



Université Claude Bernard



# DIPLÔME NATIONAL DE DOCTORAT

(Arrêté du 25 mai 2016)

Date de la soutenance : **16 décembre 2021**

Nom de famille et prénom de l'auteur : **Madame MANEVAL Léa**

Titre de la thèse : « *Enduction du graphène sur un fil de coton : formulation et étude des propriétés de conduction électrique* »

## Résumé



La thèse s'inscrit dans le projet FUI FILOGRAPH qui réunit trois partenaires industriels (Moulinage du, Science et Surface et Graphene Production) et un laboratoire de recherche publique, l'IMP. L'objectif du projet est de développer un fil de coton conducteur à base de graphène qui pourrait ensuite être tissé ou tricoté, dans le but de produire des textiles intelligents à des coûts compétitifs. Le graphène a été choisi comme charge conductrice pour l'enduction de fils de coton du fait de sa conductivité électrique élevée (supérieure à  $20 S/cm$  sous forme de poudre). Deux approches ont été étudiées : par enduction du fil de coton avec une suspension aqueuse de graphène et par greffage de feuillets de graphène modifiés sur le fil de coton. Une formulation aqueuse de graphène à 0,5 % massique a été mise au point à partir d'un tensioactif cationique (le CTAB) et un tensioactif non ionique (le Brij L23) tous deux à une concentration massique égale à 1,5 fois leur concentration micellaire critique. Le graphène et le fil de coton ayant tous les deux un potentiel zêta négatif, l'utilisation de CTAB a permis d'avoir des interactions électrostatiques favorables entre le fil de coton et les feuillets de graphène. Le Brij L23 a permis la dispersion des feuillets de graphène dans l'eau. La valeur maximale de la conductivité des fils enduits a été obtenue à la rupture du fil sous un étirement proche de 14 % ce qui représente une augmentation de deux à quatre décades par rapport à la valeur initiale. Les valeurs de conductivité mesurées à la rupture sont répétables avec une moyenne sur dix fils de  $1,11 S/cm$  et un écart type de  $0,39 S/cm$ . Une autre stratégie a mis en jeu la fonctionnalisation du graphène par des molécules bifonctionnelles contenant des groupes fonctionnels pouvant réagir à la fois sur les doubles liaisons du graphène et sur la chaîne cellulosique du fil de coton. La fonctionnalisation des feuillets de graphène a été réalisée par une réaction de cycloaddition à partir de nitrènes (densité de greffage =  $0,1 mmol/g$ ) ou par une addition radicalaire d'un sel diazonium synthétisé in situ (densité de greffage =  $0,4 mmol/g$ ). Cependant, ces quantités n'ont pas été suffisantes pour réagir avec le fil de coton. De plus, le

graphène oxydé (GO) a été modifié par une réaction de substitution nucléophile en présence de l'acide chloroacétique ou de l'éthylène diamine pour augmenter respectivement la proportion de fonctions acide carboxylique ou de fonctions amine à la surface des feuillets. La conductivité des fils greffés par les GO modifiés est de l'ordre de  $10^{-4} S/cm$  après une étape de réduction.