ceux utilisés dans le tricot ont été enduits avec la même enduction. La résistance électrique a été mesurée à l'aide d'une sonde 4 points et un multimètre Keithley 2010. Les échantillons ont été testés sur 10 cycles d'allongements et relâchements avec un allongement maximum de 50 %. La vitesse de déformation a été choisie volontairement très lente (0,005 mm/min) de manière à suivre *in-situ* au microscope l'évolution de la surface enduite, avec différents arrêts pour réaliser des microphotographies.

Le facteur de jauge observé pour ce capteur est très élevé, 400, pour 50 % d'élongation. La suite de l'étude s'intéresse aux raisons de cette grande sensibilité et quel est le rôle de chaque constituant. Les résistances électriques au repos des fils de Pa66 et PU enduits au PPy sont respectivement comprises entre 100 à 200 k Ω et 200 à 300 k Ω . Les deux fils montrent un même comportement à l'allongement et leurs facteurs de jauge semblent similaires jusqu'à environ 60 %

d'allongement (Figure I-19). Au-delà de cette limite le fil de PA66 commence à rompre graduellement tandis que le fil de PU change de comportement et augmente en résistance beaucoup plus rapidement avec l'élongation.

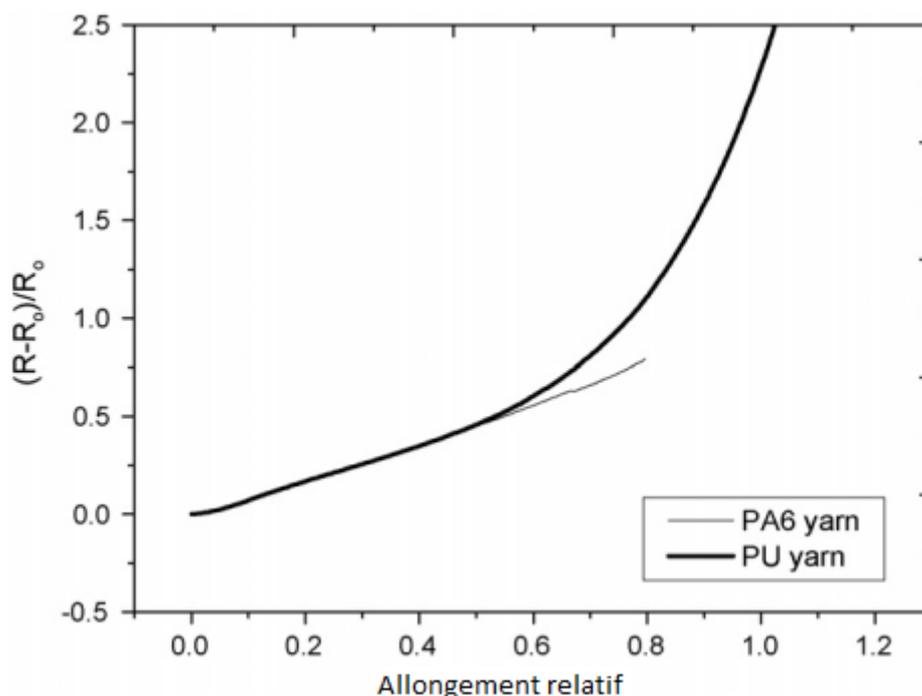


Figure I-19: Évolution de la résistance relative en fonction de l'allongement relatif pour des fils de PA6 et PU. [37]

Pour revenir au tricot, il faut rappeler que les fils de PA66 et PU sont tricotés à partir de délivreurs différents et la tension imposée au fil de PU lors du tricotage est probablement plus élevée, ce qui implique qu'une fois dans le tricot ce fil possède déjà un pré-étirage important. Cela justifie le facteur de jauge très élevé du tricot car il est directement lié à celui du fil de PU dans sa gamme d'allongement supérieure à 60 %.

Sur les clichés réalisés au microscope, on peut observer les stries de rupture dans l'enduction à la surface de la fibre PU à partir de 9,4 %. Au-delà de cette valeur le nombre et la taille des ruptures augmente. Jusqu'à 110 % d'allongement les chemins de conduction se réduisent et la résistance électrique augmente. Au-delà de ces 110% la taille et le nombre des ruptures deviennent trop importants et le fil n'est plus conducteur. Ensuite lorsque la tension est relâchée sur le fil, les ruptures se referment petit à petit jusqu'à devenir quasi invisibles et le fil retrouve sa conductivité. Cycle après cycle, des valeurs semblables sont observées à différents niveaux d'allongement.

En revanche l'observation microscopique révèle que le comportement du PA66 est totalement différent. La surface enduite reste homogène jusqu'à l'allongement maximal toléré par le fil avant rupture (60 %) et c'est la variation de proportion géométrique entre la longueur et le diamètre qui génère les variations de résistance électrique.

Suite à cette première étude et à partir des découvertes effectuées, en particulier sur le fil de PU, sur le comportement à l'allongement des fils enduits et des phénomènes de micro-ruptures, une nouvelle étude fut conduite et publiée en 2011 par Xue et son équipe [38]. Cette nouvelle étude poursuit les recherches sur le comportement électromécanique de fils de Lycra® (PU) enduits de PPy

sur de grands allongements (jusqu'à 110 % de déformation). La technique utilisée est la même, à savoir : les fils de PU enduits sont placés dans un banc de traction couplé à un microscope électronique à balayage, pour enregistrer des clichés des fibres, et des ruptures dans l'enduction, tandis qu'ils sont aussi reliés à une sonde 4 points et un multimètre qui mesure leurs résistances électriques, le tout à différents niveaux d'étirages. Mais cette fois ci, les microphotographies sont ensuite analysées par traitement numérique d'image grâce au logiciel Matlab (Figure I-20).

Les observations montrent une évolution de la résistance électrique des fils relative à leur déformation exponentielle. A partir de 50 % de déformation la pente de la résistance relative en fonction de l'allongement relatif devient linéaire et abrupte. Ces observations confirment aussi que l'apparition de ces micro-ruptures, toutes transverses à l'allongement, est due à une différence de module d'Young importante entre les deux matériaux (PU et PPy), le PPy étant beaucoup moins élastique que le PU. Les caractéristiques des micro-ruptures peuvent alors être identifiées au travers de 3 paramètres que sont : leur nombre, leurs longueurs et leurs largeurs. En effet une fois l'image numérisée et traitée, on peut obtenir le nombre de ruptures simplement en comptant le nombre de pixels noirs non consécutifs sur une ligne, puis la largeur moyenne des ruptures est obtenue en divisant le nombre total de pixels noirs sur la ligne par le nombre de ruptures précédemment obtenues et enfin la longueur moyenne des ruptures est calculée en divisant la somme de tous les pixels noirs de l'image par le produit du nombre de ruptures et de leur largeur moyenne.

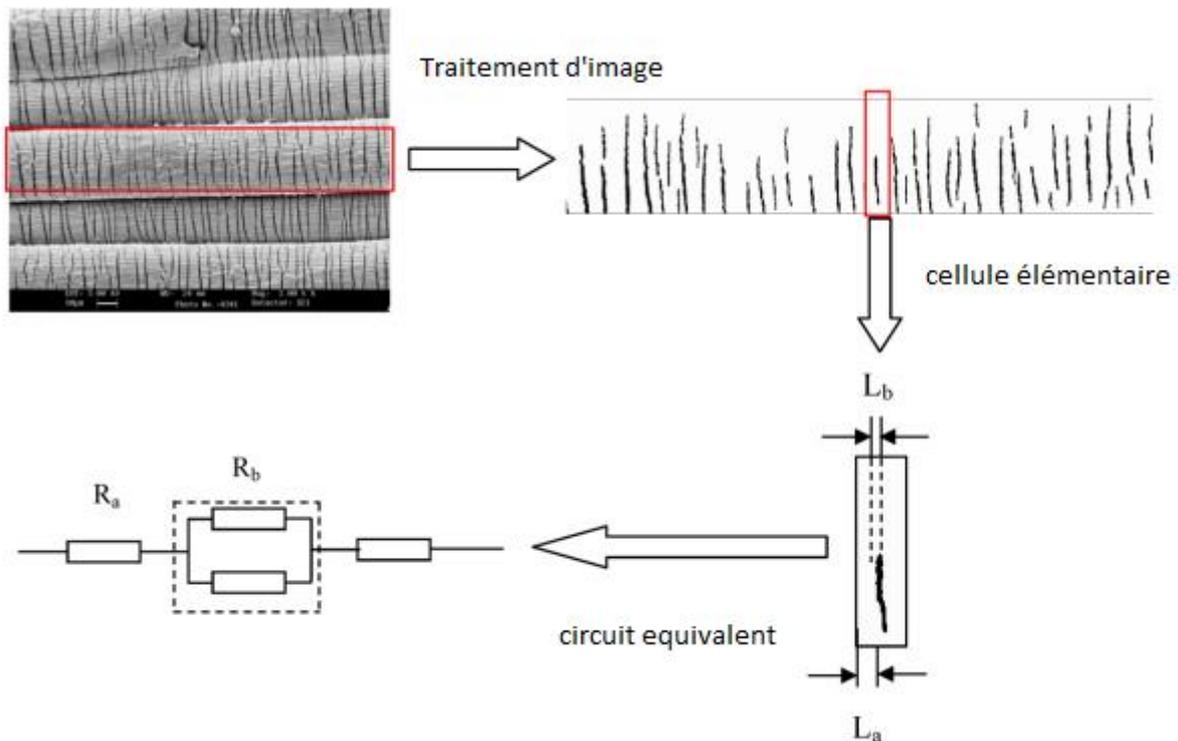


Figure I-20: Schématisation du procédé d'analyse des micro-ruptures par traitement d'image [38].

$$R = \rho \times \frac{L}{A}$$

Équation I-6: Expression de la résistance électrique dans une fibre (ou un cylindre), avec ρ la résistivité du matériau, L la longueur du matériau et A la surface transverse du matériau.

On observe aussi que le nombre et la largeur des ruptures augmentent avec l'allongement, tandis que leurs longueurs restent constantes. Deux lois polynomiales sont ainsi établies pour suivre l'évolution du nombre de rupture et leurs largeurs en fonction de la déformation. Ensuite à partir de la loi décrivant la résistance électrique dans une fibre (Équation I-6), de considération sur la géométrie de l'ensemble fibre + enduction et de propriétés mécaniques de l'ensemble, le comportement d'une cellule élémentaire de fibre est établi. En appliquant ces lois aux deux portions de la cellule élémentaire (avec et sans rupture), on obtient les équations régissant chacune d'elles. Puis en combinant ses équations avec le nombre de ruptures présentes sur la fibre, on obtient l'expression de la résistance de la fibre pour une déformation donnée. Enfin en considérant la résistance initiale de la fibre à partir de premières expressions géométriques et loi de la fibre, on obtient un modèle (Équation I-7) décrivant l'évolution R/R_0 en fonction de la déformation ε , du coefficient de Poisson ν de l'ensemble fibre/enduction (environ 0,4), des dimensions initiales de la fibre, L_0 sa longueur et d_0 son diamètre, et des paramètres précédemment établis que sont la longueur L' des ruptures, leurs largeurs $W(\varepsilon)$ et leur nombre $N(\varepsilon)$.

$$\frac{R}{R_0} = \left[\frac{L_0(1 + \varepsilon) - N(\varepsilon) \cdot W(\varepsilon)}{\pi d_0(1 - \nu\varepsilon)} + \frac{N(\varepsilon) \cdot W(\varepsilon)}{\pi d_0(1 - \nu\varepsilon) - 2L'} \right] \times \frac{\pi d_0}{L_0(1 - \nu\varepsilon)}$$

Équation I-7: Modèle numérique, de Wang et al., de l'évolution de la résistance électrique d'une fibre de PU enduite au PPy en fonction de son allongement relatif[38].

Une fois mis en œuvre (Figure I-21), la modélisation a montré un certain décalage par rapport à la réalité mais un comportement global cohérent avec les observations. L'auteur propose deux explications à ce décalage : la préparation des échantillons, car il est difficile de s'assurer que les fibres ne sont pas déjà pré-étirées au début des observations, et la méthode statique utilisée pour extraire les données qui implique un certain nombre d'erreurs.

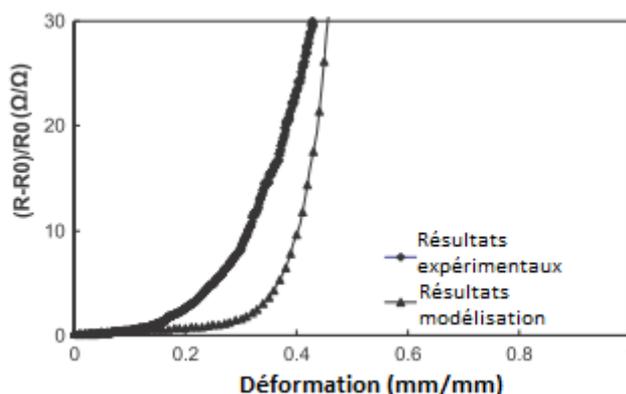


Figure I-21: Modélisation et résultats expérimentaux de l'évolution de la résistance relative en fonction de la déformation des fils de PU enduits PPy [38].

La fin de l'étude consiste à l'identification du paramètre le plus influent dans le comportement électromécanique des fils. Les trois paramètres largeurs, nombre et longueurs sont alors testés indépendamment et il s'avère que la largeur et la longueur des ruptures sont conjointement les deux plus influents. En particulier les deux présentent un cas extrême capable de briser totalement les chemins de conduction du fil : Lorsque la longueur atteint le périmètre total de la fibre et lorsque la largeur atteint une largeur limite.

I.2.2. Polymères conducteurs

I.2.2.1. Généralités

Les polymères conducteurs, ou polymères intrinsèquement conducteurs (ICP, « intrinsically conductive polymer »), ont été découverts dans les années 70. Dès lors ils ont été largement étudiés pour de nombreuses applications en raison de leurs propriétés physiques et des avantages qu'ils présentent, notamment leurs poids légers ou leurs grandes adaptabilités [40], [41], [42]. Aujourd'hui ils sont utilisés principalement dans le développement d'écrans et de systèmes d'affichage souples, ou dans la réalisation de capteurs de grandeurs mécaniques ou chimiques. Les principaux ICP sont le polypyrrole (PPy), le Poly (3,4-dimethyldioxythiophene) poly(styrenesulfonate) (PEDOT-PSS), le polyaniline (PANI), le polyacétylène (PA), le poly(para-phenylene) (PPP), le poly(phenylenevinylene) (PPV), le polyfurane (PF) ou encore le polythiophène (PTh), dont les structures chimiques sont représentées sur la Figure I-22. Les ICP peuvent être utilisés seuls ou bien mélangés, en tant que charges conductrices, avec un autre polymère pour former un CPC ou encore mélangés avec d'autres particules (potentiellement conductrices), pour améliorer leurs propriétés mécaniques et/ou électriques. En optimisant le procédé de mélange et les proportions, il est possible d'obtenir un matériau composite ayant des propriétés mécaniques et électriques supérieures à ses deux constituants.

En règle générale, les ICP ont dans leur structure un groupement délocalisé de π -électron. La plupart sont des semi-conducteurs « organiques ». En les dopants avec un additif chimique, on crée une réaction d'oxydo-réduction entre le polymère et son dopant qui augmente le nombre de couches d'électrons. Leur conductivité atteint ainsi des niveaux proches de celle des métaux, entre 10^0 et 10^4 S/cm, on passe donc d'un matériau semi-conducteur à un véritable conducteur. Lorsqu'ils sont utilisés sous la forme de structures unidirectionnelles (1D), l'aspect ratio allongé et la surface spécifique importante, favorise encore les propriétés électro-conductrices. De même la taille de la structure joue aussi un rôle dans les propriétés électriques, et la réduction du diamètre de la structure améliore la conductivité des particules d'ICP. Il s'agit alors de nanotubes de polymère.

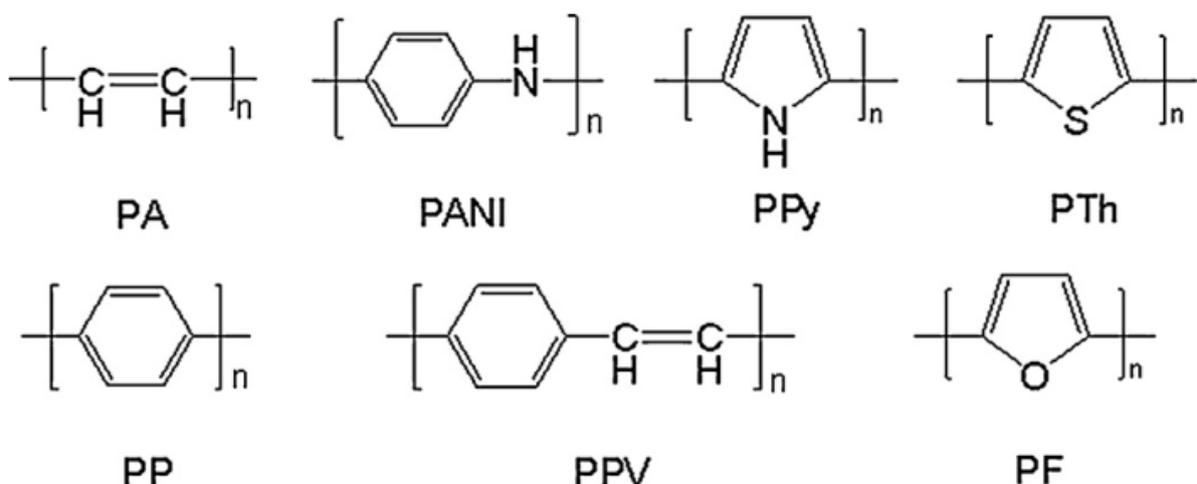


Figure I-22: Structure chimiques des principaux polymères conducteurs.

Même si ce paramètre est négligeable dans les conditions de notre étude, il faut toutefois évoquer l'influence de la température sur ces matériaux. Comme pour les métaux, la conductivité

des polymères intrinsèquement conducteurs est dépendante de la température. Cependant à la différence des métaux, dont la conductivité diminue lorsque la température augmente, la conductivité des ICP augmente de manière exponentielle à mesure que la température croît (conduction électrique thermiquement activée). Il existe toutefois quelques exceptions qui réagissent de façon opposée, comme le perchlorate de polyacétyle.

Ces polymères conducteurs sont donc souvent combinés avec d'autres polymères pour tirer le meilleur parti de leurs propriétés en fonction d'une application visée. Plusieurs études ([43][44][45]) ont montré que l'ajout de nanotubes de carbone à des ICP permet non seulement d'atteindre un niveau de conductivité supérieur mais aussi et surtout de réduire l'influence de la température sur les propriétés électriques du polymère. Le mélange avec un polymère isolant réduit en règle générale la conductivité, mais cela permet d'obtenir des propriétés mécaniques permettant de former des films de polymère conducteur ou même des fibres.

1.2.2.2. Application du PPy

Les travaux de DeRossi et al. [46][47], [48], à partir de 2003, sur l'acquisition des mouvements humains ont recours à cette technologie. Le développement de ce type de capteurs pourrait s'appliquer à de nombreux domaines tels que la médecine, le sport, la réalité virtuelle ou même les interfaces homme-machine. Dans un premier temps, les auteurs ont recours au Polypyrrole (PPy) comme polymère conducteur hautement piézo-résistif, enduit en un film fin sur un tricot de coton et lycra. Cet ensemble garantit souplesse et élasticité. Le PPy est préparé suivant la méthode mise au point par Milliken Co. (U.S. patent 4 803 096), pour des applications de textile chauffant et bouclier électromagnétique. Quelques modifications ont été apportées à cette méthode, notamment l'ajout de pyrrole et d'agent oxydant $\text{Fe}(\text{ClO}_4)_3$. L'enduction est déposée sur le textile à l'aide d'un masque et d'un rouleau, ce qui permet d'avoir des contours précis pour le capteur. L'épaisseur d'enduction sur les fils observés au microscope est de 0,05 à 2 μm . Pour cette étude les dimensions du capteur sont de 5,8 x 2,5 cm. Les capteurs sont ensuite caractérisés en vieillissement, comportements thermique et mécanique. L'analyse en vieillissement menée sur 60 jours à l'air libre révèle une augmentation de la résistance d'environ 8 k Ω /cm pour une résistance initiale de 0,9 k Ω /cm. La caractérisation thermique révèle aussi une sensibilité du capteur à la température extérieure, puisqu'on observe une diminution de la résistance d'environ 3,3 k Ω /cm (à 10°C) à environ 2 k Ω /cm (à 50°C). Cette sensibilité à la température est plutôt importante mais compte tenu de la nature de l'étude et du domaine de températures visées (autour de la température ambiante), elle ne risque pas d'influencer les mesures du capteur dans son fonctionnement normal.

La caractérisation mécanique a été menée sur banc de traction, en quasi-statique, au travers d'échelons d'allongement et de compression de 5 %. Elle révèle que le capteur textile voit sa résistance électrique diminuer avec son allongement et que le phénomène inverse est observé avec la compression. Les facteurs de jauges observés sont -13,5 et -12,5 respectivement dans les sens colonnes et rangées (tricot). Cette valeur négative peut être considérée comme plutôt importante pour un capteur d'allongement. De part ces résultats, les auteurs excluent, un comportement purement piézo-résistif du PPy. Un test sur film de PPy pur le confirme par la suite. Il faut donc prendre le capteur comme un ensemble textile/polymère.

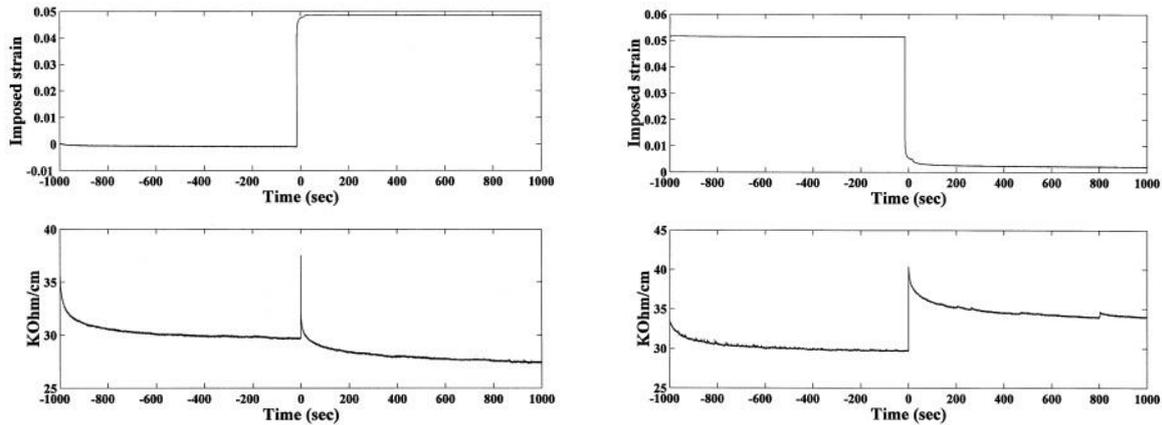


Figure I-23: Résistance électrique et allongement en fonction du temps pour des échelons d'allongement et de relâchement [46].

Sur cette caractérisation mécanique (Figure I-23), les auteurs formulent une série de remarques à propos de ce capteur. Premièrement la valeur de résistance finale dépend du degré d'allongement maximal du capteur et cette valeur diminue avec l'allongement. Ensuite on peut considérer que dans une certaine zone de contrainte, le capteur renvoie une valeur de résistance proportionnelle à l'allongement auquel il est soumis. Le pic de résistance relatif à l'échelon de d'allongement ou de relâchement (compression) est toujours positif. Le capteur semble plus sensible au relâchement qu'à l'allongement. Enfin le vieillissement d'un capteur soumis à des cycles est 16 fois supérieur à celui d'un capteur au repos (2 k Ω /h contre 125 Ω /h).

Dans les travaux suivants de l'équipe de DeRossi [47], [48], L'enduction conductrice à base de PPy est remplacée par l' « ELASTOSIL LR 3162 A/B » (WACKER Ltd). C'est une silicone conductrice bi composants. Mélangés en proportions égales, puis vulcanisés à 160°C pendant 5min (ou 130°C pendant 10min, préféré par l'auteur), elle offre de très bonnes propriétés d'élasticité et d'adhésion sur le substrat de coton et lycra. Différents vêtements sont ainsi réalisés et testés (T-shirt, genouillère, gant...). La résistance des bandes de capteurs est faible, de l'ordre de 1 k Ω /cm, pour 5mm de large et le facteur de jauge est cette fois ci positif et comparable aux jauges métalliques avec une valeur de 2,8. Il est intéressant de constater que le capteur de DeRossi délivre une réponse linéaire sur gamme de mesure relativement large (de 10 à 35 % d'allongement). Le retour à la résistance initiale après un échelon d'allongement de 10 % est plutôt long (supérieur à 10 secondes) mais l'auteur assure que ce délai peut être modélisé et qu'il ne gêne pas la mesure car le capteur est de plus associé à une série d'autres mesures judicieusement placées.

I.2.2.3. Application du PANI

Très récemment, en 2013, Feller et al. [49] ont publié un article décrivant leurs travaux sur la création d'un nouveau capteur d'allongement à base de polyaniline (PANI) et d'alcool polyvinylique. Ce nouveau CPC offre de bonnes propriétés mécaniques et électroniques qui lui permettent d'être utilisé comme capteur d'allongement. Dans l'étude présentée, l'application visée est le monitoring de structure époxy. Les procédures de test comprennent donc des cycles d'allongement de l'ordre de 1 % et des tests en rupture jusqu'à 5 % d'allongement environ. Le capteur se présente sous forme de film qui est collé au substrat, ici un barreau d'époxy de section carré. Le seuil de percolation de ce CPC à base de PVA et PANI, a été déterminé par les auteurs pour un taux de charge de 0,6 % en

masse de PANI dans le PVA. Toutefois les tests multi-cycles révèlent, qu'une concentration supérieure au taux critique de percolation, permet d'obtenir un équilibre entre sensibilité de détection, stabilité de signal et faible hystérésis (Figure I-24 et Figure I-25). On remarque que la forme des hystérésis est courbée à l'allongement et quasi-rectiligne au relâchement, cela s'explique par le délai de réarrangement des charges de PANI avant les premières ruptures de contacts électriques.

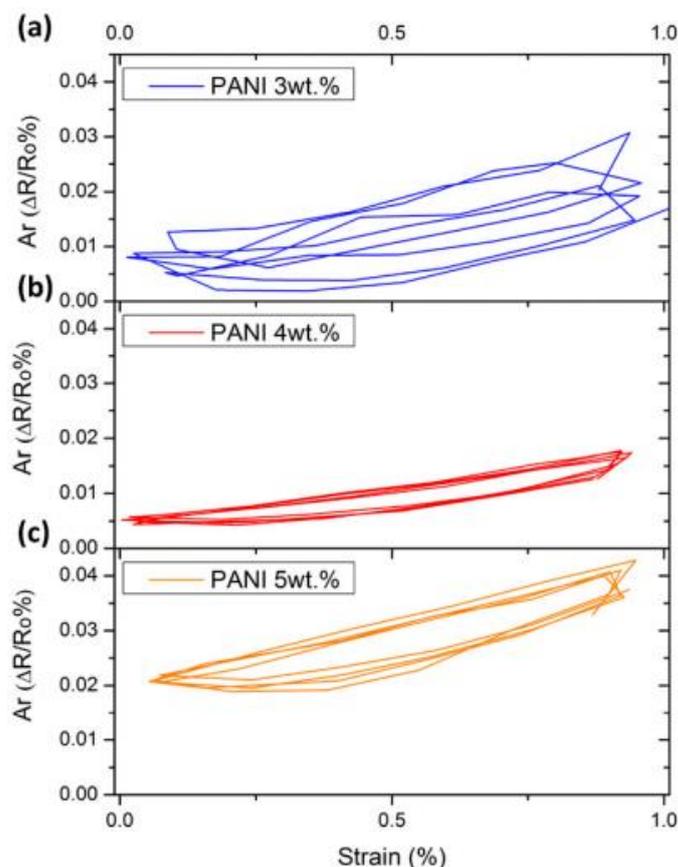


Figure I-24: Variation de résistance relative en fonction de l'allongement relatif sur trois cycles. (a) 3 m.% de PANI. (b) 4 m.%. (c) 5 m.% [49].

Ce CPC a un comportement classique de perte de résistivité à l'allongement et de regain lorsqu'il reprend ses dimensions initiales. L'auteur explique que dans le cas de ce mélange de PANI et PVA, seules des liaisons de Van der Waals peuvent être établies entre les particules des deux composants. Cela conduit à des réarrangements du réseau de conduction lors des déformations du CPC. On note tout de même sur la Figure I-25 (b) en particulier, une perte de sensibilité après le premier cycle plus ou moins importante en fonction des taux de charges. Le phénomène est d'autant plus marqué que le film de capteur est épais. Le film à 4 m.% (pourcentage de la masse totale) épais (37 μm contre 19 μm) perd 61 % de sa sensibilité quand le film fin n'en perd que 25 % après le premier cycle.

Lors des tests en rupture, la réponse du capteur peut être découpée en 2 parties. La première qui, jusqu'à environ 2% d'allongement est exponentielle; modélisée par l'Équation I-8 :

$$A_r = A * \varepsilon^B$$

Équation I-8: modèle non linéaire de la réponse du capteur à un allongement. A_r est l'amplitude relative de la résistance, ε est la déformation, A et B sont des constantes.

La seconde partie, de 2 à 5 %, est la limite de rupture du barreau d'époxy, qui elle est linéaire; modélisée par l'équation d'une droite affine. Le facteur de jauge alors calculé (à la manière de l'Équation I-1) à partir de ces tests, est compris entre 6 et 8. C'est 2 à 3 fois supérieur aux valeurs des jauges métalliques.

Le comportement mécanique du film est décrit par l'auteur comme quasi identique à celui d'un film de PVA pur. La nature des charges et leurs taux de concentration relativement faible en comparaison de charge carbonée, expliquent ce résultat.

Les propriétés visées pour les capteurs développés dans cette étude sont particulièrement proches de celles nécessaires pour le monitoring de fibre de verre et la mesure *in-situ* sur machine à tisser. En particulier la gamme d'allongements testés et la finesse du film, sont des paramètres particulièrement proches de ceux nécessaires pour notre application. De même, la mise en œuvre par solution aqueuse offre une flexibilité et une facilité d'utilisation intéressante pour réaliser des enductions localisées.

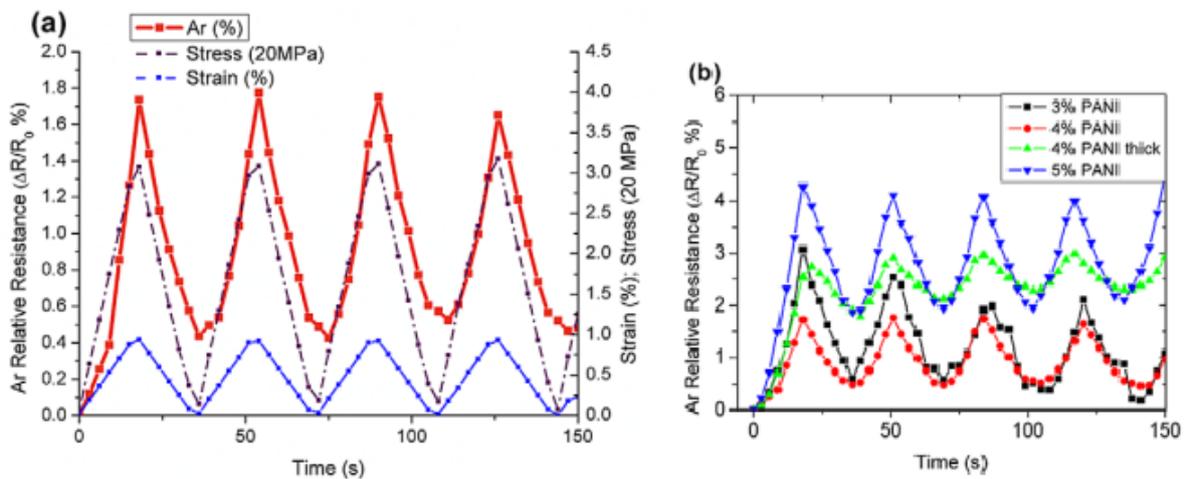


Figure I-25: (a) résistance, allongement et contrainte en fonction du temps. (b) résistance en fonction du temps pour des cycles à 1% d'allongement et pour différents taux de charges [49].

I.2.2.4. PEDOT:PSS

I.2.2.4.1. Généralités

Le poly(3,4-ethylenedioxythiophene)(Figure I-26), plus communément appelé par son abréviation PEDOT, ou encore PEDT, est un polymère intrinsèquement conducteur qui suscite un grand intérêt dans différents domaines de recherches depuis quelques années. Le plus souvent, le PEDOT est associé au Poly(styrènesulfonate)(Figure I-26), qui est un agent anti-statique et permet de solubiliser le PEDOT dans l'eau, pour former des dispersion aqueuse de PEDOT:PSS. Dans le livre, écrit par Elschner et al. [50], portant sur les principes de fonctionnement et les applications de ce polymère, on trouve une brève introduction de l'histoire de son développement. Aujourd'hui on trouve une multitude de solutions commerciales produites par le groupe Bayer sous le nom Clevios™[51].

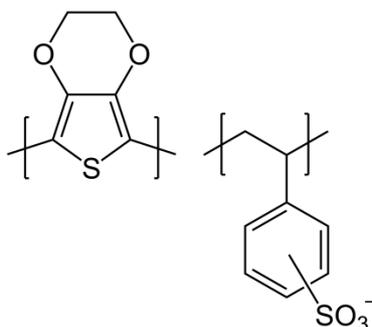


Figure I-26: Représentations graphiques des monomères de 3,4-éthylènedioxythiophène (gauche) et de styrène sulfonates (droite), constitutifs du PEDOT:PSS.

I.2.2.4.2. Propriétés intéressantes du PEDOT:PSS

Le PSS n'est pas un dopant du PEDOT comme on peut le voir écrit parfois par erreur, mais simplement un «contre-ions». Le PEDOT:PSS présente l'avantage de pouvoir se présenter en microdispersions très stables de nanoparticules (de 10 nm à 1 µm), dans une solution aqueuse. Cette dispersion se transforme ensuite aisément en film fin, par simple évaporation, à température ambiante ou en chauffant. Les films de PEDOT:PSS ont une bonne stabilité thermique, cependant le complexe commence à se dégrader au-dessus de 250 °C.

La conductivité de tels films est comprise entre 50 et 80 S/cm. Elle se révèle par ailleurs très stable, en comparaison de beaucoup d'autres ICP hautement conducteurs. En revanche pour maintenir un niveau de conductivité élevée au cours du temps, il faut protéger les films des radiations UV, les maintenir à une température inférieure à 70 °C et si possible les protéger de l'oxygène (voir Figure I-27). En effet, la combinaison de ces 3 facteurs, provoque l'oxydation du polymère. Il est donc recommandé d'encapsuler le film si on lui prévoit une utilisation prolongée dans le temps avec une exposition aux UV. L'encapsulation peut aussi être justifiée par la nature hydrophile de ce complexe. Un film de PEDOT:PSS, lorsqu'il est exposé à une atmosphère humide, va absorber l'humidité et augmenter son volume. L'épaisseur du film peut augmenter de 30 % pour les complexes fortement chargés en PSS. Le tissage étant généralement facilité par une atmosphère humide (moins de casse de fibres, moins de fibrilles en suspension dans l'air) et lumineuse (détection et réparation des casses de fils), il faudra donc tenir compte de la sensibilité du PEDOT:PSS à ces 4 facteurs de dégradations (température élevée, radiation UV, atmosphère oxygénée et humide).

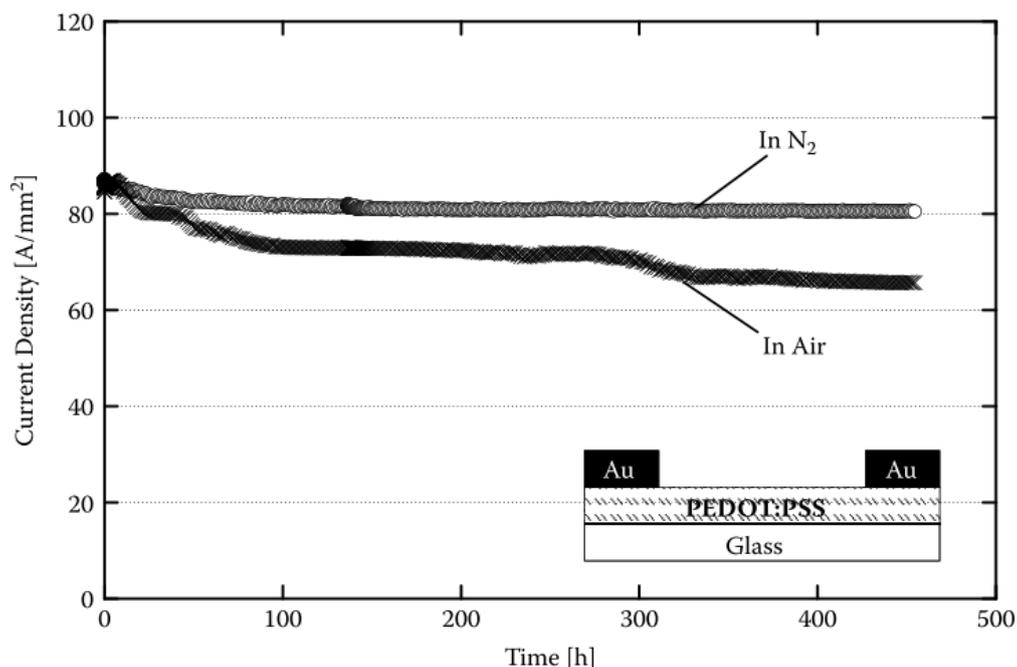


Figure I-27: Densité de courant en fonction du temps dans deux films de PEDOT:PSS, le premier dans une atmosphère inerte de di-azote et le second à l'air libre.

Le PEDOT:PSS permet de former des films flexibles et sensiblement élastiques. Les propriétés mécaniques sont par contre fortement influencées par la nature hydrophile du complexe (en particulier du PSS), comme l'ont montré Lang et al. [52] (voir la Figure I-28). A un niveau d'humidité relative de 23 % le comportement lors d'allongements à la rupture a été rapporté comme étant cassant. Le module d'Young atteint 2,8 GPa. A 55 % d'humidité relative, le comportement du copolymère devient plastique et le module d'Young plafonne à 0,9 GPa.

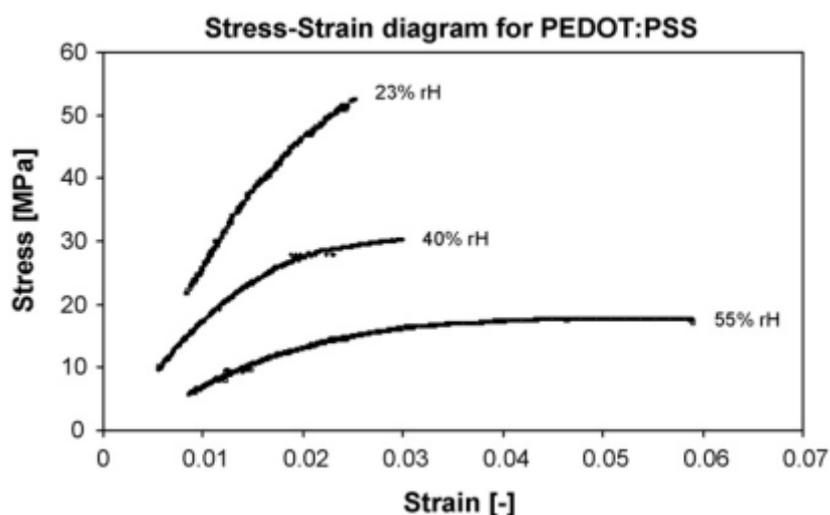


Figure I-28: Diagramme Contrainte-déformation pour des films de PEDOT:PSS dans 3 niveaux d'humidité relative (23, 40 et 55%). [52]

Selon les travaux de Lang et al. , dans les films de PEDOT:PSS, les particules de PEDOT ont une forme sphérique ou ovoïde (de l'ordre de 30 à 40 nm de diamètre) et se retrouvent encapsulées dans une enveloppe de PSS. La liaison entre les particules est assurée par les groupements hydrogènes

reliant les différentes enveloppes de PSS entre elles. Mais le PSS étant hydrophile, l'enveloppe de PSS est sujette à gonflement lorsque l'humidité augmente. La surface de contact devient alors plus faible entre les particules. Lorsque le film est soumis à un allongement trop important en atmosphère humide, la rupture provient d'une rupture des liaisons entre les particules. Tandis qu'en atmosphère sèche se sont directement les particules qui se brisent.

Latessa et al. [53] ont tiré parti de la capacité du PEDOT:PSS à former des films fins et flexibles pour créer un capteur de déformation angulaire flexible. Le capteur, visible sur la Figure I-29, réalisé par un procédé d'enduction complexe, consiste en une simple couche de PEDOT:PSS posée sur un film de polyimide. L'auteur annonce que le capteur ne souffre pas d'effet d'hystérésis et que son facteur de jauge est d'environ 18 (bien au-dessus des standards des jauges commerciales à enduction métallique). La variation de résistance en fonction de l'angle de flexion se révèle de plus linéaire.

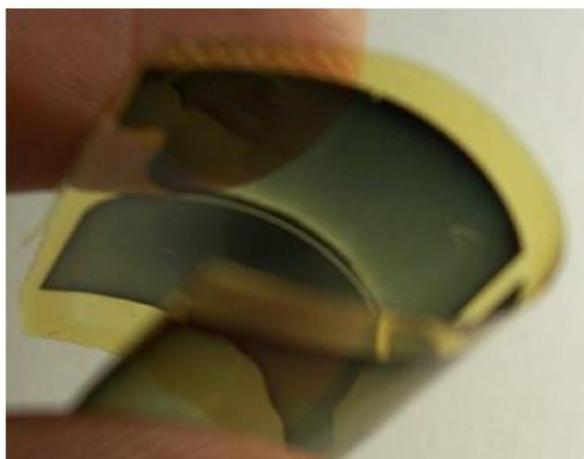


Figure I-29: capteur d'angle de déformation flexible de Latessa et al. [53]

I.2.2.4.3. Dopant secondaire

Les termes « dopant primaire » et « dopant secondaire » définis par MacDiarmid and Epstein, se réfèrent à des agents chimiques qui améliorent la conductivité des ICP. Mais alors que le premier provoque une réaction d'oxydoréduction avec le polymère et le fait passer d'un semi-conducteur à un matériau conducteur, le second est un simple additif qui multiplie la conductivité de plusieurs ordres de grandeurs. Pour cette raison, les dopants secondaires sont aussi appelés simplement « agent d'amélioration de conductivité ». Ils peuvent être de différentes natures comme par exemple des solvants organiques, des sels ou encore des polyols, etc... En général ce sont des composés hautement polaires et avec une température d'ébullition basse. Ils sont ajoutés dans la solution en proportion allant de 1 à 10 % (en masse), mais leur effet est permanent qu'ils soient présents ou non dans le film après séchage. Parmi les plus courants et efficaces, on peut citer le diméthylformamide (DMF), l'éthylène glycol ou encore le N-méthylpyrrolidone (NMP).

Dans sa thèse, Akerfeldt s'est intéressée à un mélange de PU et PEDOT:PSS pour réaliser une enduction textile conductrice [54], [55]. Le dopant secondaire utilisé dans son étude est l'éthylène glycol (EG). Akerfeldt a premièrement étudié l'influence de la concentration en PEDOT:PSS dans l'enduction (à proportion de EG constante, 10 % de la masse de PEDOT:PSS en dispersion). L'augmentation de la concentration produit une importante chute de la résistivité (environ 5

décades), mettant en évidence un seuil de percolation autour de 2 % de PEDOT:PSS dans l'enduction finale, en masse. Pour obtenir une enduction au potentiel de conductivité optimal il faut atteindre une concentration de PEDOT:PSS d'environ 5 % en masse finale, soit près de 75 % de la masse d'enduction en dispersion. Il en résulte que la solution d'enduction est très liquide car le PEDOT:PSS est concentré à 1,1 % (en masse) en dispersion. Cela permet de réaliser des couches d'enductions très fines. Cela peut être un avantage dans certaines applications où on cherche à conserver le confort du textile malgré l'enduction. En revanche pour d'autres applications la nature très liquide de l'enduction et la faible concentration en PU, posent problème. L'enduction est difficile à appliquer et les propriétés mécaniques sont limitées.

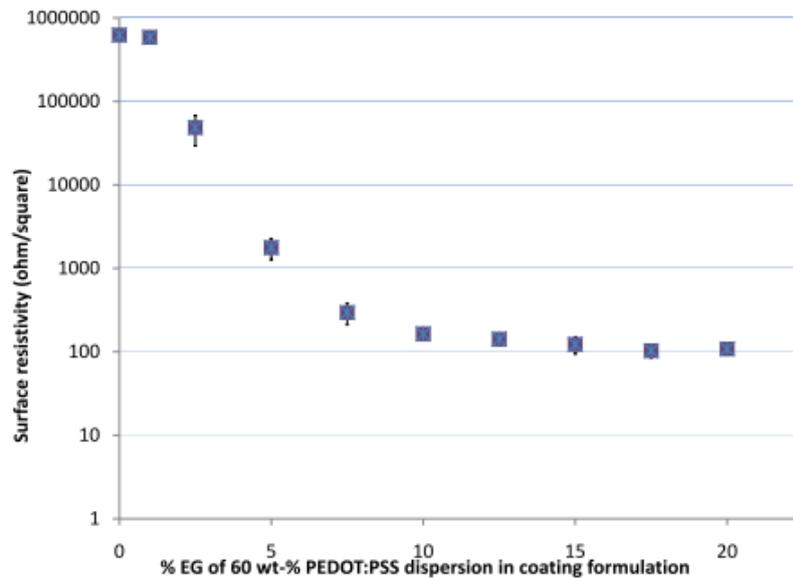


Figure I-30: Influence de la concentration en dopant secondaire sur la résistivité d'une enduction à concentration de PEDOT:PSS constante.[55]

Une seconde étude de Akerfeldt a donc porté sur l'influence du dopant secondaire (EG), à concentration de PEDOT:PSS constante, sur la résistivité de l'enduction. A partir de la concentration en PEDOT:PSS minimale retenue pour la première étude (20 % en masse en dispersion), Akerfeldt a fait varier la concentration de EG de 0 à 20 % en masse. Il en résulte une chute de résistivité très similaire à celle observée en faisant varier la proportion de PEDOT:PSS (5 décades), comme on le voit sur la Figure I-30. Dans le même temps, le test de déchirement effectué sur les substrats de tissu montre que l'ajout de ce dopant secondaire dans l'enduction n'altère pas ses qualités mécaniques (Figure I-31).

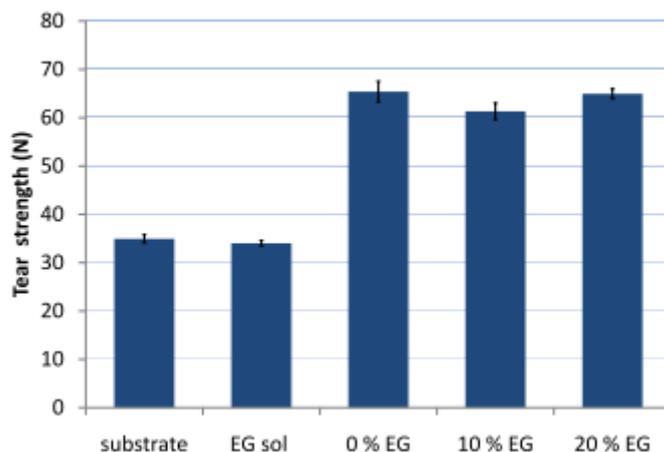


Figure I-31: Résultats des tests en déchirement menés sur les substrats enduits à différents taux d'EG.[55]

En 2011, Chen et al. [56] ont publié une étude similaire mettant en œuvre un mélange de PEDOT:PSS et PVA, avec ou sans NMP (dopant secondaire). L'auteur part du constat que le complexe de PEDOT:PSS offre de très bonnes propriétés électriques lorsqu'il est utilisé seul mais dont la viscosité en dispersion est trop faible pour l'utilisation dans des procédés d'enduction centrifuge (spin coating), courants en micro-électronique. L'ajout d'alcool polyvinylique (PVA) dans la solution permet de remédier à ce problème et de produire des films plus épais. Mais cet ajout de PVA dans la solution diminue la conductivité finale du CPC ainsi formé. L'évolution de la conductivité en fonction du taux de charge en PEDOT:PSS et de la présence ou non de NMP est visible sur la Figure I-32.

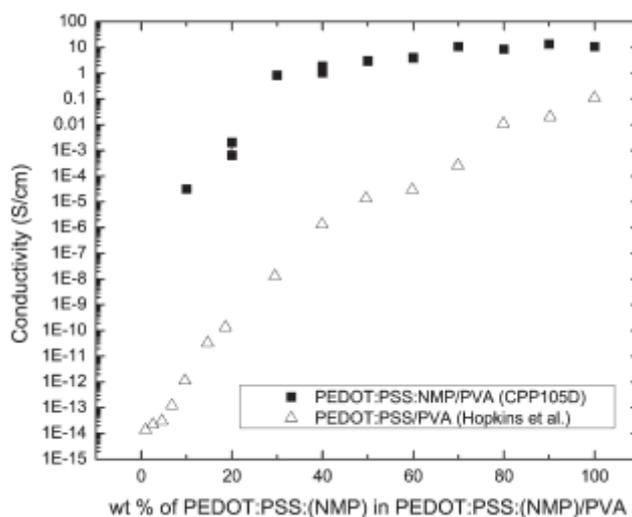


Figure I-32: Conductivité en fonction de la concentration en PEDOT:PSS (en masse) dans la solution.[56]

Les tests ont été réalisés grâce à deux dispersions commerciales de PEDOT de H.C. Starck : le Clevios P V4071(sans NMP) et le CPP105D (avec NMP). On constate que l'enduction intégrant du NMP atteint un maximum de conductivité supérieure de 2 décades à celle qui n'en contient pas. De plus ce maximum de conductivité est atteint pour une concentration en PEDOT:PSS 2 à 3 fois plus faible. Cela permet de conserver un taux de PVA dans l'enduction élevée et de garantir des propriétés mécaniques supérieures.

Lorsque l'on compare l'influence de la concentration en NMP à différentes concentrations de PEDOT:PSS sur la conductivité, comme sur la Figure I-33, on constate que ce sont les faibles

concentrations en PEDOT:PSS qui bénéficient le plus de l'ajout du dopant secondaire. Selon l'auteur, le NMP améliore la conductivité du PEDOT:PSS pour deux raisons :

- Il transforme la structure en « bobine » du polymère en une structure linéaire.
- Il rapproche les chaînes de PEDOT « encapsulées » dans le PSS, ce qui favorise la conduction par saut (« hopping ») reconnue au PEDOT:PSS.

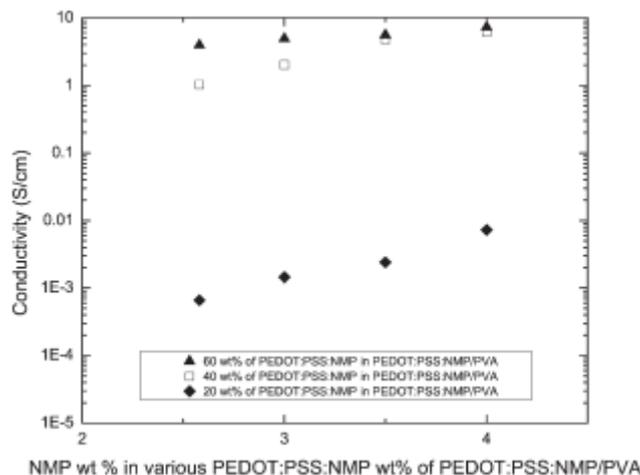


Figure I-33: Influence de la concentration en NMP sur la conductivité, dans des solutions de PEDOT:PSS plus ou moins concentrées.[56]

I.2.2.4.4. Propriétés mécaniques et mélange avec le PVA

Comme écrit précédemment, pour améliorer les propriétés mécaniques des films de PEDOT:PSS, on peut mélanger le complexe avec d'autres polymères, comme le polyuréthane ou l'alcool polyvinylique (PVA). Dans une seconde publication [57], parue en 2011 aussi, Chen et al. s'intéressent au comportement mécanique du mélange de PEDOT:PSS:NMP/PVA sous forme de films. L'étude comporte une série de tests sur banc de traction pour déterminer notamment les modules d'Young, efforts à rupture et la déformation plastique d'une série de films à différents ratio de PEDOT/PVA. Sur la Figure I-34, on peut constater l'évolution de la contrainte à la rupture pour des ratios de PEDOT/PVA de 0 à 50 % en masse. La contrainte à la rupture pour le PVA pure est de 41,3 MPa. Cette valeur augmente avec le taux de PEDOT:PSS:NMP dans le film. Avec 30 % de PEDOT (en masse), la valeur de la contrainte à la rupture double. Elle atteint à maximum à 40 % de PEDOT, proche de 90 MPa. A l'inverse l'allongement à la rupture décroît avec l'ajout de PEDOT. De 110% pour le PVA pur, il passe à environ 95 % pour des ratios de PEDOT/PVA allant de 5 à 40 %, d'après la Figure I-35. Il subit ensuite une forte baisse à 50 %, où sa valeur se limite à 55 %. Le module d'Young passe de 41,3 MPa pour le PVA pur à 1,63GPa pour un film contenant 50 % de PEDOT comme le montre la Figure I-36.

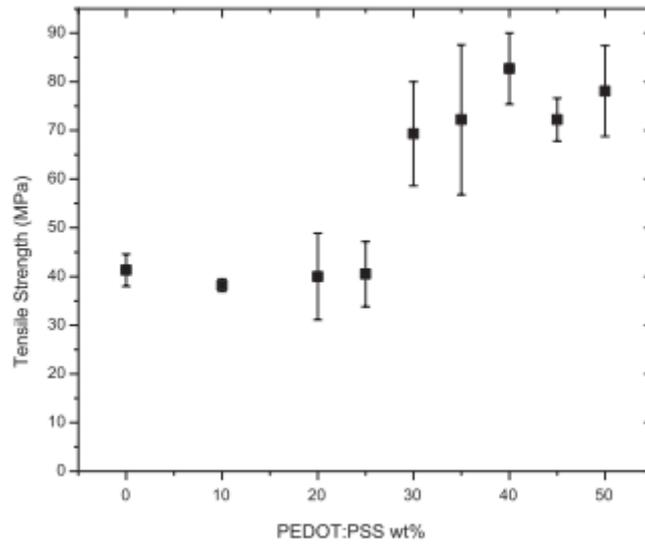


Figure I-34: Contrainte à la rupture en fonction du ratio de PEDOT/PVA. [57]

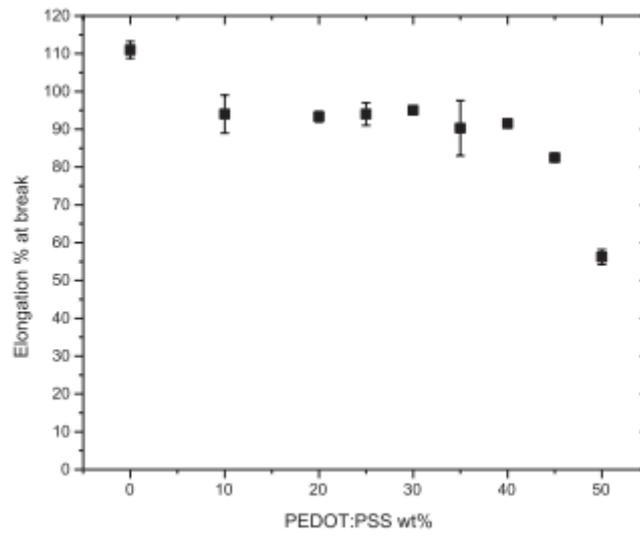


Figure I-35: Allongement à la rupture en fonction du ratio de PEDOT/PVA. [57]

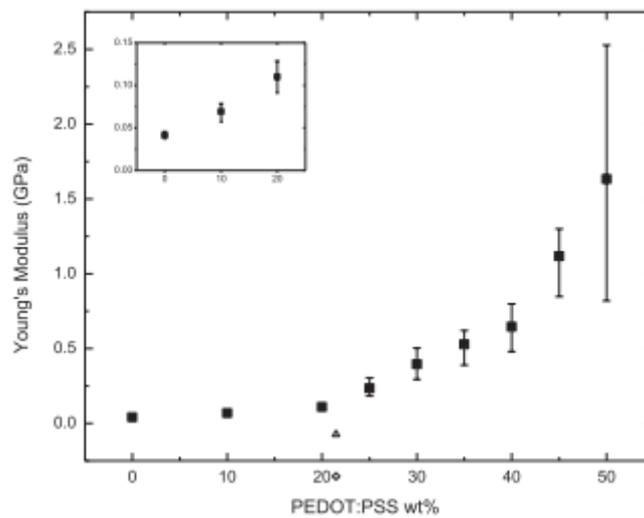


Figure I-36: Module d'Young en fonction du ratio de PEDOT/PVA. [57]

En complément des tests sur banc de traction, les films produits avec des ratios de 10 à 40 % de PEDOT/PVA ont été observés au microscope électronique à balayage. Les clichés résultants de cette étude sont visibles sur la Figure I-37. On peut voir en gris clair les « nano billes » de PEDOT:PSS et en gris plus foncé on distingue l'alcool polyvinylique. Entre les figures Figure I-37 (b) et (c), c'est-à-dire les ratios à 20 et 30 % de PEDOT/PVA, on note une forte évolution de la structure du matériau. Sur la Figure I-37 (b) les particules de PEDOT:PSS sont encore espacées les unes des autres ou en petites grappes. Sur la Figure I-37 (c), à l'inverse, la plupart des particules sont agglomérées et on peut donc constater la formation du réseau de percolation. Cette nouvelle structure, intégrant un réseau de percolation est responsable de l'accroissement de la contrainte maximale à rupture et du module d'Young. Les contraintes au lieu de se propager dans le PVA uniquement, doivent dès lors traverser l'agglomérat de particules. Pour rompre le film, il faut briser les interactions entre les particules de PEDOT:PSS. Ce réseau de percolation est aussi la raison de l'augmentation de la conductivité du matériau. Il est évident que la proximité des particules et la continuité du réseau favorisent une bonne circulation des charges électriques entre les particules.

Parmi les différentes études menées sur les polymères conducteurs intrinsèques, on peut dégager un certain nombre d'avantages pour la réalisation de capteur d'allongement. La combinaison de forte conductivité électrique et de bonne ductilité et élasticité, en particulier correspondent tout à fait aux propriétés recherchées dans ce type de capteurs. Le mélange avec un second polymère isolant et élastique, pour former un CPC, renforce d'autant plus cette habilité à la captation d'allongement. Le PEDOT:PSS présente de plus des avantages en termes de mise en œuvre pratique. En effet les nombreuses dispersions commerciales aqueuses disponibles permettent une grande liberté dans le choix du procédé d'enduction. Le taux de percolation relativement élevé (30 % en masse en dispersion) facilite aussi la réalisation de la solution d'enduction, particulièrement en petite quantité, en garantissant un dosage et une dispersion facile. Deux paramètres particulièrement influents sur les performances finales de l'enduction.

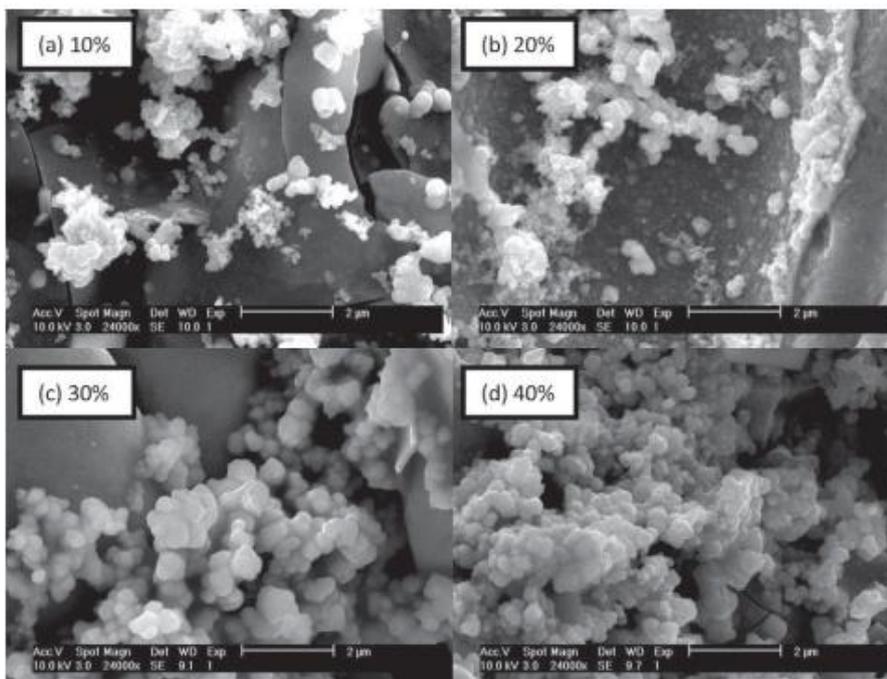


Figure I-37: Clichés réalisés par observation au microscope électronique à balayage, de films de PEDOT:PSS/PVA à différent ratio de PEDOT. [57]

I.2.3. Piézo-résistivité des fibres de carbone

Une autre possibilité de réalisation de capteurs d'allongements est l'utilisation de fibres de carbone, de par leurs propriétés piézo-résistives. Des travaux sur le sujet ont été publiés en 2008 par Kim et al. [58]. L'application visée est la mesure de petits allongements en régime vibratoire à des fréquences relativement élevées, de l'ordre du MHz. Néanmoins le facteur de jauge mesuré par l'auteur sur de tel capteur est très élevé : entre 100 et 400. C'est environ dix fois plus que les silicones chargés en particules électriques. De plus la fibre de carbone est un très bon conducteur électrique mais garde une faible conductivité thermique. Ces propriétés physiques rendent ce type de capteurs beaucoup moins sensibles aux variations de température que les capteurs à base de CPC. Cette technologie pourrait donc représentée une piste de développement intéressante pour la mise au point de capteurs d'allongements filaires. Cependant dans le cadre des travaux de Kim et al. , le développement s'est porté uniquement sur la mesure de régimes vibratoires. Les dimensions du capteur sont donc très réduites : la longueur de la fibre est d'environ 900 nm pour un diamètre de 14 nm. La résistivité d'une telle fibre, au repos, a été mesurée entre 1,5 et 3 m Ω .cm. La fibre de carbone est suspendue entre deux électrodes d'aluminium posées sur un substrat de silicium (voir Figure I-38).

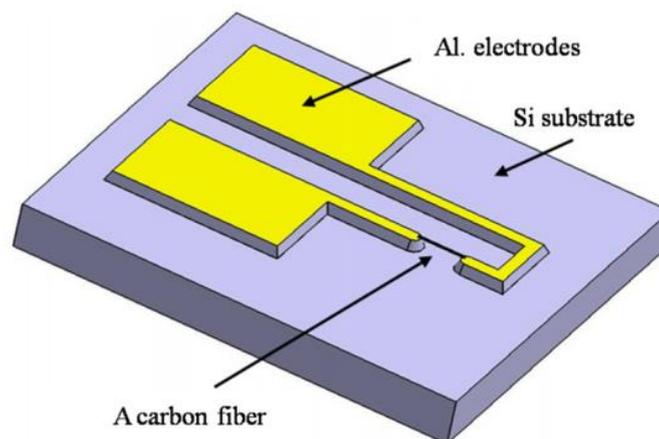


Figure I-38: Vue 3D d'un capteur de vibration à base de fibre de carbone [58].

I.2.4. Capteurs sur base de structure textile et fils conducteurs

Une des solutions de base pour réaliser un capteur d'allongement textile, est d'utiliser une structure textile connue (tissée ou tricotée) et d'enduire une partie des fils d'un matériau conducteur piézo-résistif, comme décrit précédemment.

I.2.4.1. Etudes comparatives des types de fils et structures

En 2005, Zieba et Frydrysiak, ont publié une étude sur la faisabilité de capteurs textiles pour le contrôle de la fréquence respiratoire [48]. Trois capteurs différents sont exposés mais leur point commun est de reposer sur la modification de la géométrie d'une structure textile pour détecter un allongement. Le premier capteur est un tissu intégrant des fils conducteurs en chaîne et en trame sur une zone localisée. Ce tissu conducteur est produit de manière industrielle et vendu à l'origine pour ses propriétés électro-statiques. Les deux autres capteurs sont des tricots, l'un composé de fils

conducteurs lui aussi (Poly-acrylonitrile enduit au sulfure de cuivre) et l'autre comportant des fibres optiques sur certaines rangées de tricot.

Peu de détails sont donnés sur les performances des capteurs, mais les 3 structures fonctionnent sur les bancs de tests. La structure tissée semble avoir la sensibilité la plus faible, doublée d'une hystérésis notable. Le tricot intégrant une fibre optique se révèle assez sensible à l'allongement, avec une augmentation de la puissance lumineuse la traversant lors de l'allongement du tricot. Les auteurs insistent aussi sur l'importance de la qualité de la connexion électrique du capteur avec le système de mesure. Ils précisent qu'ils ont eu recours à une colle électro-conductrice à base d'argent.

Plus récemment Guo et al. [59] ont réalisé une étude opposant 4 capteurs textiles sur tissu utilisant la piézorésistivité. Deux des capteurs sont des tissus enduits d'un mélange de silicone (Elastosil LR 3162 A/B) et de particules de noir de carbone. Les deux autres capteurs sont des tissus comportant des fils de trame conducteurs semi métalliques (Bekintex 50/2, 80% fibre polyester, 20% fibre inox). Dans les deux cas, un tissu élastique et un tissu inélastique ont été utilisés.

L'étude de Guo confirme l'observation des deux modes de captation de l'allongement (Figure I-39) par les matériaux piézorésistifs, identifiés par Flandin [32], [33] et Bilotti [34]: soit par l'augmentation de résistance électrique sous la contrainte (cas de l'enduction silicone/carbone), soit par la diminution de résistance avec le resserrement des chemins de conduction sous la contrainte (cas des fils conducteurs polyester/inox). L'article insiste aussi sur l'importance du substrat dans les capteurs textiles, qui donne ses caractéristiques au capteur. Dans l'étude le tissu inélastique génère moins d'hystérésis que l'autre, tandis que sa gamme de mesure et son facteur de jauge sont plus limités.

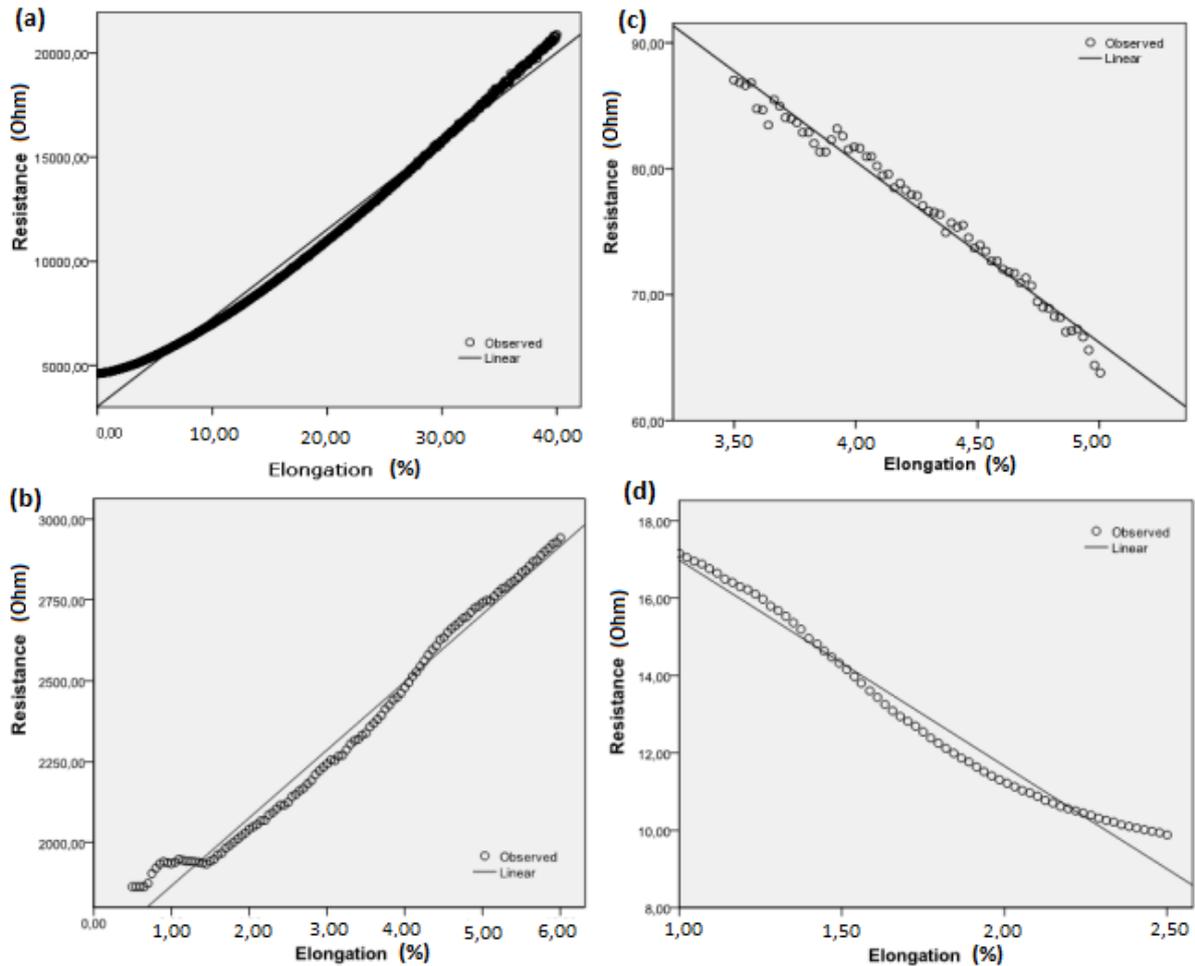


Figure I-39: Variation de la résistance électrique en fonction de l'allongement pour les 4 capteurs de Guo. (a) tissu élastique enduit, (b) tissu inélastique enduit, (c) tissu élastique avec fil conducteur et (d) tissu inélastique avec fil conducteur [59].

I.2.4.2. Mise en œuvre par impression sur tissu

Patra puis Sawhney et al. [60], [61] ont mis au point une technologie permettant d'imprimer directement la dispersion de polymère conducteur, par « jet d'encre » sur la surface à tester qui fait alors office de substrat. Le polymère conducteur utilisé par Sawhney et ses collaborateurs est le PEDOT:PSS, en solution commerciale aqueuse. Les dimensions des capteurs imprimés pour l'étude sont de 50 mm de longueur pour 1 mm de largeur. Chaque capteur est borné par des électrodes d'argent eux aussi imprimés. L'argent a une conductivité bien plus élevée que le PEDOT:PSS (environ 100 fois) ce qui garantit que les électrodes ne parasiteront pas les mesures des capteurs. Les capteurs ont été imprimés sur deux types de tissu, le premier synthétique, en Nylon66 (Polyamide6-6) et le second en coton.

Cette étude investigate le comportement piézoresistif du PEDOT:PSS, et tend à prouver que le changement de conductivité de ce type de polymère conducteur lors d'un allongement est dû à un effet tunnel entre les particules.

Les échantillons de tissus ont été soumis à des cycles d'élongations répétés de 5 % en quasi-statique (5 mm/min). Les premiers tests sur les échantillons de tissus de coton ont montré que la résistance augmentait avec l'allongement et diminuait de nouveau avec la relaxation (Figure I-40(a)). Le retour à la résistance initiale n'est pas possible à cause du substrat en tissu de coton. L'augmentation de la résistance avec l'allongement est attribuée à des ruptures de l'enduction en surface, provoquant des ruptures des chemins de conduction. Un facteur de jauge d'environ 5 a été observé. Comparé au facteur de jauge moyen d'une jauge de contrainte métallique (2), ce résultat est plutôt bon. Les seconds tests toujours menés sur les échantillons de tissus coton, ont cette fois-ci montré une baisse de la résistance lors des allongements et une augmentation lors de la relaxation (Figure I-40(b)). Il en a été conclu que la compression des fils et des fibres enduites entre elles, lors des allongements, favorisait la conductivité. Le facteur de jauge est alors négatif et donne une valeur de -5. L'auteur en conclut qu'il y a 2 zones de conduction, l'une à l'intérieur du tissu et l'autre à la surface. L'auteur ne détaille pas comment faire la distinction entre les 2 modes lors de l'analyse d'un signal.

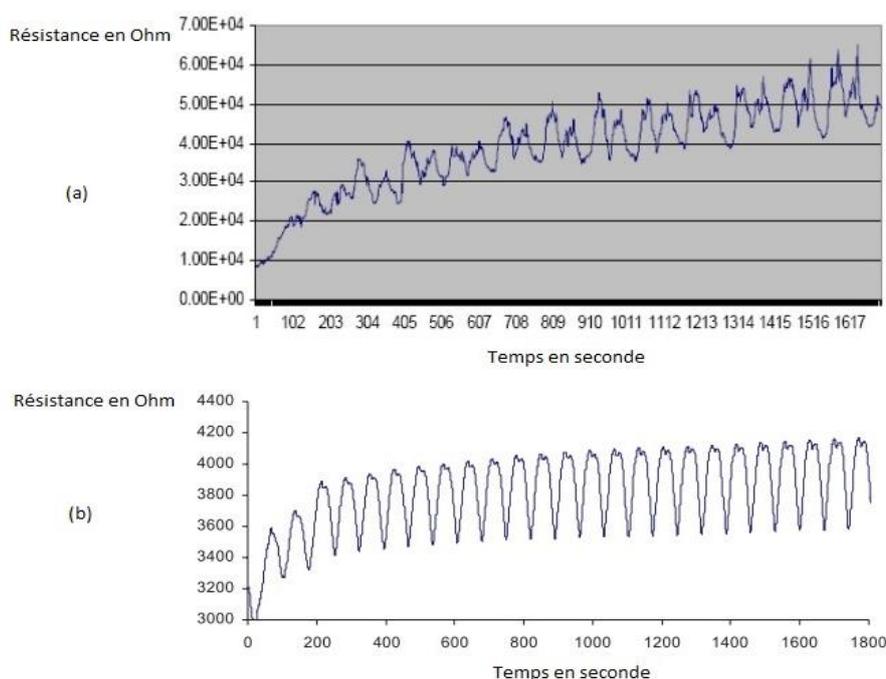


Figure I-40: Résistance en fonction du temps des capteurs à base de PEDOT-PSS sur une répétition de 25 cycles d'allongement à 5% et relaxation. (a) comportement en surface, facteur de jauge positif [60]; (b) comportement à cœur, facteur de jauge négatif [61].

La suite de l'étude porte sur l'application de cette technologie à la mesure de mouvement humain. Dans le cas de l'étude des tests sont menés sur des flexions et torsions du genou. L'étude conclue que ce type de capteur est adapté aux mouvements humains.

1.2.4.3. Mise en œuvre par polymérisation in-situ

Récemment Bashir et al. ont publié des travaux sur les propriétés de captation d'allongement de tricots de fils enduits de Poly(3,4-ethylenedioxythiophene) (PEDOT) [62]. L'application visée est encore une fois la détection de mouvements humains et en particulier le contrôle de la fréquence respiratoire. Le principe de ce capteur repose sur la déformation de la structure textile, ici un tricot, composé de fils conducteurs. Les fils sont enduits par un procédé innovant de polymérisation in-situ

du monomère EDOT en vapeur [63]. Les fils utilisés sont de deux types : Viscose et polyester (PES). Les capteurs sont tricotés avec 1 type de fils uniquement, par rangées successives, d'abord avec des fils non enduits, puis par ceux enduits et conducteurs, et de nouveau avec des fils non enduits. Les dimensions des tricots sont de 12 cm par 2,5 cm pour la bande conductrice et de 12 cm par 8 cm au total. Ils ont été testés en multi-cycles quasi-statiques avec des valeurs d'allongement maximales de 5 à 50 % pour une vitesse de 5 mm/s. Le dispositif d'enregistrement comprenant un pico-ampèremètre Keithley et un multimètre Agilent.

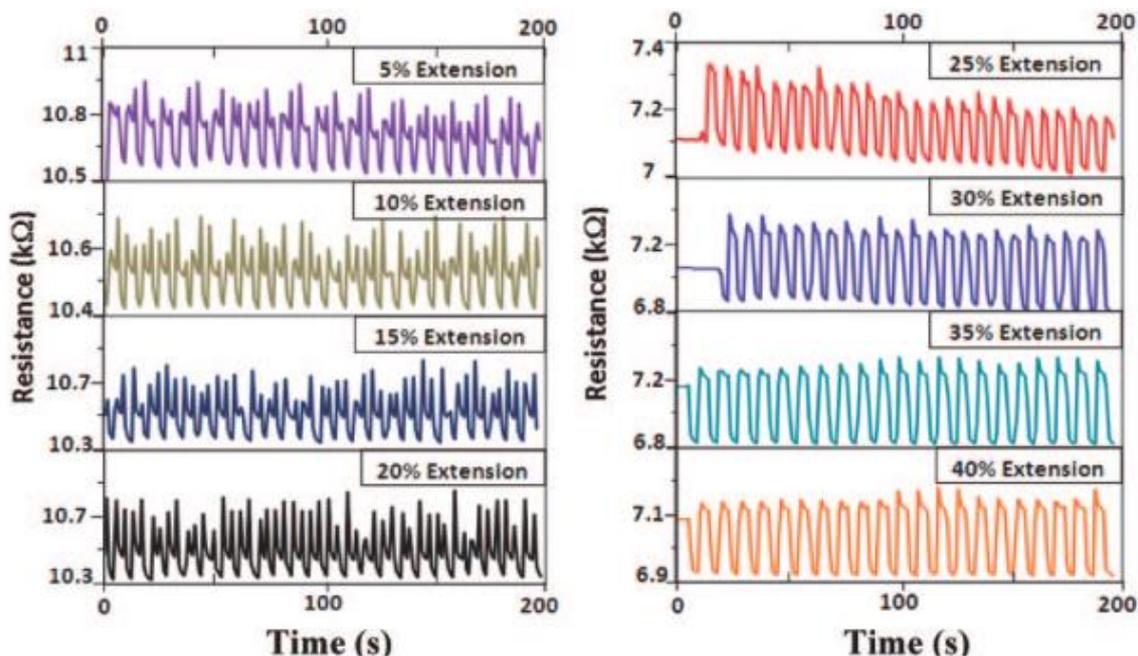


Figure I-41: Résistance en fonction du temps lors de tests multi-cycles à différentes valeurs d'allongement pour un tricot de PES enduit au PEDOT [62].

Les résultats des tests, visibles sur la Figure I-41, confirment le comportement attendu du capteur, à savoir une baisse de la résistance lors de l'allongement. Cela est dû à la déformation géométrique des boucles. En s'étirant, les boucles du tricot alignent les fils qui les composent, ce qui favorise les contacts électriques entre eux et diminue la résistance électrique générale du tricot. On observe aussi que la nature du substrat influence sensiblement les performances du capteur. Les capteurs composés de fils de viscose présentent une résistance électrique plus élevée que ceux à base de PES mais ils ne souffrent de quasi aucune hystérésis, quelle que soit la valeur d'allongement imposée. Les capteurs à base de PES quand eux offrent une résistance électrique relativement plus basse mais ne sont pas aussi réguliers dans leurs réponses électriques aux sollicitations mécaniques, particulièrement sur les petites amplitudes. A partir de 30 % d'allongement le phénomène d'hystérésis est très limité.

Ce principe de capteur d'allongement textile est très intéressant car il est simple et ne présente pas de risque de dégradation rapide. Les phénomènes d'hystérésis sont faibles voir quasi nul en fonction des fibres utilisées et les valeurs de résistance sont faibles ce qui limite les effets antennes. Le choix de fibres semble très large, ce qui peut convenir à de nombreuses applications. Cependant ce système de par sa structure (tricotée) et les dimensions minimales qu'il impose ne peut convenir à notre application de mesure *in-situ* des allongements des fils sur machine à tisser.

I.2.5. Enductions piézo-résistives

Les capteurs à base d'enductions piézo-résistives se sont développés récemment, principalement sur des applications de type matériaux souples et textiles. Par rapport aux jauges plus conventionnelles d'allongement (métalliques ou à fibre optique), ils présentent davantage de souplesse et d'élasticité.

I.2.5.1. Enduction sur tissu

En 2006 les travaux de Cochrane et ses collaborateurs [64], [65] [13] sur le développement d'un capteur d'allongement pour toile de parachute, les ont amené à développer une nouvelle enduction piézo-résistive plus souple et plus élastique que les jauges d'allongements classiques. Le mélange mis au point est un composite de particules de noir de carbone(NdC) (Dégussa Printex L6 [66]) et d'Evoprene® 007 [67](Alphagary) qui est un copolymère de styrène-butadiène-styrène (SBS). Ce mélange est destiné à être enduit sur une toile de nylon® (polyamide 6-6), semblable à une voile de parachute. Le film formé par le polymère sur la toile est fin, seulement 16 µm et une fois protégé d'une couche de latex, pulvérisée par air comprimé, le capteur ne dépasse pas 50µm. C'est environ la même épaisseur que la toile de parachute qui sert de substrat. Les dimensions de la bande enduite sont définies précisément par un masque (2 x 100 mm). Les connecteurs utilisés sont des fils d'inox multi-filaments gainés de PVC (Bekintex, 316L). Le diamètre relativement élevé des fils connecteurs, 0,8 mm, se justifie par le besoin d'une grande qualité de connexion avec le CPC pour éviter les résistances électriques parasites.

L'étude approfondie menée par Cochrane et al. sur les propriétés de ce nouveau CPC, notamment la recherche du seuil de percolation et l'investigation des paramètres de mise en œuvre, a permis d'optimiser sa conductivité et ses propriétés mécaniques pour les applications de capteurs d'allongements. Les tests en allongement (Figure I-42), sur banc de traction, de différents échantillons de tissus enduits ont révélé un facteur de jauge de 30 sur la gamme 0 à 10 % (domaine élastique de la majorité des matériaux textiles). Comparée aux « enductions capteurs » évoquées précédemment, ce capteur délivre un facteur de jauge constamment positif. Le CPC Evoprene®/NdC est une pâte relativement visqueuse qui ne pénètre pas à cœur de la toile de nylon® étanche du parachute. L'enduction agit comme un bloc piézo-résistif à la surface du substrat. Elle ne partage avec le substrat que son allongement et n'est pas influencée par la compression des fils entre eux lorsque le tissu s'étire.

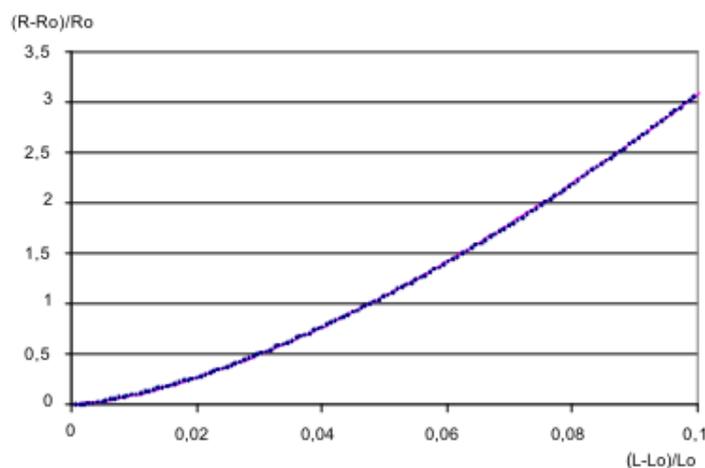


Figure I-42: Évolution de résistance relative en fonction de l'allongement relatif[64]

I.2.5.2. Capteurs filaires d'allongement piézo-résistifs

Pour réaliser un capteur d'allongement filaire, la solution la plus commune consiste à l'enduire d'un matériau piézo-résistif. L'enduction suivra les déformations du fil, ce qui engendrera des variations de résistance électrique.

En 2010, Nauman et al. [14], ont utilisé cette technologie pour développer un système de contrôle non destructif de structure composite en carbone. Ce système repose sur un fil capteur inséré dans le renfort interlock 3D directement lors de son tissage dans le sens trame. Le fil est donc enduit d'un matériau conducteur piézo-résistif, en l'occurrence il s'agit du mélange développé par Cochrane et al. [13], [64], composé d'un polymère souple (Evoprene® 007) et de particules de noir de carbone (Printex® L6), utilisant le chloroforme comme solvant. La concentration en carbone retenue est de 35 % en masse, choisie d'après le seuil de percolation électrique du mélange. Pour caractériser l'adhérence et la sensibilité de l'enduction sur différents substrats, 4 types de fils et filaments ont été retenus : le polyester, le polyamide, le polyéthylène et le coton. L'auteur précise que visuellement, les filaments présentent une surface d'enduction plus uniforme que les fils retordus. Cela est dû au fait que l'enduction pénètre à cœur des fils par les porosités et interstices. Ce phénomène cause par ailleurs une mauvaise homogénéité des propriétés mécaniques et électriques de ces capteurs. La meilleure adhésion et uniformité sont atteintes avec le polyéthylène et cela se traduit par la plus basse valeur de résistivité.

Le capteur a donc été développé sur un substrat formé de deux filaments de polyéthylène (voir Figure I-43). En plus de l'enduction piézo-résistive, les filaments sont enduits à leurs extrémités par de la peinture d'argent et attachés à des fils de cuivre pour obtenir des connecteurs souples avec une faible résistance de contact. Le diamètre des filaments est de 0,7 mm et la résistance initiale moyenne de ces capteurs est de 43,3 k Ω .

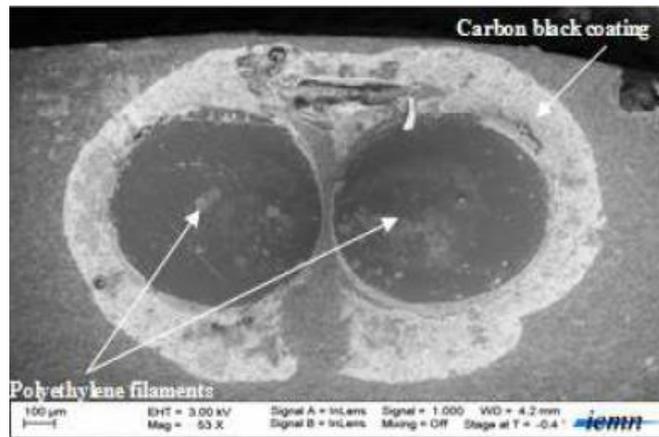


Figure I-43: Vue en coupe d'un capteur au microscope électronique à balayage [14]

Pour la suite de l'étude, un tissu interlock de 13 couches a été tissé avec des fils de carbone de 6K (6000 filaments, 200 Tex). L'auteur précise que le capteur peut être inséré en sens chaîne ou trame lors du tissage. Cependant à cause des contraintes techniques imposées par l'insertion en sens chaîne, les capteurs ont seulement été insérés en sens trame. Une fois tissé, avec le capteur à l'intérieur, le renfort est retiré du métier à tisser et résiné par infusion (sous vide) avec une résine époxy (EPOLAM 5015). Les renforts résinés sont finalement découpés en bande de 25 cm de long par 2,5 cm de large pour être testé sur banc de traction (Instron 8500 tester). Les tests ont été menés en quasi-statique à une vitesse de 5 mm/min, et le signal a été enregistré à l'aide d'un module d'acquisition Keithley® KUSB 3100 couplé à un pont de Wheatstone. Le signal a ensuite été traité avec un filtre passe bas pour réduire le bruit.

Les capteurs testés seuls, sur banc de traction (MTS tester) dans la gamme 0 à 2,5 % d'allongement, montrent un comportement linéaire aussi bien dans leur réponse mécanique, qu'électrique, passé 0,5 % d'allongement. Les capteurs testés dans les échantillons de composite, étirés jusqu'à rupture, montrent eux aussi une réponse électrique proportionnelle à la réponse mécanique. Sur les courbes d'effort et de variation de résistance relative par rapport à la déformation longitudinale, présentées sur la Figure I-44, on peut identifier 3 zones caractéristiques du comportement des matériaux composites. Cela confirme la qualité du capteur et la validité du procédé. Il faut noter que le capteur ne casse pas quand le composite rompt à 52 % d'allongement, car les filaments de polyéthylène sont beaucoup plus élastiques que le fil de carbone. Le comportement du capteur est cependant réaliste car la structure tissée est noyée dans la résine. Cela permet au capteur de subir les mêmes allongements que les fils de carbone.

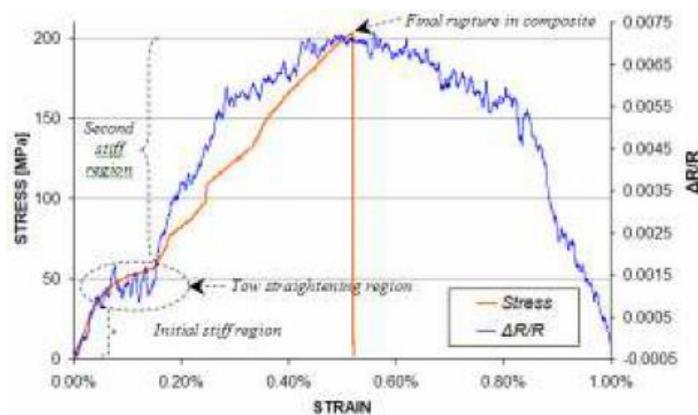


Figure I-44: effort et résistance relative en fonction de la déformation d'un composite et de son capteur intégré [14].

La suite des travaux de Nauman et al. [68], publiée en 2011, sur le développement de capteurs filaires de mesure *in-situ* des structures composites, porte non seulement sur les allongements mais aussi sur la compression et les ruptures qui résultent de ces deux phénomènes. Pour cette étude, les capteurs ont été insérés par deux dans des tissus interlocks 3D 5 couches de verre (voir Figure I-45). L'utilisation de fils de verre plutôt que de carbone facilite la mise en œuvre des capteurs car ces fils ne sont pas conducteurs, contrairement à ceux de carbone. Une fois tissés, les échantillons sont découpés et testés en flexion 3 points. Le test de flexion s'effectue sur un banc Instron 1185 à la vitesse constante de 1 mm/min, soit jusqu'à rupture de l'échantillon, soit sur 10 cycles de 0,5 mm de déplacement. Le capteur « du bas » de l'échantillon travaille en traction, tandis que le capteur « du haut » mesure la compression.

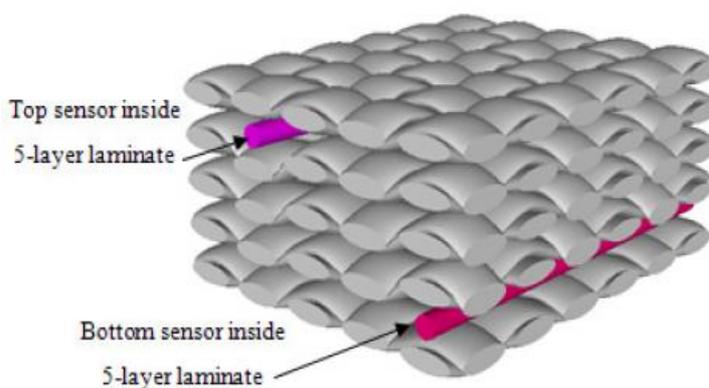


Figure I-45: Représentation géométrique de la position des capteurs dans une structure tissée interlock 5 couches [68]

Lors des tests en rupture, le capteur travaillant en compression (« en haut ») a fourni un signal dont l'allure générale est très proche de la courbe de force fournie par le banc de test, mais en inverse. En particulier, une série de petits pics apparaissent simultanément sur les deux courbes lors de la montée en charge. L'auteur précise que ces pics correspondent vraisemblablement aux ruptures en compression apparues sur les échantillons pendant le test et dont les bruits de craquement ont été entendus aux mêmes instants que les pics. Sur la courbe du capteur, situé dans la partie supérieure du renfort fibreux vis à vis du point de contact de la charge, on peut identifier la rupture finale de l'échantillon même si le capteur ne rompt pas. Le capteur travaillant en traction fournit lui aussi une courbe dont l'allure est semblable au signal délivré par la machine. Précisément, le chargement maximal peut être clairement identifié de même que la rupture des couches inférieures de l'échantillon car le capteur casse aussi. En revanche, entre le chargement maximal et la rupture complète du capteur, on observe une zone de décroissance du signal correspondant au début de la rupture du composite. L'auteur justifie ce phénomène par les déchirements inter-laminaires que subit le composite au début de sa phase de rupture.

Sur les tests multi-cycles (voir Figure I-46), le composite montre une hystérésis décroissante dans sa réponse mécanique, cycles après cycles. Cette hystérésis se retrouve dans les signaux délivrés par les capteurs et est amplifiée par une seconde hystérésis propre aux capteurs. Sur les signaux des capteurs, on peut aussi observer que le bruit est plus important lors de la phase de décharge des capteurs. Ce bruit n'ayant pas été observé sur les tests de capteurs seuls et non intégrés au composite, l'auteur propose deux raisons possibles à ce phénomène : soit une mauvaise interface résine-capteur, soit directement le banc de test lui-même.

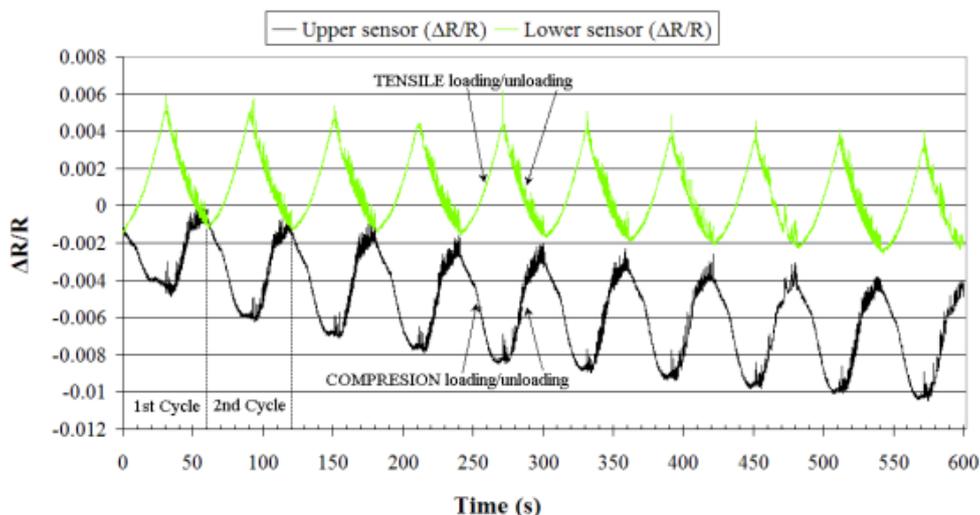


Figure I-46: Variation de résistance relative en fonction du temps pour les deux capteurs (supérieur=noir et inférieur=vert) d'un échantillon de composite 3D interlock 5 couches de verre, en flexion 3 points [68].

Sur la Figure I-46, on remarque aussi une différence d'amplitude entre les signaux des 2 capteurs. L'auteur attribue la cause de cela à deux facteurs : Les résistances initiales des capteurs différentes, dues au procédé d'enduction manuelle qui implique une certaine irrégularité dans la production, et le niveau du gain différent sur les 2 modules d'amplifications à cause du système de réglage manuelle là aussi. La courbe du capteur, situé dans la zone inférieure du renfort fibreux et sollicité en traction, se révèle aussi plus bruitée et avec plus d'hystérésis que celle du capteur mesurant la compression. Cela traduit une importante différence dans le mécanisme d'absorption/relâchement d'énergie entre les faces inférieure et supérieure du composite durant les cycles.

Parallèlement aux travaux de Nauman et al. [14], [68], Rausch et Mäder ont publié, en 2010, deux articles portant sur leurs travaux de développement d'un système de contrôle de structure et d'interface pour composite de fibre de verre et thermoplastique [35], [69]. Leur système repose sur une enduction à base de nanotubes de carbone (NTC) directement appliquée au fil de verre. Le premier article décrit notamment le procédé de fabrication de l'enduction ainsi que l'optimisation des paramètres constituant du capteur: le ratio de NTC dans l'enduction et la proportion d'enduction sur la masse totale du fil. Le second article poursuit la caractérisation des performances du capteur et propose une modélisation des phénomènes de rupture à l'interface résine capteur.

L'enduction développée est un mélange de nanotubes de carbone (NC3150, Nanocyl), préalablement dispersés magnétiquement dans une solution aqueuse de surfactant, et d'un agent d'ensimage à base de polypropylène (PP). Les fils de verre utilisés ont été produits spécifiquement par un laboratoire partenaire. Ils sont composés de 204 filaments d'environ 15 μm de diamètre pour un titre de 111 Tex et sont ensimés à l'APS (μ -aminopropyltriéthoxysilane). Les fils sont ensuite enduits sur une ligne d'enduction automatique horizontale, avec une concentration massique de NTC à 0,5 m.% (pourcentage massique) par rapport au PP d'ensimage. Cette concentration a été choisie consécutivement à des tests préalablement réalisés pour déterminer le seuil de percolation de ce mélange. Différentes quantités d'enduction ont été testées. Mesurées par ATG (analyse thermogravimétrique), elles sont exprimées en ratio massique par rapport à la masse du fil de verre.

Cinq ratios ont été testés, de 5,5 à 29,4 m.%. Le ratio habituel d'ensimage sur un fil de verre est de 1 m.%. La résistance moyenne d'un fil enduit sur 5 cm avec le ratio le plus faible est de 14,7 M Ω contre 356 k Ω pour le ratio le plus élevé.

L'observation au MEB de fibres enduites à 5,5 m.% de ratio a révélé le manque d'uniformité de la surface enduite avec notamment de large zone non couvertes (Figure I-47 a et b). Pour tirer parti de manière optimale des propriétés piézo-résistives de l'enduction une surface uniforme est nécessaire. Pour arriver à cela sans changer le rapport massique d'enduction sur le fil, Rausch et Mäder ont ajouté un recuit du fil enduit, à 200 °C pendant 15min, à leur procédé de production. Le recuit permet de faire fondre les particules de PP pour que l'enduction enrobe parfaitement la fibre. Le recuit permet aussi de lier les nanotubes de carbones aux particules de polypropylène. Le résultat est visible sur les Figure I-47 c et d. Les auteurs insistent sur le fait que cette caractéristique est indispensable au bon fonctionnement des capteurs filaires.

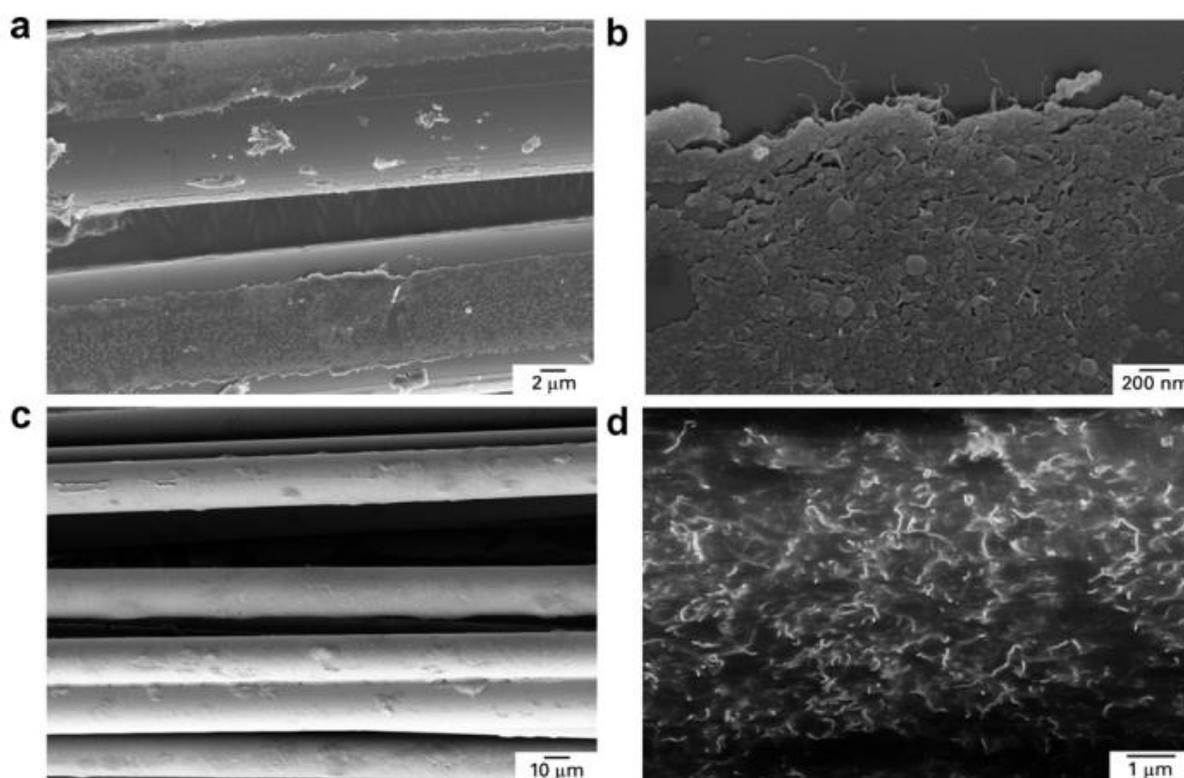


Figure I-47: Observation au MEB de la surface de fibres de verre enduites de NTC/PP à 5,5 m.% [69]. (a) enduction sans recuit, non uniforme avec zones non couvertes. (b) grandissement plus important sur une fibre enduit sans recuit. (c) Fibres de verre enduits au NTC/PP puis recuits. Surface uniformément couverte. (d) grandissement plus important sur une fibre enduite et recuite.

L'influence de la longueur et du ratio massique d'enduction (dans le fil), sur la résistance des capteurs, sont ensuite mises en évidence par les auteurs. Plus le ratio massique d'enduction est faible, plus la résistance du capteur sera élevée. De même, plus la longueur d'enduction sera importante, plus la résistance sera grande et inversement. Ces deux phénomènes s'expliquent par l'Équation I-9 qui régit la résistance d'un fil conducteur ou, comme ici, d'un fil enduit :

$$R_{fil} = \rho_{enduc} \times \frac{l_{enduc}}{A_{enduc}}$$

Équation I-9: résistance d'un fil enduit ou ρ_{enduc} est la résistivité de l'enduction, l_{enduc} la longueur d'enduction et A_{enduc} l'aire en section de l'enduction

Mais alors que l'augmentation de la résistance est parfaitement proportionnelle à l'augmentation de la longueur enduite, la diminution de la masse d'enduction dans le fil augmente de manière exponentielle avec la résistance. De plus, par rapport à l'Équation I-9, la surface d'enduction en section est difficilement mesurable du fait de la structure fibreuse du fil et de l'irrégularité d'épaisseur de l'enduction sur les fibres, même si elle est directement liée à la masse d'enduction dans le fil. Les auteurs proposent néanmoins une méthode pour calculer cette épaisseur (voir Équation I-10). En calculant la surface équivalente en section du fils de verre (A_{equiv}) et à partir des densités des fibres de verre (d_{fv}) et de l'enduction (d_{enduc}), on peut exprimer la surface d'enduction en section de fils (A_{enduc}) en fonction du ratio massique d'enduction (M_{enduc}) :

$$A_{enduc} = \frac{d_{fv}}{d_{enduc}} \times M_{enduc} \times A_{equiv}$$

Équation I-10: Relation entre la surface en section et le ratio massique de l'enduction

Ces équations 9 et 10 permettent de calculer la résistivité ρ_{enduc} des différents fils enduits pour chaque ratio massique. L'étude révèle que le ratio massique optimal se trouve autour de 15 m.%. Au-delà de cette quantité la conductivité du fil ne progresse pas, tandis qu'en deçà de cette valeur, elle se dégrade rapidement. Cela suggère que cette proportion d'enduction est nécessaire pour former des chemins de conduction homogènes et continus à la surface des fibres de verre et dans le fil.

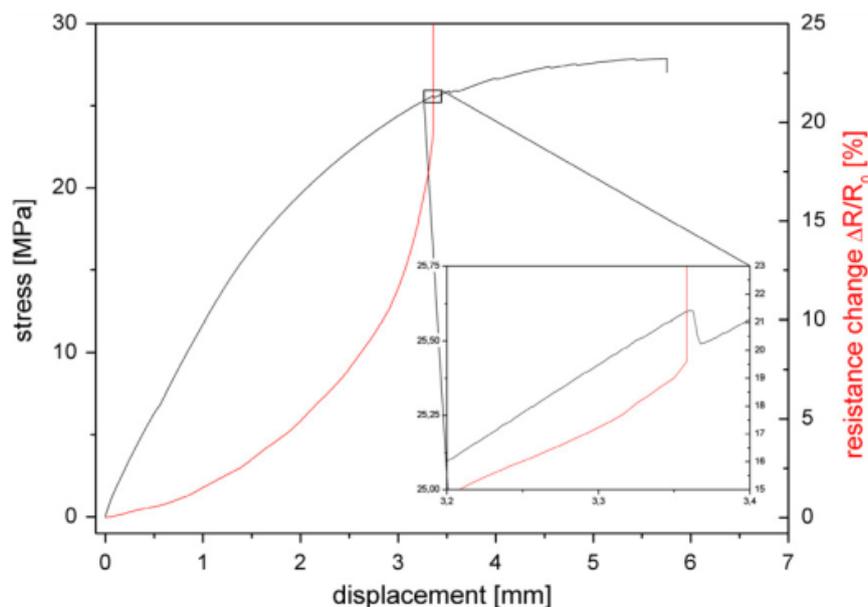


Figure I-48: Contrainte et résistance relative en fonction de l'allongement du capteur, avec ratio massique de 14,5 m.%. $R_0 = 494 \text{ k}\Omega$ [35]

Le capteur, résultant du développement mené par Rausch et Mäder, montre une forte variation de résistance pour une variation limitée d'allongement (voir Figure I-48). La distance initiale entre les mords était de 20 mm, le pourcentage d'enduction dans le fil de verre de 14,5 m.% et le capteur est noyé dans un barreau de matrice PP. L'augmentation de la résistance n'est pas linéaire avec l'allongement, mais exponentielle. On peut remarquer aussi une cassure dans la courbe de variation de résistance, qui trouve une correspondance sur la courbe d'effort, avec une autre cassure formant un maximum local. Ces cassures sur les courbes sont l'expression du début de la rupture du fil par la rupture de certaines fibres. Cela démontre la sensibilité du capteur. Par ailleurs une observation fine de la variation de résistance du capteur montre une certaine augmentation de la pente qui, d'après les auteurs, est révélatrice du début de rupture de l'interface entre la fibre et la matrice.

Dans leur second article [35], Rausch et Mäder remettent en question leurs premiers dosages de NTC dans l'enduction et le choix du ratio massique d'enduction dans le fil en se focalisant davantage sur leurs effets influant sur la variation de résistance relative lors de l'allongement des capteurs. Le but étant d'augmenter la sensibilité du capteur final, destiné à détecter les ruptures d'interface fibre/matrice. La diminution du ratio massique par rapport au fil, comme la diminution du taux de NTC, de l'enduction provoquent tous deux une augmentation de la sensibilité. Dans les deux cas cela est dû au rétrécissement des chemins de conduction, ce qui provoque dans le même temps une augmentation de la résistance initiale. Les auteurs précisent donc que l'augmentation de la sensibilité est limitée par la capacité de mesure de l'équipement d'acquisition utilisé.

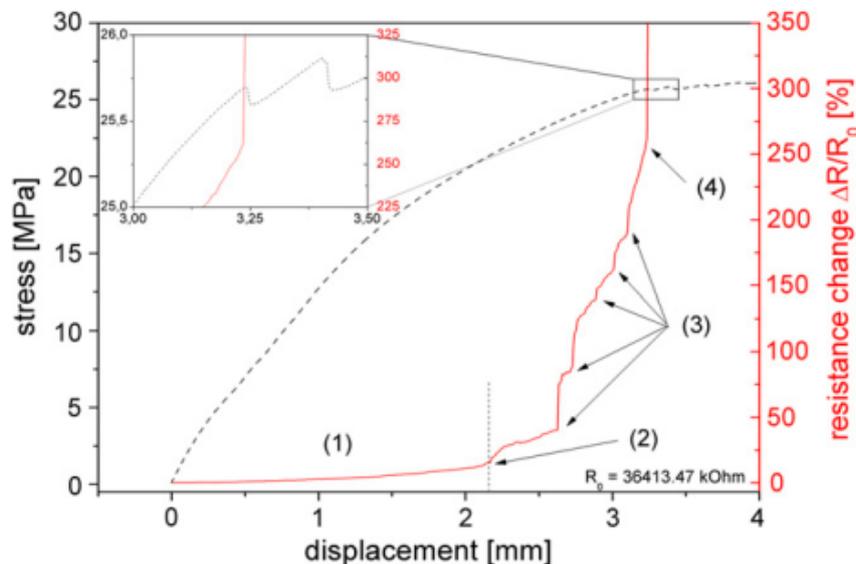


Figure I-49: Contrainte et résistance relative en fonction de l'allongement d'un capteur dans un barreau de résine PP, testé en quasi-statique (1 mm/min). 5,5 m.% d'enduction dans le fil et 0,5 m.% de NTC dans l'enduction. L'espacement initial des mords est de 20 mm [69].

La détection de la rupture d'interface entre le renfort et la matrice est importante, car cette rupture représente le début de la phase de dégradation du composite (rupture des fibres puis du composite). Identifier la contrainte correspondant à la rupture de cette interface revient à trouver la contrainte maximale admissible par le composite avant qu'il en subisse une dégradation définitive. Une telle valeur ne peut pas être identifiée sur une courbe de contrainte/allongement, en revanche le capteur développé par Rausch et Mäder le peut. La Figure I-49 est le résultat d'un test de traction

quasi-statique mené sur un capteur (chargé à 5,5 m.% d'enduction) dans sa matrice PP. Sur la courbe de la résistance relative en fonction de l'allongement, on peut remarquer 4 zones, numérotées par les auteurs. La zone (1) correspond au pied de la courbe. La résistance augmente lentement avec l'allongement et l'interface est intacte. Mais une accélération soudaine dans la pente de la courbe intervient en (2) à environ 80 % de la charge maximale admissible par le composite. C'est la première rupture locale d'interface. Une série d'autres ruptures locales (3) vont se succéder et accélérer la croissance de la courbe. A environ 97 % de la contrainte maximale admissible par le composite une dernière cassure (4) dans la courbe l'a fait franchir les limites de la gamme de mesure. Cette cassure correspond à la première cassure dans la courbe de contrainte/allongement et représente le début de la rupture des fibres dans le composite. Grâce à ce capteur plus sensible et à partir des informations qu'il a fournies, les auteurs peuvent donc déterminer la contrainte de rupture, atteinte au point (2), de l'interface renfort/matrice, utilisé ici.

Cependant les tests multi-cycles présentés dans la suite de leurs études montrent les limites de ces capteurs pour cette application. En effet si le capteur permet de détecter la rupture de l'interface fibre matrice, l'initiation de cette rupture est difficile à identifier à cause du principe de fonctionnement du capteur. Lors des cycles de charge et décharge, les variations de résistances sont dues à des micro-ruptures de l'enduction piézo-résistive, qui s'ouvrent et se referment. Il est donc difficile, voire impossible, de différencier ces micro-ruptures de l'enduction de la (ou les) micro-rupture(s) de l'interface qui provoquera (ont) la rupture d'interface.

I.2.6. Capteurs filaires structurés à filaments piézo-résistifs

Comme écrit précédemment, la plupart des capteurs textiles (fils ou étoffes) sont produits en enduisant la surface textile avec une substance piézo-résistive ou en insérant des fils conducteurs dans la structure. La structure textile, qu'elle soit tissée, tricotée ou simplement un fil, joue évidemment un rôle majeur dans le comportement du capteur. Cependant il existe peu d'études s'intéressant aux effets de cette structure textile. Huang et al. [70], [71] dans leurs travaux publiés en 2008, se sont concentrés sur ces phénomènes lors du développement de capteurs d'allongements filaires innovants. Le principe de ces capteurs repose sur le principe d'un fil guipé, c'est-à-dire ici l'enroulement d'un filament piézo-résistif autour d'un fil d'âme. Le but de ce fil est d'être intégré dans une structure textile classique (tissée, tricotée...) lors de sa fabrication, quel que soit l'application et ainsi d'élargir le champ d'action des « textiles-intelligents ».

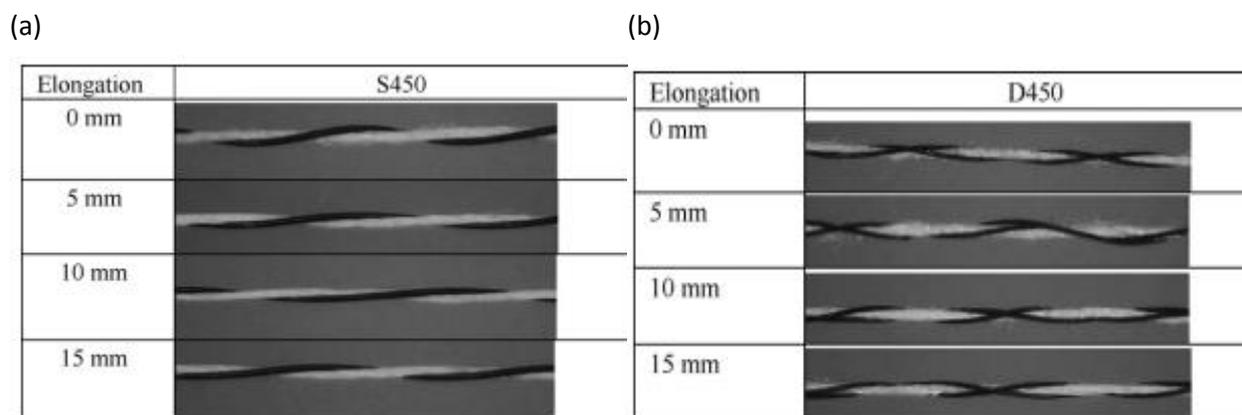


Figure I-50: Capteurs d'Huang et al. à différentes valeurs d'élongation [70]. (a) guipage simple et (b) guipage double du fil d'âme par les filaments enduits au carbone (FEC).

Les fibres et filaments utilisés pour ces capteurs sont de trois types : des filaments piézo-résistifs (filament enduit au carbone, FEC ; RESISTAT F901, $3 \times 10^5 \Omega/\text{cm}$, 24 dTex), des fibres élastiques (lycra®, 22 dTex) et des multifilaments de polyester standards (56 dTex/48 filaments). La méthode de fabrication consiste à former un fil d'âme élastique à partir de filaments de polyester et de fibres de lycra. Ce fil est ensuite guipé par un ou deux filaments piézo-résistifs. Dans le cas du guipage double, ou deux filaments piézo-résistifs sont enroulés autour du fil d'âme, le premier est enroulé dans le sens horaire et le second dans le sens anti-horaire. Le fil capteur résultant, visible sur la Figure I-50, présente un titre compris entre 90 et 110 dTex, qu'il soit simple ou double guipé. Le but de cet assemblage est d'obtenir un fil souple, élastique et résistant capable d'intégrer n'importe quel procédé de fabrication tout en étant capable de capter ses propres variations d'allongement. Pour permettre d'évaluer les effets du nombre de tours par mètre (tr/m), trois valeurs ont été arrêtées pour la fabrication : 150, 275 et 450 tr/m. Au total 6 configurations de capteur ont ainsi été produites et testées. Pour évaluer l'uniformité et la régularité des capteurs, chaque configuration a été réalisée en 5 exemplaires.

Des tests en traction, menés en utilisant un multimètre (FLUKE 189) et un banc de traction (Mini44 INSTRON), ont permis de comparer les variations de résistance des capteurs à l'allongement. Des capteurs de 6cm de long ont été placés sur le banc avec une pré-charge de 20 g. L'allongement imposé est mesuré en millimètre et l'allongement maximal est de 14 mm. Sur cette gamme d'allongement 15 mesures, de résistance et forces, ont été effectuées. Dans les mêmes conditions, une première série de mesures a été effectuée sur les filaments enduits au carbone seuls. Des courbes d'évolution de la résistance et de la force en fonction de l'allongement ($\Delta L/L$) ont ainsi pu être tracées, pour chaque configuration. Toutes les courbes tracées ont ensuite été modélisées par un modèle du premier ordre puis du second ordre.

Le filament enduit de carbone révèle (Figure I-51 a) une évolution linéaire de la résistance à l'allongement, avec une gamme de valeurs s'échelonnant de 2 à 6 M Ω environ, de 0 à 25 % d'allongement. L'évolution de la force nécessaire à l'allongement est quant à elle parabolique et relativement limitée : de 30 à 90 g. Pour les tests sur capteurs avec simple guipage (enroulement), l'auteur identifie deux phénomènes intéressants. Le premier est l'évolution de la résistance à l'allongement qui est cette fois-ci du second ordre (Figure I-51 b). En effet, des photographies réalisées à différentes étapes de l'allongement (Figure I-50 a), montrent que le filament enduit de carbone (FEC) ne commence réellement à s'allonger qu'à partir d'environ 7 % de l'allongement global du capteur. La gamme de résistance s'étend toutefois globalement de 2 à 6 M Ω . Le second phénomène notable est la non-influence du nombre de tour par mètre appliqué au FEC. Les 3 valeurs (150, 275 et 450 tr/m) ont un comportement identique et des gammes de résistances et forces quasi égales. L'observation des photographies montrent que les forces de friction des fils et filaments ne peuvent pas empêcher le glissement du FEC par rapport au fil d'âme. Ce phénomène de glissement est beaucoup moins présent sur les capteurs à double guipage grâce à leur structure symétrique (Figure I-50 b). L'évolution de la résistance pour ces derniers est donc quasi linéaire (Figure I-51 c). La gamme de résistance enregistrée pour ce type de capteur est aussi plus basse (de 0,5 à 2 M Ω environ) due à la structure en parallèle des deux fils résistifs. Mais la sensibilité est aussi plus faible, par rapport au FEC seul. Le facteur de jauge de ce dernier a été calculé à environ 18,6 et ceux des capteurs doubles guipés à respectivement 4,1 ; 4,9 et 5,7 pour les torsions de 450, 275 et 150 respectivement. Cette forte baisse est en partie due à la structure double mais aussi à cause de l'enroulement autour du fil d'âme qui crée un phénomène de compression du FEC à l'allongement.

La compression du FEC ayant tendance à diminuer sa résistance. Plus la valeur de torsion est élevée, plus la compression est forte et plus le facteur de jauge est diminué. Enfin il faut noter que la force nécessaire à l'allongement pour ce type de capteur est beaucoup plus élevée que pour le FEC seul, avec une valeur max de 0,3 kg pour le simple guipage et 0,4 kg pour le double.

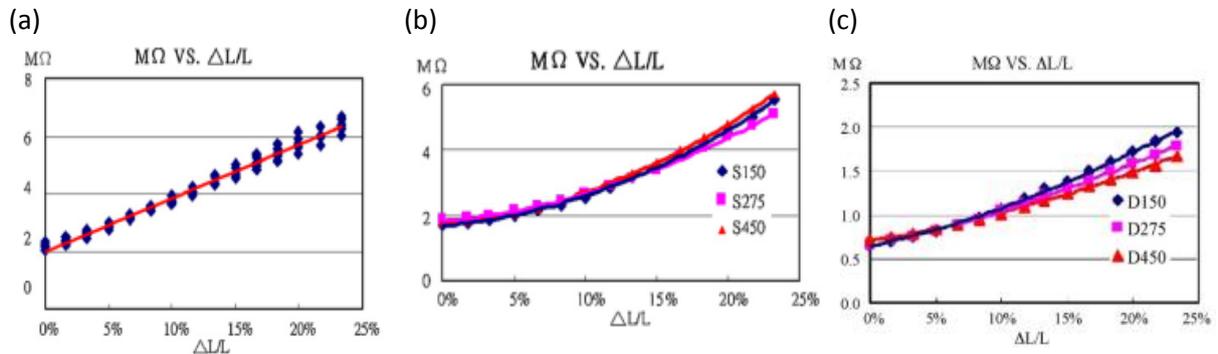


Figure I-51: Évolution de la résistance en fonction de l'allongement relatif pour le FEC seul (a), les capteurs à guipage simple (b) et à double guipage (c) [70].

L'étude se poursuit avec le développement d'un système de mesure de la fréquence respiratoire (humaine) à partir du capteur double guipé à 450 tr/m. L'auteur prend volontairement le taux d'enroulement le moins sensible pour prouver la grande viabilité de ce type de capteurs. Pour réaliser les échantillons, les fils capteurs sont tricotés par paire avec des fils polyester standards (333 dTex) et des fils élastiques (Diamètre 0,5 mm). Les tricots ont une longueur de 5cm et sont cousus, par deux là aussi, sur des ceintures élastiques de deux tailles différentes : l'une pour adulte et l'autre pour enfant. Il y a donc 4 fils capteurs par ceinture pour plus de précision. Les ceintures élastiques sont ensuite fixées sur un système de poumons artificiels. Deux fréquences respiratoires sont choisies, 10 et 30 battements par minute (BPM), correspondants à un minimum critique pour l'adulte et un maximum critique pour l'enfant. L'acquisition est réalisée à l'aide d'un montage en pont couplé à un amplificateur de signal (INA326) et un système de filtration des bruits du système d'alimentation et du bruit ambiant, le tout complété par un PC équipé d'une carte PCI (NI PCI-6024 A/D) pour enregistrer 2 signaux analogiques à 250 Hz. Un des deux signaux analogiques provient du système de respiration artificiel et l'autre provient du capteur.

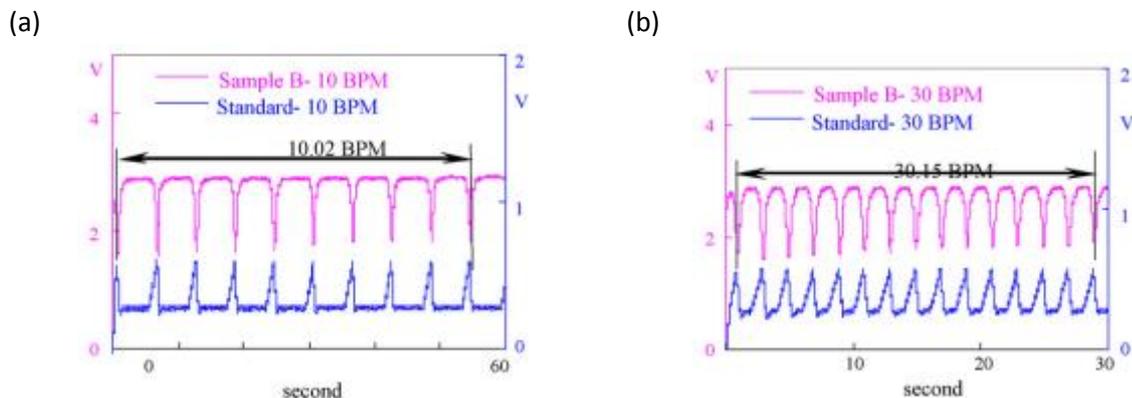


Figure I-52: Signaux de sortie des capteurs et signaux de références pour des fréquences respiratoires de 10 BPM (a) et 30 BPM (b). En rose les signaux du capteur et en bleu ceux du système de respiration artificielle [70].

Sur les Figure I-52 a et b, nous pouvons clairement identifier la fréquence respiratoire imposée par la machine. Cela prouve l'applicabilité de ce type de capteurs. L'allure des deux signaux (capteur et référence) est cependant assez différente mais l'auteur n'aborde pas ce point.

Une seconde étude publiée quelques mois plus tard par la même équipe (huang et al., 2008 [71]) sur ce type de capteurs fils « guipés », va plus loin, en s'intéressant à l'influence des constituants des capteurs dans leurs performances. La ténacité des fils d'âme piézo-résistifs est le paramètre principalement investigué par l'auteur.

Pour cette nouvelle étude, seule la configuration en guipage double est conservée. Les trois valeurs de taux d'enroulement (150, 275 et 450 tr/m) sont gardées comme paramètre. Les fibres élastiques (Iycra[®], 22 dTex) restent inchangées, mais cette fois ci deux fils de polyester commerciaux sont choisis pour être comparés (56 dTex / 144 filaments et 56 dTex / 48 filaments) ainsi que deux tailles de filaments piézo-résistifs (RESISTAT F901, MERGE S022 (24dtex) et RESISTAT F901, MERGE D044 (49dtex)). Au total, 9 configurations de capteurs ont été produites et testées avec ces nouveaux paramètres. Les types de fils polyesters sont comparés deux à deux avec le FEC 24 dTex, tandis que les FECs le sont avec le polyester 144 filaments, et le tout pour les trois valeurs d'enroulements. Pour les tests de traction et de mesure de résistance électrique, les mêmes équipements sont utilisés avec les mêmes paramètres de tests que dans l'étude précédente (longueur d'échantillon de 60 mm, pré-charge à 20g et allongement maximal de 14mm). Les résultats bruts obtenus subissent alors deux régressions linéaires, du premier et du second ordre. Le premier coefficient de la régression du premier ordre est identifié comme facteur de jauge du capteur et la valeur du R² correspondant permet d'évaluer la linéarité de sa réponse. Plus le facteur de jauge est élevé et plus le capteur est sensible, et donc performant.

En plus et au préalable des 9 configurations de capteurs, les FECs (FEC24 pour le filament de 24 dTex et FEC49 pour 49 dTex) seuls ont été testés sur banc, de la même manière. Les tests et régressions linéaires menés sur ces derniers montrent qu'ils ont un comportement linéaire dans l'augmentation de leurs résistances en fonction de leur allongement relatif. Le titrage environ 2 fois plus grand du FEC49 par rapport au FEC24 correspond à sa section plus grande et donc d'une circonférence 1,4 fois supérieure. Cela implique une surface enduite supérieure et justifie les valeurs de résistance basse du FEC49 et son facteur de jauge moins élevé que le FEC24, 6,57 contre 18,60. En revanche, les régressions linéaires appliquées aux résultats des tests de force en fonction de l'allongement, révèlent un comportement non linéaire des FECs. Le FEC49 est plus rigide que le FEC24 car cette valeur est proportionnelle au titrage (masse linéique)

La comparaison des différents paramètres commence par l'influence du fil d'âme. Les deux configurations de capteurs comparées ont le même titrage, le même FEC et le même taux d'enroulement. La comparaison porte sur le fil de polyester utilisé pour réaliser le fil d'âme, d'un coté 56 dTex et 144 filaments et de l'autre 56 dTex aussi mais 48 filaments. Le diamètre des filaments utilisés pour le premier fil est donc 3 fois plus petit que celui du deuxième. Les résultats présentés sur la Figure I-53 (a) montrent que des fils capteurs de tailles égales demandent une force égale pour produire le même allongement. Mais la nature plus souple du fil d'âme composé de filaments plus fins implique que les FECS doivent encaisser une part des efforts plus importante que sur l'autre configuration. Avec un fil d'âme plus souple, les FECs étant plus chargés, il est logique que le facteur de jauge soit plus élevé pour cette configuration (Figure I-53(b)), environ 6,8 contre 5,7 pour la

configuration à fil d'âme plus rigide. La linéarité est en revanche meilleure avec un fil d'âme plus raide.

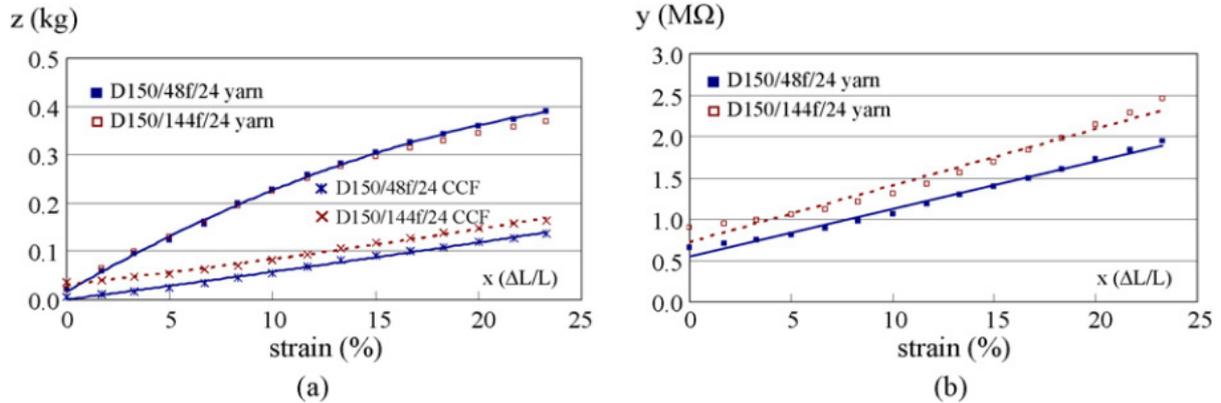


Figure I-53: Forces et résistances pour les configurations de capteurs à 150 tr/m, FEC24, 48 et 144 filaments [72]. (a) Force en fonction de l'allongement relatif pour le capteur complet et pour un des 2 FEC (CCF) dans le capteur. (b) résistance en fonction de l'allongement relatif.

Les effets du type de FEC employés sont testés avec la configuration de fil d'âme la plus souple (144 filaments). Sur la Figure I-54 (a), on peut voir que le capteur avec les FECs de plus gros titrages demande logiquement plus d'effort pour atteindre une même valeur d'allongement relatif que l'autre configuration. La Figure I-54 (b), à l'image des tests effectués sur FEC seuls, montre que les filaments piézo-résistifs plus fins apportent plus de sensibilité au capteur avec un meilleur facteur de jauge (6,8 contre 3,2), au dépend d'une certaine régularité.

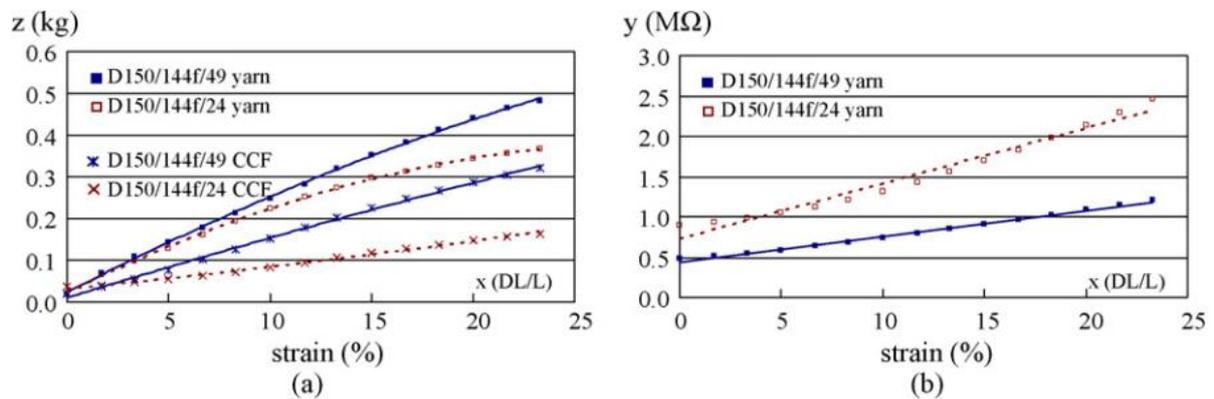


Figure I-54: Variation de force et résistance pour les configurations de capteurs à 150 tr/m, 144 filaments en fil d'âme avec les FEC24 et FEC49 [72]. (a) Force en fonction de l'allongement relatif du capteur pour les capteurs complets et pour les FEC du capteur (un FEC sur les deux). (b) Résistance en fonction de l'allongement relatif du capteur.

Les effets du taux d'enroulement sur le facteur de jauge dépendent de la taille des FECs utilisés pour le guipage. Pour le FEC24, l'effet est important et l'augmentation du taux d'enroulement diminue le facteur de jauge. Pour le FEC49 ce phénomène n'est pas vraiment observé. Cela est visiblement dû à la compression des FECs qui est plus faible quand ceux-ci sont plus gros proportionnellement au fil d'âme.

Enfin la partie de l'étude sur la linéarité de la réponse du capteur révèle que plus celui-ci est élastique et moins sa réponse est linéaire. Cela s'explique par la structure guipée des capteurs. Avec un fil d'âme plus souple, les filaments piézo-résistifs guipés seront sollicités « plus tard » lors de l'allongement du capteur mais de manière plus intense qu'avec une âme plus rigide.

Cette étude ne traite pas en revanche du comportement de ce type de capteurs au cours de cycles de charge et de décharge répétés.

I.3. Conclusion

A travers cet état de l'art, nous avons balayé les principales technologies utilisées pour la fabrication de capteurs d'allongements. Nous avons aussi pu détailler les recherches récemment menées sur le développement de capteur d'allongement utilisant une structure textile. Enfin le fonctionnement et les propriétés des polymères conducteurs composites et des polymères intrinsèquement conducteurs ont été abordés.

L'éventail des technologies de capteurs d'allongements est très large et chaque technologie présente ces propres avantages. Les jauges de déformations à pistes métalliques ou à fibres optiques sont les plus communes et sont largement maîtrisées depuis de nombreuses années par exemple. Cependant notre application très particulière, à savoir la mesure *in-situ* d'allongements locaux sur les fils durant le procédé de tissage, réduit largement le champ des possibles. Les contraintes d'encombrement et de mises en œuvre notamment, demandent d'utiliser une technologie très compacte. Ces contraintes et le type substrat visé (fils de verre, en chaîne) impliquent d'utiliser un capteur filaire. Pour obtenir un comportement réaliste du capteur, il est nécessaire d'intégrer le finement au substrat, c'est-à-dire au fil de verre. Ce constat oriente la recherche de solution vers les enductions piézo-résistives. Le besoin de mesure locale implique aussi de choisir un type d'enduction permettant d'être réalisée localement sur une courte longueur de fil. La voie solvant semble naturellement s'imposée. Enfin le tissage de structure 3D interlock demandant un niveau de tension importante et une densité de fils de chaîne élevé, l'enduction devra à la fois être fine pour ne pas trop augmenter le diamètre du fil et résister à l'abrasion entre les fils et les éléments de la machine. Les CPC sont particulièrement adaptés à cette application de par la variété des polymères disponibles et les bonnes propriétés mécaniques offertes.

Les différents mécanismes de conductivité électrique et les phénomènes responsables des variations de résistivité à l'allongement ont été décrits. Notamment le phénomène de percolation électrique qui est fondamental dans ce type d'application, pour maximiser la sensibilité d'un capteur. Il est aussi important d'avoir identifié les causes de l'augmentation de la résistivité d'un matériau à l'allongement, en particulier dans les CPC. Les cas de baisse de résistivité à l'allongement ont aussi été détaillés. Leurs causes revêtent d'une importance particulière car ils peuvent entrer en compétition avec l'effet d'augmentation de résistivité classique et « fausser » ou diminuer la qualité d'une mesure.

Ainsi l'enduction en voie solvant développée par Cochrane et al. [13], [64] et reprise par Nauman et al. [14][68] semble être une bonne piste à suivre. Ces capacités de captation d'allongement ont été prouvées et son procédé de mise en œuvre largement décrit. Cependant la compatibilité de cette enduction avec notre application reste à prouver.

De même, l'utilisation de ICP, en particulier de PEDOT:PSS pourrait se révéler une solution concluante, en particulier lorsqu'ils sont couplés à un second polymère (PVA, PU,...) et à un dopant secondaire (NMP,EG,...). La facilité de mise en œuvre en voie solvant de ce type de matériau offre

une grande liberté d'utilisation. Les performances électriques et mécaniques de ce type de matériaux ont été prouvées récemment sous forme de films [56], [57] ou sous forme d'enduction sur structure textile [54], [62]. Cependant ces propriétés de captation d'allongements sous forme de fil restent à démontrer.

Deuxième chapitre : Conception, fabrication et caractérisation des capteurs fils

II. Conception, fabrication et caractérisation des capteurs fils

Après l'état de l'art sur les capteurs souples et textiles établi dans le premier chapitre, cette seconde partie propose une description argumentée du cheminement ayant conduit à la conception d'un capteur d'allongement, adapté à notre problématique. Au travers des différentes sous parties de ce Chapitre II, les phases de conception, de fabrication et de caractérisation seront abordées successivement.

L'objectif de la thèse étant la mesure d'efforts et d'allongements locaux des fils directement sur le métier à tisser pendant son fonctionnement afin d'optimiser ses réglages pour assurer une santé matière optimale. Il était ainsi nécessaire de créer un capteur robuste, pour supporter les contraintes du tissage (abrasion, traction, plusieurs centaines de cycles successifs) et peu encombrant, pour se positionner en lieu et place d'un fil de chaîne. De plus, les vitesses et contraintes de fonctionnement du métier à tisser sont spécifiques à notre application : le tissu de verre 3D interlock.

Dans ce chapitre nous verrons comment les matériaux sélectionnés, le processus de fabrication et la géométrie retenue ont été influencés par ces contraintes. La caractérisation électrique, mécanique puis électromécanique présentée ensuite permet de certifier la qualité des capteurs, au travers d'une série de tests développés pour notre application spécifique.

II.1. Recherches préliminaires

Avant d'arriver à la solution de PEDOT:PSS et de PVA finale, plusieurs autres mélanges ont été testés pour former une enduction piézo-résistive adaptée aux contraintes de notre étude. En premier lieu, le CPC de noir de carbone et d'Evoprène®, développé par Cochrane et al. [13], [64][73] et repris par Nauman et al. [14], [68], a été testé.

II.1.1. Le mélange

II.1.1.1. Charge

Le Noir de carbone est un matériau solide qui se présente sous forme de poudre de particules très fines, de l'ordre du micromètre. La structure des particules est composée de nodules (de l'ordre de la dizaine de nanomètre) regroupés en agrégats puis en agglomérats. La structure des nodules est proche de celle du graphite mais sans toutefois y être identique. Comparés aux suies ou charbons dont la teneur en carbone est limitée par d'autres composants (jusqu'à 50%), les noirs de carbone ont un taux de carbone au-delà de 97%. Ils sont obtenus industriellement, par la combustion incomplète ou la décomposition thermique d'hydrocarbure dans des conditions contrôlées. On distingue deux types de noirs de carbone en fonction de leurs procédés d'obtention :

- Le « noir de fourneaux », obtenu par combustion incomplète.
- Le « noir thermique », obtenu par décomposition thermique.

Le Noir de carbone est principalement utilisé dans le domaine de la plasturgie en tant que charge susceptible de fonctionnaliser les produits finis à base de mélanges. Ses apports sont nombreux et variés en fonction des applications. Il améliore notamment la dureté des élastomères et l'adhérence des pneumatiques (rugosité). Dans les polymères, il augmente les propriétés mécaniques et la résistance aux UV. Il permet de rendre les plastiques antistatiques voir conducteurs si il est ajouté en quantité suffisante. Il intervient également dans la composition des encres d'imprimantes laser.

La conductivité des noirs de carbone est assez variable et est largement influencée par leurs structures. Par nature, le noir de carbone est considéré comme un semi-conducteur, mais sa structure lui confère en générale un fort potentiel de conduction électrique. La conductivité du noir de carbone est aussi anisotrope, c'est-à-dire qu'elle n'a pas la même valeur suivant le plan dans lequel circule le courant électrique. Avec sa structure semi graphitique, la résistivité est plus faible dans le plan des feuillets ($5 \times 10^{-3} \Omega.m$) que perpendiculaire à celui-ci ($10 \Omega.m$).

Le noir de carbone est produit reconnu dangereux pour la santé. La taille très réduite des particules, les rend particulièrement volatile et facilement inhalable. De ce fait, sa nature cancérigène est fortement suspectée, en particulier pour les poumons. Le noir de carbone doit donc être manipuler avec une grande prudence et des équipements de protections individuels spécifiques.

Dans le cadre de notre étude, le même noir de carbone que celui utilisé par Cochrane et Nauman a été repris : le Printex® L6 de Degussa GmbH. Il est fabriqué en fourneau et est destiné à être utilisé, entre autre, dans des enductions conductrices. Les caractéristiques techniques fournies par le fabricant sont visibles dans le Tableau II-1. La surface spécifique renseigne sur la géométrie ou

la porosité ouverte des particules et donc de leur capacité d'interaction avec l'extérieur. LE DBP correspond lui aussi à la forme géométrique des particules, ce paramètre a une forte importance sur la capacité d'absorption de liquide par les agrégats.

Tableau II-1: Caractéristiques techniques du Printex®L6 fournis par Degusa GmbH.

	Valeurs
Taille particules primaires (nm) [14]	18
Surface spécifique, BET (m ² .g ⁻¹) [14]	250
Absorption de DBP (ml.100g ⁻¹) [15]	122

II.1.1.2. Matrice

La matrice utilisée dans ce CPC est le copolymère styrène-butadiène-styrène (SBS), qui associe des chaînes de polybutadiène (PB) souples à d'autres de polystyrène (PS) rigide. Ce copolymère est un élastomère thermoplastique.

De nombreuses formulations commerciales existent pour ce copolymère. Les propriétés de ces produits commerciaux sont très variables en fonction des ajustements faits à leurs structures et des additifs introduits.

L'Evoprene® est la version du copolymère produite par la firme Alphagary. Sur cette version du SBS une gamme étendue de produits est disponible en fonction des propriétés visées. Dans le cas du mélange de Cochrane [13], [64], [73], repris ensuite par Nauman[68] [14], [74] et testé dans notre étude, la formulation commerciale retenue est l'Evoprene®007, en raison de ses bonnes propriétés élastiques. Les principales données sur les propriétés mécaniques du matériau, fournies par le fabricant, sont rassemblées dans le Tableau II-2. En pratique l'Evoprene®007 se présente sous la forme de granules, de quelques millimètres de diamètre, qui doivent ensuite être mis en œuvre soit par voie solvant, soit par voie fondue.

Tableau II-2: Principales caractéristiques mécaniques de l'Evoprene®007 (données fournisseur).

Nom	Dureté Shore A	Masse volumique (g/cm ³)	Allongement à la rupture (%)	Module 100% (MPa)	Liaison avec
Evoprene® 007	72	1,16	670	2,3	PS

II.1.2. Expérimentations

Pour la préparation d'une enduction piézo-résistive de noir de carbone et d'Evoprene®, les résultats de Cochrane et al. ont montré que la voie solvant était à privilégier. On sait aussi que les meilleures performances électromécaniques sont atteintes pour un taux de charges de 35 % en masse de noir de carbone. L'enduction une fois bien mélangée, forme un liquide très visqueux qui sèche très rapidement à l'air libre. Les méthodes d'enductions conventionnelles, à la raclette ou continue en bain, sont adaptées à ce mélange, mais réaliser une enduction localisée sur fil est plus

compliqué. On peut difficilement répartir l'enduction de manière uniforme sur une longueur précise. Les différentes campagnes de test d'enduction ont produit des capteurs sur lesquels la couche d'enduction était globalement irrégulière et grossière. Nauman [74] a remarqué que les performances de cette enduction dépendant fortement de la nature du substrat, comme on le voit sur la Tableau II-3. Il a aussi observé que l'enduction était plus régulière et uniforme sur les fils que sur les filaments. Dans le cas des fils, l'enduction pénètre à cœur par les interstices et porosité, à la manière d'une teinture. Dans notre cas où l'enduction a été localement appliqué sur des fils de verre, on a observé une grande disparité dans les valeurs de résistance, avec un facteur 10 entre la résistance la plus faible relevé et la plus élevée.

Tableau II-3: Relevés de la valeur de la résistance des fils et filaments enduits avec un taux de NdC de 35 m.%. [8]

Substrat	Fil de coton ordinaire	Monofilament de Polyethylene	Monofilament de polyamide
Résistivité moyenne (kOhm.cm)	0,17	1,12	1,80
Ecart type	0,07	0,27	1,03
Nombre d'échantillons mesurés	11	12	8

Les tests sur banc de traction des prototypes de capteurs NdC/Evoprene ont confirmé la sensibilité et les performances de cette enduction. Ils ont aussi permis de développer et de valider des procédures et méthodes de tests, détaillées dans la section II.2.4.2, et qui ont été reprise par la suite pour la caractérisation des capteurs.

Cependant les premiers tests de mesure *In-situ* sur le métier à tisser ont confirmé les premières observations faites à la suite de l'enduction des fils de verre. La couche d'enduction est très épaisse et irrégulière sur le fil. De plus sa nature cassante pose sur un substrat de verre pose deux problèmes :

- Pour protéger le capteur de l'abrasion des éléments et autres fils du métier, et éviter que l'enduction ne s'effrite, il est impératif d'ajouter une couche de sur-enduction. Nous avons utilisé du Latex pour cette protection. Cette opération augmente le diamètre du capteur de manière significative. La circulation dans le métier à tisser de ce dernier s'en trouve d'autant gênée.
- Le passage des angles marqués n'est pas possible sans rompre la couche d'enduction. Le passage du capteur dans les lisses, ou celui-ci forme un angle d'environ 120°, représente une zone de forte dégradation pour celui-ci. La valeur de sa résistance électrique augmente fortement et cela affecte aussi de manière négative sa sensibilité de détection.

Ce premier prototype de capteur et les tests menés ont permis d'identifier les problématiques de la mise au point d'un capteur de mesure locale *In-situ* des allongements des fils durant le procédé de tissage. Les procédures de tests développées ont servies de base pour la caractérisation des capteurs définitifs produits par la suite. Les premiers tests de mesure *In-situ* ont renseigné sur les différentes

zones de contraintes que rencontre le capteur. Elles ont aussi démontré le besoin d'une nouvelle enduction piezo-résistive, à la fois plus fine, plus souple et plus régulière.

II.2. Méthodes de production et de tests

Sur la base des résultats de la première génération de capteurs, il a été décidé de rechercher une nouvelle enduction, plus adapté à notre application. La mobilité du capteur et ses interactions avec les différents du métier à tisser impose que cette enduction soit à la fois fine et robuste pour résister aux contraintes du tissage sans dénaturer le comportement du fil. Les dimensions spécifiques du capteur sur le fil (zone enduite réduite) limitent les procédés d'enduction possible. Nous avons donc tourner nos recherches vers les polymères et mélange de polymères capables de former des films fins relativement résistants mécaniquement et très conducteurs. Le PEDOT :PSS, comme décrit en conclusion de l'état de l'art, s'est particulièrement distingués aux travers des résultats d'études récentes, lui étant consacré et aux thématiques proche [56], [57].

II.2.1. Préparation des produits actifs (PEDOT:PSS)

II.2.1.1. Le PEDOT:PSS

II.2.1.1.1. Les dispersions de PEDOT:PSS

Le PEDOT:PSS est copolymère intrinsèquement conducteur, comme décrit précédemment dans l'état de l'art. Ce complexe est disponible commercialement sous une large gamme de dispersions aqueuses, sous les noms Clevios™ (ou Baytron™) par la société Heraeus® (ou H.C. STARK) du groupe Bayer et le Orgacon™ de chez Agfa. La conductivité et la viscosité des solutions varient grandement en fonction des propriétés et des applications visées. Dans la plupart de ces applications le PEDOT:PSS est destiné à être mis en œuvre sous forme de film. Par ailleurs, les dispersions de PEDOT:PSS sont développées pour être compatibles avec la plupart des méthodes d'enduction.

La combinaison des propriétés conductrices élevées du PEDOT:PSS avec sa facilité de mise en œuvre via les dispersions commerciales disponibles pour toute sorte d'applications, ont largement orienté notre choix vers ce copolymère. Les recherches récentes sur les propriétés piézo-résistive de ce complexe [54], [57], [62], en particulier lorsqu'il est associé à un autre polymère faisant office de matrice, démontrent de ses prédispositions à la réalisation de capteurs.

II.2.1.1.2. Clevios™ CPP105D

Le Clevios™ CPP105D ou Baytron™CPP105D est une dispersion aqueuse commerciale à base de PEDOT:PSS produite par Heraeus® (groupe Bayer). C'est une variante du Clévios™P (ou Baytron®P), le nom commercial de la dispersion aqueuse de PEDOT:PSS pur de Heraeus® (ou H.C. STARCK). Il s'agit d'une des formulations commerciales les plus conductrices car elle est dopée au NMP (N-Methyl-2-pyrrolidone). Les détails de sa composition sont visibles dans le Tableau II-4.

Le Silquest permet une meilleure conservation dans le temps, l'isopropanol est un surfactant tandis que le Dynol 604 est un agent mouillant. Du fait de la forte proportion d'alcool dans la dispersion, sa densité est de 0,9 g/cm³ et la part de matière solide s'élève à environ 1,35 % en masse.

Pour le Clevios™P seul (PEDOT:PSS aqueux pur), la densité est de 1,003 gr/cm³ et la part de matière solide est d'environ 1,3%. La taille des particules de PEDOT:PSS est de 80 nm d'après le fabricant [75].

Tableau II-4: Détails de la composition du CleviosCPP105D. [13]

Composant	% en masse
Clevios P	42,92
N-Methyl-2-pyrrolidone	2,58
Silquest A 187	0,86
Isopropanol	53,34
Dynol 604	0,30
Total	100,00

La résistance surfacique du Clevios™ CPP 105D est donnée pour 1000 Ω/carré (l'Ω/carré est un homogène à l'Ω, voir Équation II-15) pour une épaisseur mouillée de 12 microns et sa conductivité se situe autour de 65 S/cm. La proportion de PEDOT:PSS pur dans la dispersion CPP105D est de 0,56 %.

II.2.1.2. Alcool polyvinylique

II.2.1.2.1. Généralités

L'alcool polyvinylique ou PVA est un polymère dérivé à partir de l'acétate polyvinylique. C'est un polymère couramment utilisé dans l'industrie textile et papetière pour l'ensimage. Il présente l'avantage d'être très résistant à l'oxygène, ce qui le rend utile aussi dans l'industrie alimentaire. Enfin, ce polymère présente plusieurs propriétés très intéressantes :

- Formation de films réguliers;
- Bon émulsifiant;
- Bon adhésif;
- Soluble dans l'eau.

C'est la combinaison de ses propriétés qui rendent ce composant particulièrement bien adapté à notre application. L'adhésion de l'enduction est garantie par ses propriétés naturellement adhésives et le fait qu'il est utilisé comme agent d'ensimage sur les fils de verre. La combinaison de ses propriétés d'émulsifiant et de sa solubilité dans l'eau, lui permettent de bien se mélanger avec les dispersions de PEDOT:PSS. De plus, sa capacité à former des films réguliers est très intéressante pour la mise en œuvre du mélange sous forme d'enduction.

Ce polymère est largement disponible sous différentes appellations commerciales telles que l'Airvol® de Air Products and chemicals, l'Evanol® de Du Pont, le Gelvatol® de Monsanto ou encore le Mowiol® de Hoechst [76].

La résistivité de ce polymère est très élevée, de l'ordre de $3,1$ à $3,8 \times 10^9 \Omega.m$. Le module de Young du PVA est d'environ 50 MPa selon les études [57] et son coefficient de Poisson est d'environ $0,45$. L'allongement à la rupture s'étale de 225 à 445 % selon qu'il est extrudé ou pressé.

II.2.1.2.2. Alcool polyvinylique employé

Dans le cas de cette étude, nous avons utilisé un PVA commercialisé par Sigma Aldrich. Il n'a pas de nom commercial particulier, autre que « PVA » [77]. Il se présente sous la forme de granulés de quelques millimètres de diamètre. La masse moléculaire de ce composé est relativement faible, de $9,000$ - $10,000 M_w$, ce qui signifie que sa viscosité est également assez faible (2.5 - 3.5 cps à 4% de dissolution). Sa densité est de $1,25$ g/cm³.

II.2.2. Enduction : mise en place du processus

L'enduction et son mode de préparation ont été basés sur les travaux de Chen et al. [56], [57], publiés en 2011, portant sur les films de PEDOT:PSS et PVA. Certaines modifications sur les constituants et les paramètres ont été apportées. Les méthodes d'enduction employées sont différentes.

II.2.2.1. Préparation du mélange

Comme évoqué précédemment, le PEDOT:PSS est disponible sous une large variété de dispersions aqueuses commerciales [51] et le Clevios™ CPP105D [78] est une de celle avec une haute conductivité grâce à ses $2,58$ % (en masse) de NMP. Dans le cadre de la préparation du mélange il a été utilisé tel qu'il a été reçu, sans traitement préliminaire, avec sa masse volumique en dispersion de $0,90$ g/cm³ et sa concentration en PEDOT:PSS à $0,56$ % (en masse).

Le PVA (Sigma Aldrich, [77]), au départ sous forme de granulats, de masse volumique de $1,25$ g/mL, a été dissous dans de l'eau de-ionisée, en mélangeant pendant 4 heures à 90 °C. Deux solutions aqueuses de PVA ont été préparées. La première concentrée à 9 % en masse, comme dans la publication de Chen et al. La seconde concentrée à 27 % en masse de PVA pour obtenir une solution plus visqueuse.

Tableau II-5: (a) et (b) ratios massique à sec de PEDOT:PSS par rapport au PVA, pour les solutions mères A et B.

(a)		(b)	
Solution mère A (9 m.% PVA) ratio PEDOT:PSS en dispersion	Ratios en masse sèche (m.% PEDOT:PSS sec)	Solution mère B (27 m.% PVA) ratio PEDOT:PSS en dispersion	Ratios en masse sèche (M.% PEDOT:PSS sec)
30	2,5	30	0,9
40	3,8	40	1,3
50	5,4	50	2,0
60	7,6	60	2,9
70	10,8	70	4,3
80	15,6	80	6,9
85	19,1	85	9,2
90	23,8	90	12,9
95	30,7	95	20,2

Les 2 solutions mères de PVA ont ensuite été mélangées avec la dispersion commerciale de PEDOT:PSS:NMP avec différents ratios (30, 40, 50, 60, 70, 80, 85, 90, 95 % en masse, en dispersion) avec l'aide de Dr. Fern M. Kelly. Le mélange a été effectué avec un agitateur magnétique pendant 24h. Au total cela forme 18 préparations d'enduction, dont les détails sont donnés dans le Tableau II-5. Les concentrations massiques de PEDOT:PSS dans l'enduction sèche ont été obtenues par le calcul. Elles s'étalent de 2,5 à 30,7 % en masse pour les enductions formées à partir de la solution mère de PVA à 9 % en masse (solution mère A) et de 0,9 à 20,2 % en masse pour les enduction obtenues à partir de la seconde solution mère de PVA (27 % en masse, solution mère B).

II.2.2.2. Méthodes d'enduction

II.2.2.2.1. Sur films

Par rapport à la méthode de Chen et al. [7], la technique utilisée diffère. Chen s'est servi d'un moule métallique de dimensions moyennes (150 mm x 100 mm x 1 mm respectivement longueur, largeur et profondeur) dans lequel le mélange est coulé. Après séchage, le film formé est découpé aux dimensions désirées.

Nous avons choisis d'utiliser des moules directement aux dimensions souhaitées pour les films. Ce choix a été motivé par deux constats :

- Il est difficile d'obtenir une grande surface parfaitement plane pour le moule et une orientation parfaitement horizontale. Ces deux paramètres garantissent la régularité de l'épaisseur du film et de la dispersion des particules dans le matériau.
- Il est plus facile d'effectuer des mesures sur les films lorsqu'ils sont maintenus dans un cadre ou un moule.

Pour la mesure de la résistivité des films en fonction du ratio de PEDOT:PSS/PVA, des empreintes de 80 mm x 10 mm ont été découpées dans un film de PVC. Le film de PVC prédécoupé est ensuite collé sur une feuille d'acétate de cellulose, pour former une grille de moules identiques, visible sur la Figure II-1. Chaque moule est ensuite rempli avec 500 μ L de solution à l'aide d'une micropipette de précision. Pour permettre une mesure de résistivité optimale, c'est-à-dire qui ne soit pas parasitée par la résistance de contact de l'appareil de mesure, on ajoute une couche de peinture d'argent à l'extrémité de chaque piste (5 mm de long sur toute la largeur).



Figure II-1: Pistes d'enduction de PEDOT:PSS/PVA sur leurs moules.

Pour les tests mécaniques sur les films de PEDOT:PSS /PVA, le même type de moulage a été utilisé. La dimension des films a toutefois été adaptée, en utilisant une forme d'éprouvette classique. La géométrie et les dimensions sont présentées sur la Figure II-2. Le volume déposé dans les moules est porté à 1200 μ L proportionnellement à l'augmentation de surface entre ces moules et les moules rectangulaires. L'utilisation de moules en films plastiques souples facilitent aussi le démoulage des éprouvettes. Une bande de peinture d'argent est ajoutée aux extrémités des pâtes de serrages des films (5 mm de long, voir Figure II-2). Sur l'électrode formée par la peinture d'argent on colle ensuite un fil de cuivre pour le raccordement à l'appareil de mesure.

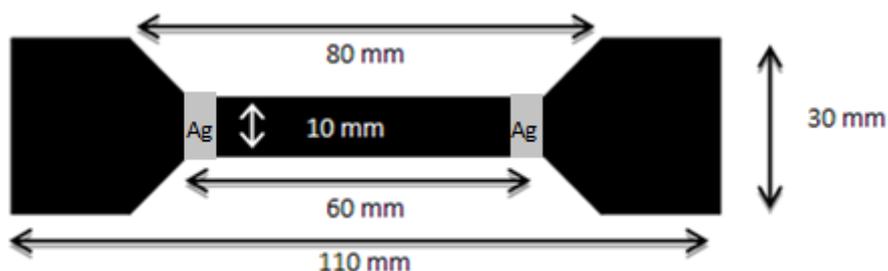


Figure II-2: Géométrie et dimension des éprouvettes de test sur banc de traction des films de PEDOT:PSS/PVA. Emplacement des électrodes d'argent en gris marqué « Ag ».

II.2.2.2.2. Sur fils

Pour enduire les fils de verre du mélange aqueux de PEDOT:PSS/PVA, la technique la plus rapide et efficace s'est révélée être l'application au pinceau. Les besoins de l'application demandent d'avoir une enduction localisée sur une courte longueur de fil, 50 mm dans les premiers temps puis 30 mm après l'optimisation des capteurs. Un fil entièrement enduit serait difficile à introduire dans le métier à tisser, car le raccordement avec les fils de chaîne existant est parasité voir rendu impossible par l'enduction.

Pour pouvoir réaliser l'enduction, les fils de verre sont placés en suspension sur un cadre, parallèlement les uns aux autres, avec une légère tension à leurs extrémités. L'enduction est alors appliquée au pinceau par couches successives. En multipliant le nombre de couches, on moyenne les irrégularités de la déposition au pinceau et donc on homogénéise la surface et la conductivité de l'enduction. Cela augmente aussi l'épaisseur de la couche de PEDOT:PSS sur le fil et diminue la résistivité. Plusieurs nombre de couches ont été expérimentés (2, 3 et 6 couches).

Chaque couche d'enduction est séchée par un flux d'air chaud (environ 150 °C). Un séchage rapide et à chaud du PEDOT:PSS permet d'améliorer sa conductivité finale, comme l'a observé Akerfeldt [54]. Sur la Figure II-3, on peut aussi voir que l'écart de résistivité est plus réduit entre les différents échantillons pour le séchage à chaud. Cependant Akerfeldt n'identifie pas les raisons de ce phénomène.

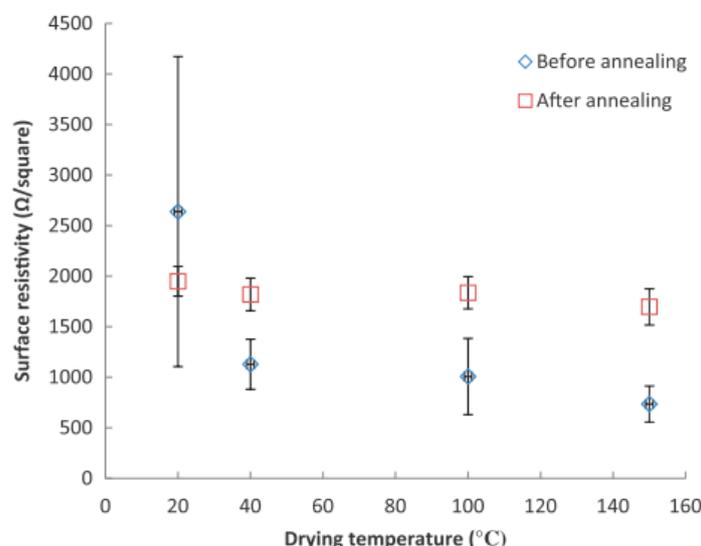


Figure II-3: Influence de la température de séchage du PEDOT:PSS sur sa résistivité. [54]

II.2.3. Réalisation de capteurs

II.2.3.1. Géométrie générale des capteurs

Les capteurs sont composés de 3 éléments principaux :

- Le fil de verre
- L'enduction piézo-résistive
- Les fils électriques de connexion

Les différents éléments seront détaillés dans cette partie. La géométrie générale des capteurs est présentée sur la Figure II-4 (a). La distance entre les deux fils de connexion est de 30 mm. Cette longueur offre un bon compromis entre sensibilité de détection, résistance initiale faible et précision. Un capteur trop long souffrira d'une résistance initiale trop élevée et sera donc plus sensible aux parasites électromagnétiques. La précision « géographique » de sa mesure sera aussi plus faible car les évolutions locales de tension seront moyennées sur une plus grande longueur de mesure. Un capteur trop court à l'inverse aura en général un facteur de jauge plus faible, puisque sa variation de longueur est plus faible pour un allongement du fil qu'il équipe.

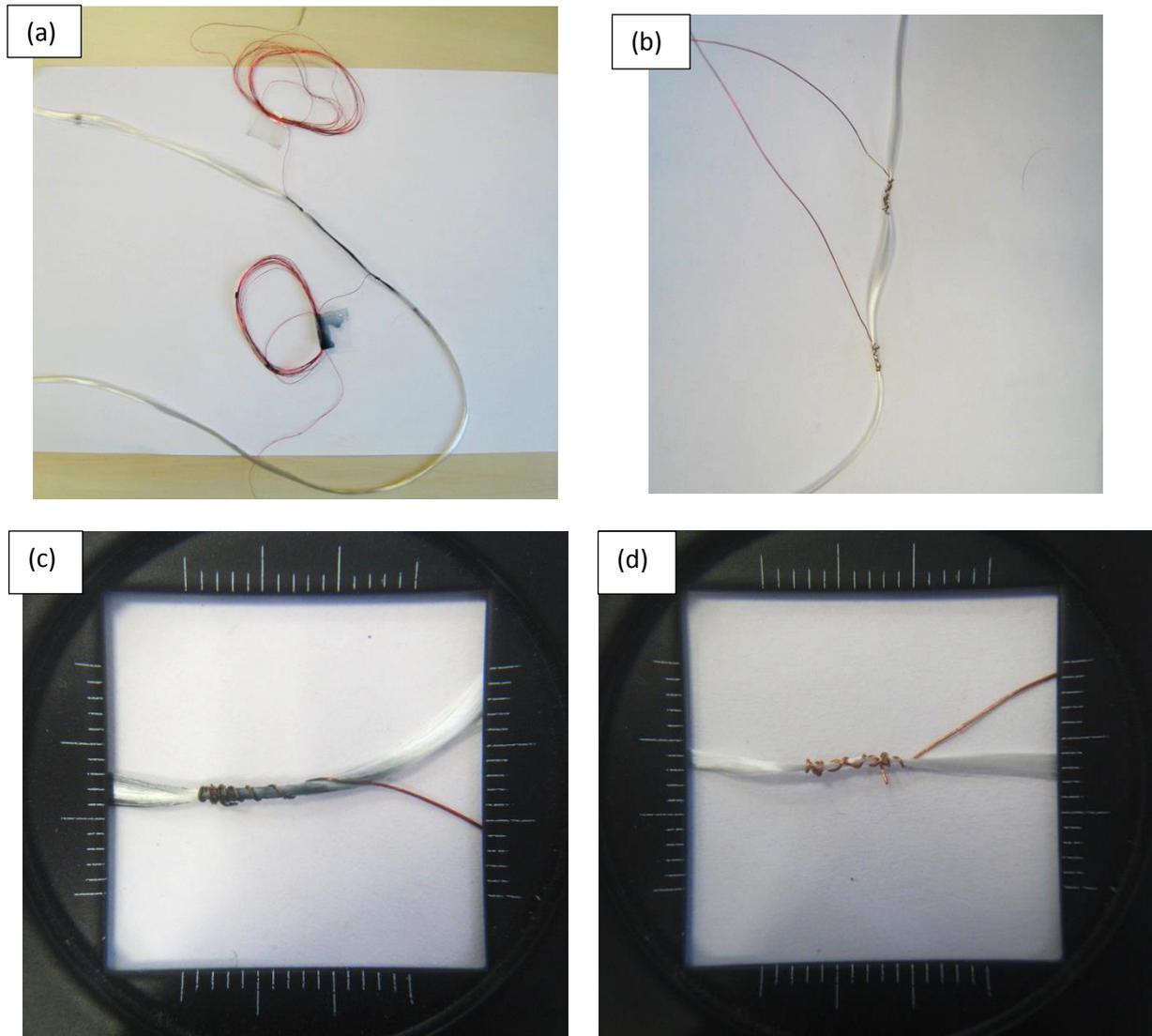


Figure II-4: (a) vue globale d'un capteur sur fil de 900 Tex. (b) vue rapprochée d'un fil de 300 Tex avec fils de cuivres ligaturés. (c) Zoom sur la ligature recouverte d'enduction (fil 900 Tex). (d) Zoom sur la ligature d'un fil de cuivre avant enduction (fil de 300 Tex). (c) et (d) Graduation de 1 mm.

II.2.3.2. Fils de verre

Les fils de verre utilisés dans cette étude sont des multifilaments non retordus, dits « roving », de verre E. Les filaments de verre E (54 % de silice et 14 % d'alumine, en masse) sont les plus communs car ils sont les moins couteux tout en gardant d'assez bonnes propriétés mécaniques. Une de leurs propriétés particulièrement intéressantes pour notre application est

qualité d'isolant électrique, contrairement aux fibres de carbone. Le diamètre des filaments est généralement compris entre 10 et 20 μm . Les fibres de verre E sont aussi très résistantes à la chaleur. Elles ne sont donc pas altérées par le séchage à chaud de l'enduction.

Dans notre cas nous avons utilisé deux titres de fils :

- 300 Tex produit par Owens Corning (SE 1200)[79]. Roving à 600 filaments de 16 μm de diamètre.
- 900 Tex produit par PPG (Hybon 2001)[80]. Roving à 2000 filaments de 16 μm de diamètre.

Pour faciliter le tissage et améliorer la cohésion du roving (sans torsion), les fabricants ajoutent une couche d'apprêt, en PVA par exemple, à leurs fibres. Pour nos besoins de tissage nous avons aussi retordu les fils à 25 tr/m, afin de leur donner une meilleure cohésion et une légère élasticité.

II.2.3.3. Pré-enduction au PVA

La structure fibreuse et très lâche des rovings de verre, permet à l'enduction si elle est suffisamment liquide, comme notre solution de PEDOT:PSS/PVA, de pénétrer à cœur du fil. Dans le cas où on cherche à produire un fil conducteur ce phénomène est intéressant. Pour notre application, où on cherche à maximiser la capacité de détection d'allongement, cela représente un inconvénient. Si les fibres sont noyées dans l'enduction, comme sur la Figure II-5 (à droite), elles compressent l'enduction en même temps que celles-ci s'allongent. Cela a un effet contreproductif sur le fonctionnement de l'enduction piézo-résistive. Sur la gauche de la Figure II-5, on voit la représentation schématique, en coupe, d'un fil préenduit au PVA, ce qui permet de lier les fibres entre elles et de contenir l'enduction piézo-résistive sur le périmètre du fil. Ce dernier se comporte alors comme un cylindre à l'allongement ce qui optimise les performances du mélange de PEDOT:PSS/PVA.



Figure II-5: Vue en coupe de la structure de fils enduit. En bleu l'enduction et en blanc les fibres. (à gauche) fil préenduit au PVA, fibres liées entre elles. Enduction au PEDOT:PSS/PVA sur le pourtour. (à droite) enduction à cœur du fil.[81]

Le PVA est idéal pour réaliser la pré-enduction, car c'est un polymère couramment utilisé comme agent d'apprêt sur les fibres de verre. C'est aussi le polymère utilisé dans notre enduction piézo-résistive. L'adhésion est donc optimale dans les deux cas.

La pré-enduction est réalisée de la même manière que l'enduction du PEDOT:PSS/PVA décrite dans la section précédente.

II.2.3.4. Fils de connexion

Pour la connexion des capteurs avec les appareils de mesure, on utilise des fils de cuivre monofilaments. Les fils sont isolés avec une enduction de polyuréthane (visible en rouge sur la Figure

II-4). Le diamètre des fils est de 200 μm enduction comprise. Pour assurer la connexion électrique avec d'un côté l'enduction piézo-résistive, et de l'autre les instruments de mesure, l'enduction de PU est retirée par ponçage, sur les extrémités des fils (sur environ 30 mm).

Pour faciliter le raccordement au dispositif d'acquisition quel que soit la position du capteur dans le métier à tisser, la longueur des fils de connexion a été arrêtée à 2 m. Cette longueur est suffisante pour relier un capteur situé en sortie de métier à tisser (tissu) au dispositif d'acquisition placé au niveau de l'entrée de la machine (ensouple et porte-fils).

Sur la Figure II-4 (c) et (d), on peut voir que le fil de cuivre est ligaturé sur le fil de verre, avant enduction. Cette technique de raccordement s'est montrée la plus résistante à l'arrachement et au glissement. L'enduction est appliquée simultanément sur le fil de verre (entre) et sur les ligatures. L'ajout de peinture d'argent sur la ligature a été testé et n'a pas montré de réelle diminution de résistance de contact.

II.2.3.5. Protection du capteur

Plusieurs solutions ont été expérimentées pour protéger le capteur de l'abrasion et des autres agressions extérieures (UV, humidité...).

La première solution testée fut une sur-enduction de latex. Cette technique employée par Cochrane [13], [64], [73] et Nauman [14], [68], [74] s'est montrée très efficace sur les enductions de Noir de carbone et évoprène, en étant à la fois résistante et très souple. Cependant les tests effectués sur les enductions à base de PEDOT:PSS ont montré que le latex rendait les capteurs non conducteurs. En effet le NMP, utilisé comme dopant secondaire du PEDOT:PSS, génère des porosités dans la structure du copolymère, comme l'ont observé Louwet et al.[82]. Le Latex pénètre donc les porosités de l'enduction et parasite la conduction électrique entre les particules de PEDOT.

La deuxième solution expérimentée fut l'utilisation d'une gaine thermo-rétractable. L'avantage de la gaine est qu'il n'y a pas de risque d'interaction avec l'enduction. Elle est aussi très résistante à l'abrasion sans pour autant modifier, de manière notable, l'allongement et l'effort à la rupture du capteur. La souplesse est en revanche relativement affectée. Le plus gros inconvénient est l'augmentation assez importante du diamètre du capteur (de 1 à 2 mm supplémentaires) qui provoque des blocages intempestifs dans les éléments du métier.

Finalement après plusieurs essais *In-situ*, il s'est avéré que le capteur pouvait être utilisé sans film de protection de l'enduction. Cette dernière se montrant suffisamment résistante à l'abrasion des éléments du métier. De plus, en supprimant la couche de protection du capteur (latex ou gaine thermo-rétractable) on maintient le diamètre du capteur au minimum ce qui facilite son parcours dans le métier à tisser.

II.2.4. Banc de traction

II.2.4.1. Banc de traction MTS insight 10

Le principal outil de test et de caractérisation des capteurs est le banc de traction. Il permet de tester les propriétés mécaniques des fils employés et de tester les prototypes de capteur sur des cycles d'allongements semblables à ceux rencontrés sur un métier à tisser.

Le modèle de banc de traction utilisé dans notre étude, est le MTS Insight 10 de la marque MTS, semblable à celui présenté sur la Figure II-6. Sa capacité de traction est de 10 kN et sa vitesse maximale d'extension est de 1000 mm/min. Cependant, à cette vitesse de fonctionnement le banc perd grandement en précision, particulièrement dans le cas de petits déplacements des mors, de l'ordre de quelques millimètres. Dans cette gamme de déplacement, il est préférable de se limiter à une vitesse maximale de 250 mm/min.



Figure II-6: Banc de traction MTS Insight 10, identique au modèle utilisé dans l'étude.[83]

Le banc est programmable par l'intermédiaire d'une interface utilisateur sur l'ordinateur de commande, via le logiciel Testworks®. Le matériel à notre disposition nous limite toutefois à imposer le déplacement pour enregistrer l'effort produit par ceux-ci pour atteindre la position commandée. Imposer un effort et enregistrer le déplacement résultant n'est pas possible avec notre équipement. La fréquence d'acquisition est réglable. Dans le cas de notre étude, on utilise généralement une fréquence de 100 Hz.

Le banc dispose de deux types de mors : classique par pincement et à enroulement plus pincement. C'est cette dernière configuration que nous utilisons car elle évite le glissement du fil dans les mors. L'enroulement de fil sur le plot de serrage peut toutefois subir une légère compression, puis tassage.

II.2.4.2. Procédures de tests sur fils

Dans un premier temps ce sont les paramètres de réglage qui ont été testés dans le but de créer les procédures de test les plus proches possible de la « vie » du fil lors du tissage sur machine.

Les paramètres testés ont été : l'influence de la longueur d'allongement, la vitesse d'allongement, le temps de maintien à extension maxi et le nombre de cycle.

Les mesures effectuées sur le métier à tisser ont permis d'évaluer la gamme d'allongement dans laquelle les capteurs seront amenés à fonctionner. Les pics de déformation les plus importants ont lieu dans la zone des cadres et au niveau du point de façade. Les valeurs mesurées suggèrent que les fils doivent subir des déformations de l'ordre de 1 à 2% en pics. La disposition des éléments du métier est aussi générateur de tension, ce qui signifie qu'en plus des pics de tensions dus aux cadres et au peigne, la valeur moyenne de la tension des fils est croissante au cours de leurs avancés vers le tissu. Les vitesses d'allongements sont très rapides. Plus rapide que les limites du banc de traction (1000 mm/min).

L'étude de ces différents paramètres de réglages, de leurs impacts sur les capteurs et leurs signaux, et des déplacements des éléments du métier à tisser, ont conduit à établir les procédures de tests qui seront utilisées pour la caractérisation mécanique et électromécanique des capteurs. Ces procédures et leurs détails sont regroupés dans le Tableau II-6 ci-après. A cela s'ajoute le test d'allongement à la rupture, basé sur la norme ISO 2062 :2009.

Tableau II-6: Détails des procédures de tests.

Procédures	Pré étirage	lente	moyenne	Longue
Nb cycles	5	5	25	1000
Vitesse (en mm/min)	50	50	50	250
Temps de pause (en s)	0,25	4	1	0,25
Déformation	1,5 %	0,7 % (1 %)	0,7 %	0,7 %
Fréquence dmm (en Hz)	250	250	250	100

II.2.5. Chaîne d'acquisition de données

II.2.5.1. Méthodes de mesures

II.2.5.1.1. Mesure directe

La résistance d'un composant est fonction de sa résistivité et de ses dimensions, comme exprimé dans l'Équation II-1.

$$R = \rho \times \frac{l}{s}$$

Équation II-1: Relation entre la résistance R d'un composant, sa résistivité ρ , sa longueur l et sa section s .

La résistance électrique d'un matériau est son aptitude à ralentir le passage du courant électrique. Elle relie la tension et el courant électrique par la loi d'Ohm ().

$$R = \frac{U}{I}$$

Équation II-2: Loi d'Ohm. R la résistance, U la tension et I l'intensité.

Pour mesurer la résistance électrique d'un composant, on envoie un courant continu dans celui-ci et on mesure la différence de potentiels créée par le passage d'un courant électrique dans le matériau. On retrouve alors la valeur de la résistance par l'intermédiaire de la loi d'Ohm. Le courant envoyé dans le composant doit être de très faible intensité pour limiter la montée en température de l'échantillon par effet Joule. La température influe plus ou moins fortement sur la résistivité des matériaux, il faut éviter de la faire varier au cours de la mesure.

Si on utilise un appareil de mesure en deux points (Figure II-7 (a)), le courant envoyé dans le composant à mesurer, circule dans par les mêmes fils et électrodes qui servent à la mesure de tension. La différence de potentiel mesurée réelle est celle du composant ajoutée à celle des fils et électrodes. Cette méthode est simple à mettre en œuvre car elle ne nécessite que deux points de mesure. En revanche elle est limitée à la mesure de forte valeur de résistance, où la résistance de contact des fils et électrodes est négligeable en comparaison.

Dans le cas d'une mesure de faible résistance, de précision, on privilégie la méthode par 4 points (Figure II-7 (b)). Dans ce cas le courant est envoyé dans le matériau par deux électrodes (en général extérieurs) et la différence de potentiel est mesurée par deux autres électrodes (en général intérieurs). Comme le voltmètre utilise des électrodes indépendantes, il ne mesure pas la résistance des fils et électrodes du générateur de courant. La mesure ne concerne que le composant et est donc plus précise.

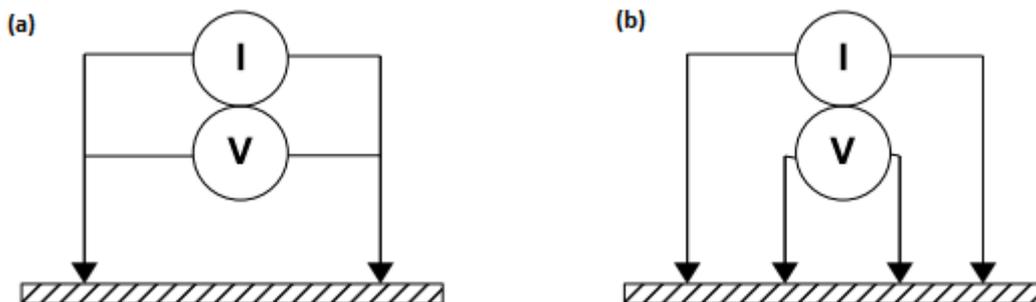


Figure II-7: Principe de mesure de résistance d'un film, en 2 points (a) et 4 points (b).[84]

Dans le cas de nos capteurs, on privilégie la méthode par deux points car les dimensions restreintes des capteurs compliquent la mise en place de deux électrodes supplémentaires. De plus la valeur moyenne de la résistance des capteurs étant relativement élevée (100 à 500 kΩ), les résistances de contact des électrodes peuvent être négligées.

II.2.5.1.2. Pont diviseur

Le pont diviseur de tension sert à l'origine à obtenir une valeur de tension plus faible que la tension d'alimentation du montage. C'est aussi un moyen simple de mesurer la résistance électrique d'un composant via la mesure de la tension à ses bornes. L'avantage de la mesure de tension par rapport à la mesure de résistance est le temps de mesure nécessaire. Une mesure de tension s'effectue en effet beaucoup plus rapidement qu'une mesure de résistance pour un multimètre conventionnel. Ce montage électrique simple et fiable est présenté sur la Figure II-8.

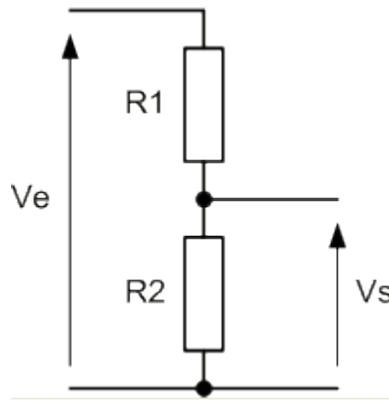


Figure II-8: Schéma d'un pont diviseur de tension

A partir de la loi d'Ohm appliquée aux bornes de la résistance R_2 on obtient l'équation du pont diviseur (Équation II-3) à partir de laquelle on peut obtenir la valeur de la résistance R_2 si on connaît la valeur de la résistance R_1 et les tensions d'entrée et de sortie du pont.

$$V_s = V_e \times \frac{R_2}{(R_1 + R_2)} \text{ et } R_2 = R_1 \times \frac{V_s}{V_e - V_s}$$

Équation II-3: Equations d'un pont diviseur de tension

II.2.5.1.3. Pont de Wheatstone

Le pont de Wheatstone, du nom de son inventeur, est un outil qui permet de mesurer avec beaucoup de précision, la valeur d'une résistance. Il est constitué d'une alimentation électrique en courant continu et de quatre résistances, dont celle(s) à mesurer, disposées comme suit, sur la Figure II-9:

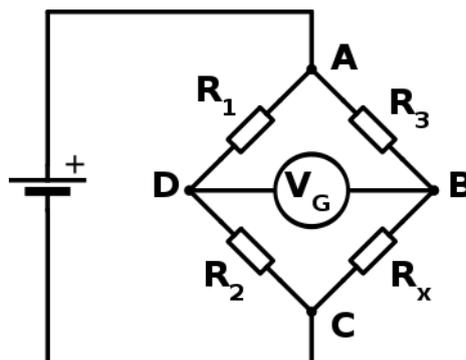


Figure II-9: Schéma du montage d'un pont de Wheatstone simple (une seule résistance inconnue)

On utilise ensuite un voltmètre pour mesurer la tension entre les deux branches du pont. En utilisant le théorème de Millman aux bornes centrales (les points B et D sur la Figure II-9), on obtient des équations (Équation II-4) reliant les différentes résistances et tensions présentes dans le pont. On a donc :

$$V_B = \frac{\left(\frac{V_C + V_A}{R_X + R_3}\right)}{\left(\frac{1}{R_X} + \frac{1}{R_3}\right)} = \frac{(V_C R_3 + V_A R_X)}{(R_X + R_3)} \quad \text{et} \quad V_D = \frac{\left(\frac{V_C + V_A}{R_2 + R_1}\right)}{\left(\frac{1}{R_2} + \frac{1}{R_1}\right)} = \frac{(V_C R_1 + V_A R_2)}{(R_2 + R_1)}$$

Équation II-4: Théorème de millman appliqué aux branches du pont de Wheatstone

$$\text{Avec: } V_{Alim} = (V_A - V_C) \quad \text{et} \quad V_G = (V_D - V_B)$$

On obtient l'équation de base du pont.

$$V_G = \frac{V_{Alim}(R_2 R_3 - R_1 R_X)}{(R_1 + R_2)(R_3 + R_X)}$$

Équation II-5: Equation de base du pont de Wheatstone.

Pour équilibrer le pont, on cherche ensuite à avoir $V_G = 0$ V. Ce qui implique que pour équilibrer le pont on doit avoir, l'Équation II-6:

$$R_2 R_3 - R_1 R_X = 0$$

Équation II-6: Equation d'équilibrage du pont.

Il existe en fait 3 types de montage possible : Quart de pont (ou pont simple), demi pont ou pont complet. Le modèle décrit ci-dessus est le pont simple, c'est celui que l'on utilise. Les deux autres (demi et complet) comptent respectivement 2 ou 4 (la moitié ou la totalité) résistances variables. Il faut alors que les résistances aient des variations semblables.

Ce système est généralement utilisé dans la mise en œuvre des jauges de déformations, utilisant la variation de leur résistance électrique comme principe de mesure. Le pont de Wheatstone permet d'avoir une mesure précise de la résistance et facilite le traitement du signal en jouant sur le gain du système. Les cellules de types STS, en « S », utilisent un montage en pont complet, qui permet de placer 4 jauges sur un capteur avec deux jauges travaillant en traction et deux en compression.

En parallèle du pont de Wheatstone, il existe aussi les ponts de Sauty et de Maxwell qui fonctionnent de manière similaire et permettent quant à eux de mesurer une capacité pour le premier et une inductance pour le second.

II.2.5.2. Multimètre Keithley 3706 et carte d'acquisition 3724

Pour effectuer les mesures de résistance on utilise un multimètre numérique programmable de type Keithley 3706 [85], couplé à une carte d'acquisition rapide Keithley 3724 [86] (voir Figure II-10). Le multimètre peut être relié à un ordinateur par liaison Ethernet et programmable grâce à l'outil intégré « TSB embedded ». Le langage de programmation utilisé est le Lua [87]. Il est particulièrement adapté à ce type d'application car il s'exécute rapidement et sa bibliothèque nécessite peu d'espace de stockage.



Figure II-10: Multimètre numérique Keithley 3706 et Carte d'acquisition Keithley 3724.

Ce multimètre, couplé à sa carte d'acquisition, peut accepter un maximum de 60 entrées simultanées, ce qui garantit l'acquisition de signaux d'un grand nombre de capteurs. La carte 3724 utilise des relais semi-conducteurs plutôt qu'électromécanique pour maximiser sa vitesse de lecture. En mode Ohmmètre (2 points), les calibres de mesures s'échelonnent en puissance de 10 de 1Ω à $100\text{ M}\Omega$ avec des précisions de $0,1\ \mu\Omega$ à 10Ω . La vitesse maximale d'enregistrement de mesure, en mode « 3 digit $\frac{1}{2}$ » est de 13 700 enregistrements par seconde [88]. Ces performances, en termes de rapidité, permettent d'utiliser le multimètre et la carte d'acquisition pour mesurer la résistance des capteurs directement, en mode ohmmètre, sans passer par un système de pont diviseur ou pont de Wheatstone.

II.2.6. Traitement de données

II.2.6.1. Mise en forme du signal

A partir du multimètre Keithley 3706, on recueille une succession de mesure de la résistance du capteur (ou du film). C'est succession de valeur compose un premier signal de base mais pour mesurer l'importance de ses variations d'amplitudes, le signal doit être relatif à la résistance initiale du corps mesurée (sa résistance au repos). L'Équation II-7 définit l'expression de la résistance relative comme la différence entre une valeur de résistance du corps à un instant T et sa valeur initiale, par rapport à cette résistance initiale. Le signal formé par la suite des valeurs de résistances relatives exprime ainsi un pourcentage de variation de la résistance du capteur par rapport à sa résistance au repos.

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{R_T - R_0}{R_0}$$

Équation II-7: Expression de la variation de résistance, entre la résistance mesurée à un instant T R_T par rapport à la résistance initiale R_0 .

Dans le cas où le signal est bruité par des perturbations externes ou interne on montage, on distingue difficilement les variations de résistance dues à l'allongement ou la compression du capteur car elles sont « noyées » dans les variations de la résistance dues au bruit. Visuellement, le signal apparaît trop « épais » et a besoin d'être affiné pour que l'on puisse distinguer ses variations.

Une méthode simple pour réaliser cela consiste à appliquer une moyenne mobile (Équation II-8) sur les valeurs brutes enregistrées par le multimètre. Le nombre de valeurs sur lequel on peut

moyenner la résistance est à choisir en fonction de la fréquence d'acquisition du multimètre et de la fréquence des évènements à observer sur le signal.

$$\bar{R}_n = \frac{1}{N} \sum_{k=0}^{N-1} R_{n-k}$$

Équation II-8: Calcul de la moyenne mobile sur une valeur de résistance R_n

Dans notre cas, la fréquence d'acquisition est comprise entre 100 et 1000 Hz, tandis que le fréquence des évènements à mesurer par le capteur est attendue inférieur à 2 Hz (Fréquence du métier à tisser de 100 cps/min). Les moyennes mobiles ont donc été appliquées sur 20 valeurs (voir Équation II-9) pour les signaux bruts mesurés à 1000 Hz et sur 5 valeurs pour les signaux à 100 et 250 Hz.

$$\frac{\Delta \bar{R}}{R_0} = \frac{\bar{R}_{20} - R_0}{R_0}$$

Équation II-9: Expression de la variation de résistance moyennée sur 20 valeurs, ou \bar{R}_{20} est la moyenne mobile de la résistance à un instant T moyennée sur 20 valeurs.

La moyenne mobile appliquée aux valeurs de résistance est une forme de filtrage du signal. Filtre passe bas en l'occurrence puisque on atténue l'amplitude des variations de résistances sur une fréquence de valeurs rapprochées. Pour améliorer encore la qualité du signal du capteur, il faut alors avoir recours à un véritable filtre passe bas, dans notre cas, car les perturbations de mesure et le bruit ont une fréquence bien plus élevée que les fréquences des évènements à mesurer.

II.2.6.2. Filtrage du signal

L'utilisation d'un filtre passe bas permet de d'atténuer l'amplitude des fréquences situées au-delà d'une fréquence de coupure et de laisser passer les fréquences inférieures à cette valeur limite. La fréquence de coupure est définie dans la conception du filtre, qui peut être physique (réalisé avec des composants électroniques) ou mathématique (réalisé numériquement sur les valeurs du signal enregistrées). Ce filtre assure l'atténuation des bruits de mesure générés par les perturbations extérieures. Ces bruits sont assez visibles à cause de la résistance initiale importante du capteur.

Dans le cas de notre étude, nous avons utilisé un filtre elliptique numérique qui présente l'avantage d'offrir une coupure raide de la bande passante. Cela le rapproche d'un filtre passe bas idéal, ou la transition entre bande passante et bande atténuée serait verticale. Le filtre retenu est du second ordre avec une fréquence de coupure a été fixé à 10 Hz avec une fréquence d'échantillonnage de 1000 Hz (la fréquence d'acquisition des signaux filtrés avec ce filtre). Sur les Figure II-11 (a) et (b), on peut voir les représentations graphiques des réponses harmoniques en amplitude (a) et phase (b) du filtre elliptique numérique employé.

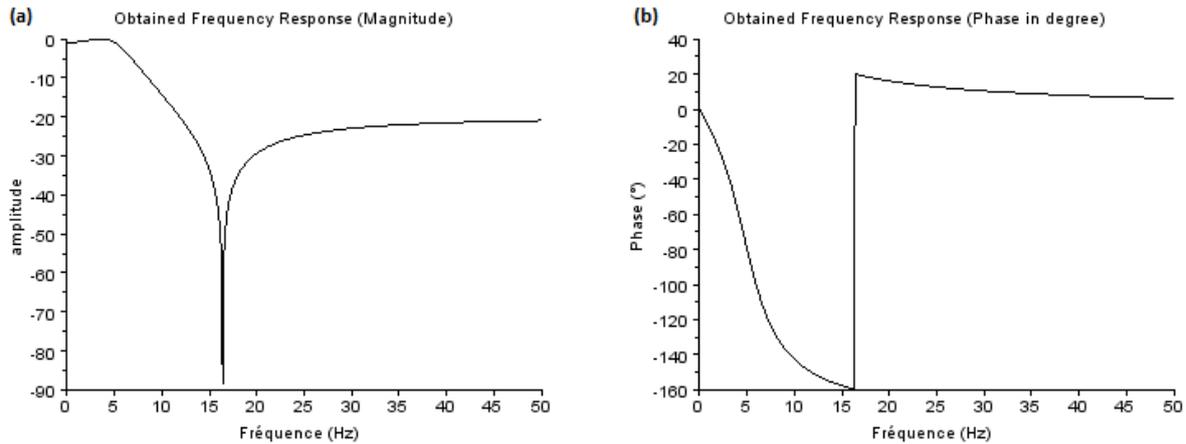


Figure II-11: Réponse harmonique du filtre elliptique du second ordre employé. (a) en amplitude. (b) en phase.

II.2.6.3. Calcul du facteur de jauge

Pour l'acquisition et le filtrage du signal, les données enregistrées par le multimètre sont associées à une base de temps qui est propre à ce dernier. Pour permettre de comparer les évolutions de la résistance du capteur (ou du film) avec les données fournies par le banc de traction, il faut synchroniser les bases de temps des deux appareils (multimètre et banc). En effet, l'équipement dont nous disposons ne permettant pas d'utiliser un déclencheur (trigger) externe pour synchroniser les enregistrements de données. Il faut effectuer cette opération en post-traitement.

En choisissant sur le multimètre, une fréquence d'acquisition supérieure à celle du banc de traction, on peut ensuite sélectionner les enregistrements de résistance correspondant aux instants de mesure du banc de traction. Cette opération, comme le lissage (par moyenne locale), représente une perte de précision.

Une fois que l'on dispose d'une base de temps communes pour les deux grandeurs mesurées (résistance et allongement), on peut les exprimer l'une en fonction de l'autre. Cette opération permet de calculer le facteur de jauge expérimental du capteur suivant l'Équation II-10, ci-après :

$$k = \frac{\frac{\Delta R}{R_0}}{\varepsilon} \text{ avec } \varepsilon = \frac{l_T - l_0}{l_0}$$

Équation II-10: Expression du facteur de jauge expérimental K en fonction de la résistance relative et de l'allongement ε . ε étant la différence de longueur du capteur entre l'instant T de mesure et l'état initiale, par rapport à sa longueur initiale.

Dans la théorie le facteur de jauge d'un capteur d'allongement (jauge de contrainte) est fonction de ses propriétés mécaniques et électromécaniques. Il s'exprime suivant l'Équation II-11, obtenue en introduisant l'Équation II-1 dans l'Équation II-10. La valeur du facteur de jauge est donc influencée par la variation de résistivité du conducteur et par la variation de ses dimensions (longitudinale et transverses) à l'allongement, c'est-à-dire son coefficient de Poisson.

$$k = \frac{\frac{\Delta\rho}{\rho}}{\varepsilon} + 1 + 2\nu \quad \text{Avec} \quad \nu = -\frac{\varepsilon_{transverse}}{\varepsilon}$$

Équation II-11: Expression du facteur de jauge théorique d'un capteur piézo-résistif, Ou $(\Delta\rho/\rho)/\varepsilon$ est la variation de résistivité (ρ) du matériau relative à l'allongement et ν le coefficient de Poisson du matériau.

Pour les jauges Piézo-résistives de type jauges de contrainte métalliques, la variation de résistivité est totalement négligeable et le facteur de jauge est simplement relié au coefficient de Poisson de la piste conductrice.

Pour les jauges utilisant des matériaux semi-conducteurs comme des enductions à base de composite de polymères conducteurs (CPC), PEDOT:PSS/PVA par exemple, la variation de résistivité entre en compte puisque le ratio de conducteur et d'isolant est choisi en générale au taux de percolation électrique. Il y a donc rupture de certains chemins de conduction à l'allongement et ainsi diminution de la résistivité du CPC. On peut toutefois calculer un facteur de jauge minimum théorique correspondant à une variation d'allongement trop faible pour faire varier la résistivité du CPC et ne faisant donc intervenir que son coefficient de Poisson.

Les coefficients de Poisson de nos 2 matériaux constituant ont été évalués dans différentes études. Lang et al. [52] ont mesuré un coefficient de Poisson variant de 0,35 à 0,32 pour des films de PEDOT:PSS dans des humidités relatives de 23 %rh à 55 %rh respectivement. L'auteur recommande de prendre la valeur de 0,34 pour l'humidité relative moyenne ambiante. Pour le PVA différentes études [89], [90] ont observé des coefficients de Poisson pour le PVA en film fins autour de 0,44.

Pour notre mélange, on a alors un facteur de jauge théorique minimum, fonction du coefficient de Poisson de PEDOT:PSS/PVA. Le PVA étant largement dominant dans le mélange et les coefficients des deux matériaux étant proches, on approxime le coefficient de Poisson du film d'enduction à celui du PVA. On a alors un facteur de jauge minimum comme définit dans l'Équation II-12.

$$k_{minth} = 1 + 2 \times \nu_{PVA} = 1 + 2 \times 0,44 = 1,88$$

Équation II-12: Expression du facteur de jauge minimum théorique des films de PEDOT:PSS/PVA, dans le cas de déformation trop faibles pour qu'il y ait une variation de résistivité ($\frac{d\rho/\rho_0}{\varepsilon} = 0$).

II.3. Tests et caractérisations

II.3.1. Résistivité électrique

II.3.1.1. Calcul de la résistivité

Grace aux pistes d'enduction réalisées avec la méthode décrite dans la section II.2.2, nous avons pu mesurer la résistance électrique de chacun des ratios détaillés dans le Tableau II-5. La mesure de résistance est réalisée avec un simple multimètre de table branché aux bornes des pistes (électrodes d'argent), en méthode 2 points.

Pour obtenir la résistivité des différents ratios, d'après l'Équation II-13, il faut d'abord calculer l'épaisseur de chaque piste pour déduire la section de celles-ci. Pour calculer l'épaisseur des pistes on dispose du volume d'enduction déposée (500 μL), de la surface des pistes (800 mm^2), de la densité anhydre du PVA (1,25 kg/L) et du PEDOT:PSS (0,90 kg/L) et des ratios en masses sèches calculées précédemment et détaillés dans le Tableau II-5. La formule de calcul est exprimée par l'Équation II-14.

$$\rho = R \times \frac{S}{L}$$

Équation II-13: Résistivité ρ d'un corps rectiligne en fonction de sa résistance R , de sa longueur L et de sa section S .

$$e = \frac{V_{enduc}}{A_{piste}} = \frac{1}{A_{piste}} \times \left(\frac{m_{PVA}}{M_{PVA}} + \frac{m_{PEDOT:PSS}}{M_{PEDOT:PSS}} \right)$$

Équation II-14: Calcul de l'épaisseur e des pistes d'enductions à partir du volume enduction sèche V_{enduc} , de la surface des pistes A_{piste} , des masses et masse volumique de PVA et PEDOT:PSS.

A partir de ces mesures de résistances et après avoir calculé les épaisseurs des pistes d'enductions testées, il a été possible de déduire la résistivité de chaque ratio au travers de l'Équation II-13. Les résultats sont rassemblés dans le Tableau II-7.

En complément de ces mesures et calcul, on connaît les données techniques des deux matériaux constituant de l'enduction, le PEDOT:PSS (Clevios CPP 105D) et le PVA (Sigma Aldrich). La résistivité du PVA est comprise entre 3,1 et 3,8 $\times 10^9 \Omega \cdot \text{m}$, d'après le « Polymer data handbook » (p 894, [76]). Pour le PEDOT:PSS, la valeur de la résistivité est donnée en résistance surfacique car sa forme commerciale est destinée à être utilisée sous forme de film. La résistance surfacique s'exprime en $\Omega/\text{carré}$ ou Ω/\square [91], et se définit par l'Équation II-15. D'après la documentation fournisseur (Heraeus[®]), la résistance surfacique des films de PEDOT:PSS (Clevios CPP105D, [51]) diminue avec l'augmentation de l'épaisseur du film vers une valeur asymptotique d'environ 100 Ω/\square . Pour un film (sec) de 8 μm d'épaisseur, la résistivité est d'environ 8 $\times 10^{-4} \Omega \cdot \text{m}$. Ces valeurs sont en concordance avec les valeurs de résistivité et résistances surfaciques obtenues pour les pistes d'enductions.

$$R_S = R \times \frac{l_f}{L_f}$$

Équation II-15: Définition de la résistance surfacique d'un film R_S en fonction de sa résistance électrique R , de la largeur du film l_f et de sa longueur L_f .

Tableau II-7: Détails des mesures de résistivités sur les pistes d'enductions.

PEDOT:PSS		Ratio en	Épaisseurs	Résistance	Résistivités	Résistances
en dispersion		masse sèche	enductions	moyenne	(Ohm.m)	surfiques
(%)		(%)	(μm)	pistes (kOhm)		(Ohm/sq)
Solution mère A (9 m.% PVA en dispersion aqueuse)	30	2,5	34	23470	1,15E+02	3,35E+06
	40	3,8	31	5755	2,52E+01	8,22E+05
	50	5,4	27	1411,6	5,42E+00	2,02E+05
	60	7,6	23	43,3	1,43E-01	6,19E+03
	70	10,8	19	14,53	4,03E-02	2,08E+03
	80	15,6	16	2,346	5,26E-03	3,35E+02
	85	19,1	14	1,422	2,82E-03	2,03E+02
	90	23,8	12	0,921	1,58E-03	1,32E+02
	95	30,7	10	0,631	9,16E-04	9,01E+01
Solution mère B (27 m.% PVA en dispersion aqueuse)	30	0,9	101	n.c.	n.c.	n.c.
	40	1,3	87	n.c.	n.c.	n.c.
	50	2,0	74	26750	2,81E+02	3,82E+06
	60	2,9	60	6740	5,80E+01	9,63E+05
	70	4,3	47	465,5	3,13E+00	6,65E+04
	80	6,9	34	56	2,72E-01	8,00E+03
	85	9,2	28	6,447	2,53E-02	9,21E+02
	90	12,9	21	2,272	6,85E-03	3,25E+02
	95	20,2	15	0,862	1,81E-03	1,23E+02

II.3.1.2. Seuil de percolation

Grace aux valeurs de résistivités obtenues et présentées dans le Tableau II-7, il a été possible d'établir les courbes de l'évolution de la résistivité de des enductions en fonction du ratio en PEDOT:PSS dans les deux solutions mères de PVA. Connaissant la conductivité du PEDOT:PSS présent dans la dispersion de Clevios™CPP105D (65 S/cm), nous avons appliqué aux valeurs de concentration de PEDOT:PSS mesurées le modèle de percolation de Kirkpatrick, tel qu'il est exprimé dans l'Équation II-16. Les deux courbes expérimentales et leurs deux modélisations théoriques sont présentées sur la Figure II-12.

$$\rho = \rho_0 \times (\phi - \phi_c)^{-t}$$

Équation II-16: Modélisation de la percolation selon Kirkpatrick. ρ la résistivité, ρ_0 la résistivité macroscopique des charges, ϕ le taux de charge volumique, ϕ_0 le taux de charge volumique de percolation et t l'exposant critique de percolation (sans unité).

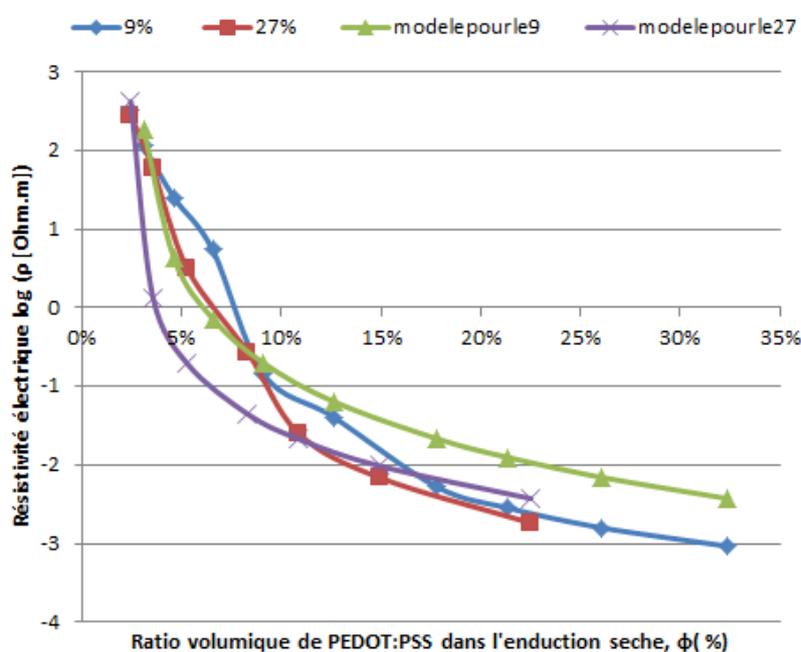


Figure II-12: Résistivité des films d'enduction en fonction du ratio volumique de PEDOT:PSS et modélisations selon Kirkpatrick (Équation II-16).

Les allures générales des courbes sont très similaires. Les enductions provenant de la solution mère de PVA « B », sont légèrement plus conductrices car les films qu'elles forment sont légèrement plus épais. Ces courbes laissent penser qu'il existe un seuil de percolation au-delà duquel la résistivité du mélange de PEDOT:PSS/PVA décroît fortement. En effet les plus grandes valeurs de résistivités mesurées (115 Ω.m pour le PEDOT:PSS/PVA « A » chargé à 5,31 % en masse de PEDOT:PSS et 281 Ω.m pour le PEDOT:PSS/PVA « B » chargé à 4,26 %) restent largement inférieures à la valeur de résistivité théorique du PVA pur citée précédemment (environ $3,5 \times 10^9$ Ω.m). De plus la résistivité chute rapidement avec l'augmentation du taux de PEDOT:PSS dans le mélange jusqu'à environ 10 %. Passées cette valeur les courbes semblent tendre vers une asymptote proche de la valeur de la résistivité théorique du PEDOT:PSS (environ 8×10^{-4} Ω.m pour un film de 8 μm d'épaisseur).

Les résultats des modélisations indiquent que les taux de percolation du PEDOT:PSS/PVA de la solution A serait de 2,6 % et 2,5% avec des valeurs d'exposant critique t de 2,6 et 2 pour des écarts quadratiques respectifs de 3,0 et 4,9. Les valeurs assez élevées des écarts quadratiques un certain

degré de décalage entre la réalité des mesures et la théorie. Ce décalage peut avoir des sources multiples parmi lesquelles, on peut évoquer, les résistances de contacte de l'appareil de mesure, une valeur de la résistivité macroscopique des charges trop élevée ou encore la valeur des épaisseurs des pistes calculées influant sur les calculs de résistivité. Néanmoins les taux de percolations calculés semblent globalement cohérents et sont accord avec les résultats des mesures.

Pour maximiser la sensibilité du capteur à l'allongement il est donc préférable de choisir une enduction avec un ratio de PEDOT:PSS/PVA faible (inférieur à 10%) car les variations d'allongement affecteront de manière plus importantes les chemins de conduction fragiles et peu nombreux du matériau. A l'inverse pour que le capteur ne souffre pas de manière trop importante des perturbations électromagnétiques (« bruit », effet antenne), il faut maintenir sa résistance électrique suffisamment basse, c'est-à-dire en dessous d' 1 MΩ. 4 formulations, détaillées dans le Tableau II-8, deux provenant de la solution mère A et deux de la solution mère B, ont donc été conservées pour effectuer les tests mécaniques et électromécaniques sur banc de traction.

Tableau II-8: Formulation d'enduction retenue pour les tests sur banc de traction, sous forme de film.

Ratios de PEDOT:PSS/PVA (en masse sèche)	6,9 %	7,6 %	9,2 %	10,8 %
Solution mère	B (27% de PVA)	A (9% de PVA)	B (27% de PVA)	A (9% de PVA)
Teneur en matière solide	6,36 %	4,32 %	5,07 %	3,54 %
Résistivité (en Ohm.m)	$2,72 \times 10^{-1}$	$1,43 \times 10^{-1}$	$2,53 \times 10^{-2}$	$4,03 \times 10^{-2}$

On remarque logiquement, que selon que le mélange de PEDOT:PSS/PVA a été formé à partir de la solution mère A (chargée à 9 % de PVA) ou la solution B (chargée à 27 %), la teneur en matière sèche dans l'enduction varie. Pour obtenir un même ratio de PEDOT:PSS/PVA à partir de la solution mère B, plus concentrée en PVA, il est nécessaire d'ajouter une quantité de PEDOT:PSS plus importante que dans la solution mère A. Les enductions issues de la solution mère B ont donc une teneur en matière solide plus importante. Le mélange est légèrement plus visqueux. L'épaisseur d'enduction s'en retrouve donc plus importante.

Cette viscosité d'enduction légèrement plus importante peut aussi expliquer la résistivité globalement plus faible des enductions issues de la solution mère B. En effet une enduction moins fluide, aura un pouvoir couvrant plus élevé et sera moins influencée par les irrégularités de planéité du support. Au final l'enduction sèche s'en retrouve plus régulière et plus épaisse, ce qui profite à la conductivité des pistes et justifie les valeurs relevées.

II.3.2. Comportement mécanique des fils de verre

Les fils de verre (roving 300 et 900 Tex, 2.2.3.2) sont le substrat de notre capteur. La connaissance du comportement mécanique est donc capitale pour la caractérisation de l'enduction et du capteur dans son ensemble.

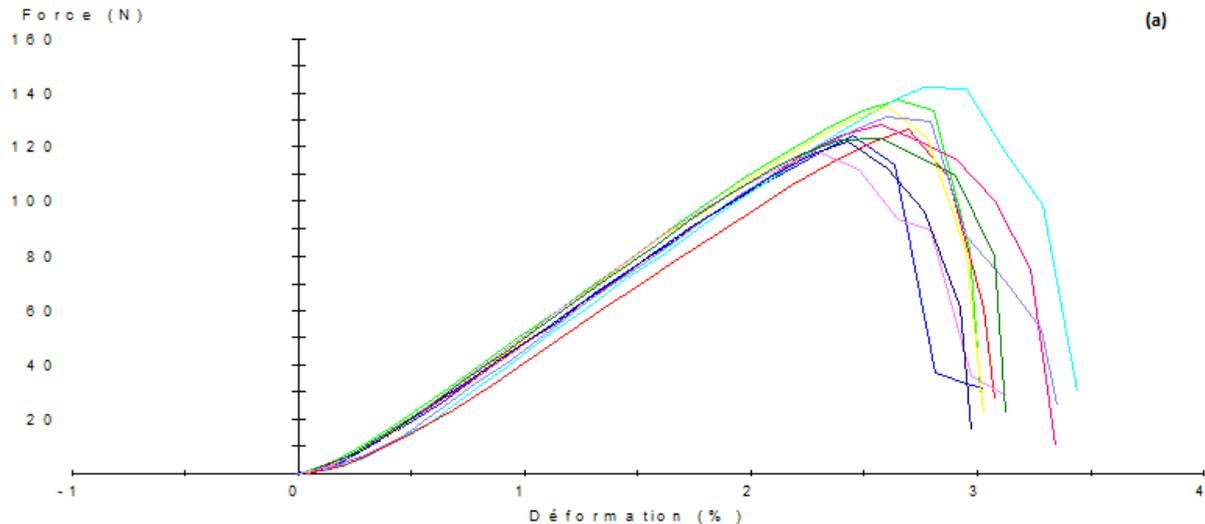


Figure II-13: Test d'allongement à la rupture pour deux groupes de roving de verre 300 Tex non retordus, avec la force en fonction de la déformation.

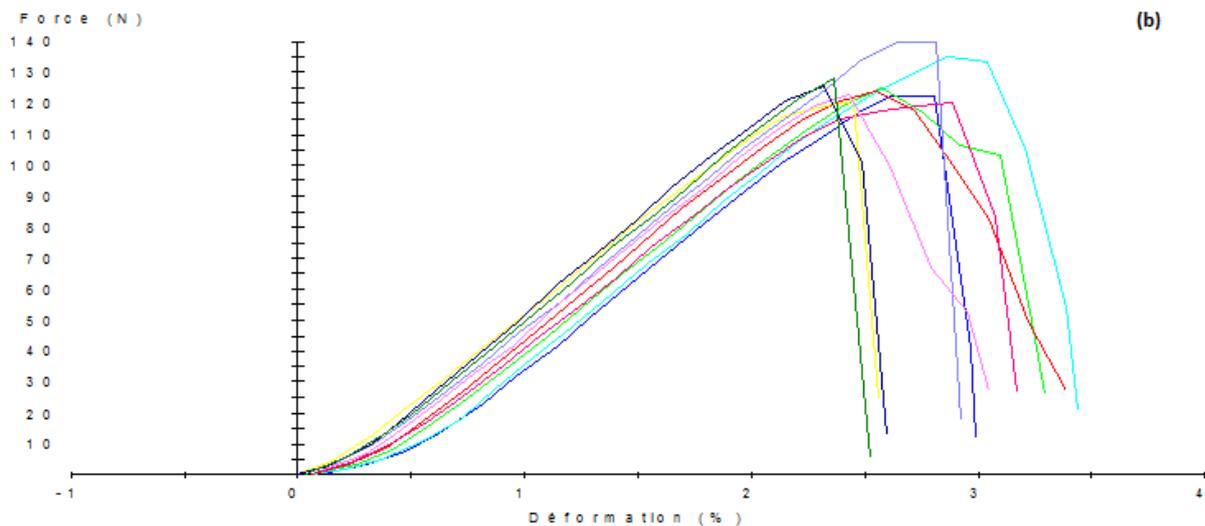


Figure II-14: Test d'allongement à la rupture pour deux groupes de roving de verre 300 Tex, retordu à 25 tr/m, avec la force en fonction de l'allongement relatif.

Comme décrit précédemment (en section II.2.3.2) les fils de verre, de type roving, utilisés sont formés d'un ensemble de filament relativement alignés les uns par rapport aux autres, sans torsion initiale. Pour les besoins du tissage, en particulier sur la machine utilisée (Métier Dornier industriel), il est nécessaire d'ajouter un minimum de torsion au fils. Cela contribue à diminuer les casses de fibres dues à l'abrasion (fibrille) et donne une légère élasticité au fil pour compenser les différences de tensions en sortie d'ensouple notamment.

Tableau II-9: Résumé de tests d'allongement à la rupture sur les rovings de 300 Tex (Non retordus et retordus à 25 tr/m).

Types de rovings	Non retordus		Retordus	
	Moyenne	Ecart type	Moyenne	Ecart type
Force à rupture (N)	121,9	9,3	103,5	10,6
Déformation à rupture (%)	3,50%	0,37%	3,21%	0,45%
Module de rigidité longitudinale (N / (mm/mm))	4896	236	4902	181

Cette différence d'élasticités se retrouve sur les courbes d'effort en fonction de l'allongement, présentées sur les Figure II-13 et Figure II-14, obtenues par une série de tests de rupture à l'allongement sur deux groupes de fils de verre (sans torsion et avec une torsion de 25 tr/m). Sur la Figure II-13, qui correspond au roving non retordu, on peut voir que le comportement des fils à l'allongement est directement linéaire. Les écarts entre les différents fils testés sont faibles. Sur la Figure II-14, en revanche, on remarque que les fils retordus produisent un comportement sensiblement différent. Dans la zone de 0 à 0.5% (voir 1%) de déformation, on note un comportement quadratique des fils. Ce comportement est plus ou moins marqué selon les différents fils testés et on peut supposer que la cela s'explique par une valeur de torsion légèrement différente d'un fil à l'autre, du fait de la mise en place manuelle dans les mors. Passé cette zone, le comportement est de nouveau linéaire et l'allongement à la rupture est sensiblement identique à celui des roving non retordus, autour de 2,5% de déformation. Les propriétés mécaniques des rovings de 300 Tex sont résumées dans le Tableau II-9.

La zone de comportement quadratique du fil, correspond à un réalignement des fibres et à une mise en tension progressive de chacune d'elles au sein du fil. Les déformations que subit le fil dans cette zone ne sont pas réversibles. Pour les fils non retordus, à partir d'une faible valeur de pré-charge, toutes les fibres travaillent simultanément, dès le début de la traction.

Si cette valeur de torsion facilite le tissage, elle est un handicap pour la caractérisation du capteur. En effet elle crée une hystérésis lors des tests qui ne doit pas être attribuée à l'enduction. Pour caractériser le capteur, il faut donc appliquer un certain nombre de cycles d'allongements, afin de simuler au mieux le comportement d'un fil de chaîne sur le métier. En effet, après un certain nombre de cycles de tissage (coups de peigne et mouvements des cadres), les fils de chaîne retrouvent un comportement linéaire à l'allongement.

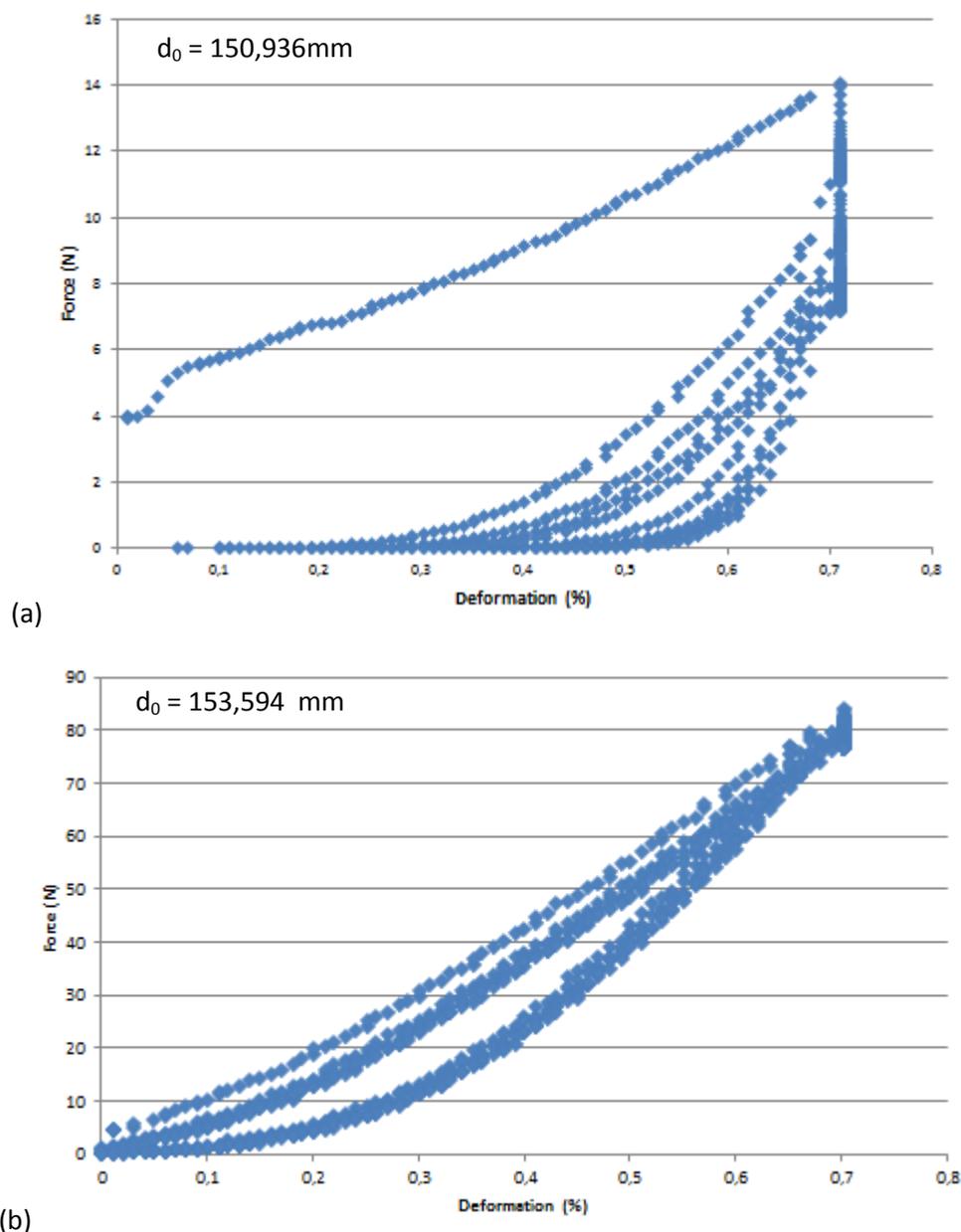


Figure II-15: Courbes de force enregistrées en fonction de déformations imposées pour un roving de verre retordu sur la gamme 0 à 1%. (a) première série de cycles pour le roving. (b) 4ème série de cycles pour le roving.

Les Figure II-15 (a) et (b) qui représentent des successions de cycles de charges et décharges appliquées aux fils de verre, de 900 Tex, où la force enregistrée est exprimée en fonction de la déformation imposée. Sur la Figure II-15 (a) on constate qu'une partie des déformations imposées aux fils sont irréversibles. Les valeurs d'allongements imposés étant trop faibles pour atteindre la zone de déformation plastique du verre (très réduite pour les fils de verre, d'après les Figure II-13 et Figure II-14, il ne s'agit donc pas d'une élongation des fibres en elles-mêmes. La Figure II-15 (b) correspond à la même procédure de test menée sur le même fil, après plusieurs autres séries de cycles successives. On peut voir que le comportement du fil est cette fois-ci quasi élastique, avec une légère hystérésis. La valeur d_0 correspond à l'écartement initial entre les mors, une fois la pré-charge de 1,5N appliquée. L'écartement des mors avant le premier test est de 150 mm. Après 4 ou 5 séries de cycles d'allongements et relâchements, le fil atteint sa déformation définitive comprise entre 2 et 3 %. Les cycles de charge et décharge qui ont lieu après cette étape voient le fil se comporter de

manière élastique. Le module de rigidité en élongation, dans cette zone de 0 à 1% de déformation, voit sa valeur multipliée par 10 entre la première série de cycles et les premiers tests « élastiques ».

Cette valeur d'allongement irréversible observée sur les fils apparaît très élevée et contradictoire avec les valeurs d'allongements à la rupture, observées sur les premiers tests d'allongements, présentés sur la Figure II-14. En multipliant les séries de tests et les modes opératoires, il a été conclu que ses déformations permanentes sont dues à deux phénomènes : un réalignement des fibres dans le roving et un tassage des fils dans les mors à enroulement du banc de traction. La comparaison avec les tests menés par Florimond et al. (Lamcos, partenaire du projet Numtiss) sur un banc équipé d'un système de mort pneumatique anti-glissement, visible sur la Figure II-16), a confirmé le problème de tassage des fils sur les mors du banc MTS. La zone quadratique sur les essais du Lamcos est limitée à 0,25 % d'élongation.

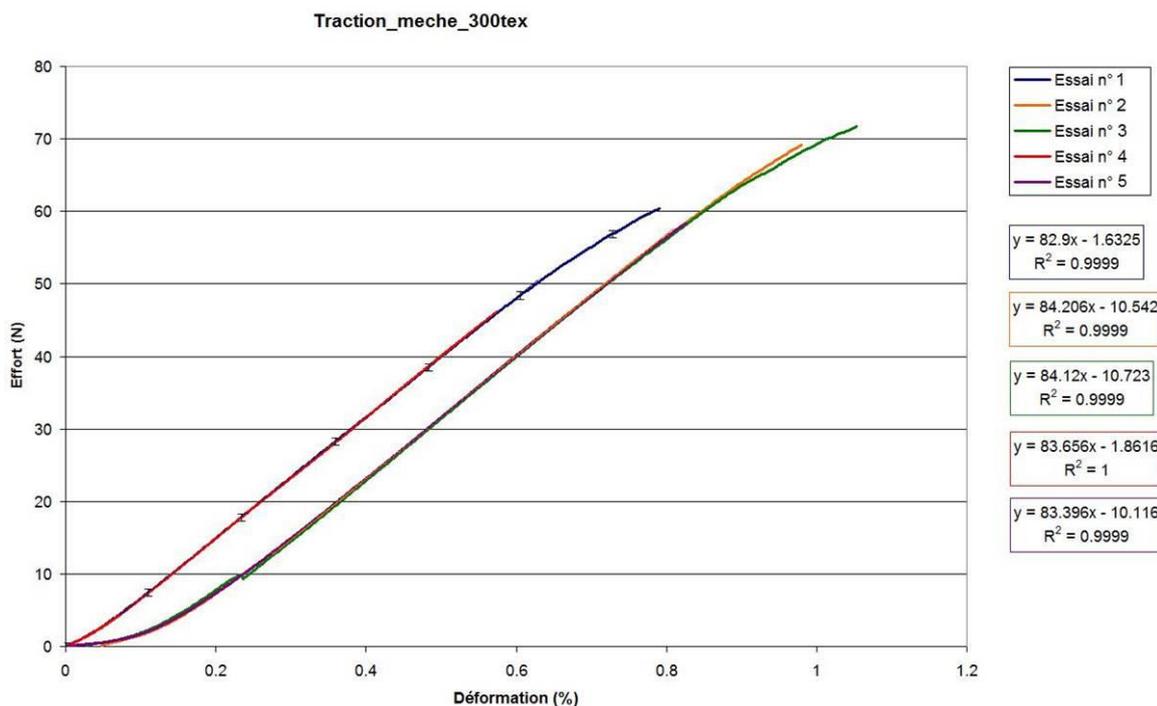


Figure II-16: essai de traction sur la gamme 0 à 1% d'allongement, sur un roving 300 Tex avec mors de serrage pneumatiques, par Florimond et al (Projet NUMTISS).

La répétition des séries de cycles d'allongement permet d'effectuer un tassage et serrage progressif des fils sur les mors. On évite ainsi d'avoir une valeur de pré-charge trop élevée (de l'ordre de 80 N pour le 900 Tex) pour appliquer la pré-tension nécessaire aux fils, afin qu'ils délivrent un comportement réaliste.

II.3.3. Caractérisation des films d'enduction

Pour tester les propriétés mécaniques et électromécaniques des formulations d'enductions, des films ont été préparés suivant la description faite dans la section II.2.2.2.1 et la Figure II-2.

II.3.3.1. Comportement mécanique

Les résultats des tests d'allongement à la rupture démontrent un comportement solide élastique des films de PEDOT:PSS/PVA. Sur la Figure II-17, on peut voir les résultats de tests en ruptures menés sur des films issus de 3 ratios différents de PEDOT:PSS/PVA. On constate que l'allongement à la rupture est globalement bien plus faible que celui des fils de verre (environ 6%) et que cette valeur est très influencée par le taux de PVA dans l'enduction. Comme dans la publication de Chen et al. [57], on remarque que le PVA améliore les propriétés mécaniques du PEDOT:PSS. En effet, on observe les ruptures à environ 15, 25 et 50% d'allongement des films, pour les ratios respectifs de 10,8% (soit 76,3% de PVA), 9,2% (soit 79,9%) et 15,1% de PEDOT:PSS (soit 84,9% de PVA). Dans le même temps effort à la rupture augmente aussi avec la proportion de PVA dans le film. Pour 76,3% de PVA on a un effort à la rupture de d'environ 8 MPa, avec 79,9% de PVA cette valeur grimpe à 10 MPa et elle atteint 12 MPa avec 84,9% de PVA. Le module d'Young des films présente une valeur moyenne proche de 150 MPa ce qui correspond aux observations de Chen et al.[57] et qui est largement de dessous de celles mesurées sur les fils de verre (généralement autour de 50 GPa). On peut aussi remarquer que plus la concentration en PEDOT:PSS augmente et plus le module d'Young augmente, ce qui est logique au regard des valeurs des modules des deux constituants (environ 50 MPa pour les films de PVA et 1,8 GPa pour le PEDOT:PSS).

On peut donc affirmer que l'enduction est compatible avec notre substrat de fils de verre, dans le sens où elle suivra les déformations du fil sans se rompre. Les formulations comportant 80% et plus de PVA semblent plus adaptées car elles restent dans leurs gammes de déformations élastiques jusqu'à la rupture du substrat.

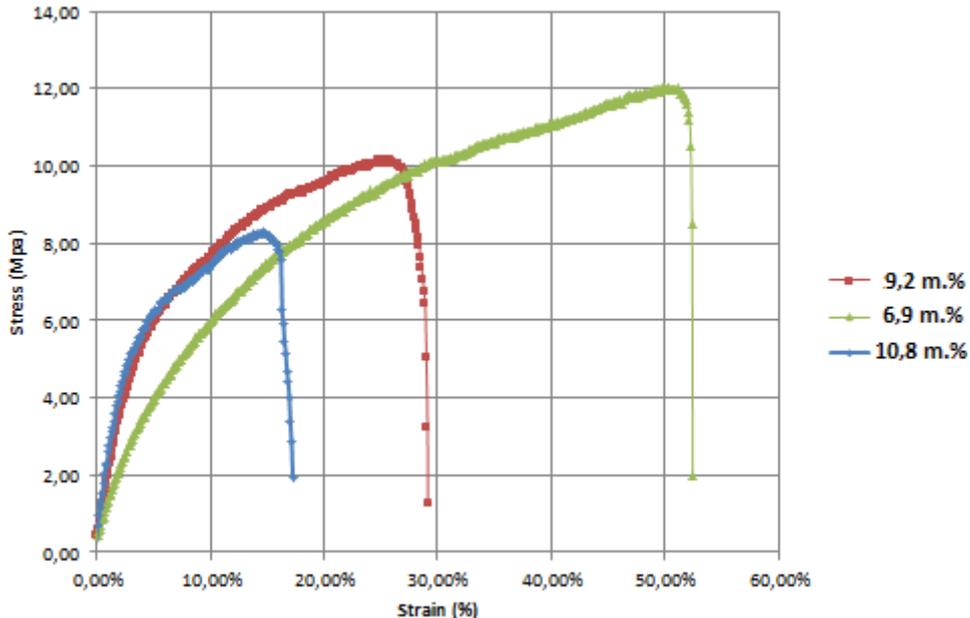


Figure II-17: Tests d'allongement à la rupture pour des films produits à partir de 3 ratios différents de PEDOT:PSS/PVA (6,9, 9,2 et 10,8 % en masse de PEDOT:PSS dans le PVA).

II.3.3.2. Réponse électrique à l'allongement

La résistance électrique des films a été mesurée pendant les tests d'allongement à la rupture. La variation de la résistance est calculée telle qu'exprimée dans l'Équation II-7. Les résultats des tests pour trois films aux ratios de PEDOT:PSS/PVA différents sont compilés sur la Figure II-18.

A première vue on remarque que les allures des 3 courbes sont similaires. La courbe correspondant au film de ratio à 6,9m.% s'arrête à 25 % de déformation car une des électrodes s'est déconnectée à ce moment.

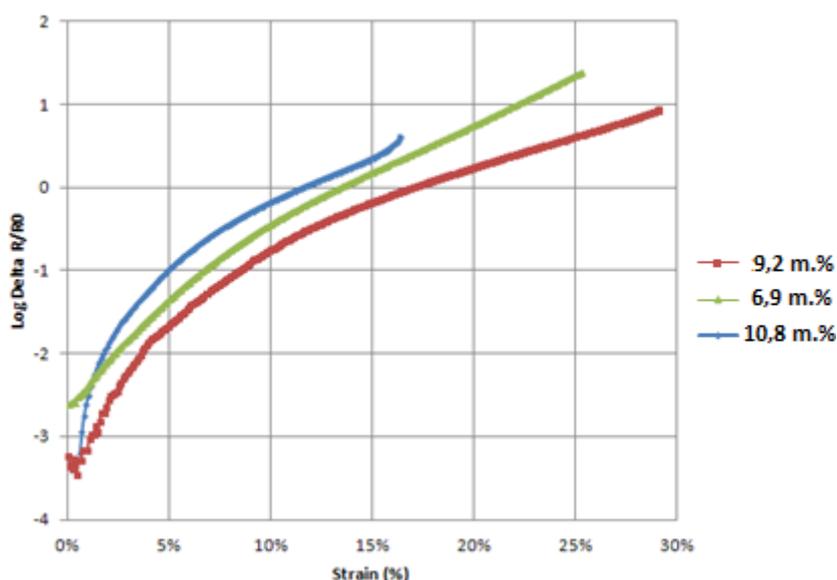


Figure II-18: Logarithme de la variation de la résistance en fonction de l'allongement pour différents ratios de PEDOT:PSS/PVA

Si on compare les tracés correspondant aux ratios 6,9 et 9,2 m.%, provenant tous deux de la solution mère B (la plus épaisse), on constate que le film de ratio 6,9 m.% (plus proche du seuil de percolation du mélange) est à la fois plus résistif et présente un facteur de jauge plus élevé que celui du film de ratio 9,2 m.%. Cela est en concordance avec le principe de fonctionnement général des CPC autour du seuil de percolation électrique. Plus le ratio est proche du seuil de percolation et plus le nombre des chemins de conduction est réduit (forte résistivité) et plus la rupture de ses chemins de conduction, par l'allongement du CPC et donc l'éloignement des charges, sera facile et influent sur l'évolution de la résistivité du matériau.

Si on compare cette fois la courbe du film de ratio 10,8 m.% (issu du mélange avec la solution mère A, la moins épaisse) aux deux autres courbes et en particulier à celle du 9,2 m.%, on remarque que la logique du taux de charge n'est pas respectée. Le CPC à la plus forte concentration en charge électrique doit avoir la résistivité la plus faible. La raison de cet écart entre les deux tracés est la différence d'épaisseurs des films, due à la proportion de matière solide plus importante dans l'enduction issue de la solution B (voir Tableau II-5). A résistance et longueur égales, le matériau de plus faible section aura la résistivité la plus élevée. Le matériau de plus faible section verra aussi sa déformation transverse accentuée sous l'effet de l'allongement. Cela contribue à « remonter » la variation de résistance du film à 10,8 m.% par rapport à celui de 9,2 m.%.

Pour le film de ratio 6,9 m.%, le facteur de jauge est de 80 à 25 % d'allongement. C'est la valeur maximale atteinte sur ces films. Sur la gamme d'élongation allant de 2 à 4%, le facteur de jauge des films peut être considéré linéaire, comme sur la Figure II-19. C'est la gamme de déformation dans laquelle l'enduction est appelée à travailler puisque l'on a vu précédemment qu'il était nécessaire de pré-étirer les fils d'environ 2 %, pour avoir un comportement élastique. Dans ce cas, les facteurs de jauge des différents films sont très proches et avoisinent 2. Cette valeur est relativement faible mais cela est en partie à la gamme de déformation faible. Cette valeur est proche de ce que propose la plupart des jauges de contraintes métalliques commerciales.

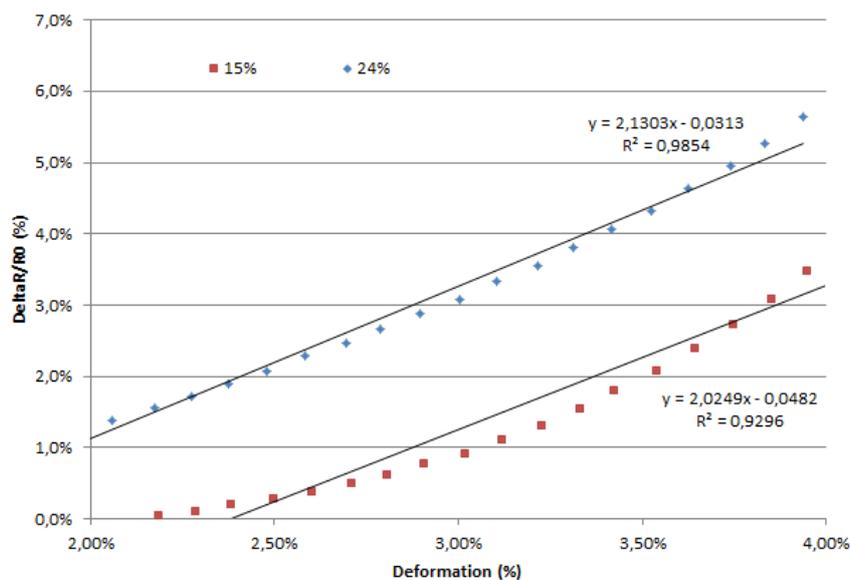


Figure II-19: Variation de la résistance relative en fonction de la déformation des films de ratio 6,9 et 10,8 m.%. Facteurs de jauge linéaires dans la gamme de déformations de 2 à 4%.

II.3.4. Caractérisation des capteurs

II.3.4.1. Comportement mécanique des capteurs

Lorsque les capteurs sont testés sur le banc de traction, leur comportement mécanique est comparé à celui des roving de verre non enduit (section II.3.2). De la même manière que le verre, il est nécessaire de mettre en tension le fil sur les mors par plusieurs séries de cycles afin de bien le bloquer et ne pas modifier la mesure. Sur la Figure II-20 (a) et (b), correspondant à la première série de cycles, on peut voir qu'après le premier cycle le capteur ne travaille que sur la gamme 0,4 à 0,7% d'allongement. Une fois le fil correctement en tension, Figure II-20 (c), l'allongement s'effectue cycle après cycle avec la même valeur d'effort. Cette valeur d'effort est d'ailleurs comparable aux résultats des tests sur roving non enduit. La valeur de la force nécessaire pour déformer le capteur de 300 Tex de 1% est de l'ordre de 80 N. La valeur de sa rigidité en élongation, Figure II-20 (d), autour de 7000 N est semblable à celles observées dans les tests sur roving pur menés au laboratoire Gemtex (Roubaix) (Figure II-13 et Figure II-14) et au Lamcos (Lyon) (Figure II-16).

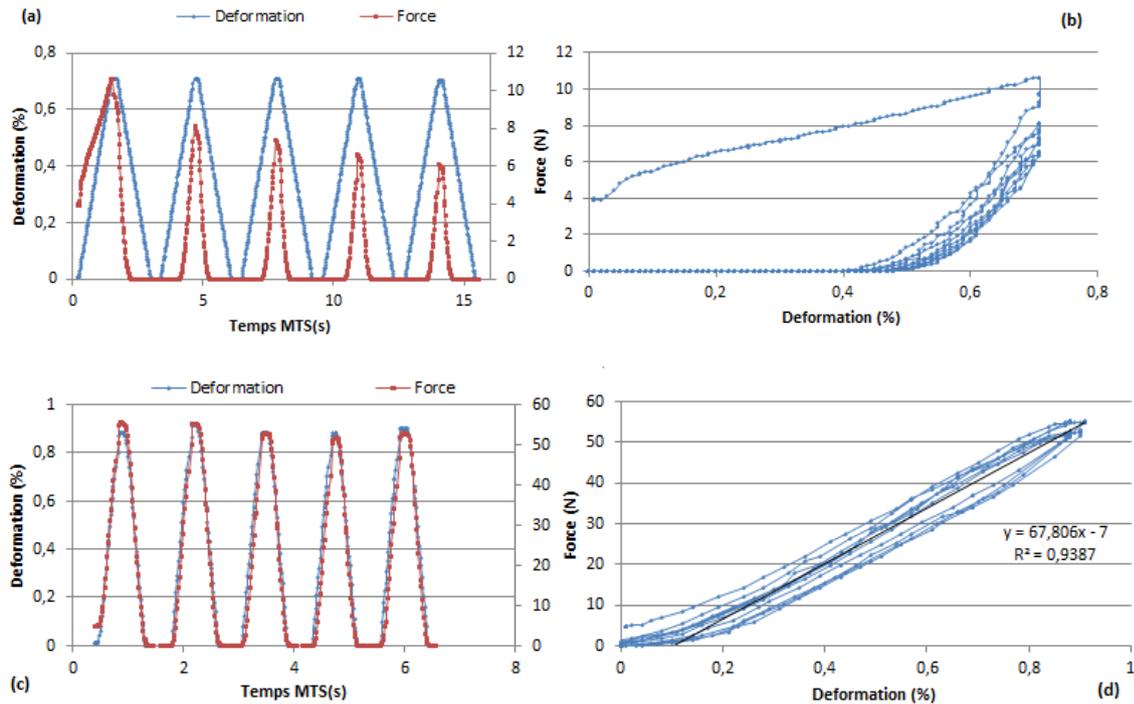


Figure II-20: Tests multicycles d'allongement sur capteur 300 Tex. (a) déformation et Force en fonction du temps pour la première série de cycles. (b) Force en fonction de la déformation, pour la première série de cycles. (c) Déformation et force en fonction du temps, après 6 séries de cycles. (d) Force en fonction de la déformation, après 6 séries de cycles.

II.3.4.2. Comportement électromécaniques à l'allongement

La première série de capteurs, produit à partir des 4 ratios sélectionnés (voir Tableau II-8), a délivré une grande disparité dans les résultats. Un certain nombre de capteurs affichait une résistance trop élevée pour être utilisé. La qualité des signaux enregistrés était aussi très variable d'un capteur à l'autre. Pour effectuer un tri dans ces résultats, une liste de critères de qualités a été établie pour les capteurs. Les critères sont donc :

- Le R_0 , c'est-à-dire la valeur de la résistance du capteur au repos. Plus elle est basse et moins le risque d'effet antenne est important (récupération de signaux électromagnétiques parasites).
- La finesse du signal; un signal présente toujours des oscillations parasites de haute fréquence et relativement faible amplitude. Plus les oscillations voient leurs amplitudes diminuer et plus le signal sera « fin ». Plus le signal est fin et plus il est facile d'identifier l'évolution des déformations que subit le capteur.
- La stabilité du signal; pour deux mêmes valeurs de déformation (réelle) du capteur, le signal que renvoie celui-ci doit être identique. La stabilité est associée à la fatigue du capteur. Plus le signal sera stable et plus il sera fiable.
- Le facteur de jauge K ; défini suivant l'Équation II-10, le facteur de jauge expérimentale du capteur, correspond à sa sensibilité de détection. C'est ce qui relie la valeur de résistance mesurée à la valeur de déformation subie.

Pour les 4 groupes de capteurs (suivant les 4 ratios de PEDOT:PSS/PVA), la valeur des résistances initiales (au repos) a été relevée et leurs valeurs moyennes calculées. Pour les capteurs

de ratios 6,9 m.%, 7,6 m.%, 9,2 m.% et 10,8 m.% les valeurs de R_0 moyennes sont respectivement 500, 1000, 300 et 350 k Ω . Ces valeurs sont globalement hautes (pour une longueur d'enduction de 50 mm dans la première série de capteurs). Elles sont logiques, par rapport aux valeurs observées sur les films d'enduction, et s'expliquent par les deux facteurs que sont l'épaisseur de film (ou d'enduction) et la concentration en particules conductrices. Entre les enductions issues d'une même solution mère (A ou B), la plus concentrée en PEDOT:PSS a la plus faible résistance. Les enductions issues de la solution mère B (6,9 et 9,2 m.%), plus épaisse, ont globalement une résistance plus faible que les deux autres.

La grande irrégularité dans la qualité des résultats n'a pas permis d'établir un facteur de jauge moyen réaliste pour chaque groupe de capteurs. La tendance générale indique que l'influence du ratio de PEDOT:PSS/PVA sur le facteur de jauge est limitée par rapport aux irrégularités de comportement observées entre les capteurs.

A partir de cette première série de capteurs, une seconde série a été développée dans l'optique de réduire les défauts évoqués précédemment. Pour réduire la valeur de la résistance initiale R_0 , on a réduit la longueur d'induction à 30 mm (distance entre les électrodes). De plus, les deux ratios les moins concentrés en PEDOT:PSS ont été écartés, car leurs résistivités étaient trop élevées et leurs facteurs de jauge ne semblaient pas plus élevés dans cette gamme d'allongements. Pour améliorer la régularité d'enduction et donc la régularité de performances entre les capteurs, le nombre de couches a été augmenté. Les nouveaux capteurs ont ainsi été enduits en 3 ou 6 couches. Pour améliorer les performances globales des capteurs et stabiliser leurs réponses électriques, une « pré-enduction » au PVA pur a été appliquée sur les fils, pour que le mélange de PEDOT:PSS/PVA reste sur le pourtour du fil, comme décrit précédemment dans la section II.2.3.3. Le volume d'enduction appliqué sur le capteur est alors plus faible, comme on peut le voir sur les photographies en section des deux séries de capteurs présentées sur la Figure II-21. Cette baisse du volume d'enduction est compensée par sa répartition plus efficace et les autres paramètres ajustés, décrits précédemment. Les performances s'en trouvent grandement améliorées comme on peut le voir sur la Figure II-22, où la partie (a) correspond à un capteur de première génération moyen et la partie (b) un capteur de seconde génération. Le second capteur offre une réponse beaucoup plus stable à des cycles répétitifs. La valeur globale de sa résistance n'évolue pas ou peu. Le facteur de jauge diminue légèrement entre le début et la fin de la série de cycle mais reste compris entre 1 et 2. La baisse du facteur de jauge est aussi partiellement due à un léger tassage du fil.

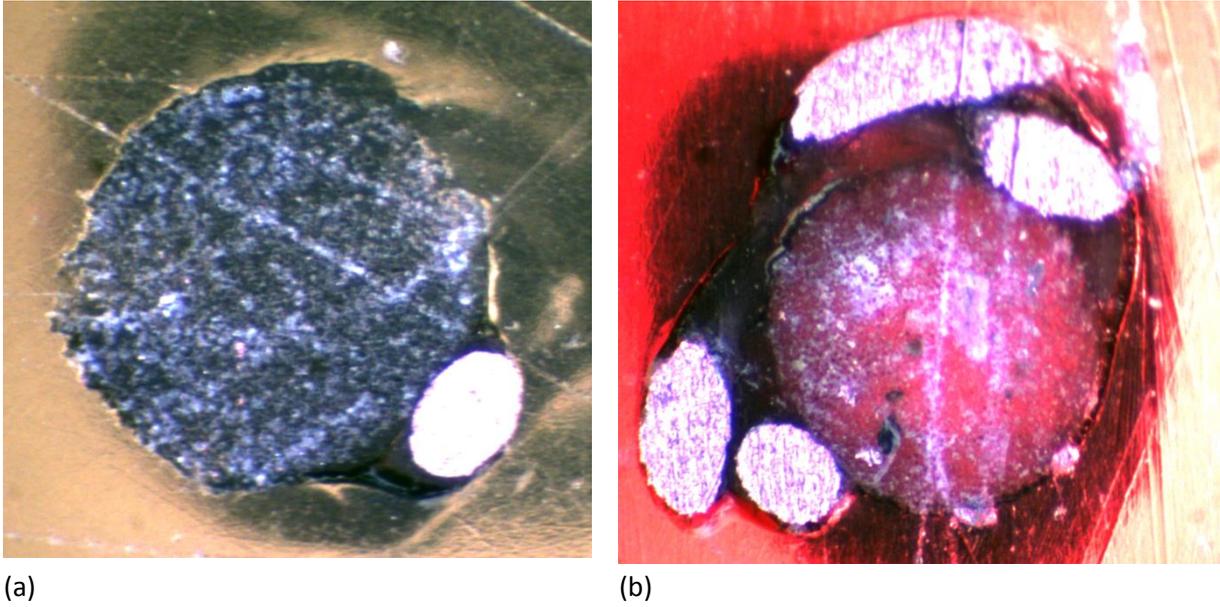


Figure II-21: Vue en section des capteurs au niveau des électrodes. (a) capteur de première génération avec enduction à cœur. (b) Capteur de seconde génération avec enduction périphérique.

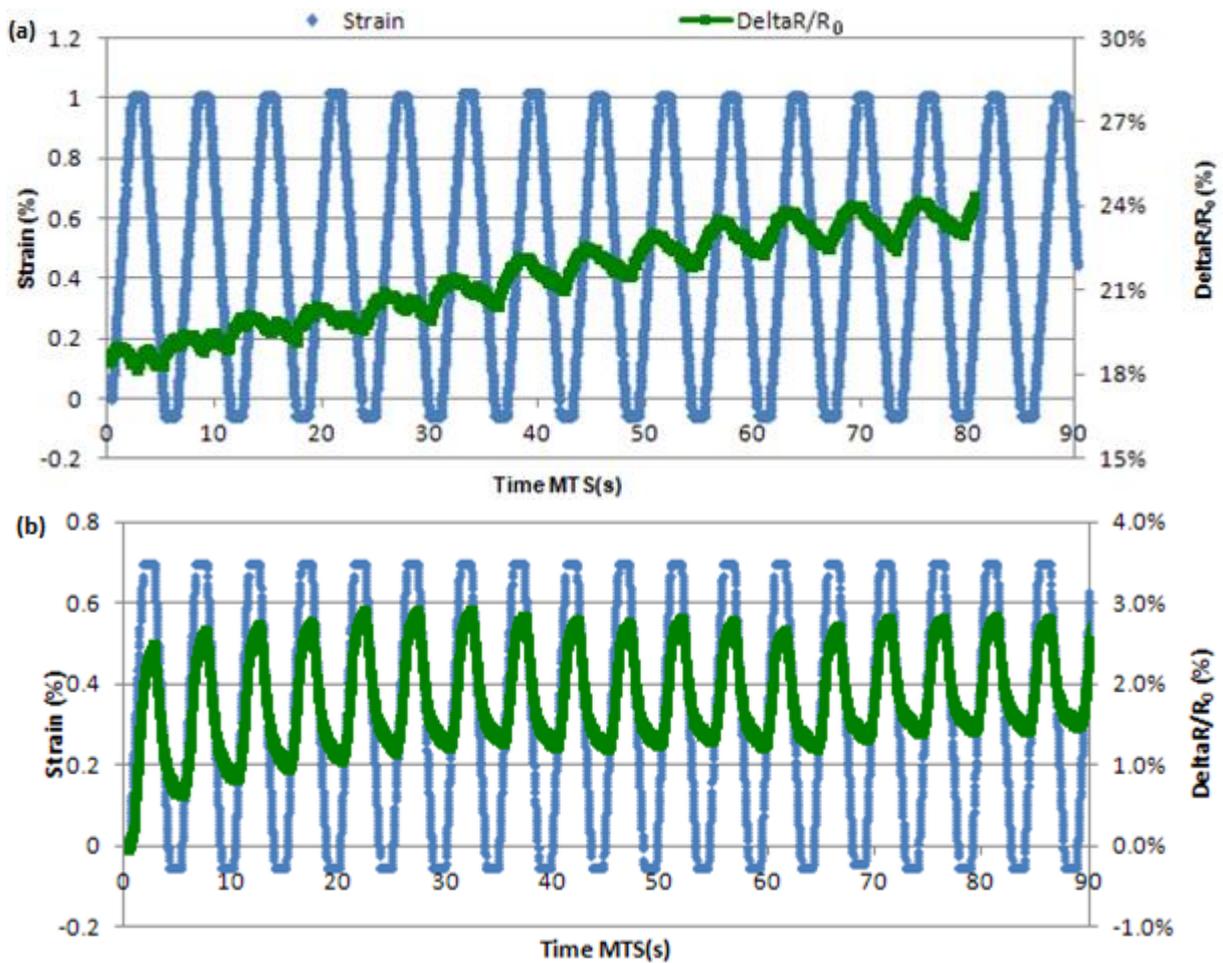


Figure II-22: Déformations et Variations de résistance relative en fonction du temps pour deux capteurs à ratio 9,2 m.%, de deux générations différentes. (a) Première génération. (b) Deuxième génération.

Pour notre application, la vitesse d'extension est un paramètre qui peut évoluer en fonction de zone de mesure. Les capteurs ont donc été testés à différentes vitesses pour évaluer leur variation de comportement en fonction de ce paramètre. Les vitesses de tests retenues sont 50 mm/min et 250 mm/min pour rester dans le domaine de précision du banc de traction sur les petits déplacements, autour de 1 mm.

Les capteurs se révèlent peu sensibles à ce paramètre. Le facteur de jauge relevé est très similaire à 50 mm et 250 mm (voir les Figure II-23 (a) et (b)). La variation du facteur jauge entre les deux vitesses est de l'ordre de 1 à 2%, il est légèrement plus faible à vitesse rapide. En revanche l'évolution des minimum et maximum entre chaque cycles est plus faible, la valeur moyenne du signal apparaît plus stable. Cela peut s'expliquer par un temps de test plus court qui ne permet pas au fil de s'allonger durablement.

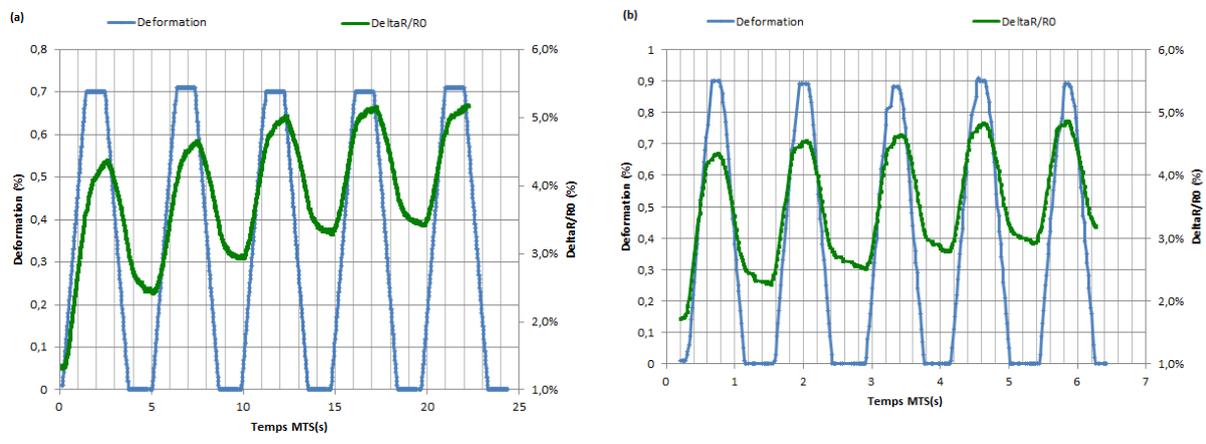


Figure II-23: Cycles d'allongements et relâchements à 50 mm/min (a) et 250 mm/min (b), pour une déformation commandée de 0,7%.

Avec des temps de maintien plus longs, à allongement maximum et à allongement nul, on constate nettement, sur la Figure II-24, un phénomène de fluage et relaxation sur le signal de la plupart des capteurs. Ce phénomène est en partie dû au substrat (fil de verre) qui se détend légèrement lorsque l'écartement maximal des mors est maintenu. Cependant, sa cause principale est différente car la variation d'effort enregistrée est faible au regard de variation de la valeur du signal. On peut supposer que l'induction CPC réagit avec un temps de retard aux déformations du substrat. Il faudrait donc un certain temps de réaction pour que le réarrangement des chemins de conduction se finalise, laissant la résistance du capteur évoluer pendant ce laps de temps.

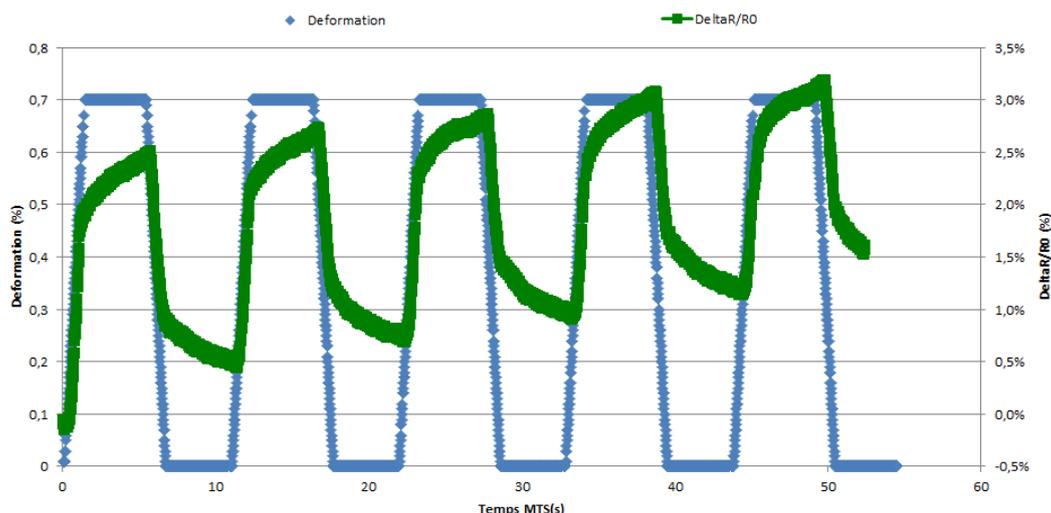


Figure II-24: Retard de réaction du capteur ou fluage et relaxation. 0,7% d'allongement et 4s de temps de maintien.

II.3.4.3. Calcul du facteur de jauge

Les signaux des capteurs sont exprimés en fonction de la base temps du banc de traction, en sélectionnant les données enregistrées par le multimètre aux mêmes instants de mesure que le banc de traction. En exprimant la variation de résistance du capteur, à la déformation calculée à partir des relevés de position des mors du banc, on obtient une courbe correspondant au facteur de jauge, telle que la Figure II-25. Sur cette gamme de déformation relativement faible, le facteur de jauge peut être modélisé par une droite affine. Les valeurs relevées pour les différentes formulations de capteur testées, fluctuent entre 1 et 2 sur les roving de 900 Tex. Sur les roving de 300 Tex, les facteurs de jauge sont légèrement plus élevés, comme le démontre la Figure II-25.

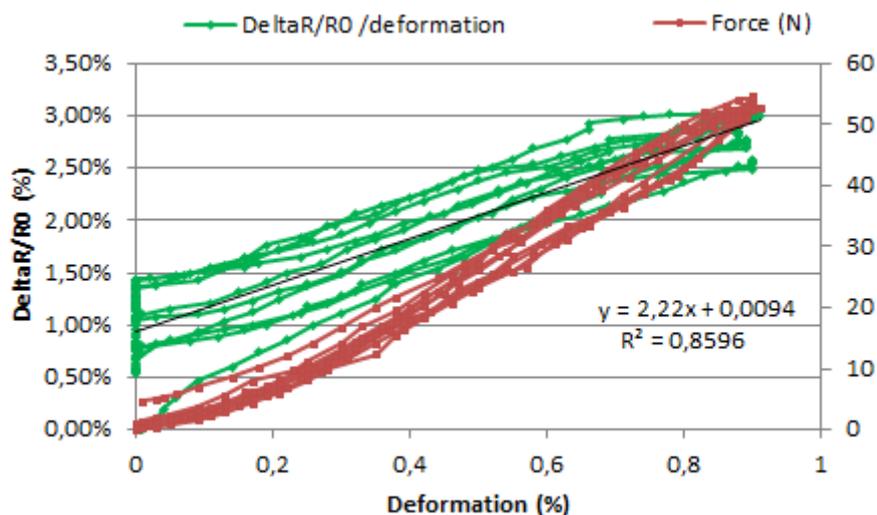


Figure II-25: Variation de résistance et effort en fonction de la déformation. Equation du facteur de jauge linéaire du capteur testé (9,2 % de PEDOT:PSS/PVA et 300 Tex).

La seconde génération de capteur, délivre donc des performances supérieures à la première et une plus grande fiabilité dans les résultats. Cette stabilité dans les réponses que renvoient les capteurs à leur élongation, permet de calculer les performances moyennes des 4 groupes de capteurs (2 nombres de couches et 2 ratios de PEDOT:PSS/PVA). Les résultats sont rassemblés dans le Tableau II-10.

Tableau II-10: Résistance initiale R_0 et facteur de jauge K , pour les 4 groupes de capteurs de seconde génération.

Ratios de PEDOT:PSS/PVA	20.1	23.7
3 Layers	$1.3 < R_0 < 2.6 \times 10^6 \Omega$ $1.5 < k < 2$	$8 < R_0 < 10 \times 10^6 \Omega$ $k \sim 1$
6 Layers	$1.5 < R_0 < 3 \times 10^5 \Omega$ $1 < k < 1.5$	$3 < R_0 < 3.5 \times 10^5 \Omega$ $1 < k < 1.5$

A partir de ces résultats, l'enduction issue du ratio à 9,2 m.%, appliquée en 6 couches, est identifiable comme étant le meilleur compromis entre R_0 et facteur de jauge. C'est cette formulation qui sera reproduite en quantité pour la campagne de mesure *In-situ* sur métier à tisser interlock 3D multicouches.

II.3.4.4. Effet de fatigue

Le capteur étant destiné à mesurer les efforts et allongements des fils de chaîne tout au long du processus de tissage, il doit être capable de fournir une mesure du début à la fin de son parcours dans le métier. Il faut donc qu'il puisse résister à un grand nombre de cycle d'allongement et relâchement, tout en montrant un minimum de fatigue sur son signal. Pour tester ce paramètre, les capteurs ont été soumis à des séries de 500 cycles à vitesse moyenne (250 mm/min). Les résultats d'une série de cycles sont présentés sur la Figure II-26. Après quelques dizaines de cycles ou l'amplitude du signal diminue, celui-ci se stabilise à une valeur de facteur de jauge entre 1 et 1,5. Les fluctuations du signal sont alors mineures par rapport à l'amplitude des oscillations principales correspondant à la variation d'allongement. La baisse de l'amplitude des oscillations principales est principalement due au manque d'élasticité du fil de verre. La diminution de l'effort maximal cycles après cycles, confirme que le fil ne reprend pas sa longueur initiale entre chaque cycle. La raison de ces fluctuations est en revanche difficilement identifiable et pourrait correspondre à des perturbations extérieures au test ou propres au dispositif de mesure.

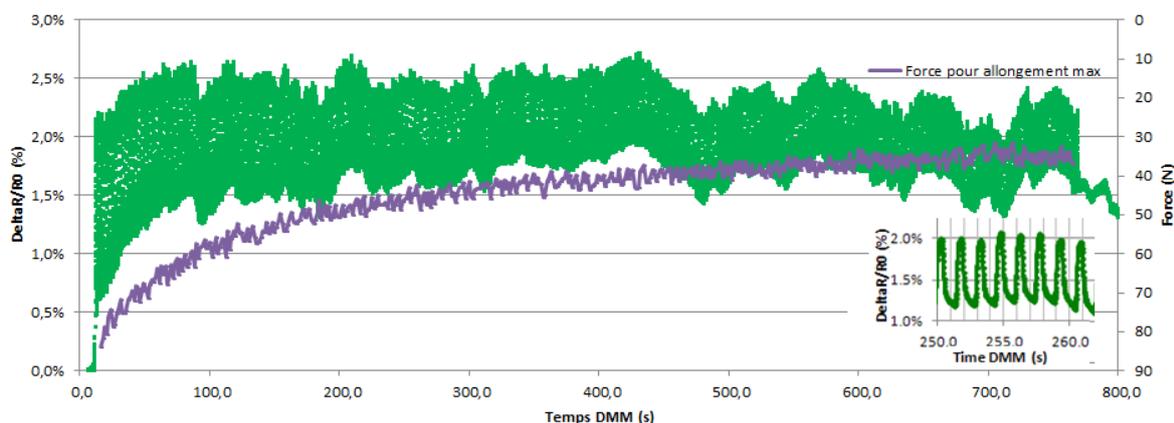


Figure II-26: Essai d'un capteur en fatigue sur 500 cycles d'allongements et relâchements de 0,7 %. En vert le signal résultant de la variation de résistance du capteur. En mauve, les valeurs d'effort maximal enregistrées pour chaque cycles (échelle inversée). La miniature correspond à un zoom sur le signal de variation de résistance entre la 250^{ème} et la 260^{ème} seconde.

En superposant des morceaux de signal de même durée pour quelques cycles remarquables (voir Figure II-27), on constate que la perte d'amplitude majeure s'effectue entre le 1er et le 20ème cycle. On peut voir aussi que la durée de la variation de résistance diminue avec l'amplitude. Cela

signifie que l'amplitude de l'allongement détectée par le capteur est plus faible et que le facteur de jauge ne diminue pas. Dans le cas où le facteur de jauge baisserait et que l'allongement resterait constant, la durée du cycle sur le signal du capteur resterait identique tandis que son amplitude seule diminuerait.

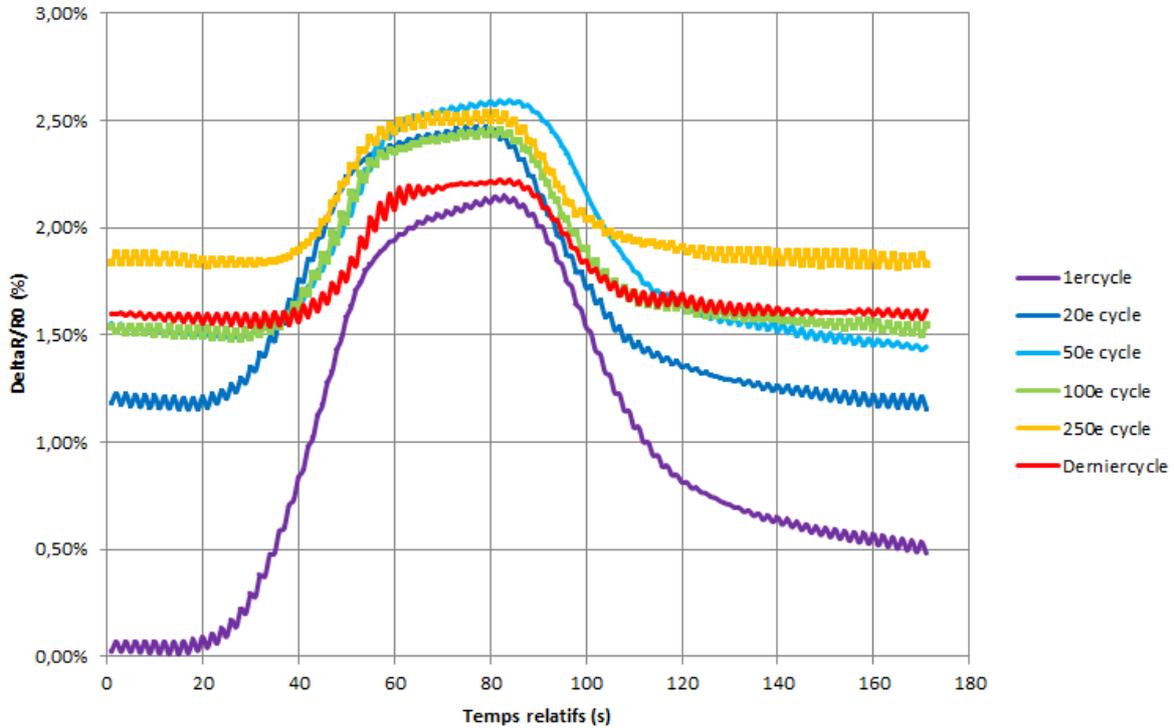


Figure II-27: Superposition de 6 cycles extraits du test de fatigue présenté sur la Figure II-26 (0,7% de déformation, 250 mm/min).

II.4. Conclusion

Sur la base de l'étude bibliographique dressée précédemment et en fonction des nécessités imposées par le programme collaboratif Numtiss, (décrit en introduction) différents matériaux ont été sélectionnés pour la fabrication d'un capteur innovant. Le copolymère PEDOT:PSS (Commercialisé sous le nom Clevios™ par Heraeus®), intrinsèquement conducteur s'est montré particulièrement intéressant pour notre besoin de d'enduction fine et localisée. Grâce à son dopant secondaire, le NMP, qui améliore sa conductivité jusqu'à 65 S.cm et associé au PVA, le PEDOT:PSS (Clevios™CPP105D) permet de produire une enduction particulièrement adaptée à la réalisation de capteurs d'allongements. Testées en allongement à la rupture, sous forme de film, le CPC ainsi formé par le mélange de PEDOT:PSS/PVA, affiche un facteur de jauge de 80 dans sa formulation à 6,9% en masse de PEDOT:PSS (proche du seuil de percolation), pour une élongation de 25%. Dans la gamme d'allongement des fils de verre, la valeur du facteur de jauge chute autour de 2, mais la réponse électrique à l'allongement est quasi-linéaire. Un processus de fabrication spécifique a permis d'aboutir à une géométrie de capteur innovante.

L'enduction a été appliquée, en 6 couches, sur des rovings de verre E de 300 et 900 tex pour former des capteurs. L'application en 6 couches garantie une meilleure uniformité de l'épaisseur de dépose. Après une succession de tests et d'expérimentation, il a été retenu que le ratio de PEDOT:PSS/PVA de 9,2 m.% offrait le meilleur compromis entre sensibilité de détection d'allongement et résistance au bruit électromagnétique. La longueur du capteur (distance entre les deux électrodes) a été fixée à 30 mm. Pour maximiser les performances du capteur, les rovings ont été pré-enduits au PVA pur de manière à lier les fibres entre elles et s'assurer que l'enduction de PEDOT:PSS/PVA reste sur la périphérie des fils. On évite ainsi que le CPC soit comprimé par le resserrement des fibres au cœur des rovings lors des allongements. Le capteur produit présente un facteur de jauge compris entre 1 et 1,5 (pour 1 % d'élongation), pour une résistance au repos de l'ordre de 100 kΩ.

Ce capteur est donc prêt à être reproduit en quantité avec suffisamment de précision pour permettre d'investiguer le comportement des fils de chaîne sur le métier à tisser durant le tissage.

Le comportement des fils roving de verre a aussi été étudié pour pouvoir anticiper les réactions du capteur et discerner le comportement mécanique propre du capteur de celui du verre. Il a été observé que la faible torsion appliquée aux rovings pour les besoins du tissage, influe sur son comportement, en créant une zone de déformation quadratique avant d'entrer dans la déformation linéaire élastique pur. Pour le roving de 900 tex (relativement épais), un fort tassage dans les mors, combiné à la valeur de torsion, provoque une importante zone quadratique lors des premières séries de cycles. Pour effectuer une caractérisation de qualité, représentative des contraintes du tissage, il a été conclu qu'il était nécessaire d'effectuer plusieurs séries de cycles, pour bien bloquer les fils dans les mors, avant de commencer les mesures électriques.

Troisième chapitre :
Mesure des efforts subis par un fil de
verre pendant le processus de tissage

III. Mesure des efforts subis par un fil de verre pendant le processus de tissage

Le premier chapitre a permis d'établir un état de l'art des technologies de mesure d'allongements, en particulier appliquées aux textiles. A partir des connaissances acquises dans cette étude, un nouveau capteur d'allongement filaire a pu être conçu. Les détails de son développement et de sa caractérisation ont ainsi été explicités dans le second chapitre de ce mémoire. Le troisième chapitre est consacré à la mise en œuvre de ce capteur. Une campagne de mesures *in-situ* sur une machine à tisser industrielle a pu être réalisée. Les résultats des mesures sont également présentés dans ce chapitre avec une analyse critique et discussion.

Le chapitre contient quatre parties. La première partie décrit la technologie de tissage et les spécificités de notre cas d'étude. La seconde partie aborde les détails de la mise œuvre des capteurs. La troisième partie expose les résultats de la campagne de mesures, complétée de la quatrième partie présentant l'analyse des résultats. La fin du chapitre est consacrée aux perspectives de réalisations futures et à la conclusion.

III.1. Description du tissage et des tissus réalisés

L'objectif de notre étude étant la mesure des efforts et contraintes subis par les fils au cours du processus de tissage, il est essentiel de comprendre le principe de formation d'un tissu et le rôle des différents éléments de la machine en interaction avec les fils. En fonction du type de machine, la manière dont ses composants agissent sur les fils peut varier et par là même, influencer la nature et le niveau de contraintes appliquées sur ces derniers. La connaissance de la machine utilisée dans l'étude a donc son influence pour l'analyse future des résultats. De la même manière, le type de tissage visé et les paramètres et réglages appliqués sur la machine ont une influence majeure sur l'allure du signal (image des allongements locaux que le capteur enregistre). A partir de tous ces éléments, la nature et l'ampleur des contraintes à mesurer sur les fils peuvent être anticipées de manière qualitative, afin de mettre en place un processus efficace de mesure.

Cette première partie de ce troisième chapitre, se propose de répondre successivement à ces différents points.

III.1.1. Principe général du tissage

Avant d'entamer le processus de tissage à proprement parler, il est nécessaire de préparer la matière première et la machine, au travers d'une série d'étapes préliminaires successives. Selon le circuit de fabrication utilisé (échantillonnage, petite et moyenne série, grande série), et la technique de tissage utilisée (armuré ou Jacquard) ces différentes étapes peuvent varier. Dans le cadre du projet NUMTISS, la machine à tisser industrielle utilisée (DORNIER) est équipée de 24 cadres pour la

réalisation de tissage armuré. L'organigramme des étapes préliminaires, présenté dans la Figure III-1, correspond à la procédure de mise en œuvre de ce type de machine.



Figure III-1: Étapes successives de la réalisation d'un tissu armuré sur métier à cadres.

Suite à l'étape d'« ourdissage » qui consiste à placer les futurs fils de chaîne sur l'ensouple (voir Figure III-2), on peut entamer le « rentrage », c'est-à-dire faire le lien entre les fils chaînes de l'ensouple et les différents cadres via les lisses disponibles. Le rentrage est l'étape où les fils sont introduits dans les lisses (soutenues par les cadres), puis entre les dents du peigne, avant d'être fixés au rouleau toilier. A l'issue de cette étape, les fils de chaîne sont disposés sur la machine à tisser, prêt à être mis sous tension pour constituer une nappe de fils homogène.

Le tissage débute par un premier mouvement vertical des cadres. Dans leurs mouvements ils entraînent, par l'intermédiaire des lisses, une partie des fils de chaîne vers le haut et l'autre partie vers le bas. La nappe est ainsi séparée en deux parties, pour former une « ouverture » par laquelle on peut introduire un fil de trame (ou duite). L'angle formé par l'ouverture de deux nappes de fils de chaîne, se nomme la « foule ». Une fois le fil de trame inséré, le peigne vient tasser ce dernier contre le tissu déjà formé. Le point de formation du tissu est appelé le « point de façure ». Si il n'y a pas encore de « tissu » lors des premiers mouvements de peigne, celui-ci va simplement « pousser » les fils de trames au maximum de sa course.

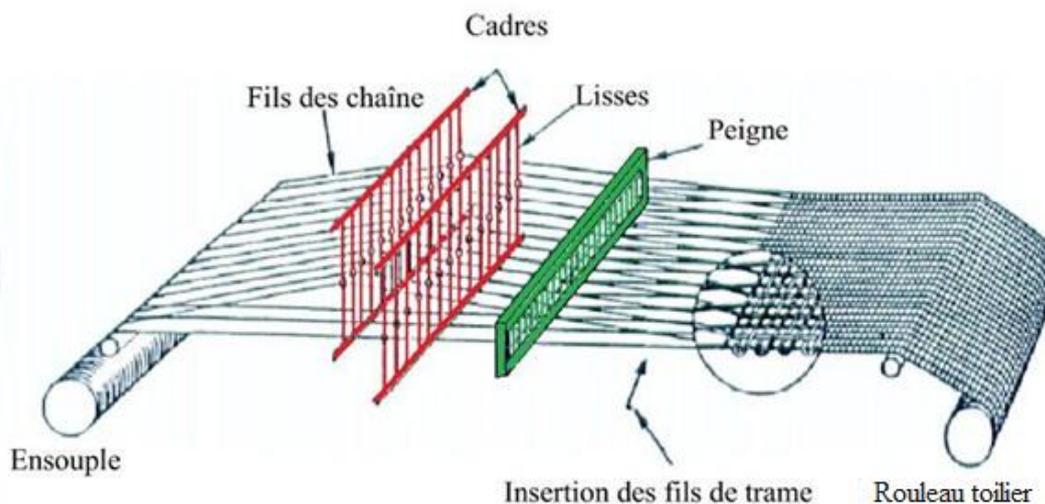


Figure III-2: Schématisation simplifiée d'une machine à tisser.

Les entrecroisements des fils de chaîne et trame vont se succéder et former ainsi un motif tissé. Ce motif est directement lié à l'« armure » initiale du tissu. L'armure d'un tissu influence son apparence, son touché et ses propriétés mécaniques.

III.1.2. Tissage sur machine à tisser industrielle Dornier

Le principe général du tissage sur la machine à tisser industrielle correspond à ce qui a été décrit précédemment. Cependant pour les besoins de la production industrielle, les cycles de tissage sont optimisés de manière à augmenter la vitesse de production. Le peigne en particulier, vient tasser le point de façure avant même la fermeture complète de la foule. Le séquençage d'un cycle de tissage à la vitesse de 100 coups/min est présenté sur la Figure III-3.

L'ouverture de la foule de 0° à 32° se fait à cheval sur 2 cycles. Elle commence à $t=0,54s$ du cycle $n-1$ et se termine à $t=0,17s$ du cycle n , soit $0,23s$. Ensuite la foule reste ouverte à 32° pendant $0,13s$ (entre $t=0,17s$ et $t=0,30s$). Puis la foule se referme et revient à 0° en $0,24s$ (entre $t=0,30s$ et $t=0,54s$). Pendant ce temps, une insertion de fil de trame a lieu en $0,38s$.

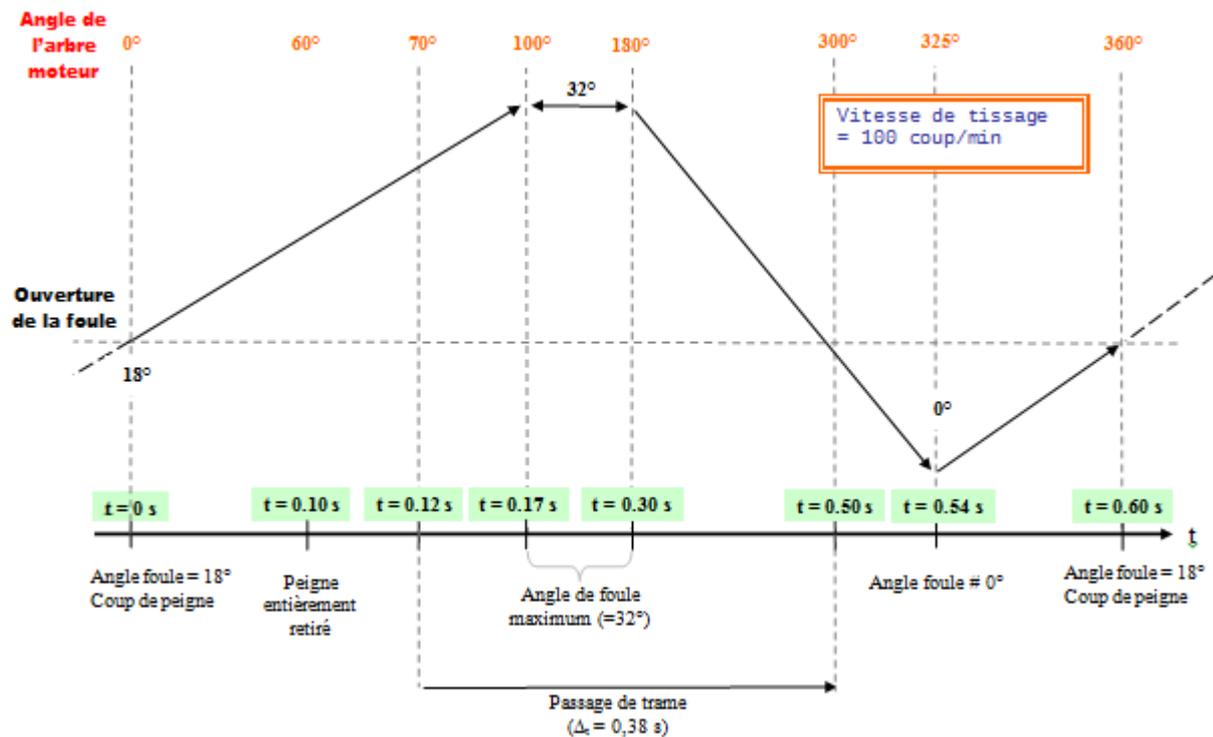


Figure III-3: Diagramme temporel des étapes d'un cycle de tissage à 100 coups/min.

Par rapport au schéma simplifié de machine à tisser présenté sur la Figure III-2, qui ne comporte que 2 cadres, le métier Dornier possède 24 cadres, ce qui autorise alors 24 évolutions différentes de fils de chaîne au sein d'un motif tissé. L'inconvénient d'un grand nombre de cadres est la « longueur » de la zone des cadres. Cela limite l'ouverture de foule ou oblige à avoir une très grande course des cadres, ce qui ralentit la machine et contraint d'autant plus les fils de chaîne. Dans le cadre de notre étude, nous avons utilisé 13 cadres, visibles et numérotés sur la Figure III-4. Les 8 premiers cadres sont destinés à l'évolution des fils de liage (du cadre 1 à 4 pour l'évolution 1 et du cadre 5 à 8 pour l'évolution 2, opposée à l'évolution 1). Les cadres 1 à 4 et 5 à 8 évoluent simultanément, les deux groupes ayant toujours des positions opposées. Les cadres 9, 10 et 11 correspondent aux fils de renforts longitudinaux. Ils opèrent indépendamment les uns des autres. Enfin les cadres 12 et 13 sont attribués au tissage du « pas de gaze », c'est-à-dire la « toile » de

blocage des lisières du tissu. Les fils de pas de gaze sont montés sur des bobines indépendantes, ne sont pas en fibres de verre et n'interfèrent pas avec la nappe de fils de chaîne.



Figure III-4: Vue de profil de la machine à tisser Dornier, centrée sur la foule et le point de façure. Cadres numérotés de droite à gauche.

Pour les besoins du tissage interlock, des réglages et modifications spécifiques ont été apportés à la machine à tisser :

- Foule oblique.

Il existe plusieurs types de foules, les deux principales étant les foules obliques (Figure III-5 (a)) et la foule rectiligne (Figure III-5 (b)). Dans le cas du tissage interlock, la tension de la nappe étant très importante, les angles d'ouverture sont légèrement réduits et la foule est très peu déformable pour laisser passer la lance conduisant le fil de trame. On préfère donc utiliser la foule oblique qui garantit un angle de foule unique et constant quelque soit l'évolution des cadres.

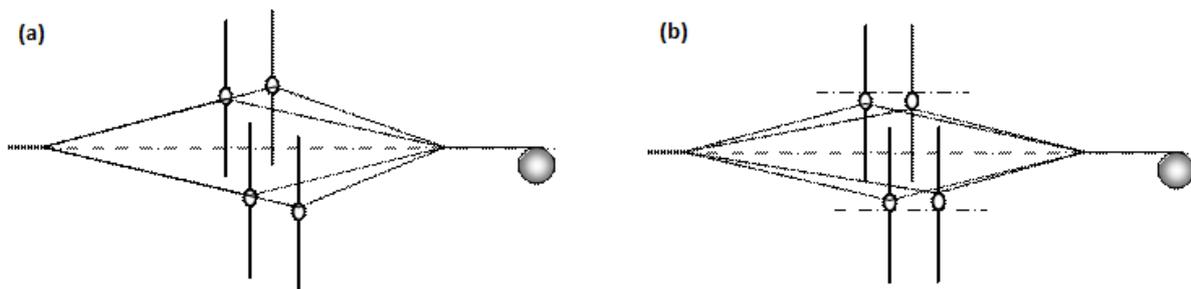


Figure III-5: Schématisation de principe d'ouverture de foule: (a) foule oblique et (b) foule rectiligne. [92]

- Double ensouple.

L'une des caractéristiques principales des tissus interlocks à prendre en compte lors de leur production est la différence de consommation de longueur des fils de chaîne, suivant qu'ils s'agissent d'un fil de liage ou d'un fil longitudinal. En effet les fils de liage qui parcourent la structure du tissu dans le sens de l'épaisseur doivent se dérouler plus rapidement que les autres fils. Pour permettre cela il existe deux méthodes, soit multiplier les ensouples pour faire correspondre chaque vitesse de déroulement à une ensouple particulière, soit utiliser

un cantre où les fils sont placés sur des bobines qui peuvent se dérouler individuellement. Si la dernière solution est la plus performante, les contraintes qu'elle impose en termes de temps de préparation et d'occupation d'espace, nous obligent à l'éliminer. Dans le cadre de notre production, l'ajout d'une seule ensouple est suffisant pour pallier à ce problème de consommation de fil hétérogène. Comme on peut le distinguer sur la photographie de la machine à tisser modifiée et présentée sur la Figure III-6, une des ensouples est consacrée aux fils de liages et l'autre aux fils de renforts longitudinaux.

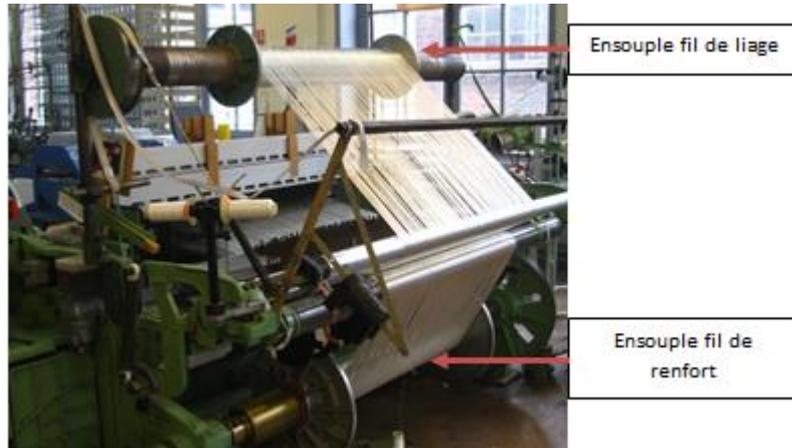


Figure III-6: Système de double ensouple installé sur la machine à tisser Dornier pour la production de tissage interlock 3D.

III.1.3. Contraintes appliquées aux fils de chaîne

Parmi les différents éléments de la machine à tisser pouvant générer des contraintes sur le fil (voir Figure III-7), le premier (chronologiquement) est l'ensouple, qui sert au déroulement de la nappe de fils de chaîne. La tension de l'ensouple doit être maintenue relativement élevée pour que les fils de chaîne soient tendus sur la machine à tisser afin de minimiser l'impact des contacts avec les différents éléments suivants :

- Le (ou les) cylindre(s) porte-fils, qui dirige(nt) la nappe de fils vers les cadres.
- Les casse-chaînes, qui détectent la casse des fils de chaîne (non représentés sur la Figure III-7).
- Les cadres qui soulèvent une partie de la nappe de fils, par l'intermédiaire des lisses, pour ouvrir la foule et permettre l'insertion des fils de trame.
- Le peigne qui réalise le tassage des fils de trame dans le tissu.
- Le rouleau d'appel, qui assure l'enroulement du produit tissé et la bonne tension de l'ensemble.

La valeur de la tension moyenne des fils de chaîne est donc croissante à mesure que l'on se rapproche du point de façure (entrecroisement des fils et point de formation du tissu). En effet, à la friction due aux éléments successifs de la machine à tisser vient s'ajouter la valeur de tension initiale appliquée par l'ensouple. De plus deux phénomènes principaux sont responsables de pics de tension sur les fils :

- Les mouvements des cadres qui font varier la longueur du chemin que doit emprunter la nappe de fils de chaîne, et donc la tension dans celle-ci.
- Le tassage du peigne, qui déplace la position du point de façade et augmente ainsi momentanément la tension sur les fils.

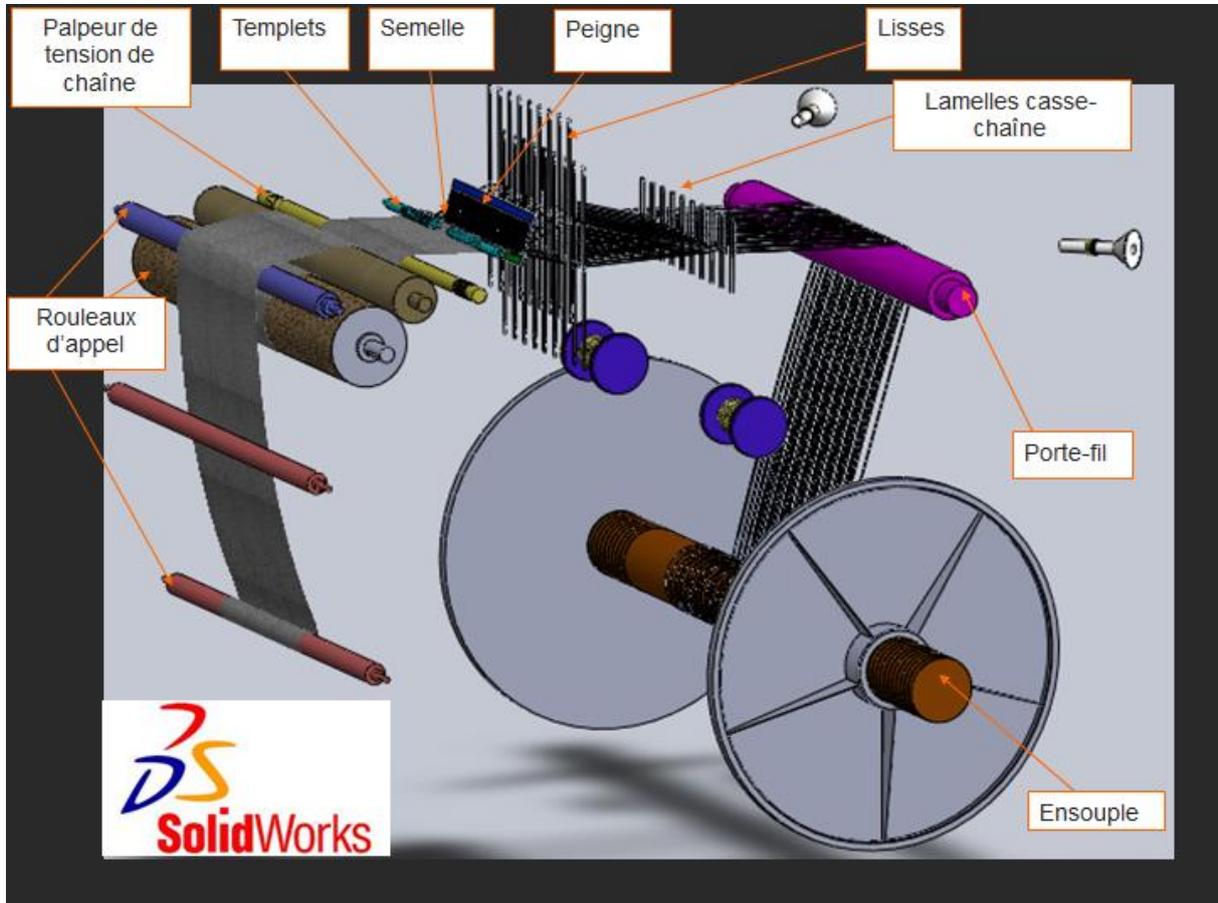


Figure III-7: Représentation 3D des éléments de la machine à tisser Dornier en contact avec les fils de chaîne lors du tissage. Deuxième ensouple et deuxième porte-fils non représentés.

A cela s'ajoute un phénomène parasite qui est l'irrégularité de tension des fils dans la nappe. En effet, si en théorie chacun des fils doit être soumis à la même valeur de tension, dans la pratique chaque fil de la nappe est soumis à une tension plus ou moins différente des autres pour de multiples raisons. Principalement on peut citer le léger désaxage du cylindre porte-fils par rapport à l'ensouple, ou les différences de longueur d'embuvage (consommation de longueur de fil) des fils dues à l'armure (structure) tissée. L'irrégularité de tension de la nappe implique que certains fils sont soumis à des tensions bien plus élevées que d'autres. Dans le cas de tissage de fils très déformables, ce phénomène ne pose pas de problèmes, mais dans le cas de roving de verre ou de carbone, très peu extensibles, ce phénomène est potentiellement générateur de casses de fils.

Ces phénomènes parasites sont difficilement mesurables. En revanche, les mouvements du peigne et des cadres sont plus simples à anticiper et à quantifier. Dans le cas de notre machine à tisser, la vitesse moyenne de tissage est de 100 coups/min. C'est-à-dire que la fréquence des coups de peigne est de 1,67 Hz. Le déplacement imposé par le coup de peigne est de quelques millimètres. Les mouvements des cadres dépendent de l'armure tissée, mais leur fréquence est indexée sur celle du peigne. Dans le cas du tissage d'interlock à quatre couches, la fréquence des mouvements de

cadre est 4 fois plus lente que les coups de peigne, soit 0,42 Hz. L'amplitude de l'allongement provoquée par un mouvement des cadres est d'environ 1 %.

III.1.4. Armures de tissage sélectionnées dans le projet

Les contextures de tissus présentées dans ce chapitre relèvent d'un cahier des charges commun. Les armures retenues dans ce dernier représentent une sélection d'architectures « clés » du domaine de l'aéronautique et des matériaux composites en général. Parmi ces contextures, une armure 2D (toile) et une armure 3D (interlock orthogonale 4 couches) ont été utilisées pour tester les capteurs et réaliser les premières mesures *in-situ*. Le choix de ne retenir que 2 contextures dans un premier temps, répond à des contraintes pratiques de mise en œuvre et de diminution du nombre de variables.

III.1.4.1. Données initiales

Les tissus représentatifs sont répartis en 3 armures dans les deux cas (2D et 3D) et déclinés en 2 densités (chaîne = trame) en fonction du titrage (taille) des fils, 300 ou 900 Tex. Soit un total de 12 tissus, détaillés dans le Tableau III-1, ci-après. Les 3 configurations de tissus interlocks 3D ont la particularité d'être tous des interlocks de type « through the thickness », c'est-à-dire que les fils de liage traversent toute la structure du tissu, de la face supérieure à la face inférieure.

Tableau III-1: Détails des 12 tissus sélectionnés dans le cadre du projet Numtiss.

Type	Armure	Densité	
	Toile		
		7 fils/cm	4 fils/cm
2D	Sergé 2 lié 2 (croisé 2-2)	(300 Tex)	(900 Tex)
	Satin 8		
	Toile orthogonale		
3D		7 fils/cm	4 fils/cm
4 couches	Sergé 2 lié 2 orthogonal (Natté 2-2)	par couches (300 Tex)	par couches (900 Tex)
Interlock type "through the thickness"			
	satin de 5 diagonal (Incliné à 45°)		

Les paramètres de réglage machine doivent être expérimentés dans le cadre des recommandations et de la faisabilité technique. Les paramètres principaux sont les suivants :

- Densité de contexture (voir Tableau III-1);
- Tension de déroulage des fils (en entrée);
- Densité du peigne (par couches pour les tissus 3D);
- Séquençage du métier;
- Vitesse de tissage (dans la mesure du réalisable);
- Rentrage.

Les limites de réglages des différents paramètres sont définies dans le Tableau III-2.

Tableau III-2: Limites arbitraires (recommandées) du cahier des charges du projet pour les paramètres de réglage machine.

Paramètres	Bornes inférieures	Bornes supérieures
Densité contexture	-20%	+20%
Tension de déroulage (en g)	100g	500g
Densité de peigne (en fils/broche et /couche)	2	4
Vitesse de tissage (en coups/min)	30	200

III.1.4.2. Détails du cycle pour la toile 2D

Pour le tissage des armures en 2 dimensions, seulement 10 cadres sont utilisés (au lieu de 13 pour le tissage interlock). 2 cadres sont consacrés au pas de gaze et les 8 autres permettent de tisser les 3 autres armures 2D. Pour la toile, les 8 cadres sont divisés en 2 groupes pour former le motif alterné, présenté sur la Figure III-8.

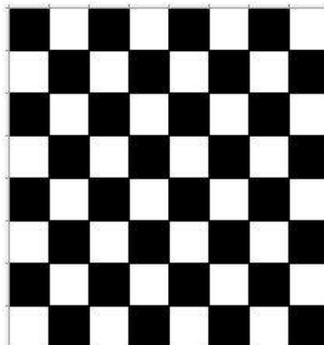


Figure III-8: Armure toile réalisée sur 8 cadres. Fils « pris » en noir et « laissés » en blanc.

Dans le cadre de notre étude la vitesse de tissage est de 100 cps/min, cela signifie que la période du duitage (temps d'insertion de trame) est de 600 ms et donc que la période du motif est de 1200 ms.

III.1.4.3. Détails du cycle de la toile interlock 3D orthogonale

Dans le cas du tissage de la toile interlock 3D orthogonal 4 couches, on a donc deux types de fils de chaîne :

- Les fils de renforts longitudinaux, sans ondulations. Ils sont au nombre de 3 dans le motif de base du tissu, représentés sur la Figure III-9.
- Les fils de liages, qui traversent la structure de part en part et forment un motif semblable à une toile. Ils sont au nombre de deux et se situent au premier plan sur la Figure III-9.

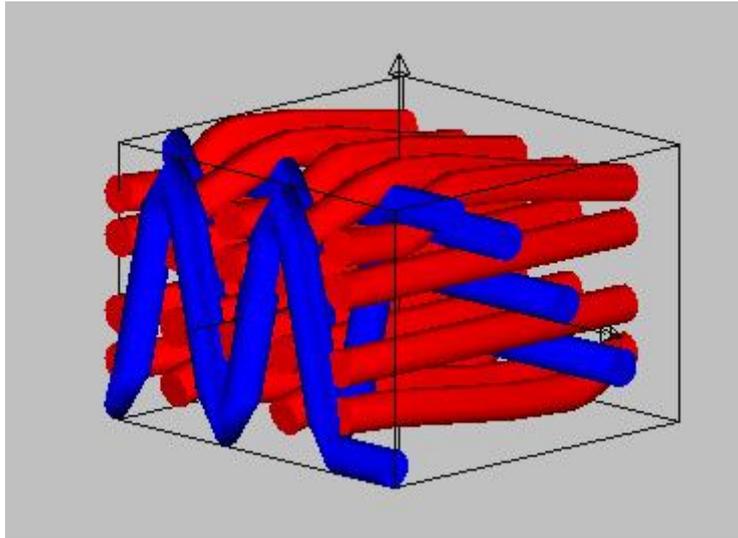


Figure III-9: Représentation 3D Wisetex© d'une cellule élémentaire de tissu interlock 3D orthogonal. En bleu les fils de chaîne (de liages et longitudinaux), en rouge les fils de trame

A travers les représentations 3D et 2D (Figure III-9 et Figure III-10) du motif de tissu, on comprend aisément que la consommation de fils est plus importante sur les fils de liage. On peut supposer que les efforts sont plus importants sur ces fils de par les ondulations marquées qu'ils doivent former et par la pression qu'exercent sur eux les fils de trame. C'est pour ces deux raisons (consommation de fils élevés et efforts importants) que les capteurs ont été placés sur les fils de liages (ou plutôt en lieu et place de ces derniers). L'avantage de la consommation de fil élevée pour la mesure est le déplacement plus rapide du capteur. Cela limite la durée d'enregistrement et le nombre de données par zones de mesure. L'intérêt de choisir des fils subissant un plus large niveau de contrainte est de donner de plus grands allongements à mesurer au capteur et ainsi d'obtenir de plus grandes variations d'amplitudes sur le signal enregistré.

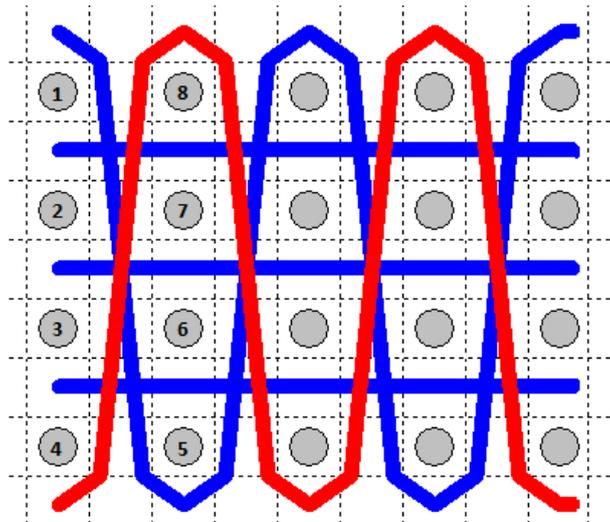


Figure III-10 : Schématisation 2D en section de la structure d'un tissu interlock 3D orthogonal 4 couches. En bleu et rouge les fils de chaîne (de liage et longitudinaux). En gris les fils de trame.

La Figure III-10 présente aussi l'ordre d'insertion des fils de trame, numéroté de 1 à 8. On retrouve ces numéros dans le Tableau III-3 qui synthétise les mouvements des 13 cadres de la machine à tisser, étape par étape (trame par trame). La période de mouvement des cadres des fils de liage est de 2,4 s. Durant une période des cadres « de liage », on a donc 4 changements de position des autres cadres (période de 0,6 s) et 4 coups de peigne.

Tableau III-3:Évolution des cadres de la machine à tisser, étapes par étapes pour réaliser une toile interlock 3D 4 couches. « L » signifie levé et « B » baissé.

Cadres	1 à 4	5 à 8	9	10	11	12	12
	Fils de liages (capteurs)		Fils de renforts longitudinaux			Pas de gaze	
1	L	B	B	B	B	B	L
2	L	B	L	B	B	L	B
3	L	B	L	L	B	B	L
4	L	B	L	L	L	L	B
5	B	L	L	L	L	B	L
6	B	L	L	L	B	L	B
7	B	L	L	B	B	B	L
8	B	L	B	B	B	L	B

La période des coups de peigne est aussi de 0,6 s mais les mouvements du peigne sont en léger décalage de phase avec les mouvements des cadres. En théorie ce décalage est d'environ 0,2 s, c'est-à-dire que le coup de peigne intervient 0,2 s avant que les cadres aient atteint leurs positions extrêmes.

Le tissage de cette structure a été réalisé en 300 et 900 Tex dans le cadre du projet Numtiss. Lors de la campagne de mesures, la machine était équipée en fils 300 Tex, les capteurs utilisés étaient donc préparés sur cette taille de fil.

III.1.5. Variables du procédé de tissage investiguées

Pour évaluer l'influence des paramètres de réglage de la machine à tisser sur les efforts appliqués aux fils de chaîne, plusieurs vitesses de tissage et plusieurs densités de fils de chaîne ont été testées. En plus de la vitesse de tissage standard de 100 cps/min, la machine a été réglée à 120 cps/min puis 140 cps/min. Les périodes des cadres « des fils de liage » et du peigne sont alors respectivement, 2 s et 0,5s, puis 1,72 s et 0,43 s. Pour la densité chaîne, seulement deux densités ont été testées : 28 fils/cm et 20 fils/cm.

Tableau III-4: Résumé des combinaisons de paramètres de tissage testées en toile 3D interlock

Vitesses de tissage	Densités chaîne	
	20 fils/cm	28 fils/cm
100 cps/min	testée	testée
120 cps/min	x	testée
140 cps/min	x	testée

III.2. Mise en place du système de mesure

III.2.1. Sélection des capteurs

Pour mener à bien la campagne de mesure *in-Situ*, il a fallu préparer des capteurs sur des roving de 300 Tex (la machine à tisser étant équipée par ce titrage de fils). Le but étant d'avoir les capteurs les plus proches possibles les uns des autres en termes de performances, tout le lot a été produit en une fois à partir de la même préparation d'enduction. Au total 32 capteurs ont été réalisés dans ce lot pour ensuite éliminer les plus divergents du lot.

Le lot de capteurs a alors subi une première série de mesures de base, à savoir, la mesure de la résistance initiale et le contrôle de la longueur effective entre les électrodes de cuivre. Les résultats de ces mesures sont présentés sur la Figure III-11. En dépit du soin pris lors de la réalisation de tous les capteurs en une seule série, dans les mêmes conditions, il subsiste de fortes disparités dans la résistance initiale des capteurs (rectangles bleus clairs de la Figure III-11), la gamme des résistances s'étend de 120 à 420 k Ω . On peut aussi remarquer que la longueur des capteurs (distance entre les électrodes, barres bleues foncées sur la Figure III-11) n'est pas proportionnelle à la résistance de ceux-ci. La ligature des fils électrodes sur les rovings de verre est réalisée à la main, c'est ce qui explique l'écart de longueur observé entre les différents capteurs (de 22 à 36 mm).

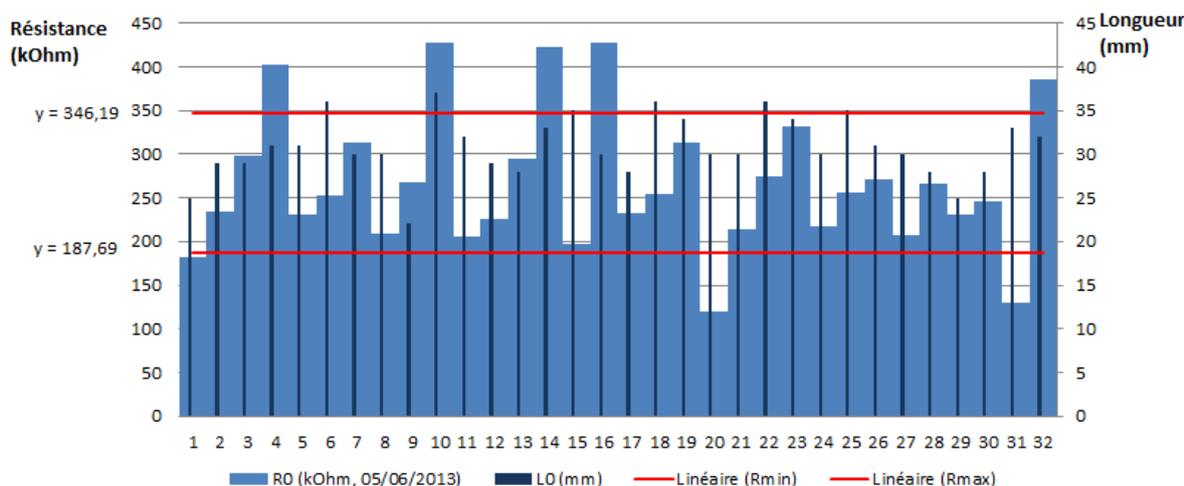


Figure III-11: Résultats de la caractérisation d'une production de capteurs 300 Tex avant mise en œuvre sur machine à tisser. En bleu clair la valeur de résistance initiale et en bleu foncé la longueur réelle entre les électrodes. En rouge les limites d'acceptation de la résistance initiale.

A partir de ces mesures, les moyennes et écart-types ont été calculées pour les deux grandeurs. En soustrayant et en additionnant la valeur de l'écart-type à la moyenne (pour la résistance et la longueur), on obtient les valeurs limites minimum et maximum (Rmin et Rmax sont matérialisées par des lignes rouges sur la Figure III-11) au-delà desquelles les capteurs sont écartés du lot. Ces valeurs calculées sont rassemblées dans le Tableau III-5.

Dans le Tableau III-5, on trouve aussi le résumé de la caractérisation sur banc de traction qu'a subi le lot de capteurs avant d'être mis en place sur la machine à tisser. Cette caractérisation permet d'établir le facteur de jauge de chaque capteur (sur la base des tests effectués dans le Chapitre II). On peut constater que le facteur de jauge moyen des capteurs oscille autour de 2, suivant les conditions

de tests. L'écart type est très élevé car il y a eu dans le lot quelques capteurs défectueux, dont le facteur de jauge était inférieur à 1 et à l'inverse d'autres avec des facteurs plus élevés autour de 4.

Tableau III-5: Résumé des performances des capteurs produits pour la mesure *in-situ* sur machine à tisser en 300 Tex.

	R_0 (k Ω)	$L_{Réelle}$ (mm)	Facteurs de jauges	Sans pré étirage (1 ^{er} test)	Lent (4 ^{ème} test)	Rapide (5 ^{ème} test)
Moyenne	266,9	30,8	moyen	1,07	2,13	1,88
Médiane	253,2	30,0	médian	0,72	1,90	1,47
Écart type	79,2	3,5	Écart type	0,76	1,27	1,33
Limite basse	187,7	27,4				
Limite haute	346,2	34,3				

Au total sur les 32 capteurs initialement produits, 20 seulement ont été conservés pour réaliser les mesures *in-situ*.

III.2.2. Mise en œuvre des fils capteurs

La mise en place des capteurs sur la machine à tisser s'effectue par une série d'étapes successives, que sont la sélection du fil de chaîne à remplacer, le raccordement avec « l'épissureur » et le réglage de l'emplacement de départ. En règle générale, une série de mesures s'effectue avec 2 à 4 capteurs simultanément. En cours de mesure il peut arriver qu'un ou plusieurs capteurs cassent ou deviennent non conducteurs. La mesure se poursuit alors avec les capteurs restants, jusqu'à ce qu'ils soient entièrement insérés dans le tissu (comme sur la Figure III-26).

III.2.2.1. Sélection de fils

La sélection des fils est une opération assez délicate du fait de la densité de la nappe de fils de chaîne et du grand nombre de lisses, comme on peut le constater sur la Figure III-12. Dans notre cas, comme décrit précédemment, on fait le choix de placer les capteurs en lieu et place des fils de liage. On choisit donc d'abord le cadre sur lequel on veut placer le capteur, puis son emplacement sur la largeur du tissu, enfin on isole la lisse correspondante.

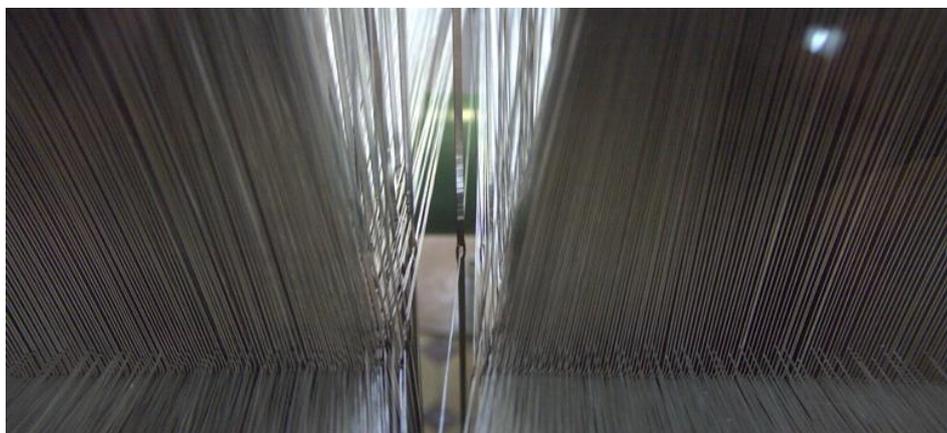


Figure III-12: Sélection d'une lisse et d'un fil de la machine à tisser Dornier

Une fois la lisse et le fil sélectionnés, il faut parvenir à remonter le long de celui-ci jusqu'à la zone entre l'ensouple et le porte-fils (voir Figure III-13). Lors de cette opération, on peut remarquer que les tensions dans la nappe de fils de chaîne ne sont pas uniformes et que de nombreux fils s'entrecroisent. Ces problèmes résultent de l'utilisation d'ensouples avec des densités de fils très élevées. Les fils glissent les uns sur les autres, se décalent et donc s'entrecroisent. Ses entrecroisements provoquent des différences de tensions entre les fils, qui peuvent être la cause de casse de fils. Il est aussi important de rappeler qu'au même titre que les surtensions, les sous-tensions peuvent être génératrices de casse de fils, en particulier dans la foule, en interférant avec le passage de la lance.



Figure III-13: Sélection d'un fil de chaîne avant mise en place d'un capteur.

III.2.2.2. Raccordement des fils capteurs avec « l'épissureur » Mesdan® Jointair 116G

Une fois le fil sélectionné et isolé dans la zone entre l'ensouple et le porte-fils, on le coupe et on le raccorde à un fil capteur en utilisant un « épissureur » pneumatique, visible en vue de dessus sur la Figure III-14. Cet appareil est habituellement utilisé par les tisserands pour réparer les casses de fils sans faire de nœuds. Les performances mécaniques du fil sont ainsi pratiquement identiques à un fil standard.

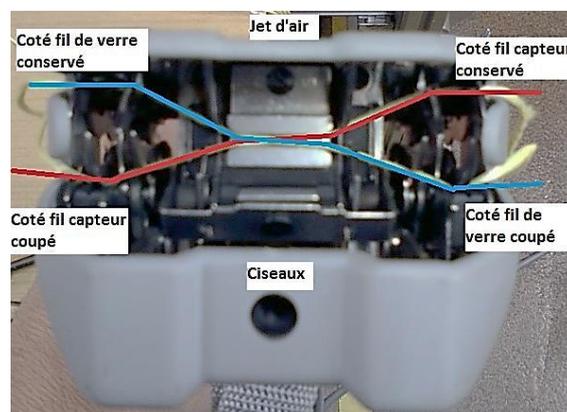


Figure III-14: Vue du mécanisme de « l'épissureur » Mesdan Jointair 116G. Un fil de verre est schématisé en bleu et un fil capteur en rouge.

Cet « épissureur » assemble deux fils entre eux (surlignés en rouge et bleu sur la figure) en mélangeant les fibres des deux fils dans la chambre centrale qui reçoit le jet d'air sous pression. Les extrémités des deux fils restantes sont découpées par les ciseaux automatiques intégrés à la machine.

III.2.2.3. Emplacements de départ

Une fois le capteur raccordé au fil de chaîne, il faut le placer à l'emplacement souhaité sur la machine à tisser, plus ou moins avancé vers la sortie (tissu). Les tensions sur les fils étant faibles entre l'ensouple et le porte-fils. Du fait des différents contacts avec les fils après le porte-fils, les à-coups que peuvent subir les fils sont très amortis dans cette zone. Les capteurs ne pouvant rien détecter dans cette zone, on les place après le porte-fils, et souvent directement derrière les casses chaînes (au centre de la photographie en Figure III-15).



Figure III-15: Vue de profil de la machine à tisser, centrée sur les casse-chaînes.

Pour placer le capteur au lieu désiré, on tire sur le fil de chaîne correspondant au niveau du point de façade. Après que le capteur soit placé à son emplacement de départ, on « splice » l'autre extrémité du fil capteur au morceau de fil correspondant, resté sur l'ensouple. On applique ensuite une tension sur le fil avec un contrepoids appliqué sur la boucle de fil formée au point de façade.

Lors de ces étapes successives, on s'assure que les fils de connexion suivent correctement le chemin du fil capteur en direction du porte-fils, sans interférer avec les éléments de la machine à tisser. Il faut qu'ils soient eux aussi en légère tension pour éviter qu'ils ne s'accrochent dans les casse-chaînes ou ne s'emmêlent dans la nappe des fils de chaîne.

III.2.2.4. Système d'acquisition du signal

Dès lors que les capteurs sont en place sur la machine à tisser, on peut les raccorder au système de mesure. Celui-ci se compose du Multimètre Keithley 3706 couplé à la carte d'acquisition 3724, elle-même prolongée d'un bornier spécifique qui permet un raccordement rapide et efficace sur les 60 entrées disponibles. Le Multimètre est relié à un ordinateur de contrôle, depuis lequel les séquences d'enregistrements sont programmées et commandées et sur lequel les données sont transférées après leur enregistrement.

La précision de mesure et la rapidité d'enregistrement de ce matériel permet de s'affranchir de l'utilisation d'un pont diviseur ou d'un pont de Wheatstone. Cela limite le nombre de réglages à effectuer manuellement entre chaque mesure.

En revanche ce système ne permet pas un affichage en temps réel des données recueillies, contrairement au système utilisé précédemment, composé d'un pont diviseur et d'un convertisseur analogique/numérique Keithley Kusb. L'affichage en temps réel des signaux des capteurs peut permettre d'identifier directement les erreurs de mesure et de les corriger rapidement. C'est avec cette méthode qu'ont été réalisées les premières mesures *in-situ* avec la première génération de capteur (NdC/Evoprene®).

Le multimètre Keithley 3706 a la particularité d'être programmable (comme expliqué dans le chapitre 2) via le langage Lua, pour pouvoir établir la procédure de mesure la plus adaptée possible aux conditions du test. Dans le cas de notre étude, trois paramètres de réglage ont été principalement utilisés :

- Le calibre de mesure : En règle générale, celui-ci était de 1 M Ω . En fin de cycle de mesure, lorsque le capteur entre dans le tissu, sa résistance peut avoir augmenté au-delà de 1 M Ω , on change alors pour le calibre supérieur, 10 M Ω .
- La fréquence d'acquisition : Des fréquences de 50 à 1000 Hz ont été testées. En règle générale les fréquences utilisées sont 150 et 250 Hz, qui délivrent un bon compromis entre la précision de mesure et la quantité de données. Cela correspond à environ 100 fois la fréquence des événements à mesurer sur le signal, de 1.67 Hz (en 100 cps/min) à 2,5 Hz (en 140 cps/min).
- Le nombre de données enregistrées : en général celui-ci est de 30000 enregistrements par entrée. Il a parfois été réduit à 20000 ou 10000 pour effectuer des séquences de mesures plus courtes. Le temps de transfert des données du multimètre vers l'ordinateur de contrôle et exponentiel à mesure que le nombre de données augmentent. Avec 30000 enregistrements sur 3 ou 4 entrées, le temps de transfert prend entre 10 min et 15 min. Ce paramètre de réglage est donc à choisir avec précision pour pouvoir optimiser les temps de test sur machine.

En plus des capteurs, on peut brancher une boîte de résistance réglable sur des entrées pour analyser la fréquence des bruits électromagnétiques et pour créer un signal de repérage utile à l'analyse des données, en marquant les événements de la procédure de test par des changements abrupts de valeur de résistance.

III.2.3. Réalisation de vidéos rapides

Afin d'évaluer la véracité des signaux des capteurs par rapport aux mouvements réels des fils, nous avons réalisé une série de prises de vues vidéos avec une caméra rapide (« slow motion », voir Figure III-16). La fréquence d'acquisition est de 500 images par seconde, ce qui permet d'analyser un cycle d'insertion de trame en plus de 250 images. Les prises de vues ont été faites simultanément avec des mesures effectuées par des capteurs sur la machine à tisser. Sur les images on peut distinguer avec précision les mouvements des capteurs et des fils, consécutifs aux mouvements des organes de la machine (peignes et cadres principalement).

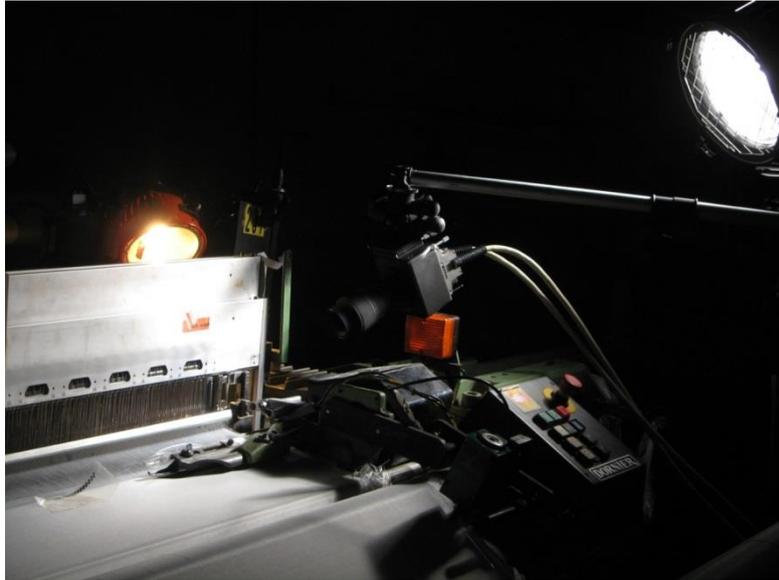


Figure III-16: Dispositif de réalisation de vidéo rapide (caméra rapide Photron® APX, projecteurs « mandarine » et HMI).

Avec un paramétrage approprié, les séquences de films permettent d'effectuer le traçage (« tracking ») d'un point donné, matérialisé par une cible préalablement collée. Le signal ainsi produit, image des déplacements de la cible (Figure III-17) par rapport au temps, peut alors être comparé aux signaux enregistrés par les capteurs sur le même intervalle de temps. Sur la Figure III-17, on distingue très clairement les fils de chaîne et trame, au niveau du point de façure, lors du tissage d'une toile 2D. Précédemment, c'est avec ce système que nous avons pu évaluer le déplacement du point de façure lors des coups de peigne et ainsi estimer la déformation du fil dans la zone de la foule.

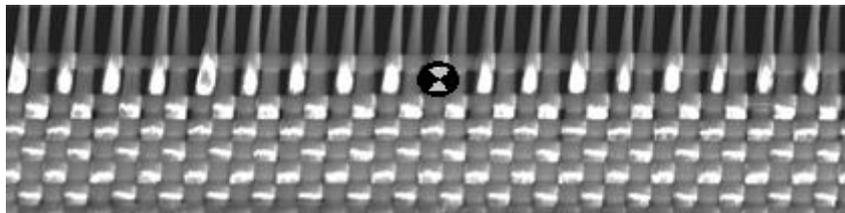


Figure III-17: Image extraite d'une vidéo de tracking du déplacement du point de façure en vue de dessus. La cible au centre, permet le suivi d'un point précis pour la réalisation du tracking.[93]

III.3. Résultats de mesure

Dans cette partie, les résultats obtenus lors des différentes mesures sont présentés. Les signaux correspondant aux différentes zones et éléments de la machine à tisser seront décrits successivement.

III.3.1. Résultats première génération de capteurs

A partir de la première génération de capteurs produits avec l'induction de Cochrane et al. [13], [73] (NdC et Evoprene®), une première campagne de mesures a pu être menée. Les capteurs n'étant pas parfaitement au point et réellement caractérisés, le but de cette mesure était principalement de valider la faisabilité du procédé de mesure *in-situ* des allongements des fils lors du tissage.

Le signal recueilli (en rouge sur la Figure III-18) est initialement très bruité. Mais en le filtrant avec un filtre numérique elliptique passe bas, on obtient un signal fin et régulier (en vert sur le graphique). On peut remarquer une certaine périodicité dans le signal du capteur, placé très en amont sur la machine à tisser (avant les casses chaines). En découpant l'axe du temps en période de 1200 ms, correspondant à la période de tissage du motif élémentaire sur la machine à tisser réglée à 100 cps/min, on s'aperçoit que la périodicité du signal correspond à la période de la machine.

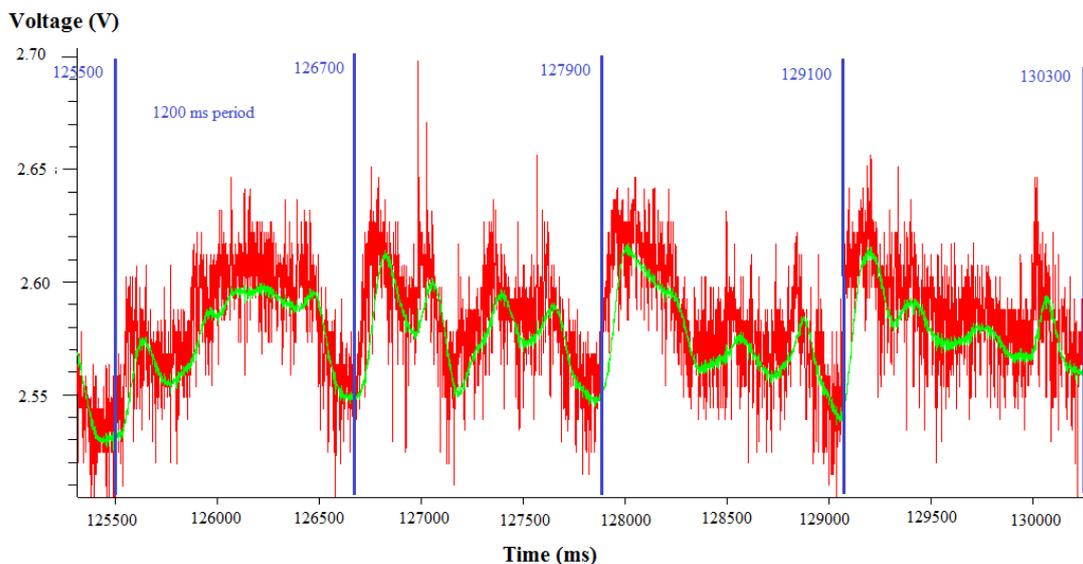


Figure III-18: Signaux brut (rouge) et filtré (passe bas, vert) d'un capteur de première génération placé dans la machine à tisser pendant le tissage d'une toile 2D. Capteur placé juste avant les casses chaines au moment de la mesure. En bleu, le découpage des périodes de tissage.

Si on compare maintenant l'allure générale de ce signal, enregistré par un capteur filaire, à l'allure du signal obtenu en effectuant le « tracking » d'un point situé sur un fil de trame au point de façade (présenté sur la Figure III-19), on remarque des similitudes. Le « tracking » vidéo n'a pas été réalisé sur la même machine à tisser que l'acquisition du capteur, les natures de fils et vitesses de tissage sont différentes. On peut toutefois se fonder sur ce relevé de position car l'armure tissée est la même et les deux machines sont très similaires. L'allure du signal correspondant au déplacement de la trame dans le sens chaîne (dans la profondeur, en bleu marine sur le graphique), est donc représentative des allongements que subissent les fils de chaîne lors du tissage. En effet si un point

situé à l'entrecroisement d'un fil de trame et d'un fil de chaîne parvient à se déplacer dans le sens de la chaîne, c'est que les fils de chaîne se sont allongés pour permettre ce déplacement.

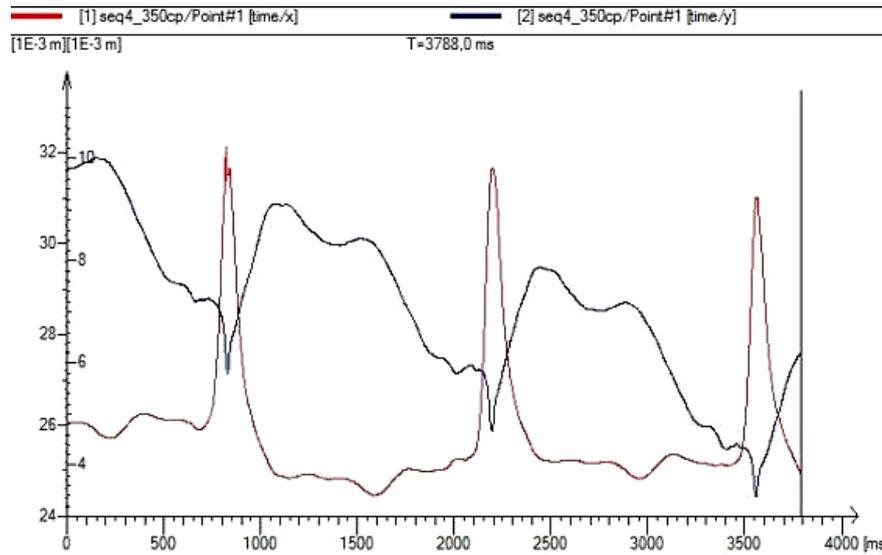


Figure III-19: Suivi du déplacement du point d'un fil de trame au niveau du point de façure en fonction du temps, en mm/ms. En bleu le déplacement dans le sens chaîne (sens avant arrière) et en rouge le déplacement en sens trame (gauche droite).

Sur la Figure III-19, on peut identifier un minimum local périodique. Il correspond au coup de peigne. Les deux maximums locaux consécutifs sont causés par le mouvement des cadres, l'ouverture de la foule avec le temps de maintien provoquant le second pic. Le petit plateau avant le minimum résulte du relâchement de la tension dans les fils à l'inversion des positions des cadres.

Sur la Figure III-18, on retrouve deux maximums locaux rapprochés qui correspondent aux surtensions provoquées par le peigne (en premier) et l'ouverture de foule (le deuxième). Le minimum est dû au relâchement de la tension lors du mouvement des cadres.

Les premières mesures *in-situ* ont donc permis de valider la fonctionnalité du procédé de mesure. En revanche, la difficulté de produire des capteurs fiables et d'une régularité suffisante avec la première enduction (NdC et Evoprene®) a limité les possibilités d'analyses des résultats et a provoqué le développement de nouveaux capteurs plus performants.

III.3.2. Signaux relevés en fonction des zones de la machine à tisser

Avec les nouveaux capteurs (PEDOT:PSS/PVA) et leurs caractérisations poussées, une plus large campagne de mesures a pu être conduite. Les résultats de cette campagne sont présentés ici sous forme d'échantillons de signaux représentatifs pour les différentes zones successives de la machine à tisser, traversées par les capteurs.

Lorsque les fils de chaîne quittent l'ensouple pour rejoindre le cylindre porte-filss, les écarts de tension peuvent être très importants, comme évoqué précédemment. C'est l'endroit de la machine à tisser où la tension de la nappe de fil est la plus faible, car tous les éléments de la machine en contact avec les fils, placés entre l'ensouple et le rouleau toilier, agissent comme un frein sur la

nappe de fils. Pour cette même raison, les impacts des coups de peigne et des mouvements des cadres y sont peu marqués. De ce fait, après un premier test de vérification (voir Figure III-20), nous avons choisi de ne pas insérer les capteurs à cet endroit, mais plutôt directement derrière le cylindre porte-fils.

III.3.2.1. Mesures situées après le porte-fils

Le passage du porte-fils en revanche marque une nette mise en tension du fil, comme on peut le noter sur la Figure III-20. A partir de la 40^{ième} seconde de mesure on note un début de croissance du signal, puis la pente devient plus abrupte pour atteindre un plateau. Cette pente et ce plateau correspondent à la mise en tension du capteur sur le cylindre porte-fils. Au-delà de cette zone, le signal conserve une valeur plus élevée qu'au départ. Il peut y avoir deux causes à cela, soit le capteur a été allongé de manière irréversible et donc la valeur de sa résistance « au repos » (sans tension mécanique) a augmenté, soit le niveau de tension de la nappe derrière le porte fil est plus important. Il est possible que les deux hypothèses soient vraies et aient chacune leur part de responsabilité dans la hausse de la résistance du capteur. Pour ce capteur de facteur de jauge 1,5, cela correspond à un allongement de 2%.

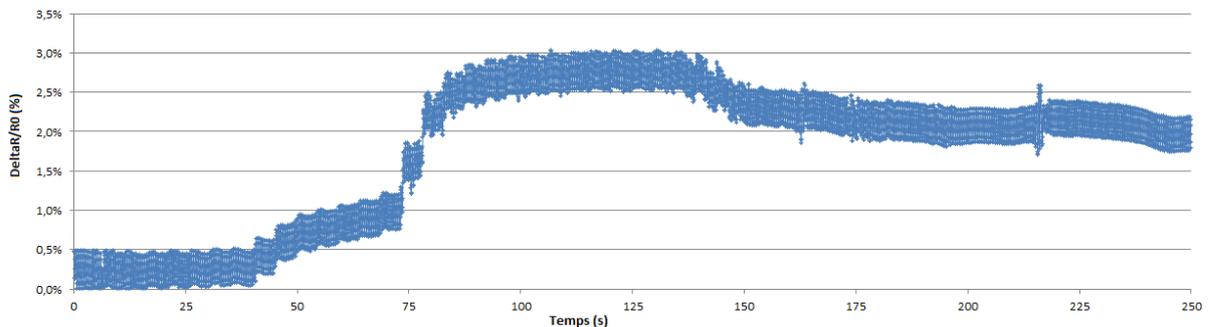


Figure III-20: Signal issu d'un capteur passant le cylindre porte-fils.

Au-delà du porte-fils les variations de résistance sont très faibles. Il est possible que le capteur ne soit pas très performant ou ait été en parti détérioré par le passage du cylindre. Sur ce signal, la fréquence d'acquisition est trop faible (de l'ordre de 25 Hz), cela justifie en partie aussi le manque d'amplitude des variations de la résistance. Enfin, il est aussi logique que les efforts dans cette zone éloignée des cadres et du peigne soient encore assez faibles et que les à-coups soient amortis.

III.3.2.2. Mesures situées dans la zone des casse-chaînes aux cadres

Le signal relevé dans la zone entre les casse-chaines et les cadres est plus intéressant car on peut clairement y identifier les périodes du tissage interlock 3D sur notre machine : la période des cadres « de liage » 2,4 s et la période des autres cadres et du peigne, 0,6 s.

Sur la Figure III-21, on a représenté par un quadrillage ces deux périodes (en noir la première, en gris la seconde). En calant les quadrillages sur les oscillations du signal, on vérifie que ceux-ci sont en phase.

Sur ce signal, le paramètre le plus influent est visiblement le mouvement des cadres de liage, car les variations d'amplitudes à cette fréquence sont beaucoup plus importantes que celles apparaissant à la fréquence du peigne. Ces variations d'amplitudes sont comprises entre 0,5 et 1%.

Les variations d'amplitudes à 0,6% sont quant à elles limitées à 0,2% ou moins. On remarque qu'elles n'ont lieu que toute les deux périodes des cadres du capteur, lorsque la tension qu'exerce celui-ci se réduit. On notera que la position où le cadre exerce le moins de tension est la position haute. Cela peut s'expliquer par l'asymétrie des positions extrêmes des cadres par rapport à la nappe de fils de chaîne. Il est aussi difficile d'évaluer si les pics mineurs sont dus aux évolutions des cadres des fils de renforts (9, 10 et 11) ou s'ils sont dus au peigne.

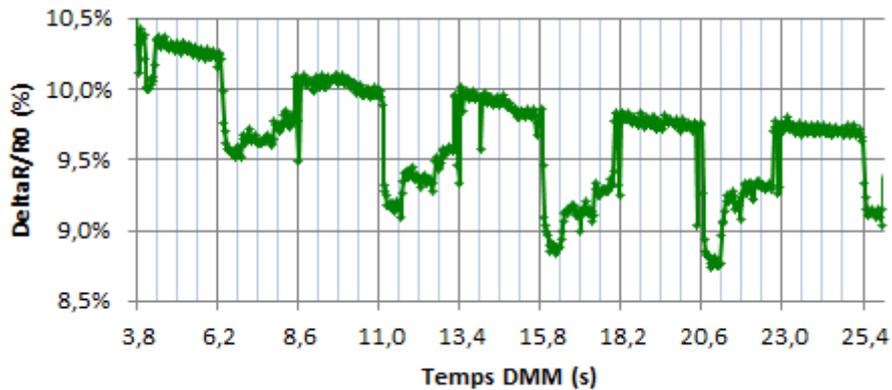


Figure III-21: Mesure *in-situ* avec capteur placé entre les casse-chaînes et les lisses. Fréquence d'acquisition de 150 Hz.

On peut aussi ajouter que sur les cycles où le capteur est sur un cadre baissé, la tension est élevée mais sa valeur décroît, tandis que sur les cycles où le capteur est sur un cadre monté, la tension est plus faible mais croissante. On peut aussi remarquer que la valeur du signal décroît au fil du temps, ce qui est en contradiction avec le comportement attendu, lorsque le capteur se rapproche des cadres et des lisses. Ce segment de signal est trop court pour en dégager une tendance de l'évolution de la tension du fil, dans cette zone.

III.3.2.3. Mesures situées dans la zone des cadres et lisses

Sur la Figure III-22, on peut voir le signal enregistré par un capteur placé dans la zone des cadres. Il s'agit d'un capteur différent de celui utilisé pour tracer le signal de la Figure III-21. Les valeurs de variation de résistance ne sont donc pas directement comparables. Cependant on peut constater que l'amplitude des variations est plutôt faible (moins de 1%) pour cette zone où les fils doivent suivre les mouvements imposés par les cadres. La période des cadres « de liage » est en revanche bien respectée.

L'allure du signal est aussi assez particulière car il ne s'agit plus de paliers, ou de signal « carré » mais plutôt de « dents de scie ». On remarque en fait qu'il y a un effet de fluage et de relaxation autour de chaque pic.

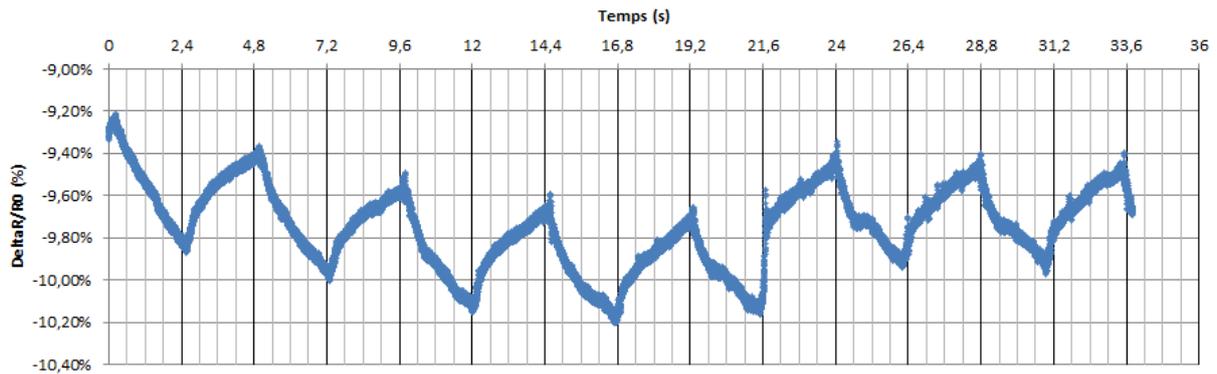


Figure III-22: Mesure *in-situ* avec capteur placé dans la zone des cadres. Fréquence d'acquisition de 1000 Hz.

Si on considère la position de départ des cadres au début de l'enregistrement, il est possible d'établir une hypothèse pour justifier l'allure de ce signal. La position de départ étant « BLBBB », avec « B » pour indiquer que le cadre est baissé et « L » pour indiquer que le cadre est levé. La notation « BLBBB » signifie que les cadres 1 à 4 sont baissés (ils fonctionnent simultanément, voir Tableau III-3), que les cadres 5 à 8 sont levés et que les cadres 9, 10 et 11 sont tous les trois baissés. Le capteur est placé sur le cadre 4 (baissé). D'après les observations précédentes, on sait que la position basse des cadres de liage correspond à la cause maximale de tension sur les fils. D'après le Tableau III-3 qui présente l'évolution des cadres duites après duites, on sait aussi qu'après la position « BLBBB » vient l'inversion des cadres de liage avec la position « LBBBB ». Il y a donc logiquement une baisse de tension sur le fil capteur. Cette inversion des cadres et baisse de la tension se traduit par le tout premier pic du signal et la baisse de la résistance relative.

On peut ensuite justifier la baisse de la résistance par la baisse progressive de la tension sur le fil capteur à mesure que les cadres 9, 10 et 11 basculent vers la position haute tour à tour. En effet lorsque la nappe des fils de chaîne est divisée en deux groupes de fils inégaux, le groupe majoritaire exerce une force de frottement importante sur l'autre groupe pour se réunir. Ce phénomène est grandement amplifié par les possibles entrecroisements des fils chaîne au sein de la nappe.

Au bout d'une période de 2,4 s, les cadres sont alors dans la position « LBLLL », où la tension sur le capteur est minimale et précède la position « LLLLL » ainsi que son accroissement de tension sur le capteur. On peut voir que l'accroissement de tension est le plus fort sur cette inversion.

La logique de la nappe des fils exerçant une pression sur les fils situés de l'autre côté de la foule, n'est toutefois pas en accord avec l'allure du signal montrant un accroissement continu de la résistance. Il est possible que cet accroissement de résistance soit le fait d'un phénomène de fluage mécanique du fil ou des charges conductrices dans l'enduction.

III.3.2.4. Mesures situées dans la foule (entre les cadres et le point de façade)

Dans la zone de la foule, après être sortie des cadres et lisses, on retrouve un signal (voir Figure III-23) dont l'allure évoque celle du signal de la Figure III-21 avant que le capteur n'entre dans la zone des cadres. Cette similitude de signal peut en partie être attribuée au fait qu'il s'agisse du même capteur qui a poursuivi son chemin dans la machine.

Le signal présenté sur la Figure III-23 débute à la 80^e seconde d'enregistrement. C'est à cet instant que la machine à tisser a été mise en route. La nette augmentation de la valeur de la

résistance électrique moyenne du signal est due à l'action du technicien tisserand qui a retendu la nappe des fils de chaîne. On peut aussi noter une certaine alternance périodique dans l'allure du signal, avec des phases où la valeur de la résistance relative est stable et d'autres, entrecoupées de pics. On peut facilement concevoir que ces pics sont le résultat de l'action du peigne sur le point de façade tout proche. Les coups de peigne étant brefs et puissants, on peut aisément les identifier sur le signal comme étant les pics étroits légèrement déphasés. Il est assez surprenant de constater que la valeur de la résistance relative n'augmente pas véritablement avec ces pics. En revanche elle baisse franchement entre ceux-ci. Cela peut s'expliquer par un relâchement de la tension sur la nappe de fil, lorsque le peigne se retire, consécutif à un effet ressort du tissu.

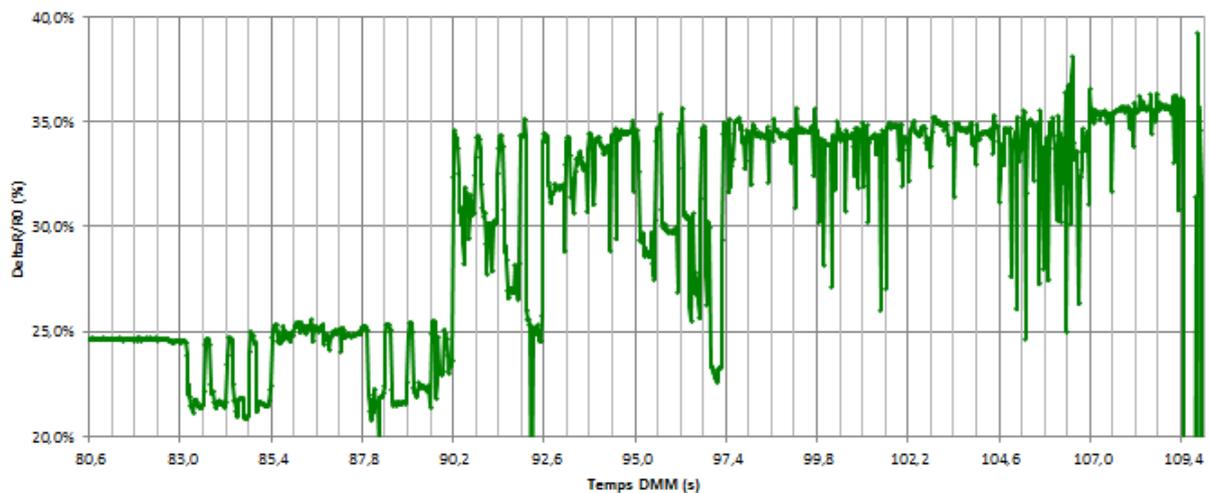


Figure III-23: Mesure *in-situ* dans la foule, entre la zone des lisses et le point de façade. Fréquence d'acquisition de 250 Hz.

Il apparaît sur le signal, que l'effet du peigne n'est pas le même selon que le cadre supportant le fil capteur est en position levée ou baissée. On peut voir aussi que l'effet du peigne sur le signal est plus important lorsque le fil est plus tendu. Cela peut s'expliquer par une augmentation du facteur de jauge du capteur lorsque celui-ci s'allonge, ou à un effet ressort du tissu renforcé.

III.3.2.5. Mesures situées au point de façade

Il a été difficile d'enregistrer un signal utilisable au niveau du point de façade. Il y a plusieurs raisons à cela. La première est que le passage du capteur en ce point ne dure que quelques cycles. La seconde est que ce point est aussi une forte zone de contrainte qui peut dégrader les capteurs très rapidement. Le signal représenté sur la Figure III-24 fait donc partie des quelques mesures exploitables en ce point de la machine à tisser.

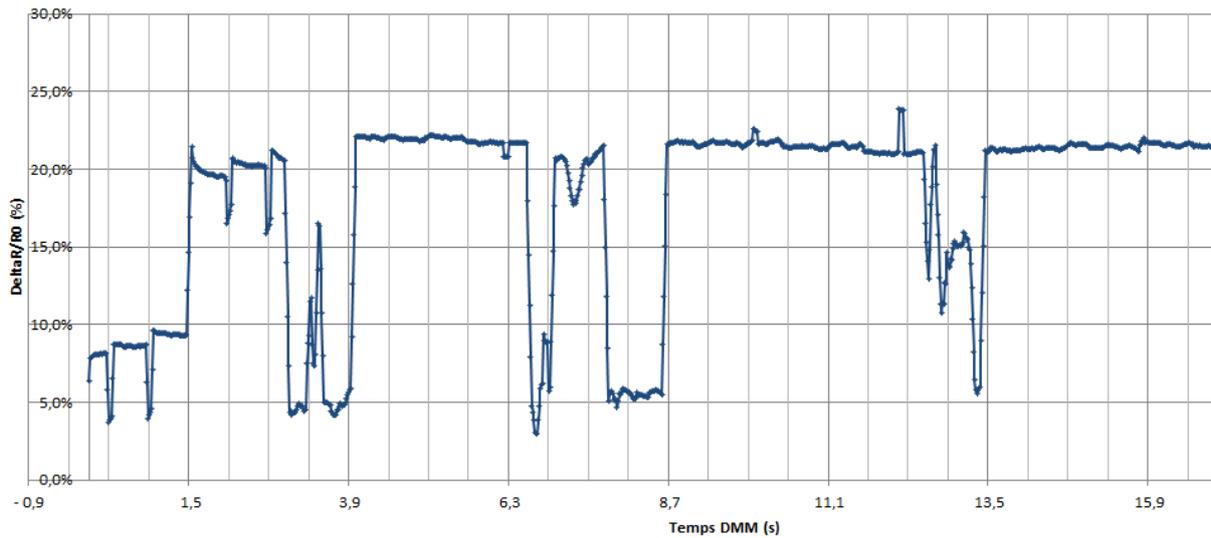


Figure III-24: Mesure *in-situ* avec capteur au point de façure. Fréquence d'acquisition de 1000 Hz.

On remarque, là aussi, que le signal est réparti en motifs pseudo-périodiques. Il y a des zones de paliers qui durent toute une période (2,4 s) et des zones parsemées de pics, incluses aussi dans une période de cadres « de liage » de 2,4 s. La position de départ des cadres est « BLLBB » avec le capteur rentré dans une lisse du cadre 7, c'est-à-dire en position « levée ».

La logique qui veut que le capteur est moins sollicité lorsque son cadre est en position levée est respectée dans un premier temps, sur les deux premières périodes. En revanche au-delà de la seconde période, le niveau de la résistance du capteur est maximal lorsque le cadre du capteur est en position levée. Le signal forme un palier sur une période (de 2,4 s). Ce comportement est inverse à ce qui a été observé jusqu'à présent.

L'allure des pics est elle aussi assez différente des signaux relevés précédemment. Leur placement semble aussi ne pas respecter de périodicité. Leur amplitude est très importante, près de 15%.

Il est possible que le capteur soit plus influencé par le placement des fils de trame dans cette zone, puisqu'on se trouve au point de façure. La pression qu'exercent les fils de trame sur la surface du capteur lors du tassage du peigne peut provoquer une baisse de la résistance de ce dernier. En comprimant l'enduction, on rapproche les particules de PEDOT:PSS des autres, ce qui renforce les chemins de conduction et baisse la résistivité du mélange.

III.3.2.6. Mesures réalisées dans le tissu

Sur la Figure III-25, on peut voir le signal d'un capteur, progressivement absorbé dans le tissu. L'amplitude des variations de résistance relative, dépasse tous les niveaux atteints sur les signaux précédents, avec une gamme qui s'étend de 120 à 230 %. La valeur de la résistance minimale enregistrée pendant le test est donc 130 % plus élevée que la résistance mesurée sur le capteur avant la mise en route de la machine à tisser. Ces valeurs (gamme de variation et R initiale) peuvent s'expliquer par le changement de calibre effectué sur le multimètre, qui provoque une perte de résolution et de précision. Le capteur utilisé a aussi subi un cycle complet de tissage et montre des signes d'usure tels qu'une résistance au repos beaucoup plus élevée que sa résistance initiale, de 180 k Ω à la mise en place sur la machine à tisser, à 990 k Ω avant le début de cette dernière mesure.

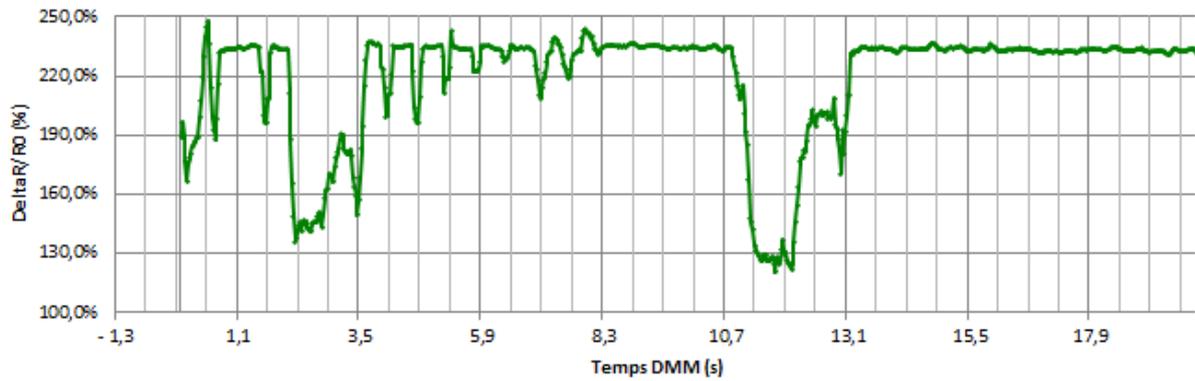


Figure III-25: Mesure *in-situ* avec capteur dans les premières rangées de tissu. Fréquence d'acquisition de 250 Hz.

On peut voir sur les 10 premières secondes que l'amplitude des pics (inversés) se réduit, jusqu'à ce que ceux-ci disparaissent, le signal conserve alors une valeur constante avec une allure linéaire. L'influence des mouvements des cadres « de liage » n'est pas visible. Ce comportement est logique puisque le capteur s'enfonce cycle après cycle dans le tissu. L'influence des éléments de la machine à tisser (cadres et peigne) est donc de plus en plus faible. De plus, une fois le capteur inséré dans le tissu (comme on peut le voir sur la Figure III-26), il ne mesure plus seulement l'allongement du fil de substrat, mais l'ensemble de la bande de tissu qu'il occupe. Le mouvement des cadres « de liage » n'a donc plus lieu d'être le phénomène prédominant sur les évolutions de résistance relative du capteur.

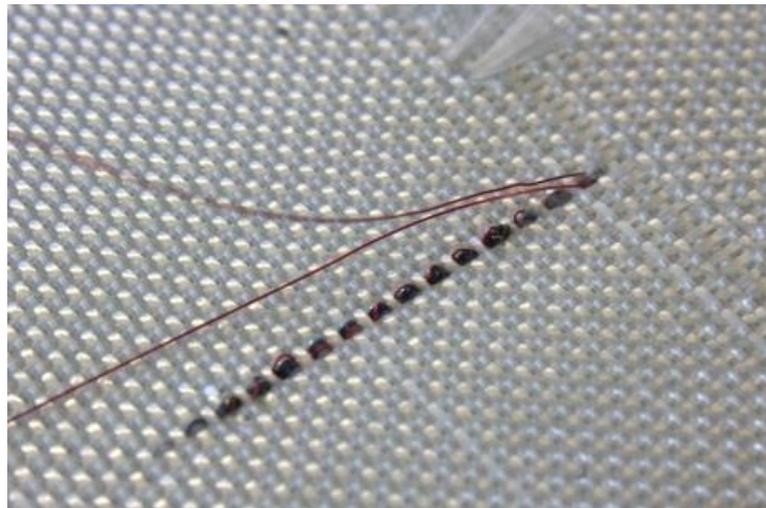


Figure III-26: Capteur totalement inséré dans un tissu (toile interlock orthogonale 3D 4 couches) en lieu et place d'un fil de liage.

La chute momentanée de la résistance à la 11^e seconde ne trouve pas d'explication avec les phénomènes décrits ci-dessous. Elle semble néanmoins respecter la période de 2,4s de l'interlock.

Tous les capteurs ne parviennent pas dans le tissu avec le même niveau d'usure. Les fils connecteurs notamment peuvent se décrocher ou rompre sous la contrainte des coups de peigne et des insertions de trame. Ceux que l'on retrouve correctement insérés, en état d'être utilisés ont vu leur résistance multipliée par un facteur 2 à 5.

III.3.3. Conversion directe des signaux de $\Delta R/R_0$ en valeur de déformation ($\epsilon\%$)

A partir des facteurs de jauge des capteurs obtenus par caractérisation sur banc de traction, on peut effectuer le calcul pour retrouver une valeur de déformation longitudinale à travers des valeurs de résistance relatives mesurées. Les valeurs obtenues par ce calcul sont consignées dans le Tableau III-6. Il apparaît immédiatement que ces valeurs ne sont pas réalistes (hormis la première ligne).

Avec ces résultats, il apparaît clairement que les facteurs de jauge des capteurs augmentent au fil des cycles de tissage et de l'avancée des capteurs dans la machine. Ce comportement est surprenant car la caractérisation sur banc de traction des capteurs avec des procédures de test longues (500 et 1000 cycles), avait montré que les capteurs voyaient leurs facteurs de jauge se stabiliser rapidement et ne plus subir la fatigue. La caractérisation réalisée sur les capteurs avant leurs mises en œuvre sur la machine à tisser avait aussi pour but de stabiliser leurs comportements à l'allongement en enchainant plusieurs séries de cycles d'allongements variées.

Tableau III-6: Valeur de déformations calculées d'après les facteurs de jauge des capteurs obtenus par caractérisation sur banc de traction

Zones	Facteur de jauge avant mise en œuvre	Déformation minimum (%)	Déformation maximum (%)
Porte fils	1,5	1	2
Entre casse-chaines et cadres	1,95	4,5	5,5
Cadres et lisses	3,56	Valeurs négatives	Valeurs négatives
Foule	1,95	11	18
Façure	2,23	2,2	10
Tissu	1,68	77	139

Il apparaît ainsi nécessaire de concevoir une méthode d'évaluation ou de contrôle du facteur de jauge du capteur alors que celui-ci est installé sur la machine à tisser.

III.3.4. Exploitation des images de vidéo rapides

Grace aux images filmées avec une caméra rapide, il est possible de visualiser précisément les mouvements des fils pendant le procédé de tissage. Sur les images, on peut voir que les mouvements des fils d'un même groupe sont parasités par les mouvements des autres fils. Lors des inversions de position des cadres, on voit les fils se rencontrer et s'entrechoquer. Ce contact est générateur de casse de fibres et l'intérieur de la foule est donc remplie de fibrilles, comme on peut le remarquer sur la Figure III-27. En plus des entrechoquements entre les fils, les mouvements de ceux-ci apparaissent ondulatoires à l'image. On peut constater qu'à chaque mouvement des cadres, les fils

montrent des mouvements de rebonds verticaux. Ces mouvements parasites apparaissent probablement sur les signaux des capteurs. Ils sont difficiles à identifier car ils sont de faibles amplitudes et sont parfois apériodiques.

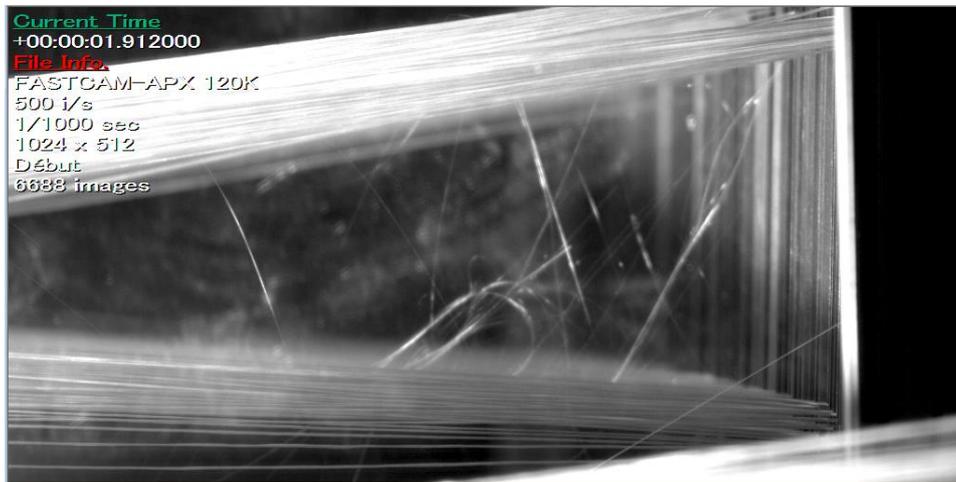


Figure III-27: prise vue en caméra rapide de l'intérieur de la foule lors du procédé de tissage.

Comme expliqué précédemment, les frottements entre les fils dans la nappe, dus à la densité importante et aux entrecroisements, sont générateurs de surtension sur certains fils et donc de sous tension sur d'autres. Dans les deux cas, cela peut provoquer une casse de fil dans le pire des cas et au minimum cela diminue la régularité du tissu et ses performances. Dans notre cas, la surtension du fil se traduit par un niveau anormalement élevé de la résistance relative. La sous-tension du fil capteur, fait que le fil ne s'allonge pas lorsqu'il est contraint par un élément de la machine à tisser. Il n'y a donc pas de variation de résistance du capteur et le signal reste globalement plat. Sur la Figure III-28, on peut voir un capteur en sous tension à l'approche des lisses (en vue de dessus). On observe que le capteur a une forme légèrement ondulée, causée par l'enduction. Cette forme ondulée disparaît normalement au profit d'une allure parfaitement rectiligne à partir d'une légère pré-tension (quelques Newtons).

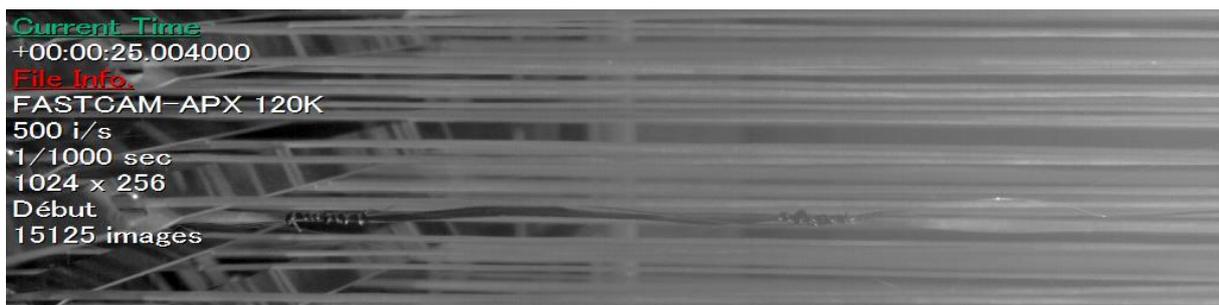


Figure III-28: Prise de vue capteur par caméra rapide, juste avant entrée dans les lisses (sur la gauche de l'image).

Cette vue de dessus du capteur bien dégagée, permet cependant de visualiser l'action du peigne sur les fils. Comme observé sur le séquençage du cycle de tissage (Figure III-3) et sur les signaux relevés et présentés, plus haut, l'action du peigne est légèrement déphasée par rapport au mouvement des cadres. Le déplacement relevé est d'approximativement 2 mm et la durée de l'aller-retour effectué par le capteur sous l'action du peigne est de 0,025 s. La période des coups de peigne est vérifiée comme étant bien à 0,6 s.

III.4. Analyse des résultats

Dans cette quatrième partie, les résultats récoltés vont permettre de réaliser une analyse des effets des éléments de la machine à tisser sur les fils. Cela dans le but d'aboutir à une évaluation des allongements et efforts locaux sur les fils de chaîne, durant le tissage, zone par zone.

Beaucoup de capteurs ont produit des signaux inexploitable car trop bruités et/ou aux variations d'amplitude trop faibles, mais aussi car la tension du fil de chaîne qui les supportait pouvait être trop faible comme l'ont démontrées les prises de vue vidéos. Dans ces conditions, tout comme la partie précédente, cette section d'analyse se focalisera uniquement sur les résultats satisfaisants pour produire une analyse et dégager des tendances.

III.4.1. Allure générale des signaux

Sur la plupart des signaux relevés, il est possible d'identifier une des périodes de la machine à tisser, soit celle du cadre sur lequel est placé le fil capteur, soit celle du peigne. En règle générale, l'amplitude des variations de résistance est faible dans la première moitié de la machine à tisser, puis monte crescendo dans la zone de la foule puis de la façade. Cette augmentation de l'amplitude des variations de résistance est simultanée à une augmentation de la résistance moyenne des capteurs suivant les mesures et de l'avancée dans la machine.

L'allure générale des signaux enregistrés est très variable selon :

- La zone de mesure : elle influence le niveau moyen du signal et l'amplitude de ses variations. Elle détermine quel organe de la machine sera dominant dans son impact sur le signal (cadre ou peigne). Ce point particulier est discuté dans la section III.4.2 suivante.
- Le capteur employé : Malgré les précautions employées lors de leur production, tous les capteurs n'ont pas le même facteur de jauge ou la même résistance aux contraintes du tissage (abrasion, extension).
- Le niveau de tension du fil capteur : On a vu précédemment grâce aux vidéos que sur certains fils, la tension n'est pas suffisante pour permettre au capteur de mesurer pleinement les contraintes appliquées sur les fils. La valeur de la tension moyenne sur les fils évolue au cours du tissage. Elle peut augmenter comme elle peut diminuer, suivant les événements ayant lieu dans l'entourage du fil. Un capteur peut ainsi fournir une mesure de qualité dans une zone et donner un signal inexploitable dans la zone suivante.

III.4.2. Influence des mouvements du peigne et des cadres

Au fil des mesures, on a pu remarquer que l'influence des mouvements des cadres et du peigne n'était pas la même selon la zone de mesure. Globalement, à mesure que le capteur se rapproche du peigne, l'impact de ce dernier sur le signal grandit. Cela est logique car tous les éléments qui agissent comme des freins au déplacement du fil (organes de la machine ou autres fils) se retrouvent petit à petit derrière le capteur, après avoir été entre lui et le peigne. Lorsque le frein (organe du métier ou zone de frottement entre fils) se trouve entre le peigne et le capteur, on

comprend qu'il amortira l'effet du peigne. A l'inverse lorsqu'il sera derrière le capteur, il agira comme un point d'ancrage pour étirer le capteur par l'action du peigne.

La manière dont ils agissent sur le signal et donc sur le fil n'est pas la même non plus. Le peigne, comme on a pu le constater grâce aux vidéos rapides, applique aux fils un pic de tension court (moins de 0,05 s) et d'intensité moyenne (environ 2 mm). A l'inverse, les mouvements des cadres sont beaucoup plus lents (0,25 s pour changer de position) et la position d'extension maximale est aussi maintenue pendant 0,1 s. Cela provoque donc des paliers sur le signal, tandis que le peigne génère des pics. En pratique on observe aussi pour certains signaux, que les coups de peigne, plutôt que d'apparaître sous forme de pics, créent des chutes de la valeur de la résistance. Dans ce cas on peut supposer que c'est le relâchement consécutif au tissage qui apparaît sur le signal. Le coup de peigne ne forme alors pas de pics car le niveau de tension du tissu est déjà trop élevé pour provoquer un tissage profond au niveau du point de façure par le peigne.

III.4.3. Différence de niveau de contrainte entre les positions « levé » et « baissé » des cadres

Une des constatations intéressantes qui se dégage de l'analyse des signaux, est l'asymétrie de ceux-ci entre les périodes correspondant aux positions hautes des cadres des capteurs, par rapport aux positions basses. Il apparaît que lorsque le cadre soutenant le capteur est en position basse, le signal affiche un niveau élevé, souvent en forme de palier, qui traduit une forte tension sur le capteur. Inversement quand le cadre est en position haute, la différence de niveau est notable et les coups de peigne sont généralement visibles.

Cet écart est potentiellement dû à la différence de niveau (hauteur) entre le cylindre porte fils et la nappe par rapport au point de façure. Cependant, cette différence de hauteur est très faible (respectivement 92 et 95 cm) par rapport à la longueur de la nappe de fils de chaîne (environ 1m entre le porte-fils et les lisses).

Cet écart peut aussi être provoqué par un rentrage et/ou un séquençage non optimisé des cadres. Cela peut provoquer des frottements importants entre les groupes de fils et induire des surtensions ou sous-tension. Les vidéos cadrées sur la foule et ses mouvements d'ouvertures montrent que le niveau de frottement des fils les uns sur les autres est important.

III.4.4. Évolution de l'amplitude moyenne des signaux au cours du tissage

Au cours des mesures, la valeur moyenne du signal a été stable et augmentait par paliers, en particulier lorsque la nappe de fils est retendue. Le parcours du capteur dans la machine à tisser n'est pas enregistré en une seule mesure mais une succession d'acquisitions de quelques minutes. Entre chaque acquisition la valeur de la résistance des capteurs reste stable. A partir de la zone de la foule, le niveau de contrainte mécanique et de frottement augmente notablement et cela se reflète sur la valeur de la résistance des capteurs. Celle-ci augmente donc de manière irréversible. A la fin de son parcours, lorsqu'il se retrouve dans le tissu, la résistance du capteur est 2 à 5 fois plus élevée que sa valeur initiale. Cela montre que la plus grande partie de la dégradation des fils et de la perte de « santé matière » a lieu dans une zone qui s'étend de la foule aux premiers fils de trame du tissu.

III.5. Optimisations possibles

Ce procédé de mesure des contraintes appliquées aux fils de chaîne pendant le tissage est totalement nouveau. Les possibilités de développement et d'amélioration sont donc très vastes.

Le premier point d'amélioration est sans doute le capteur. Malgré différentes combinaisons de matériaux pour réaliser la meilleure enduction et une longue phase de caractérisation, la sensibilité de celui-ci peut sans doute être améliorée. En utilisant un autre dopant secondaire pour le PEDOT:PSS, tel que le diméthyle sulfoxyde et éthylène glycol, il est possible d'atteindre des niveaux de conductivité supérieurs d'un facteur 10 par rapport au nôtre. En augmentant la conductivité propre des charges dans le mélange, on peut espérer améliorer la résistance initiale du capteur, tout en augmentant sa sensibilité (facteur de jauge). Cela pourrait rendre le capteur moins sensible aux bruits électromagnétiques et aider à détecter des niveaux de contraintes plus faibles.

Un second point d'amélioration possible est le système d'acquisition. Le système actuel, basé sur un multimètre numérique programmable, a l'avantage de limiter le nombre de composants électroniques et offre une grande précision. Il a aussi l'inconvénient de ne pas délivrer les mesures en temps réel, ce qui peut être un handicap pour juger de la qualité d'une mesure lors de la campagne d'acquisition. L'utilisation d'un convertisseur numérique couplé à un pont de Wheatstone, pourrait être une solution. Paradoxalement cette solution a été testée sans succès, probablement à cause du manque de fiabilité du pont de Wheatstone à notre disposition dans les premières phases de la recherche sur le problème de l'acquisition.

L'utilisation des vidéos réalisées en caméra rapide représente un axe majeur d'optimisation du procédé de mesure. Le « tracking » vidéo, devrait permettre d'établir un tracé précis des déplacements et allongements imposés au fil. Cela permettra de recalculer le facteur de jauge des capteurs, en comparant par exemple la valeur de résistance enregistrée lors des coups de peigne, avec le déplacement mesuré dans le même temps.

Compte tenu de la perte de capteurs et du nombre important de signaux inexploitable, il est nécessaire d'insérer davantage de capteurs simultanément dans la machine à tisser. La comparaison des signaux permettant d'effectuer un recoupement sur les valeurs mesurées. Pour faire cela, il faut pouvoir produire un très grand nombre de capteurs, avec le maximum de précision et d'uniformité. Il se pose alors le problème de la caractérisation d'un très grand nombre de capteurs.

III.6. Conclusion

La mesure *in-situ* des efforts et des allongements sur les fils de chaîne est un domaine de recherche nouveau. Tous les aspects de ce domaine peuvent ainsi être améliorés. L'enjeu de ces développements est très important comme l'a démontré ce troisième chapitre, à travers ses différentes parties.

Dans la première partie, nous avons décrit le procédé de tissage dans son principe général, puis dans les détails de la machine à Dornier. En connaissant le fonctionnement de la machine, nous avons pu établir la liste des contraintes qui peuvent s'appliquer aux fils pendant le tissage, en particulier les déformations longitudinales imposées par les mouvements du peigne et les cadres. Après avoir détaillé les différentes armures retenues pour le projet et les possibilités de réglage machine, on mesure l'amplitude des investigations possibles avec ce type de mesure *in-situ*. Dans notre cas, nous avons fait le choix de limiter la mise en œuvre des capteurs à une seule armure de tissage et un réglage dominant, pour pouvoir rassembler un maximum de données comparables entre elles et évaluer le fonctionnement des capteurs en limitant le nombre de variables. Le tissu interlock 3D orthogonal peut être considéré comme un des tissus employés dans le domaine des renforts composites, ce qui rend légitime le choix fait d'effectuer les mesures sur cette architecture.

Après la description du tissage, la présentation de la méthode de mise œuvre des mesures a été menée. En produisant les capteurs par série, nous avons cherché à limiter les irrégularités de production et ainsi avoir des capteurs aux valeurs de résistance et de longueur très proches. Malgré les précautions employées lors de la production, environ 30% des capteurs ont été écartés du lot à cause de leur divergence trop grandes avec la moyenne du lot. Après quoi, une caractérisation sur banc de traction a été réalisée afin d'évaluer les facteurs de jauge des capteurs et pré-étirer ses derniers pour limiter leur sensibilité à la fatigue mécanique. Pour l'acquisition des données, le choix s'est porté sur un multimètre numérique programmable (Keithley 3706) qui s'est révélé performant à l'usage mais peu pratique d'utilisation lors de la campagne de mesure. En revanche, la réalisation de vidéo du tissage filmé en caméra rapide (500 images/s), présentant les mouvements des fils à vitesse ralentie, a délivré un apport visuel très intéressant pour l'analyse. Cela permettra d'aboutir à un traçage vidéo (« tracking ») des mouvements et déplacements des fils.

Les résultats obtenus à l'issue de cette campagne, présentent des signaux aux allures assez similaires. Sur la plupart des signaux on peut identifier les périodes des mouvements des cadres (ici 2,4 s pour les cadres soutenant les capteurs) et du peigne (0,6 s à la vitesse de tissage de 100 coups/min). L'amplitude des oscillations du signal est encore sujette à discussion, car elle ne concorde pas toujours avec les facteurs de jauge précédemment mesurés, ce qui prouve que le facteur de jauge évolue plus que nous ne l'avions anticipé, au cours du tissage. L'utilisation des « tracking » vidéo pourrait apporter la réponse au problème du re-calcul *in-situ* du facteur de jauge des capteurs. En revanche l'allure des oscillations, soit des pics pour celles liées au peigne, soit des paliers pour celles liées aux cadres, est en concordance totale avec les mouvements de ces éléments. On a pu aussi observer que suivant la position des cadres, les contraintes appliquées aux fils n'étaient pas égales. Il est apparu que la position basse des cadres était plus contraignante pour les fils.

L'enjeu futur de cette technologie est de fiabiliser la réponse du capteur, pour pouvoir faire la distinction entre une dégradation locale du fil et une usure de sa partie sensible (enduction piézo-résistive), sur une augmentation de la résistance électrique.

Conclusion générale

Conclusion générale

Cette thèse de doctorat a été menée dans le cadre du projet multipartenaire NUMTISS dont le but est d'aboutir à un outil de simulation numérique du procédé de tissage pour faciliter et améliorer la conception et le développement de structure tissées multicouches interlock 3D comme renfort fibreux dans les composites. Elle constituait un des quatre axes de recherches du projet, en se concentrant sur l'acquisition des contraintes réelles appliquées aux fils, individuellement et localement. La volonté de départ était de construire une base de données des efforts et déformations que subissent les fils durant le tissage, zone par zone, élément par élément. Cette base de données pourrait ensuite être utilisée par l'outil NUMTISS pour évaluer la santé matière du matériau fibreux inséré dans le tissu modélisé.

Pour réaliser cette acquisition de données, il fallait donc développer un système de mesure innovant capable de fournir des informations sur le comportement des fils, pendant leur tissage. Le principe d'une mesure *in-situ* des allongements sur la machine à tisser par l'insertion de fils capteurs a donc été lancé et a constitué le sujet principal de recherche de cette thèse de doctorat.

Le principe de mesure *in-situ* sur les fils d'une machine à tisser par l'intermédiaire de capteur d'allongement est totalement innovant. Il n'y avait donc pas dans la littérature de rapport relatif à ces travaux de recherche. Il a fallu baser l'état de l'art plus en amont sur les technologies de capteurs d'allongement textile. La revue des différentes technologies en matière de détection d'allongement a conduit à se centrer sur les capteurs piézo-résistifs qui sont utilisés dans un grand nombre d'applications très diverses. Leur principe se marie très bien avec les technologies textiles et la grande diversité de matériau offrant ce type de propriétés piézo-résistives est un avantage pour répondre aux contraintes de notre mise en œuvre très spécifique. L'état de l'art s'est ainsi porté plus particulièrement sur les capteurs piézo-résistifs textiles, en commençant par les matériaux composites de polymères et de conducteurs (CPC) et à leur cas particulier lorsque la charge électrique utilisée est un polymère intrinsèquement conducteur (ICP). A ce titre le copolymère PEDOT:PSS a été particulièrement étudié, du fait des propriétés électriques et mécaniques qu'il possède et qui le rendent particulièrement bien adapté à notre application. Une série de capteurs à structure textiles et filaire a aussi été présentée, dans les détails de leur mise en œuvre pour servir de base au développement futur.

La première partie de la recherche a consisté à étudier le comportement mécanique des roving de verre E de 300 et 900 Tex, imposé dans le cadre du projet Numtiss. Une série de tests en traction a permis de mesurer la rigidité, l'allongement en rupture et la contrainte à la rupture de ces fils. Ensuite dans les premiers temps de la conception du capteur d'allongement filaire, nous avons tenté de transférer la technologie existante développée précédemment au Laboratoire GEMTEX (ENSAIT) par Cochrane [64] puis Nauman [74]. Cette tentative n'a pas aboutie à des résultats satisfaisants, en raison des difficultés d'adhésion de l'enduction à base de NdC et Evoprene® sur le roving de verre E utilisé comme substrat. Ces fils ont représenté une véritable difficulté à la réalisation des capteurs à cause de leur faible élasticité et des difficultés d'adhésion des enductions à leur surface. Néanmoins les premières tentatives de production de capteurs ont permis d'aboutir à

une géométrie de capteur filaire cohérente et de valider le principe d'une enduction locale piézo-résistive composée d'un CPC.

Nous avons alors cherché à produire une enduction qui serait compatible avec les roving de verre E. Les recherches récentes sur le PEDOT:PSS, notamment les publications de Chen et al. [56], [57] au sujet du mélange de PEDOT:PSS dopé au NMP et mélangé au PVA, ont orienté nos recherches vers ce copolymère. Le PVA présente plusieurs avantages pour notre application, dont celui de former des films fins, souples et résistants à l'abrasion. C'est de plus un agent d'ensimage commun des fibres de verre, ce qui garantit sa compatibilité avec notre substrat. Après avoir testé la résistivité d'une large palette de concentration de PEDOT:PSS/PVA, avec deux niveaux de viscosité du PVA, le seuil de percolation électrique de cette association de polymère a été établi autour de 2,5 m.%. 4 ratios de PEDOT:PSS/PVA susceptibles d'aboutir à une enduction piézo-résistive performante ont été retenus (6,9 m.%, 7,6 m.%, 9,2 m.%, 10,8 %). Nous avons alors testé mécaniquement et électromécaniquement, sur un banc de traction, ces formulations sous forme de films. Le facteur de jauge du film le plus performant (6,9 m.%) testé est de 80 pour un allongement de 25%. Nous avons ensuite enduit des fils de verre avec ces formulations et reproduit le même type de tests. Cette fois-ci il est apparu que les formulations les moins concentrées en PEDOT:PSS (6,9 m.% et 7,6 m.%) présentaient des résistances électriques initiales (à l'état de repos) trop importantes avec respectivement 500 et 1000 k Ω pour une longueur de fil enduite de 50mm. De plus les signaux fournis présentaient beaucoup d'irrégularités. En optimisant les paramètres de conception (réduction de la longueur enduite à 30 mm, application en 6 couches successives) et en appliquant une pré-enduction de PVA sur le roving avant de recevoir l'enduction piézo-résistive, les performances des capteurs ont été nettement améliorées. La résistance moyenne mesurée est de l'ordre de 100 k Ω et facteur de jauge de l'ordre de 1,5 (1% d'allongement) pour la formulation à 9,2 m.% finalement retenue. Les capteurs ont aussi fait l'objet de tests de fatigue de manière à valider leur endurance et anticiper les mesures *In-situ*.

Cette caractérisation a toutefois été limitée par les performances du banc de traction à notre disposition. En effet les procédures de tests des capteurs impliquaient de réaliser de petits allongements à haute vitesse, en cycles répétés, alors que notre banc est plutôt destiné aux grandes valeurs d'allongement en vitesse lente.

A partir du modèle de capteur mis au point sur roving de 900 Tex, nous avons produit une série de 32 capteurs sur roving 300 Tex, pour pouvoir être intégrés sur la machine à tisser automatique Dornier, équipée avec ce titrage. Environ 30% de cette production a été écartée à cause d'une disparité des résistances et des longueurs effectives trop élevées. Le facteur de jauge moyen observé pour cette série de capteur est de 2 (à 1% de déformation).

Nous avons ensuite pu insérer ces capteurs sur la machine à tisser équipée d'une double ensouple pour le tissage des interlocks 3D. Le choix de l'armure de test Interlock toile 3D orthogonale 4 couches s'est fait arbitrairement parmi les 3 armures 3D retenues pour les recherches du projet (natté 2-2 en base 3D interlock orthogonale et satin de 5 en base 3D interlock diagonale). Les capteurs ont été montés uniquement sur des fils de chaîne de liage, car ce sont les fils les plus contraints et ceux dont la consommation est la plus élevée, garantissant une vitesse de défilage intéressante dans la machine. Ils ont été placés principalement après le porte fils et après les casse-chaînes, pour être dès le départ des mesures dans des zones de contraintes.

La qualité des signaux produits par les capteurs n'est pas uniforme et certains relevés sont inexploitable car le signal y reste plat. Nous avons remarqué dans le même temps que la tension des fils dans la nappe est très inégale. Cela est dû au désalignement de la nappe par rapport à l'axe de la machine à tisser, aux frottements entre les fils et aux différences de consommation des fils. Ces variations de tension sont analysées comme étant une cause de la disparité des signaux et la cause principale des signaux sans oscillations et pics. En revanche lorsqu'un signal est enregistré, il est en général périodique. Le plus souvent, on peut identifier sur celui-ci deux périodes principales de 0,6 s et 2,4 s qui correspondent respectivement aux périodes de mouvement du peigne et des cadres soutenant les fils de liages. Selon les zones de mesure, l'amplitude des oscillations de l'une ou l'autre période est dominante. Plus on se rapproche du tissu et plus l'influence des coups de peigne est importante sur le signal, ce qui est représentatif de la réalité du tissage. L'allure des oscillations du signal provoquées par ces deux organes de la machine sont différents aussi. Le peigne produit des pics rapides et d'intensité très variable selon la zone de mesure, tandis que les cadres génèrent des paliers d'intensités sensiblement plus constantes. Au sujet des paliers créés par les cadres nous avons remarqué deux phénomènes supplémentaires, à savoir que la position basse des cadres sollicite plus les fils et qu'une fois le capteur entré en dans le tissu, le mouvement des cadres « de liage » n'est plus prépondérant sur les autres cadres. Dans le premier cas, nous formulons l'hypothèse des frottements entre les fils de la nappe qui peuvent être plus importants dans la position basse des cadres, potentiellement du fait d'un mauvais rentrage ou séquençage des cadres. Dans le second cas, cela se justifie simplement par le capteur ne répondant plus uniquement aux sollicitations d'un fil individuel, mais à celles du tissu dans son ensemble.

Sur l'ensemble des tests, on observe que le niveau moyen du signal augmente progressivement à partir des premières contraintes appliquées par le porte-fils, mais c'est à partir de la zone de la foule, que le niveau du signal augmente notablement jusque dans les premières trames du tissu où il se stabilise. Au final la résistance d'un capteur est multipliée par un facteur allant de 2 à 5 entre sa mise en place sur la machine à tisser et son insertion complète dans le tissu. Ce comportement est représentatif du niveau de contrainte croissant imposé aux fils durant le tissage et confirme les zones de foule et de façade comme étant les plus dégradantes pour la santé matière. Il est en revanche difficile d'établir une distinction précise entre la part d'augmentation de la résistance des capteurs due aux allongements irréversibles qu'ils ont subis et celle consécutive à l'abrasion de l'enduction, marquée dans ces zones.

A partir des facteurs de jauge obtenus lors de la caractérisation du lot de capteurs, avant la mise en œuvre sur machine à tisser, nous avons converti les valeurs de résistance relative relevées en valeur de déformation longitudinale. Hormis pour la zone du porte-fils, les valeurs obtenues ne sont pas réalistes, car trop élevées. Il apparaît que la valeur du facteur de jauge de capteurs augmente tout au long de la mesure *in-situ*. Les causes de cette augmentation ne sont pas identifiées à l'heure actuelle.

En complément des mesures *in-situ* menées avec les capteurs, nous avons produit une série de vidéos du fonctionnement des différents éléments de la machine à tisser, à l'aide d'une caméra rapide, offrant une visualisation au ralenti des déplacements des fils. Sur ces images on peut voir très clairement la friction que les fils de chaîne exercent les uns sur les autres, ainsi que les niveaux de tension irréguliers entre les fils de la nappe. Il est prévu de réaliser prochainement un repérage spatial des mouvements des fils (« tracking ») grâce à l'analyse de ces vidéos. Cela permettra de

mieux comprendre les signaux délivrés par les capteurs, et potentiellement de fournir des valeurs de facteur de jauge des capteurs au cours des mesures *in-situ*.

Au-delà de ces résultats obtenus, qui démontrent l'efficacité du procédé de mesure *in-situ*, de nombreux points d'amélioration sont envisageables, notamment :

- La refonte de l'enduction piézo-résistive ; Pour obtenir plus de sensibilité, une résistance plus faible et plus de souplesse, on pourrait envisager d'utiliser un PEDOT:PSS plus conducteur (utilisant un dopant secondaire plus performant que le NMP, on peut augmenter la conductivité par un facteur 10) et remplacer le PVA par un polymère plus souple.
- Améliorer le procédé de fabrication, pour obtenir une plus grande régularité entre les capteurs et une production plus rapide.
- Utiliser un système d'acquisitions de données qui fournit un affichage en temps réel des signaux pour ajuster les paramètres de la machine à tisser en cours de mesure et éviter les signaux « vierges ».
- Intégrer dans la caractérisation l'influence des conditions climatiques, température et humidité. Nous avons choisi de ne pas tenir compte de ces paramètres et de considérer comme négligeable les variations de température et d'humidité pendant la mesure, mais ces grandeurs sont potentiellement une cause du dérèglement des capteurs. Pour faciliter le tissage les techniciens ont régulièrement recours à un humidificateur. Aussi la durée et la répétition des mesures étant relativement importantes, il est possible que l'effet Joule soit responsable d'une augmentation de la température du capteur et donc d'une modification de sa résistivité.

Les résultats de ce travail de thèse ouvrent aussi la voie vers d'intéressantes perspectives de mise en œuvre de la technologie développée, telles que :

- Reproduire ces mesures sur une plus large diversité d'armures de tissage.
- Reproduire ces mesures sur les fils de chaîne de renforts.
- Insérer des capteurs en sens trame pour mesurer les contraintes de pression.
- Tester les capteurs insérés dans le tissu, suite à une mesure *In-situ*, comme capteur de contrôle de structure dans le composite.
- Utiliser une machine à tisser à cantre ou à ensouples multiples spécialement conçue pour le tissage de tissus interlocks 3D, et ainsi se rapprocher encore des conditions de production des tissus industriels.
- Transférer la technologie développée, pour la mesure *in-situ* du procédé de tissage, vers une mesure *in-situ* du procédé de tressage.

Bibliographie générale

- [1] W. J. Geary, "Composites: revoutionizing flight on the Boeing 787 dreamliner and beyond," in *SAMPE Tech*, 2012.
- [2] 2. Advisory Council for Aeronautics Research in Europe, "Advisory Council for Aeronautics Research in Europe," in *Addendum to the Strategic Research Agenda.*, 2008.
- [3] A. Khalid, "The effect of testing temperature and volume fraction on impact energy of composites.," *Materials & Design*, no. 27, pp. 499–506, 2006.
- [4] J. Baucom and M. Zikry, "Low velocity impact damage progression in woven E-glass composite systems.," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, no. 36, pp. 658–664, 2005.
- [5] R. Gerlach, C. R. Siviour, J. Wiegand, and N. Petrinic, "In-plane and through-thickness properties, failure modes, damage and delamination in 3D woven carbon fibre composites subjected to impact loading.," *Composites Science and Technology*, no. 72, pp. 397–411, 2012.
- [6] S. Chou, H.-C. Chen, and C.-C. Wu, "BMI resin composites reinforced with carbon fibre fabrics.," *Composites Science and Technology*, no. 43, pp. 117–128, 1992.
- [7] A. P. Mouritz, C. Bains, and I. Herszberg, "Mode I interlaminar fracture toughness properties of advanced textile fibreglass composites.," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, no. 30, pp. 8859–8870, 1999.
- [8] W. Kuo, J. Fang, and H. Lin, "Failure behavior of 3D woven composites under transverse shear.," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, no. 34, pp. 561–575, 2003.
- [9] S. Baozhong, G. Bohong, and D. Xin, "Compressive behavior of 3D angle interlock woven fabric composites at various strain rates.," *Polymer Testing*, no. 24, pp. 447–454, 2005.
- [10] G. Marsh, "Aero engines lose weight thanks to composites.," *Reinforced Plastics*, no. november-december, pp. 32–35, 2012.
- [11] L. Lee, S. Rudov-Clark, a. . Mouritz, M. . Bannister, and I. Herszberg, "Effect of weaving damage on the tensile properties of three-dimensional woven composites," *Composite Structures*, vol. 57, no. 1–4, pp. 405–413, Jul. 2002.
- [12] S. Rudov-Clark, a. P. Mouritz, L. Lee, and M. K. Bannister, "Fibre damage in the manufacture of advanced three-dimensional woven composites," *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, vol. 34, no. 10, pp. 963–970, Oct. 2003.
- [13] C. Cochrane, "Développement d'un système de mesure d'allongement pour voileure de parachute," *L'UNIVERSITE DES SCIENCES ET TECHNOLOGIES DE LILLE*, 2007.
- [14] S. Nauman, P. Lapeyronnie, I. Cristian, F. Boussu, and V. Koncar, "On line measurement of structural deformations in composites," *Sensors journal*, vol. 11, no. 6, pp. 1329 – 1336, 2010.

-
- [15] AFELIM, "Définition Textile intelligent," 2011. [Online]. Available: http://www.afelim.fr/rep-applications/ido-5/systemes_intelligents.html. [Accessed: 08-Jul-2013].
- [16] C. Textile, "Le textile dans tous ses états • CSMO Textile 75," pp. 75–78.
- [17] M. McQuaid and P. Beesley, *Extreme textiles: Designing for high performance*, Thames & H. Princeton Architectural Press, 2005.
- [18] X. Tao, "Smart technology for textiles and clothing – introduction and overview," in in *Smart Fibres, Fabrics & Clothing*, 2001, pp. 1–7.
- [19] S. A. Dyer, *Wiley Survey of Instrumentation and Measurement*. 2001, pp. 84–98.
- [20] R. Zeiser, T. Fellner, and J. Wilde, "Development and testing of capacitive strain gauges," in *Academia day*, 2011, pp. 1–6.
- [21] B. B. Carter, J. F. Shannon, and J. R. Forshaw, "Measurement of displacement and strain by capacitance methods," in in *Proc. Inst. Mech. Eng. 5*, 1945, pp. 215–221.
- [22] J. Li, J. P. Longtin, S. Tankiewicz, A. Gouldstone, and S. Sampath, "Interdigital capacitive strain gauges fabricated by direct-write thermal spray and ultrafast laser micromachining," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 133, no. 1, pp. 1–8, Jan. 2007.
- [23] R. Matsuzaki and A. Todoroki, "Wireless flexible capacitive sensor based on ultra-flexible epoxy resin for strain measurement of automobile tires," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 140, no. 1, pp. 32–42, Oct. 2007.
- [24] A. B. Render and P. D. Bradley, "The development of a parachute strain measurement technique," in *American Institute of Aeronautics and Astronautics*, 1986, pp. p. 194–202.
- [25] X. Lin, K. Zhou, X. Zhang, and D. Zhang, "Development, modeling and application of piezoelectric fiber composites," *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, vol. 23, no. 1, pp. 98–107, Jan. 2013.
- [26] H. P. Konka, M. a. Wahab, and K. Lian, "Piezoelectric fiber composite transducers for health monitoring in composite structures," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 194, pp. 84–94, May 2013.
- [27] A. Weder, S. Geller, A. Heinig, T. Tyczynski, W. Hufenbach, and W.-J. Fischer, "A novel technology for the high-volume production of intelligent composite structures with integrated piezoceramic sensors and electronic components," *Sensors and Actuators A: Physical*, pp. 1–5, Feb. 2013.
- [28] D. Yang, X. Tao, and A. Zhang, "Optical responses of FBG sensors under deformations," in in *Smart Fibres, Fabrics & Clothing*, 2001, p. 150.
- [29] F. J. Arregui, I. R. Matias, and M. Lopez-amor, "Optical fiber strain gauge based on a tapered single-mode fiber," *Sensors and Actuators*, no. 79, pp. 90–96, 2000.

- [30] P. T. Gibbs and H. H. Asada, "Wearable Conductive Fiber Sensors for Multi-Axis Human Joint Angle Measurements.," *Journal of neuroengineering and rehabilitation*, vol. 2, no. 1, p. 7, Mar. 2005.
- [31] Peratech, "QTC™ Material Science The Physics of QTC™ Material Operation," 2013. [Online]. Available: <http://www.peratech.com/qtc-science.html>. [Accessed: 27-Aug-2013].
- [32] L. Flandin, a. Chang, S. Nazarenko, a. Hiltner, and E. Baer, "Effect of strain on the properties of an ethylene-octene elastomer with conductive carbon fillers," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 76, no. 6, pp. 894–905, May 2000.
- [33] L. Flandin, a. Hiltner, and E. Baer, "Interrelationships between electrical and mechanical properties of a carbon black-filled ethylene–octene elastomer," *Polymer*, vol. 42, no. 2, pp. 827–838, Jan. 2001.
- [34] R. Zhang, H. Deng, R. Valenca, J. Jin, Q. Fu, E. Bilotti, and T. Peijs, "Carbon nanotube polymer coatings for textile yarns with good strain sensing capability," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 179, pp. 83–91, Jun. 2012.
- [35] J. Rausch and E. Mäder, "Health monitoring in continuous glass fibre reinforced thermoplastics: Tailored sensitivity and cyclic loading of CNT-based interphase sensors," *Composites Science and Technology*, vol. 70, no. 13, pp. 2023–2030, Nov. 2010.
- [36] C. Li, E. T. Thostenson, and T. Chou, "Sensors and actuators based on carbon nanotubes and their composites : A review," *Composites Science and Technology*, vol. 68, pp. 1227–1249, 2008.
- [37] P. Xue, X. M. Tao, and H. Y. Tsang, "In situ SEM studies on strain sensing mechanisms of PPy-coated electrically conducting fabrics," *Applied Surface Science*, vol. 253, no. 7, pp. 3387–3392, Jan. 2007.
- [38] J. P. Wang, P. Xue, and X. M. Tao, "Strain sensing behavior of electrically conductive fibers under large deformation," *Materials Science & Engineering A*, vol. 528, no. 6, pp. 2863–2869, 2011.
- [39] J. N. Aneli, G. E. Zaikov, and L. M. Khananashvili, "Effects of Mechanical Deformations on the Structurization and Electric Conductivity of Electric Conducting Polymer BLACK-FILLED RUBBERS UNDER," *Journal of Applied Polymer Science*, vol. 74, pp. 601–621, 1999.
- [40] M.-C. Choi, Y. Kim, and C.-S. Ha, "Polymers for flexible displays: From material selection to device applications," *Progress in Polymer Science*, vol. 33, no. 6, pp. 581–630, Jun. 2008.
- [41] D. W. Hatchett and M. Josowicz, "Composites of intrinsically conducting polymers as sensing nanomaterials.," *Chemical reviews*, vol. 108, no. 2, pp. 746–69, Feb. 2008.
- [42] X. Lu, W. Zhang, C. Wang, T.-C. Wen, and Y. Wei, "One-dimensional conducting polymer nanocomposites: Synthesis, properties and applications," *Progress in Polymer Science*, vol. 36, no. 5, pp. 671–712, May 2011.
- [43] Y. Long, Z. Chen, X. Zhang, J. Zhang, and Z. Liu, "Synthesis and electrical properties of carbon nanotube polyaniline composites.," *Appl Phys Lett*, vol. 85, pp. 1796–8., 2004.

- [44] Y. Long, Z. Chen, X. Zhang, J. Zhang, and Z. Liu, "Electrical properties of multi-walled carbon nanotube/polypyrrole nanocables: percolation-dominated conductivity.," *J Phys D Appl Phys*, vol. 37, pp. 1965–9, 2004.
- [45] W. Feng, X. Bai, Y. Lian, J. Liang, X. Wang, and K. Yoshino, "Well-aligned polyaniline/carbon-nanotube composite films grown by in-situ aniline polymerization.," *Carbon*, vol. 41, pp. 1551–7, 2003.
- [46] E. P. Scilingo, F. Lorussi, A. Mazzoldi, and D. De Rossi, "Strain-Sensing Fabrics for Wearable Kinaesthetic-Like Systems," *IEEE SENSORS JOURNAL*, vol. 3, no. 4, pp. 460–467, 2003.
- [47] F. Lorussi, W. Rocchia, E. P. Scilingo, A. Tognetti, and D. DeRossi, "Wearable, redundant fabric-based sensor arrays for reconstruction of body segment posture," *IEEE Sensors Journal*, vol. 4, no. 6, pp. 807–818, 2004.
- [48] R. Bartalesi, N. Carbonaro, F. Lorussi, M. Tesconi, A. Tognetti, G. Zupone, and D. DeRossi, "Smart textiles: Toward a wearable motion capture system," in *Ninth International Symposium on the 3D analysis of Human Movement*, 2006.
- [49] Z. S. Levin, C. Robert, J. F. Feller, M. Castro, and J. C. Grunlan, "Flexible latex — polyaniline segregated network composite coating capable of measuring large strain on epoxy," *SMARTMATERIALS AND STRUCTURES*, vol. 22, 2013.
- [50] A. Elschner, S. Kirchmeyer, W. Lövenich, U. Merker, and K. Reuter, *PEDOT: Principles and applications of an intrinsically conductive polymer*, CRC press. 2011.
- [51] I. Generally and T. Pedot, "Coating Guide Clevios™ P Formulations," no. 03. pp. 1–12, 2012.
- [52] U. Lang, N. Naujoks, and J. Dual, "Mechanical characterization of PEDOT:PSS thin films," *Synthetic Metals*, vol. 159, no. 5–6, pp. 473–479, Mar. 2009.
- [53] G. Latessa, F. Brunetti, a. Reale, G. Saggio, and a. Di Carlo, "Piezoresistive behaviour of flexible PEDOT:PSS based sensors," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 139, no. 2, pp. 304–309, Jun. 2009.
- [54] M. Akerfeldt, M. Straat, and P. Walkenstrom, "Electrically conductive textile coating with a PEDOT-PSS dispersion and a polyurethane binder," *Textile Research Journal*, vol. 83, no. 6, pp. 618–627, Nov. 2012.
- [55] M. Akerfeldt, M. Straat, and P. Walkenstrom, "Influence of coating parameters on textile and electrical properties of a poly(3,4-ethylene dioxythiophene):poly(styrene sulfonate)/polyurethane-coated textile," *Textile Research Journal*, Jun. 2013.
- [56] C. Chen, J. C. Larue, R. D. Nelson, L. Kulinsky, and M. J. Madou, "Electrical Conductivity of Polymer Blends of Poly (3 , 4- ethylenedioxythiophene) : Poly (styrenesulfonate) : N - Methyl-2-pyrrolidinone and Polyvinyl Alcohol," *Journal of Applied Polymer Science*, pp. 1–8, 2011.
- [57] C. Chen, A. Torrents, L. Kulinsky, R. D. Nelson, M. J. Madou, L. Valdevit, and J. C. LaRue, "Mechanical characterizations of cast Poly(3,4-

- ethylenedioxythiophene):Poly(styrenesulfonate)/Polyvinyl Alcohol thin films," *Synthetic Metals*, vol. 161, no. 21–22, pp. 2259–2267, Nov. 2011.
- [58] J. K. Kim, C. S. Park, D. W. Lee, S. M. Cho, and C. R. Han, "Measurement of the gauge factor of carbon fiber and its application to sensors," *Microelectronic Engineering*, vol. 85, no. 5–6, pp. 787–791, May 2008.
- [59] L. Guo, L. Berglin, and H. Mattila, "Textile Strain Sensors Characterization - Sensitivity , Linearity , Stability and Hysteresis," *Nordic Textile Journal*, no. 2, p. 51, 2010.
- [60] I. Prabir, K. P. Leader, S. B. Warner, Y. K. Kim, C. H. Chen, D. Paul, and C. Lo, "Quantum Tunneling Nanocomposite Textile Soft Structure Sensors and Actuators," *National Textile Center Annual Report*, no. November, p. Project No : M04–MD07, 2005.
- [61] A. Sawhney and C. H. Chen, "Soft-structured sensors and connectors by Inkjet Printing," *Aatcc Review*, vol. 7, no. 6, pp. 1–10, 2007.
- [62] T. Bashir, M. Ali, N.-K. Persson, S. K. Ramamoorthy, and M. Skrifvars, "Stretch sensing properties of conductive knitted structures of PEDOT-coated viscose and polyester yarns," *Textile Research Journal*, Jul. 2013.
- [63] T. Bashir, M. Ali, S.-W. Cho, N.-K. Persson, and M. Skrifvars, "OCVD polymerization of PEDOT: effect of pre-treatment steps on PEDOT-coated conductive fibers and a morphological study of PEDOT distribution on textile yarns," *Polymers for Advanced Technologies*, vol. 24, no. 2, pp. 210–219, Feb. 2013.
- [64] C. Cochrane, V. Koncar, and C. Dufour, "Création d' un capteur d' allongement souple , compatible textile," in *MATERIAUX 2006*, 2006.
- [65] C. Cochrane, V. Koncar, M. Lewandowski, and C. Dufour, "Design and Development of a Flexible Strain Sensor for Textile Structures Based on a Conductive Polymer Composite," *Sensors (Basel, Switzerland)*, no. 7, pp. 473–492, 2007.
- [66] D. Corporation, "Printex material safety data sheet." Ridgefield Park, 1994.
- [67] Alphagary, "EVOPRENE TM HP Thermoplastic Elastomer (TPE) Compounds," vol. 28134, no. July. 2007.
- [68] S. Nauman, I. Cristian, and V. Koncar, "Simultaneous application of fibrous piezoresistive sensors for compression and traction detection in glass laminate composites.," *Sensors (Basel, Switzerland)*, vol. 11, no. 10, pp. 9478–98, Jan. 2011.
- [69] J. Rausch and E. Mäder, "Health monitoring in continuous glass fibre reinforced thermoplastics : Manufacturing and application of interphase sensors based on carbon nanotubes," *Composites Science and Technology*, vol. 70, no. 11, pp. 1589–1596, 2010.
- [70] C.-T. Huang, C.-L. Shen, C.-F. Tang, and S.-H. Chang, "A wearable yarn-based piezo-resistive sensor," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 141, no. 2, pp. 396–403, Feb. 2008.

- [71] C.-T. Huang, C.-F. Tang, M.-C. Lee, and S.-H. Chang, "Parametric design of yarn-based piezoresistive sensors for smart textiles," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 148, no. 1, pp. 10–15, Nov. 2008.
- [72] C. Huang, C. Tang, M. Lee, and S. Chang, "Parametric design of yarn-based piezoresistive sensors for smart textiles," *Sensors and Actuators A : Physical*, vol. 148, pp. 10–15, 2008.
- [73] V. Koncar, C. Cochrane, and M. Lewandowski, "TEXTILE SENSORS & ACTUATORS BASED ON CONDUCTIVE," pp. 1–2.
- [74] S. Nauman, I. Cristian, and V. Koncar, "DESIGN AND OPTIMIZATION OF PIEZORESISTIVE SENSORS FOR CONDITIONAL HEALTH MONITORING OF 3D WOVEN CARBON REINFORCED COMPOSITES," pp. 3–6.
- [75] C. P. Division, "Clevios™ p," no. 81075818, pp. 1–2, 2010.
- [76] S. Contents and P. Class, *POLYMER DATA HANDBOOK*. Oxford university press, 1999.
- [77] Sigma Aldrich, "Specification Sheet." 2012.
- [78] C. P. Division, "Clevios™ p form. cpp105d," no. 81076866, pp. 1–3, 2010.
- [79] F. Winding, "PRODUCT INFORMATION SE 1200 SE 1200."
- [80] P. Description and U. Benefits, "Hybon 2001," pp. 20–21, 2001.
- [81] T. Bashir, "Conjugated Polymer-based Conductive Fibers for Smart Textile Applications," CHALMERS UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, UNIVERSITY OF BORÅS, 2013.
- [82] F. Louwet, L. Groenendaal, J. Dhaen, J. Manca, J. Van Luppen, E. Verdonck, and L. Leenders, "PEDOT/PSS: synthesis, characterization, properties and applications," *Synthetic Metals*, vol. 135–136, pp. 115–117, Apr. 2003.
- [83] MTS, "MTS Insight® Electromechanical Testing Systems." .
- [84] Microworld, "« Four Point Probe Resistivity»," vol. 33, no. 2. pp. 1–9.
- [85] K. Instruments, "Series 3700A System Switch / Multimeter User ' s Manual," no. July, 2011.
- [86] K. Instruments, "Model 3724 Dual 1x30 FET Multiplexer Specifications 60 differential channels , Automatic CJC w / 3724-ST DUAL 1X30 MULTIPLEXER CARD Model 3724 Dual 1x30 FET Multiplexer Specifications 60 differential channels , Automatic CJC w / 3724-ST GENERAL ;," no. July, pp. 2–5, 2008.
- [87] Keithley instruments, "TSP and Scripting for Programmable Instruments." [Online]. Available: <http://www.keithley.com.cn/emarketing/resourceguides/lxitsp>. [Accessed: 13-Oct-2013].
- [88] S.-R. D. May and C. Plc, "Model 3706 Multimeter / Switch System DC SPECIFICATIONS Model 3706 Multimeter / Switch System," no. May. pp. 3–8, 2010.

- [89] F. Chen, D.-J. Kang, and J.-H. Park, "New measurement method of Poisson's ratio of PVA hydrogels using an optical flow analysis for a digital imaging system," *Measurement Science and Technology*, vol. 24, no. 5, p. 055602, May 2013.
- [90] P. Delachartre, "Characterization of PVA Cryogel for Intravascular Ultrasound Elasticity Imaging," no. Umr 5515, 2003.
- [91] "How to measure Sheet Resistance and Conductivity of Clevios™ Films ? Basics."
- [92] S. BENLTOUFA, "ETUDE DE LA FOULE," 2007. [Online]. Available: http://benltoufa.6te.net/contenu/etude_de_la_foule.html. [Accessed: 17-Oct-2013].
- [93] J. Vilfayeau, D. Crepin, F. Boussu, and P. Boisse, "Numerical modelling and simulation of the weaving process for textile composite applications," 2012.