

# Etude et caractérisation à la nanoéchelle des propriétés interfaciales de matériaux nanocomposites diélectriques

Laboratoire de Physique des Nanomatériaux et Energie (LPNE)  
Institut Matériaux

Philippe LECLERE

[philippe.leclere@umons.ac.be](mailto:philippe.leclere@umons.ac.be)

En raison de leur faible coût, la facilité d'utilisation et de mise en œuvre, l'inertie chimique et les propriétés électriques très attrayantes, les matériaux polymères ont été largement utilisés dans les systèmes d'isolation électrique. Cependant, avec les nouvelles tendances pour développer une isolation électrique plus efficace et plus fiable dans le domaine de l'électronique et du génie électrique, les matériaux isolants polymères contenant des nano-charges (généralement inférieurs à 10 wt. %), ont gagné une attention accrue dans les systèmes électriques et l'ingénierie des dispositifs pour les hautes tensions. Il s'agit du domaine en plein développement qui s'intéresse aux matériaux nanocomposites diélectriques (*nanodielectrics*)

Récemment, il a été récemment démontré que les matériaux nanocomposites hybrides organiques/inorganiques assurent une nette amélioration de leur fonctionnement à haute température/haute tension et permettent ainsi à l'isolant électrique de renforcer ses propriétés diélectriques. Il a été notamment établi que certaines modifications des propriétés électriques telles que la permittivité, la dégradation diélectrique (*dielectric breakdown*), ou la durée de vie sont souvent accordées à l'interphase entre la matrice et la nanoparticule, interphase où la présence des nanoparticules modifie les propriétés électriques de la matrice.

En outre, de nombreuses études ont montré que la fonctionnalisation de surface des nanoparticules permet une meilleure dispersion des particules au sein de la matrice hôte. Cette meilleure dispersion affecte la zone interphase et joue un rôle majeur dans l'amélioration des propriétés des nanocomposites. Cependant, le rôle de l'interphase reste théorique et peu de résultats expérimentaux existent pour décrire ce phénomène. Par conséquent, en raison de son échelle nanométrique, la caractérisation des propriétés interfaciales demeure un défi majeur.

Outre la fabrication par des processus conventionnels des échantillons modèles au départ des matériaux possédant des propriétés connues et contrôlables, le mémoire proposé a pour but essentiel de caractériser cette interphase matrice/charge d'un point de vue de ses propriétés mécaniques et électriques à la nanoéchelle en ayant recours aux techniques de microscopies à sonde locale. D'une part, le mode *PeakForce Tapping*, qui permet une cartographie quantitative des propriétés mécaniques, sera privilégié. D'autre part, pour les mesures électriques, la microscopie à force électrostatique (*Electrostatic Force Microscopy – EFM*) et à sonde de Kelvin (*Kelvin Probe Force Microscopy – KPFM*) et la toute récente *Scanning Microwave Impedance Microscopy (sMIM)* seront utilisées. L'analyse multidimensionnelle des données acquises fera également partie du travail expérimental.

*In fine*, une tentative de corrélation des observations locales avec le comportement macroscopique des matériaux étudiés constituera l'aboutissement du mémoire. Ainsi, la confrontation de l'ensemble des données aux modèles macroscopiques existants et/ou la proposition de modèles phénoménologiques permettra de mieux comprendre les phénomènes locaux qui affecte ce comportement et idéalement être en mesure de le prédire et de l'adapter au mieux pour la conception de futurs systèmes de nanocomposites plus performants.

# Elaboration et caractérisation de nanogénérateurs piézoélectriques respectueux de l'environnement

Laboratoire de Physique des Nanomatériaux et Energie (LPNE)  
Institut Matériaux

Philippe LECLERE  
[philippe.leclere@umons.ac.be](mailto:philippe.leclere@umons.ac.be)

Le développement de sources d'énergie renouvelables et durables basées sur des matériaux respectueux de l'environnement pouvant générer de l'énergie en utilisant des énergies ambiantes est une étape importante pour préserver notre environnement et encourager une croissance économique durable. L'émergence récente de cellules solaires à base de pérovskites a révolutionné la technologie photovoltaïque avec des taux de conversion de puissance sans précédent.

Bien que l'énergie solaire soit extrêmement élevée pour la récupération d'énergie, les changements brusques des conditions environnementales, y compris les changements météorologiques et les facteurs dépendant du temps, peuvent considérablement affecter l'efficacité des cellules solaires. Les nanogénérateurs piézoélectriques (*Piezoelectric Nanogenerators - PENG*) quant à eux ne produisent peut-être pas d'énergies plus élevées que les énergies solaires, mais ils ont été un point d'attention récent de la recherche en raison de leur capacité potentielle à récolter de l'énergie de l'environnement ambiant. Les caractéristiques essentielles des matériaux piézoélectriques tels que leur légèreté, leur flexibilité et leur caractère respectueux de l'environnement permettent leur applicabilité dans une variété de dispositifs électroniques.

Les matériaux de pérovskite aux halogénures de plomb ont récemment fait l'objet d'une attention particulière pour une utilisation dans divers dispositifs tels que le photovoltaïque, les diodes électroluminescentes (LED). En plus de ces applications conventionnelles, les pérovskites ont récemment été étendues aux applications piézoélectriques. La première application de récupération d'énergie piézoélectrique utilisant des couches minces de pérovskite MAPbI<sub>3</sub> a été signalée pour la première par Kim *et al.* [*J. Mater. Chem. A* 4 (2016) 756-763.]. Cependant, les problèmes environnementaux et de santé publique ont suscité de sérieuses préoccupations quant à la viabilité des générateurs piézoélectriques contenant du plomb. Par conséquent, des dispositifs de pérovskite sans plomb ont récemment été proposés comme une alternative prometteuse.

Le but de ce mémoire, de nature essentiellement expérimentale, consistera à élaborer des matériaux composites à base de pérovskite sans plomb et d'un polymère piézoélectrique (le polyfluorure de vinylidène - PVDF) et de caractériser leurs propriétés morphologiques, mécaniques, diélectriques et piézoélectriques au moyen de techniques de microscopies à sonde locale. Idéalement, la réalisation d'un PENG constituera un objectif final ambitieux du travail proposé.

# Mesure des propriétés mécaniques et piézoélectriques de films et de nanostructures d'oxydes métalliques par microscopie à sonde locale

Laboratoire de Physique des Nanomatériaux et Energie (LPNE)  
Institut Matériaux

Philippe LECLERE

[philippe.leclere@umons.ac.be](mailto:philippe.leclere@umons.ac.be)

Dans les technologies qui visent à collecter et transformer l'énergie mécanique en énergie électrique, les matériaux piézoélectriques jouent un rôle essentiel. Parmi les matériaux les plus prometteurs, les oxydes métalliques, comme le ZnO, possèdent plusieurs avantages. En effet, il est caractérisé par une excellente stabilité chimique, une bonne biocompatibilité, est écologique, peu coûteux et facile à synthétiser. Sous forme de nanofils, le ZnO assure un transfert de charge efficace le long de l'axe du nanofil car il possède moins de joints de grains et de défauts que ses « concurrents ». Enfin, il présente de bonnes propriétés piézoélectriques et peut être déposé sur une large gamme de substrats, y compris flexibles.

Le mémoire expérimental proposé a pour but essentiel d'analyser des échantillons de ZnO (films minces et nanofils) qui seront directement fournis par le Département Opto-AcoustoElectronique (DOAE) de l'Institut d'Electronique, de Microélectronique et de Nanotechnologie (IEMN) (Université Polytechnique Hauts-de-France, Valenciennes). Ces échantillons seront synthétisés à Valenciennes par une technique de croissance en phase liquide par voie hydrothermale. Cette approche simple et peu onéreuse permet la synthèse rapide de nombreux échantillons.

Afin de caractériser ces différents échantillons, nous aurons recours aux techniques de microscopies à sonde locale et en particulier le mode *Peak Force Tapping* pour les propriétés mécaniques et la *Piezoresponse Force Microscopy (PFM)* et en particulier la *switching spectroscopy PFM* pour les propriétés piézoélectriques locales. Une calibration préalable de ces techniques sera effectuée sur des matériaux plus conventionnels comme le PZT (titano-zirconates de plomb) ou le titanate de Baryum ( $\text{BaTiO}_3$ ). Les données collectées seront ensuite comparées à des modèles théoriques qui sont développés en collaboration entre les deux laboratoires.

# **Création et implémentation d'un code Python pour l'analyse quantitative des propriétés mécaniques à la nanoéchelle de matériaux basée sur des algorithmes de Machine Learning**

Laboratoire de Physique des Nanomatériaux et Energie  
Institut Matériaux

Philippe LECLERE  
[philippe.leclere@umons.ac.be](mailto:philippe.leclere@umons.ac.be)

La connaissance des propriétés physiques et chimiques à la nanoéchelle des matériaux est essentielle afin de comprendre et d'ensuite prédire le comportement macroscopique de ceux-ci. Parmi les techniques de caractérisation expérimentale, les microscopies à sonde locale représentent une famille d'instruments de mesure de plus en plus pertinents.

De manière à établir une cartographie quantitative de ces propriétés, il est important d'enregistrer, pour chaque pixel de l'image, l'évolution de la force en fonction de la distance séparant la pointe du microscope et l'échantillon analysé. Il s'agit des courbes de force. Pour ce faire, nous aurons donc recours à des techniques récentes de microscopies à sonde locale (Peak Force Tapping, imAFM, Nano Dynamic Mechanical Analysis, ...) pour générer un ensemble de courbes de force sur une série de matériaux choisis comme modèles (films polymères, nanocomposites, hydrogels, ...).

Les propriétés mécaniques (comme le module de rigidité, l'adhésion, la déformation, l'indentation) ou viscoélastiques (module de stockage, module de perte) sont ensuite obtenues grâce à l'utilisation de modèles théoriques décrivant le contact mécanique entre la pointe et l'échantillon. Les modèles existants (souvent complexes) sont généralement adaptés pour un type de matériau donné (polymère, céramique, ...).

Le mémoire proposé a pour but essentiel de produire un code (Python) qui permettra la création d'une interface graphique qui fournira, sur base d'une analyse des courbes de force et l'utilisation du modèle mécanique le plus approprié, les différentes cartographies. Au départ des données initiales, des algorithmes d'apprentissage (basé sur le deep learning) seront mis en œuvre, afin de minimiser l'intervention de l'utilisateur, en « triant » au préalable les courbes de force sur base de critères objectifs. Des méthodes de data clustering (comme la PCA, le K-means, ou l'Automated Gaussian Mixed Model, ...) permettront par la suite de générer les différentes cartographies.

Le/la candidat.e devra posséder de bonnes connaissances en programmation (Python). Il/elle devra intégrer un ensemble de modules (déjà existants au laboratoire ou à créer) au sein du futur code. Il/elle interagira fortement avec les chercheurs qui effectueront les mesures expérimentales qui serviront à la validation du code.