



HAL
open science

Études et développements de procédés de "transfer printing" pour l'intégration de jauges de contrainte au sein et à la surface de matériaux complexes

Gaëtan Herry

► **To cite this version:**

Gaëtan Herry. Études et développements de procédés de "transfer printing" pour l'intégration de jauges de contrainte au sein et à la surface de matériaux complexes. Electronique. Université de Rennes, 2023. Français. NNT : 2023URENS010 . tel-04210652

HAL Id: tel-04210652

<https://theses.hal.science/tel-04210652>

Submitted on 19 Sep 2023

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

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

THESE DE DOCTORAT

UNIVERSITE DE RENNES

ECOLE DOCTORALE N° 601

*MAthématiques, Télécommunications, Informatique,
Signal, Systèmes, Électronique*

Spécialité : ELECTRONIQUE

Par

Gaëtan HERRY

**Etudes et développements de procédés de « transfer printing »
pour l'intégration de jauges de contrainte au sein et à la surface
de matériaux complexes**

Thèse en vue d'une soutenance à Rennes, le 13 avril 2023

Unité de recherche : Institut d'Electronique et des Technologies du numéRique (IETR), UMR 6164

Rapporteurs avant soutenance :

Sylvain BLAYAC

Stéphanie ESCOUBAS

Professeur, Département d'électronique Flexible, Ecole des mines Saint-Etienne

Professeur, IM2NP, Université d'Aix-Marseille

Composition du Jury :

Président : Jean-François FELLER

Professeur, IRDL, Université de Bretagne Sud

Examineurs : Hélène DEBEDA
Brice LE BORGNE

Maître de conférences (HDR), IMS, Université de Bordeaux
Maître de conférences, GREMAN, Université de Tours

Dir. de thèse : Maxime HARNOIS
France LE BIHAN

Ingénieur CNRS (HDR), IETR, Université de Rennes
Professeur, IETR, Université de Rennes

Invité : Éric ROBIN

Maître de conférences, Laboratoire IPR, Université de Rennes

Table des matières

Introduction	9
Chapitre 1 : Electronique sur des substrats non-conventionnels	13
1 - Contexte et enjeux	13
2 - L'électronique sur substrat 2D monté sur des surfaces 3D	15
2. a. Electronique flexible et substrats inextensibles	16
2. a. I. Le substrat flexible et son évolution.....	16
2. a. II. Lightweight electronics.....	17
2. a. III. Approche hybride	18
2. a. IV. Pliage, découpe et méthodes approximatives : Origami et Kirigami	19
2. b. Electronique étirable et substrats déformables.....	20
2. b. I. Substrats étirables	21
2. b. II. Substrat thermoplastique / In Mold Electronics (IME).....	23
3 - Travail sur les designs des matériaux et des structures.....	24
3. a. Matériaux intrinsèquement étirables.....	24
3. b. « Design » des structures et des formes des matériaux	25
3. b. I. Fer à cheval / méandres / serpent in	25
3. b. II. Island-Bridge.....	26
3. b. III. Structures à vagues (Buckling).....	27
3. b. IV. Maillage	28
3. b. V. Microfissures	30
3. b. VI. Plan neutre	31
4 - L'électronique 3D	32
4. a. Impression 3D par fabrication additive	32
4. b. Laser Direct Structuring (LDS) et dépôt autocatalytique (electroless deposition).....	35
4. c. Lithographie en 3 Dimensions, lithographie holographique et soft lithographie	36
4. d. Discussions sur les limites de l'électronique 3D.....	38
5 - Les techniques de transfert.....	38
5. a. Enjeux	38
5. b. Les techniques de <i>transfer printing</i>	39
5. b. I. <i>Direct transfer</i>	39
5. b. II. Transfert par tampon	40
5. b. III. <i>Water Transfer Printing</i> et couche sacrificielle	41
6 - Bilan de l'état de l'art, problématique et organisation du manuscrit.....	43

Chapitre 2 : Les jauges de contraintes pour les applications de surveillance de l'intégrité des matériaux – Choix de l'application.....	47
1 - Contexte et enjeux de la surveillance de l'intégrité des matériaux.....	47
2 - Les matériaux composites.....	49
2. a. Introduction aux matériaux composites.....	49
2. b. Les types de composite et leur matrice	50
2. b. I. CMO : Composite à Matrice Organique	50
2. b. II. CMM : Composite à Matrice Métallique	52
2. b. III. CMC : Composite à Matrice Céramique	53
2. b. IV. Conclusion sur les différents types de matériaux composites.....	54
2. c. Procédés de fabrication	54
2. c. I. Stratification/moulage au contact	54
2. c. II. Infusion sous vide	55
2. c. III. RTM - <i>Resin Transfer Molding</i>	56
2. c. IV. Pré-imprégnés/prépregs.....	57
2. c. V. Autres procédés.....	57
3 - Technologies de surveillance de l'intégrité des matériaux composites.....	58
3. a. Surveillance en fabrication	59
3. b. Surveillance en exploitation	61
4 - Les jauges de contraintes	63
4. a. Introduction aux jauges de déformation.....	63
4. b. Jauges résistives/piézorésistives	67
4. c. Jauges capacitives.....	71
4. d. Jauges piézoélectriques.....	72
4. e. Jauges de contrainte à fibre optique à réseau de Bragg.....	73
4. e. Choix de la technologie	74
5 - Conclusion	75
Chapitre 3 : Dispositifs électroniques par <i>direct transfer printing</i> pour la détection de contraintes dans les matériaux composites.....	77
1 - Contexte et enjeux	77
2 - Procédés de fabrication des dispositifs.....	78
2. a. Matériaux sensibles utilisés et méthodes de dépôt associées.....	78
2. a. I. Dépôts métalliques.....	79
2. a. II. Dépôt du silicium microcristallin par PECVD	80
2. b. Substrat donneur.....	81

2. b. I. Rappels et problématique	81
2. b. II. Préparation du substrat donneur	82
2. c. Fabrication du capteur sur le substrat donneur	83
2. c. I. Jauge silicium	84
2. c. II. Jauge métallique	86
2. d. Transfert sur le receveur	87
2. d. I. Procédé de transfert.....	87
2. d. II. Caractérisation du transfert	90
2. e. Solution de transfert simplifiée pour les jauges métalliques	90
3 - Caractérisations en flexion d'un pli fonctionnalisé	92
3. a. Relation entre courbure et déformation	92
3. b. Réponse électrique sous contraintes mécaniques en flexion	95
3. b. I. Mise en place de la caractérisation	95
3. b. II. Résultats	96
3. b. III. Bilan	98
4 - Fabrication et caractérisations en flexion et en traction d'une structure composites multi plis instrumentés	98
4. a. Fabrication	99
4. b. Caractérisation en flexion.....	101
4. c. Caractérisation en traction	104
4. c. I. Tests en traction d'une éprouvette composite intégrant une jauge en μ C-Si dopé N	105
4. c. II. Tests en traction jusqu'à rupture de l'éprouvette intégrant une jauge silicium	107
4. c. III. Tests en traction d'une éprouvette composite intégrant une jauge métallique.....	108
4. c. IV. Tests en traction jusqu'à rupture de l'éprouvette intégrant une jauge métallique.....	109
4. c. V. Essais comparatifs avec des jauges réalisées sur substrat flexible intégré au sein du composite	110
5 - Travaux prospectifs sur les jauges intégrées dans les composites	112
5. a. Observation d'un délaminage	113
5. b. Observations optiques complémentaires	114
5. c. Caractérisations en température.....	117
5. c. I. Jauges silicium.....	117
5. c. II. Jauges métalliques	119
5. d. Tests prospectifs de transfert de motifs micrométriques et surveillance de la fabrication d'un composite	121
6 - Bilan.....	122

Chapitre 4 : Travaux prospectifs sur l'intégration de fonctions électroniques sur des objets 3D par Water Transfer Printing	125
1 - Contexte et enjeux	125
2 - <i>Water Tansfer Printing</i>	126
2. a. Rappel sur le <i>Water Transfer Printing</i>	126
2. b. Mécanisme de dissolution du substrat hydrosoluble, le polyvinyl alcool.....	126
2. c. Etat de l'art	127
2. d. Annonce des problématiques.....	131
3 - Travaux communs au programme de maturation	131
3. a. Fabrication et utilisation de film de PVA	132
3. b. Fabrication additive de pistes métalliques sur substrat PVA	133
3. c. Transfert.....	134
4 - <i>Transfer Printing</i> de jauge de contrainte silicium vers un procédé WTP	138
4. a. D'une feuille de kapton à un film de PVA.....	139
4. b. Réduction de l'épaisseur du kapton.....	142
4. c. Voies d'amélioration et études prospectives	148
5 - Bilan.....	153
Conclusion Générale	156
Bibliographie	159
Annexes	170

Introduction

La majeure partie de l'électronique fabriquée aujourd'hui utilise des substrats rigides et nécessite des méthodes de fabrication planaires. Cependant, les nouveaux besoins d'intégrer de l'électronique sur des surfaces complexes, des objets du quotidien donc en 3D, ou bien des surfaces dynamiques ne peuvent être totalement satisfaits par l'électronique conventionnelle 2D.

De ces limites sont nés de nouveaux types d'électronique moins conventionnels tels que l'électronique flexible ou bien l'électronique 3D conformable, tentant de pallier ces problématiques. D'innombrables champs applicatifs difficiles à adresser via les technologies planaires et/ou rigides usuelles peuvent être cités tels que l'optoélectronique curviligne, les écrans conformables, les dispositifs médicaux bio-intégrés, les capteurs de déformation, les antennes 3D, l'électronique sur l'épiderme, la robotique prothétique, la surveillance de la santé et environnementale, etc.

Depuis approximativement une décennie, diverses idées, technologies et innovations ont vu le jour et ne cessent de se développer pour surpasser les limites de l'électronique 2D. A ce jour, la plupart des dispositifs électroniques conformables sont issus de l'électronique flexible et sont fabriqués sur des substrats plans 2D qui peuvent être flexibles et extensibles avant d'être transférés sur un objet 3D. Plus le substrat est fin et souple, plus il permet aux dispositifs électroniques d'épouser les formes d'un objet. Cependant, plus on cherche à être conforme à l'objet et plus les dispositifs sont déformés, pouvant ainsi causer des défaillances mécaniques et donc électriques. Une seule technologie ne pouvant pas résoudre toutes les problématiques, beaucoup d'autres ont émergé ayant chacune leurs spécificités, telles que *l'inkjet printing*, le *transfer printing*, la lithographie holographique, ou bien l'utilisation de matériaux auto-assemblés.

Dans ce contexte de recherche à l'innovation disruptive dans les procédés d'électronique flexible et 3D, des membres du département OASiS (Organic And Silicon Systems) de l'Institut d'Electronique et des Technologies du numérique (IETR), ont entrepris le développement d'un procédé d'électronique transférable et conformable en 3D sans substrat. Conceptualisant alors un procédé d'hydrographie (aussi appelé *Water Transfer Printing*) adapté aux matériaux typiques de l'électronique, l'équipe a développé un moyen de transférer des matériaux conducteurs sur des surfaces 3D complexes et ce sans substrat, permettant ainsi une conformabilité optimale. De ces avancées et d'un brevet déposé, la problématique de thèse a été définie, dont l'idée originelle portait sur l'optimisation du procédé de transfert et de fabrication de dispositifs couches minces et multicouches inorganiques à base de silicium.

D'autre part, notre choix d'application permettant de valider la qualité du transfert d'électronique s'est basé sur le savoir-faire de l'IETR, en particulier en matière de fabrication de jauges de contraintes à base de silicium déposé suivant des procédés de fabrication dits de « basse température » car inférieure à 200°C et compatible avec la plupart des matériaux de l'électronique flexible. En effet, par le passé, plusieurs thèses ont porté sur l'étude de capteurs de déformation sur substrat souple. De plus, la fabrication d'une jauge de contrainte à la surface curviligne d'un matériau lambda (pas nécessairement compatible avec les procédés salle blanche) illustre parfaitement l'intérêt de l'électronique 3D et des limites de l'électronique conventionnelle, justifiant ainsi notre choix.

Afin de présenter l'essentiel des résultats, ce mémoire est divisé en quatre chapitres.

Le premier chapitre est consacré à la présentation de l'état de l'art des concepts scientifiques et technologiques permettant de réaliser une électronique désignée dans ce manuscrit comme non-conventionnelle car non rigide, non plane, non nécessairement fabriquée sur un substrat 2D plan, etc. Une catégorisation des travaux permet d'établir une classification en quatre filières : l'une portant sur l'électronique réalisée sur substrat 2D puis montée en surface d'un objet 3D, la deuxième portant sur le travail sur les designs des structures et des matériaux, la suivante présentant l'électronique directement réalisée en 3D et la dernière portant sur le « *transfer printing* ». Une analyse fine de l'état de l'art a permis de dégager notre problématique et de justifier notre orientation d'investigation sur les technologies de *transfer printing*.

Le deuxième chapitre est consacré à l'aspect applicatif de ce sujet de thèse et présente les enjeux de la surveillance de l'intégrité structurelle de matériaux et plus particulièrement des matériaux composites. Une revue de ce type de matériaux et de leurs méthodes de fabrication est dressée, présentant leurs avantages et inconvénients. Dans un second temps, les technologies de surveillance de leur intégrité structurelle sont listées afin de positionner nos travaux portant sur une technologie à base de jauges de contrainte. La dernière partie de ce chapitre est dédiée à la présentation des technologies et des mécanismes de détection relatifs aux jauges de contraintes.

Le troisième chapitre est consacré à la présentation des résultats relatifs au *transfer printing* de jauges de contraintes à la surface et au cœur de matériaux composites en fibre de verre. Tout d'abord, le procédé de fabrication permettant le transfert des jauges de contraintes de la façon la moins intrusive possible est détaillé. Des variantes de ce procédé de fabrication seront présentées, incluant des jauges métalliques en constantan ainsi qu'en silicium microcristallin. Ses jauges seront caractérisées en flexion ainsi qu'en extension montrant les limites de chacune des technologies.

Le quatrième chapitre synthétise les résultats les plus significatifs sur la technologie *water transfer printing*. Bien que chronologiquement obtenus en premier, il a été choisi de les présenter en dernier. En effet, à la lecture de ce chapitre, il apparaîtra clairement au lecteur que le développement d'un procédé de fabrication par photolithographie d'un dispositif multicouche en technologies silicium est une problématique en soit, d'autant plus lorsqu'il s'agit de le rendre compatible avec les technologies de *transfer printing*. Ce chapitre a pour but de soulever les problématiques, les enjeux ainsi que des challenges de telles technologies, et dresse une liste de pistes de recherche permettant d'y répondre.

Enfin, une conclusion résumera les éléments essentiels issus de ces travaux et des perspectives de recherche seront proposées.

Chapitre 1 : Electronique sur des substrats non-conventionnels

1 - Contexte et enjeux

La tendance de ces dernières années est à la recrudescence d'applications cherchant à être au plus proche de l'environnement dans lequel elles interagissent. En effet, la miniaturisation des systèmes électroniques a longtemps été et est toujours un axe de recherche prioritaire en électronique tant sur le plan industriel qu'académique. Ces avancées rendent ainsi possible l'intégration de fonctions électroniques à de nouveaux secteurs, notamment dans le domaine des capteurs et de l'interaction homme machine tels que les implants biomédicaux sur épiderme^[1-3] par le biais de pansements ou d'électrodes, la robotique prothétique^[4], ou bien au plus proche du corps par des e-textiles^[5] et des habits intégrant des systèmes de mesures de paramètres physiologiques. La surveillance de la santé et de l'intégrité des matériaux structurels dans des structures d'ingénierie du BTP, de l'automobile, de l'aéronautique peut aussi être citée en exemple...

En effet, sans énoncer la loi de Moore, force est de constater qu'en étant capable de réduire la taille des systèmes électroniques, il devient alors possible d'en intégrer de plus en plus et d'imaginer de nombreux nouveaux usages. Les objets embarqués (embedded systems), l'IoT (Internet of Things) ou bien tout simplement les smartphones en sont les résultats et on ne peut que relater d'une immense émergence de nouveaux objets connectés rendue possible grâce à la miniaturisation.

De ces nouvelles applications embarquées, de nouveaux enjeux autres que la miniaturisation viennent s'ajouter : conformabilité, discrétion, flexibilité, non dégradation/intrusion, esthétisme, 3D, dynamisme, intégration à de nouveaux matériaux... Aujourd'hui, cependant, la majeure partie de la production d'électronique est réalisée en deux dimensions, sur des substrats plans et/ou rigides tels que les wafers de silicium ou les plaques de verre, par des procédés de fabrications d'électronique conventionnels. Ces derniers ne sont cependant pas adaptés à la plupart de ces nouveaux besoins.

Les substrats rigides sont généralement incompatibles avec la notion de conformabilité qui englobe les formes non planes et les procédés de fabrications conventionnels rencontrent des difficultés à s'adapter à de nouveaux matériaux cherchant la conformabilité. En effet, l'enjeu d'intégration n'est pas uniquement géométrique, il est aussi sur la nature des matériaux cibles sur lesquels on souhaite ajouter des fonctions électroniques et sur leur environnement d'utilisation. Ces nouveaux substrats sont dit non-conventionnels car plus complexes par leur nature et leur forme, c'est à dire des matériaux mous, à forme concave, hémisphériques, ellipsoïdes, non résistants à la température, biocompatibles, flexibles, biodégradables...

L'électronique plane et rigide ne pouvant donc pas répondre à tous les besoins de conformabilité, il est nécessaire d'adapter les procédés de fabrication d'électronique actuels aux nouveaux substrats et matériaux mais il est aussi essentiel d'en concevoir de nouveaux. L'intérêt de ces nouvelles technologies est donc de répondre aux besoins d'intégration de fonctions électroniques à la surface et au sein des matériaux.

Pour mieux comprendre les enjeux de ce domaine, il nous est utile de définir plusieurs notions. En effet, la communauté scientifique et industrielle utilise un large panel de vocabulaire pour essayer de décrire cet ensemble encore flou. De notre côté, nous venons d'introduire notre vision du secteur en mettant face à face l'électronique conventionnelle, et non-conventionnelle, se départageant entre la réalisation d'électronique sur substrat plan et rigide et à l'opposé sur des formes et des matériaux complexes. Les notions d'électronique 3D, électronique conformable, déformable, flexible, courbe, électronique non-planaire, exotique... se regrouperont sous l'effigie de l'électronique non-conventionnelle.

Dans ce manuscrit, les termes « conformable et conformabilité » se référeront à tout type d'électronique ou technologie cherchant à être au plus proche de la surface cible avec laquelle il interagit, en soi, le lien entre la fonction et son environnement.

La récente revue (2021) de Rich et al^[6] sur l'électronique intégrée à des surfaces courbes a permis de donner une bonne catégorisation des types de surfaces à adresser dans ce domaine, en réintroduisant la définition de surface non-développable (qui a été mathématiquement énoncée par C. F. Gauss en 1828) qui inclut toutes formes soulevant le problème du paquet cadeau telles que les sphères, les ellipsoïdes, les paraboloides... ; c'est-à-dire lorsqu'il est impossible d'envelopper parfaitement la surface d'une forme sans plis, découpe ou étirement de la feuille d'emballage. La figure 1 montre la relation entre des géométries et leur courbure de Gauss K permettant de définir les formes à surface développable et non-développable.

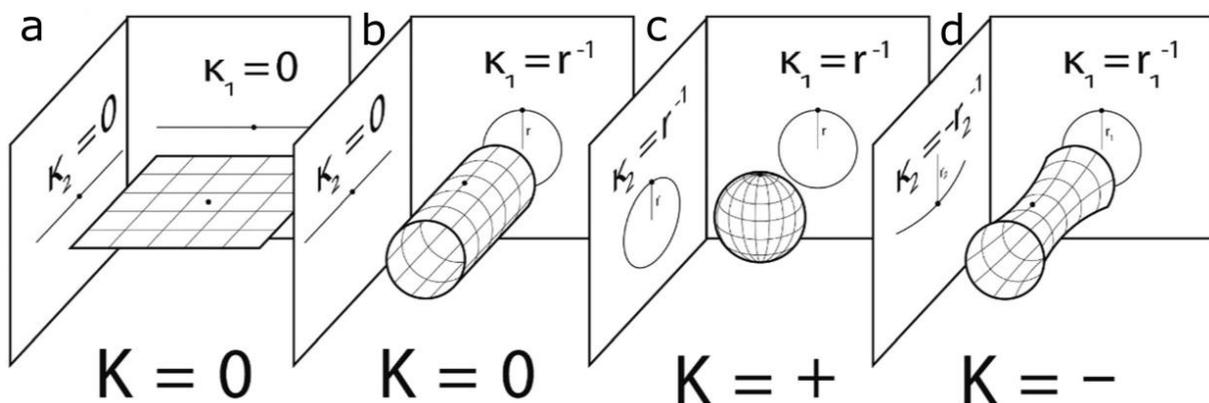


Figure 1 : Relation entre les géométries a) plane, b) cylindrique, c) sphérique, d) hyperboloïde, leurs principales courbures (k_1 et k_2) et la courbure Gaussienne (K). Les formes à courbure gaussienne non nulle sont dites non-développables.

Un substrat plan et flexible pourra en effet être déformé pour obtenir un cylindre comme le montre la figure 2.a (surfaces développables), mais ne pourra pas l'être sans plis et découpe lorsque l'on souhaite obtenir une demi-sphère ou un hyperboloïde (cf. figure 2.b).

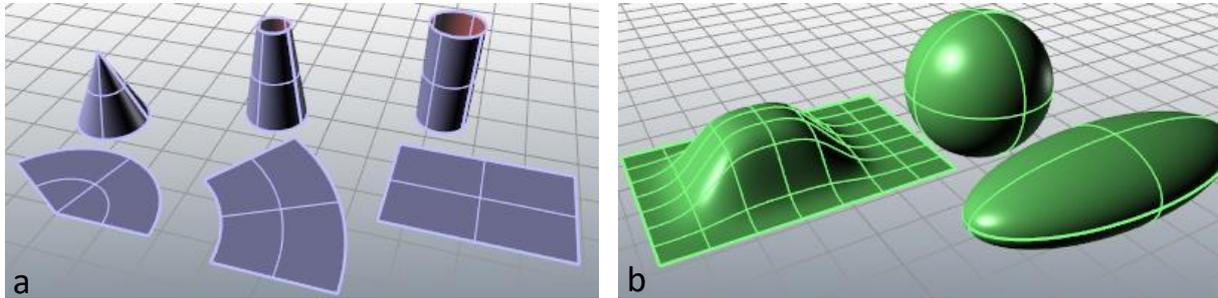


Figure 2 : Exemple de formes : a) développables, b) et non-développables.

Les surfaces développables pouvant ainsi être abordées plus facilement par des substrats flexibles, les technologies se spécialisent et s'adaptent pour répondre aux différentes formes mais aussi aux différents matériaux.

Ainsi, dans la suite de ce chapitre, nous présenterons les différentes technologies permettant d'adresser toutes ces formes et matériaux contenus dans l'électronique non-conventionnelle. Tout d'abord, nous nous intéresserons aux technologies utilisant des substrats flexibles ou étirables pouvant se monter sur des surfaces 3D (développables ou non). Puis nous développerons sur les technologies de fabrication directe sur objet 3D sans nécessité de substrat. Enfin, nous nous pencherons sur les techniques dites de transfert permettant le passage d'électronique d'un substrat « donneur » à une surface cible dite « receveur ».

2 - L'électronique sur substrat 2D monté sur des surfaces 3D

Comme expliqué précédemment, monter des substrats 2D sur des surfaces 3D relève d'un problème similaire à l'emballage d'un objet avec du papier de cadeaux. Inextensible mais flexible, le papier pourra envelopper sans plis ni découpe toutes les surfaces développables tel un carton (cf. figure 3.a). Le défi devient plus ardu dès lors que l'on souhaite emballer des surfaces non-développables comme par exemple celle d'un ballon (cf. figure 3.b).

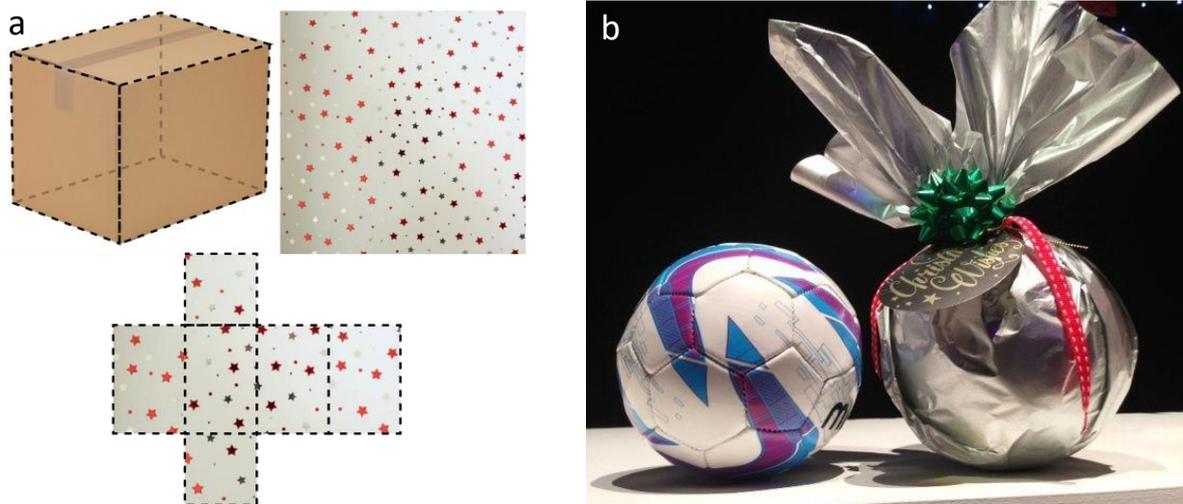


Figure 3 : Illustration du problème de l'emballage : a) emballage d'une forme développable, un cube, b) emballage d'une forme non-développable obligeant des plis, une sphère.

La problématique étant posée, la suite de cette section a pour but de décrire les technologies électroniques développées sur des substrats flexibles voire extensibles, dont la majeure partie est plastique. Elle a également pour intention de présenter les avancées en termes de conception des circuits intégrés et de design pour résister aux plis, aux étirements et aux contraintes mécaniques et technologiques dues à ces nouveaux substrats.

2. a. Electronique flexible et substrats inextensibles

2. a. 1. Le substrat flexible et son évolution

C'est en exploitant la souplesse de certains polymères que l'électronique flexible a vu le jour. L'électronique dite flexible consiste à réaliser des circuits imprimés et/ou des composants intégrés sur des substrats flexibles en utilisant les mêmes procédés de micro-fabrication (photolithographie, fabrication additive, gravure...) que leurs homologues fabriquant sur des substrats rigides.

Les substrats flexibles^[7] les plus utilisés aujourd'hui sont le polyimide aussi souvent appelé par son nom industriel de chez DuPont : Kapton, le PEEK (polyétheréthercétone) ou bien des films de polyester tel que le PET (polytéréphtalate d'éthylène) ou le PEN (polynaphtalate d'éthylène).

Les raisons du développement de l'électronique flexible sont liées à des besoins initiaux de gain d'espace et de réalisation d'interconnexions entre différents circuits imprimés. En effet, l'idée d'électronique flexible n'est pas nouvelle et les premières traces proviennent du début du 20^{ème} siècle où l'on souhaitait créer des interconnexions^[8]. De nos jours, l'électronique flexible est couramment utilisée pour permettre les connexions dans les boîtiers électroniques nécessitant un

gain d'espace et ne pouvant être possible sans torsion (cf. figure 4.a), mais aussi pour remplacer le câblage électronique classique plus lourd et plus encombrant pour des secteurs cherchant la réduction de poids tels que l'aérospatial ou les objets embarqués, de types smartphones et caméras (cf. figure 4.b). En outre, la flexibilité des substrats a rendu plus simple des applications dynamiques telles que les objets pliants de type ordinateur et téléphone portable à clapet, ou les capteurs de déformations (cf. figure 4.c).



Figure 4 : Applications de l'électronique flexible : a) interconnexions flexibles (PCB), b) appareil photo permettant de montrer le gain d'espace en 3D, c) jauge de déformation métallique sur substrat flexible de kapton.

Dans le cas d'intégration de façon conforme aux objets ou à l'environnement dans lequel on souhaite les utiliser, les substrats flexibles sont généralement montés en surface par le biais d'adhésif, ayant ainsi pour conséquences dans certains cas de problématiques industrielles et d'usages : de délaminage, de détachement, ou de non-compatibilité avec le milieu et donc résultant d'une difficulté d'intégration. En l'occurrence, ces substrats non-extensibles sont plus difficiles à monter dans le cas de surfaces non-développables.

Etant pour la majorité au stade de développement, les technologies non-conventionnelles citées en références scientifiques dans cette thèse ne décrivent pas ou que trop peu des aspects de complexité d'usage, de problématique de réparation et remplacement, ou de longévité et durabilité que le secteur industriel recherche. Il est donc à espérer qu'à l'avenir de nouvelles données seront accessibles.

2. a. II. Lightweight electronics

L'évolution de la recherche sur le développement de procédés de fabrication et de dispositifs plus conformes, a conduit au cours des années à diminuer l'épaisseur des substrats. Partant de feuilles de kapton de plus de 150 μm à ses débuts, aujourd'hui, les substrats montés en surface sont d'épaisseur inférieure à 25 μm dans la plupart des applications. Cet amincissement a pour but de rendre l'électronique plus conforme. En effet, une diminution de l'épaisseur favorise la souplesse et la flexibilité, qui sont intéressantes pour améliorer la conformabilité (cf. figure 5). Ces remarques sont également valables pour les couches de matériaux utilisés dans les composants intégrés.

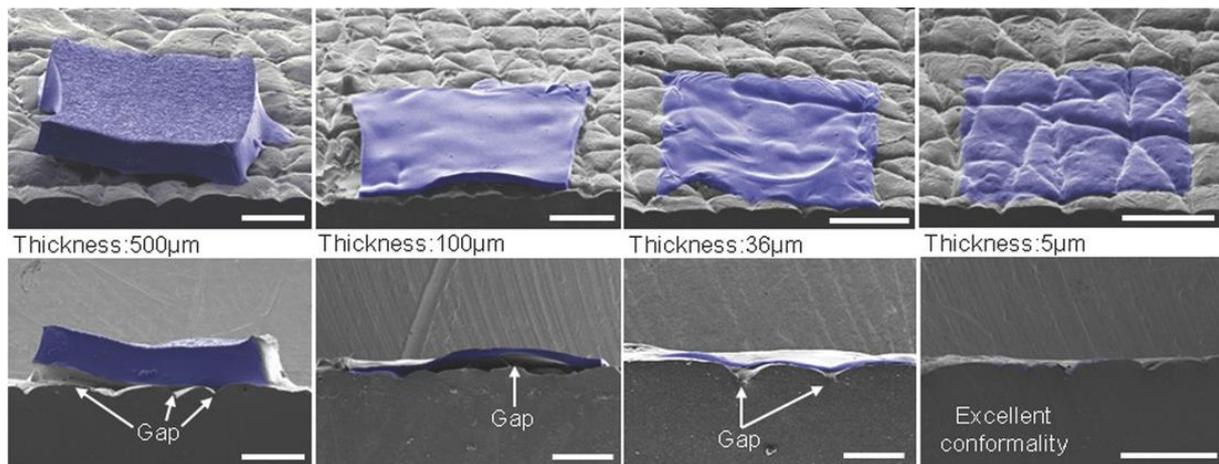


Figure 5 : Images MEB angulaires et de coupes (première et deuxième ligne respectivement) montrant le degré de contact conforme entre une réplique en silicone de la surface de la peau (gris), et différentes épaisseurs de substrats de membrane élastomère (bleu)^[9].

De nos jours, les substrats sont capables d'atteindre des finesses de moins de 10 µm les rendant extrêmement conformes, mais ayant en contrepartie de grandes difficultés de fabrication et de mise en œuvre dans les applications. Concrètement, plus les films sont fins, et plus ils ont tendance à se replier sur eux-mêmes et à être difficilement manipulables (exemple : films alimentaires de 10 µm).

2. a. III. Approche hybride

L'électronique flexible ne cherche pas à remplacer l'électronique conventionnelle. Il n'est d'ailleurs pas utile de se complexifier la tâche lorsqu'il n'est pas nécessaire d'être entièrement flexible, tout comme il est difficile de réaliser des applications de hautes performances dans lesquelles certains matériaux ou procédés de fabrication ne sont pas compatibles avec les substrats flexibles. Ainsi, une approche hybride entre flexible et rigide est employée dans la majeure partie des applications. On retrouvera des interconnexions flexibles pour les aspects de dynamique et de gain de place, et un circuit imprimé pour la majeure partie des composants (cf. figure 6). Dans le cas d'applications cherchant à être au plus proche de leur environnement, ce sont les capteurs qui seront flexibles pour épouser les formes des objets, tandis que la carte d'acquisition sera déportée sur un circuit rigide.

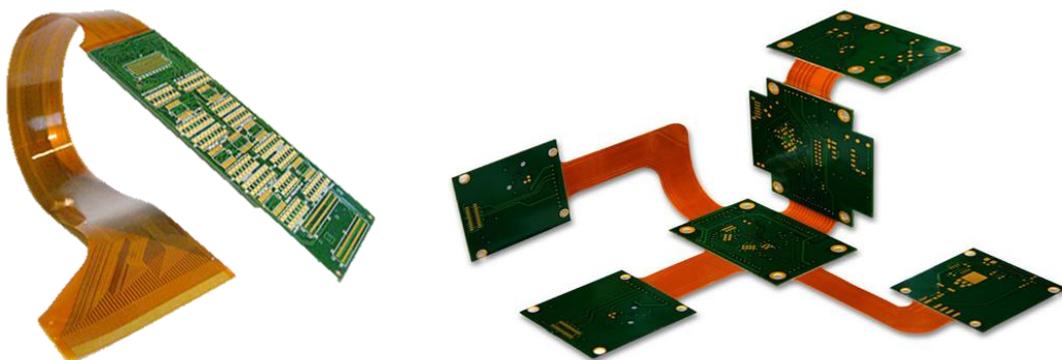


Figure 6 : Exemple de Rigide-Flex PCB alliant interconnexions flexibles sur kapton et plaques PCB traditionnelles.

Ce raisonnement sera tout aussi valable pour l'ensemble des technologies abordées dans cette thèse, le but étant de créer des technologies qui puissent se compléter pour répondre aux nouveaux besoins et créer de nouvelles innovations.

2. a. IV. Pliage, découpe et méthodes approximatives : Origami et Kirigami

Bien que les substrats soient inextensibles, il est toutefois possible de se rapprocher de formes non-développables ou complexes à l'aide de pliages et de découpes, comme on a pu le voir sur les figures 4.b ou 6. Le concept ne date pas d'hier et peut s'apparenter au problème de l'emballage qui consiste à emballer n'importe quel paquet sans effectuer de plissure. C'est par exemple le cas chez les fabricants de globes terrestres qui sont confrontés à un problème similaire. Ils doivent peindre directement la surface du globe et réaliser des pièces uniques, ou bien ils peuvent prévoir des motifs de découpe pour s'approcher au plus de la forme du globe (cf. figure 7). L'art du pliage et du découpage japonais, l'origami et le kirigami se basent sur le même principe, qu'à l'aide d'une simple feuille on puisse reproduire diverses formes.

De même que l'approximation de la sphère est possible avec des découpes, elle est aussi possible mathématiquement. Un ballon de football n'est autre qu'un icosaèdre tronqué qui est gonflé, soit la répartition en trois dimensions de 20 panneaux en hexagones et de 12 panneaux en pentagones, permettant ainsi à cette forme de remplir une sphère à 86,74 %.

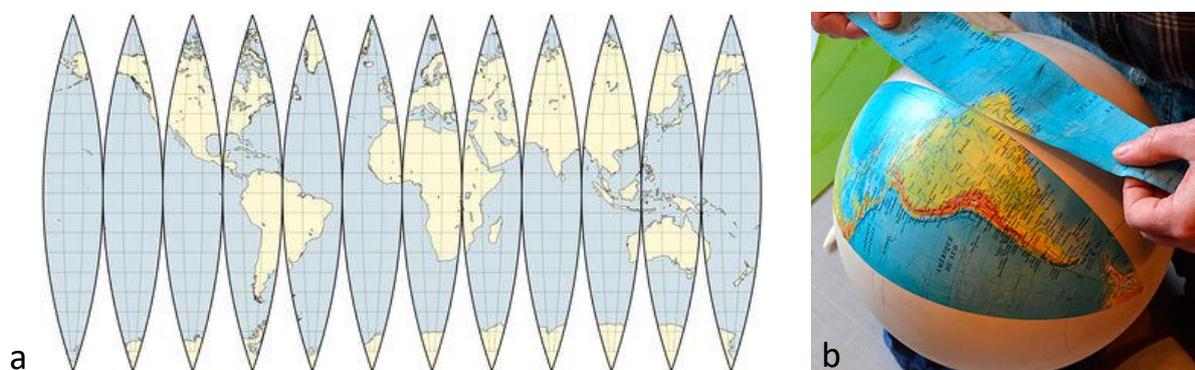


Figure 7 : a) Projection 2D en découpe du globe terrestre pour permettre le montage de papier inextensible sur une surface non-développable, b) image de la réalisation d'un globe terrestre par collage de papier inextensible sur la surface.

De nouveaux procédés d'électroniques cherchent donc à s'inspirer de ces techniques pour rendre les substrats inextensibles aux formes souhaitées, permettant ainsi de créer des détecteurs optoélectroniques hémisphériques en silicium^[10], comme sur la figure 8.a où une multitude d'hexagones fonctionnalisés sont montés par pliage, des antennes^[11] (cf. figure 8.b), des pavages de leds conformes grâce à un montage réalisé par un algorithme de calcul d'enveloppement^[12] comme le montre la figure 8.c, mais aussi des matériaux auxétiques^[13] (ayant un coefficient de Poisson négatif)

s'adaptant à de multiples formes par le travail de leur design comme par exemple les motifs de Ron Resch (cf. figure 8.d).



Figure 8 : Images de fonctions électroniques intégrées sur des surfaces complexes par des méthodes d'approximation : a) capteurs optoélectroniques en silicium utilisant la technique d'origami et composés de blocs pentagones et d'hexagones qui une fois assemblés constituent un capteur oculaire^[10], b) antenne fabriquée en imprimant des pistes d'argent conductrices périodiques sur un papier collant, collé conformément sur un substrat de verre creux hémisphérique^[11] c) écrans flexibles électroluminescents capables de se conformer à une grande variété de surfaces grâce à un algorithme de calcul d'enveloppement^[12], d) matériaux auxétiques s'adaptant aux surfaces non-développables^[13].

2. b. Electronique étirable et substrats déformables

L'électronique étirable, aussi plus communément appelée « *Stretchable electronics* » en anglais, est la suite logique et l'évolution technique de l'électronique flexible. En plus d'être flexible et ainsi permettre de se courber, les substrats sont extensibles et peuvent se déformer sous l'action d'une contrainte mécanique (cf. figure 9), d'un changement de température, d'un changement d'indice d'humidité, etc.

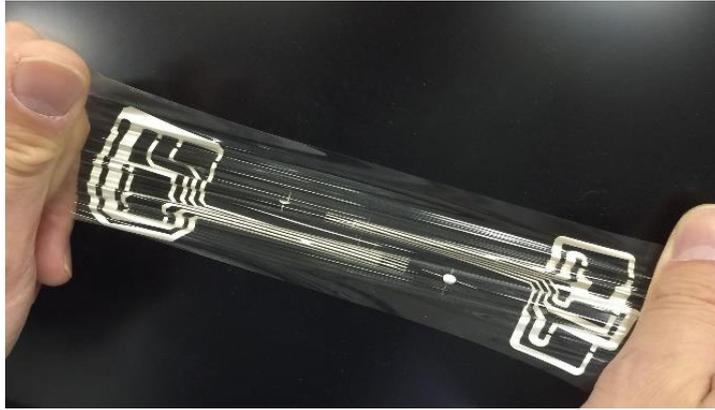


Figure 9 : Illustration de l'étirabilité d'un substrat déformable en PDMS.

Toutefois, l'électronique étirable n'est pas uniquement rendue possible grâce à une évolution dans la déformabilité des substrats. Les dispositifs électroniques doivent aussi pouvoir endurer des déformations mécaniques sans s'endommager ou rompre. De ce fait, plusieurs stratégies ont alors été mises en place.

Dans un cas, on cherche à favoriser l'utilisation de matériaux électriques intrinsèquement étirables ou bien même élastiques, tels que certains métaux, alliages, polymères, etc. Dans l'autre, l'idée est de travailler sur la réalisation du design des structures électriques pour permettre de compenser ou bien d'annuler les déformations géométriques pour protéger les matériaux plus sensibles et rigides, le tout étant évidemment cumulable pour amoindrir toujours plus les défaillances.

2. b. I. Substrats étirables

Les substrats étirables, tout comme les substrats flexibles, sont montés sur des surfaces 3D en ayant cependant la capacité d'épouser plus facilement les courbes et les formes des objets par leurs caractéristiques élastiques. Dans la majeure partie des cas, ces substrats sont des polymères élastomères, c'est-à-dire qu'ils présentent des propriétés élastiques suffisantes à la déformation ; on retrouve ainsi très fréquemment l'Ecoflex^[14] (cf. figure 10.a), ou bien le PDMS^[15] (Polydiméthylsiloxane).

L'avantage de ces substrats est qu'ils peuvent être plans puis étirés pour être montés en surface^[16], comme peut le démontrer la figure 10.b. Il est aussi possible que ces derniers soient déjà 3D, pré-moulés à la forme de l'objet final^[17], pour être ensuite étirés à plat pendant la fabrication des dispositifs électroniques, et reprendre leur forme une fois terminé. Ainsi, ils se conformeront plus aisément à l'objet souhaité.

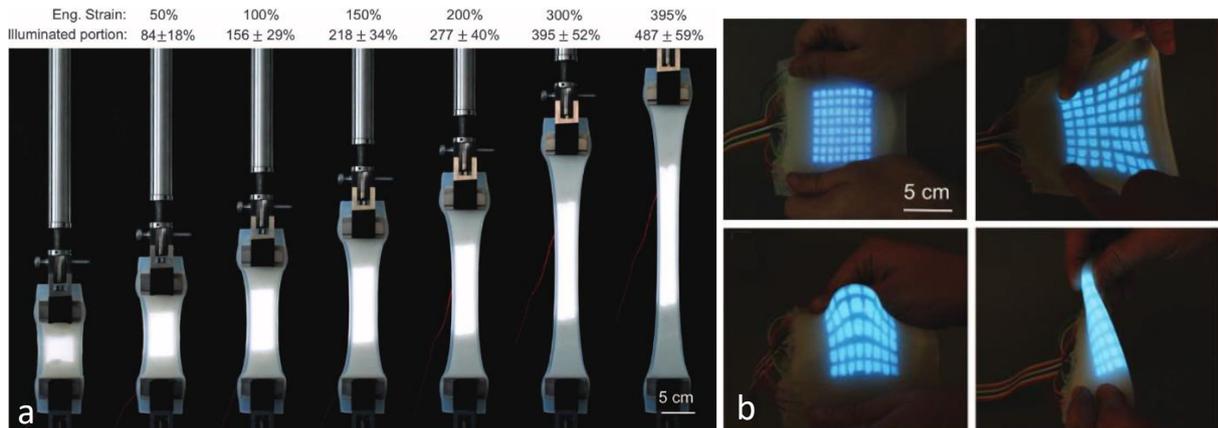


Figure 10 : Photos de substrats étirables^[14] : a) condensateur électroluminescent hyperélastique ayant de l'Ecoflex comme substrat sous différents niveaux de contraintes, b) démonstration de la caractéristique étirable et du montage en surface d'un écran électroluminescent sur substrat Ecoflex.

L'emploi de procédés classiques de fabrication sur ce type de substrats est cependant difficile. Il est en effet difficile de réaliser une photolithographie directement sur le PDMS, ou bien d'effectuer des oxydations ou des dépôts de silicium sur de l'Ecoflex, cela étant principalement dû à la température de fabrication des dispositifs électroniques. De plus, certains produits chimiques ne sont pas compatibles avec ces substrats, et leur extensibilité les rend impossibles à intégrer dans certains procédés. Pour cela, on tend à réaliser les dispositifs électroniques sur un autre substrat, pour ensuite les transférer sur le substrat étirable comme peut le montrer la figure 11. Ces méthodes dites de **transfert** auront l'occasion d'être plus détaillées dans la partie 5 de ce chapitre qui leur est dédiée.

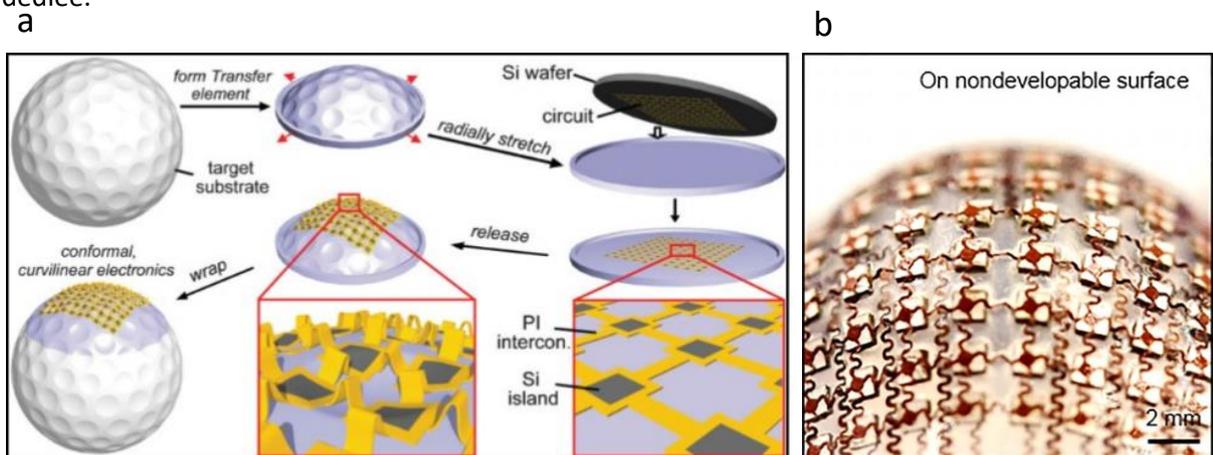


Figure 11 : Exemple de montage sur surface non-développable : a) montage sur substrat 3D prémoulé à la forme de l'objet par *transfer printing*^[17], b) réseau de transducteurs à ultrasons sur substrat étirable monté sur une surface non-développable^[16].

Néanmoins, il est toujours nécessaire de prévenir des déformations et de ne pas endommager l'électronique présente sur le substrat car celle-ci n'est pas nécessairement étirable. Cette partie sera développée dans la suite du chapitre : travaux sur les « designs » des matériaux et des structures.

2. b. II. Substrat thermoplastique / In Mold Electronics (IME)

Dans de nombreuses applications, il n'est pas forcément nécessaire que le substrat reste étirable pendant son utilisation. Dans le cas où l'on souhaite uniquement monter de l'électronique sur des surfaces non-développables qui ne subiront aucune déformation par la suite, le substrat utilisé n'aura besoin de subir qu'une seule déformation permanente pour obtenir la forme de la surface. Il est alors intéressant de se tourner vers les substrats thermoplastiques pour venir mouler les formes souhaitées, tels que le PE (polyéthylène), le PVC (polychlorure de vinyle), le PA (polyamide), le PP (polypropylène)...

L'*In Mold Electronics*^[18] est un procédé qui prend pour base le thermoformage (cf. figure 12) et l'électronique imprimée. Un substrat thermoplastique sur lequel des pistes conductrices ont été réalisées au préalable, est chauffé jusqu'à devenir mou et s'étirer. Il est ensuite façonné sur un moule par un système d'aspiration.

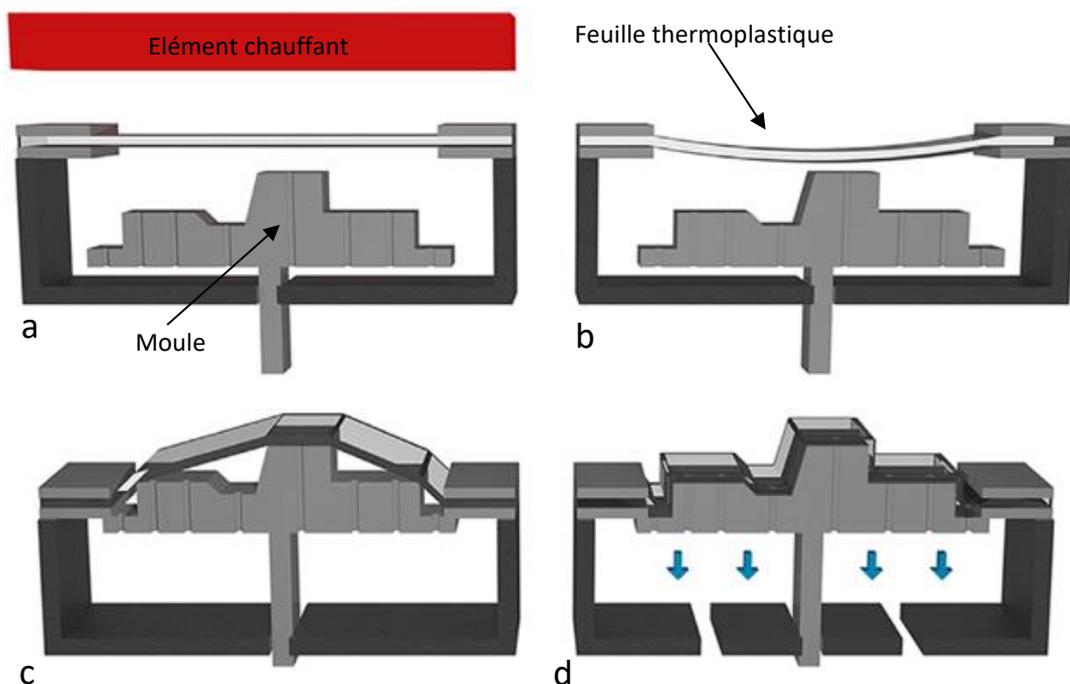


Figure 12 : Illustration du procédé de thermoformage^[19] : a) la feuille thermoplastique est serrée dans un cadre et chauffée, b) l'élément chauffant est retiré une fois que la feuille a atteint la température de formage, à ce stade la feuille s'affaisse, c) le moule est pressé contre la feuille, d) un vide est appliqué par le bas pour plaquer la feuille contre la surface du moule jusqu'à ce qu'elle soit suffisamment refroidie et à nouveau rigide pour pouvoir être retirée.

Ce procédé permet à la fois le montage de substrats 3D ayant la forme de la surface cible et l'intégration de fonctions électroniques donnant naissance à une nouvelle thématique dénommée : « plastronique » associant les industriels de la plasturgie et de l'électronique. La figure 13.a présente une feuille thermoformable sur laquelle ont été réalisées des pistes conductrices, avant et après l'étape de thermoformage^[19]. Il est à noter que le motif de ces pistes conductrices est de type méandres permettant de répartir de façon plus homogène les contraintes mécaniques engendrées

par les déformations des pistes lors de l'étape de thermoformage : ces aspects de « design » seront développés dans la prochaine partie.

De nos jours, le secteur de l'automobile intègre de plus en plus ce procédé dans ses chaînes de production, notamment pour la réalisation de pièces d'habitacle et d'interface utilisateur^[20], comme peut le montrer la figure 13.b avec une réalisation de plafonnier de voiture par l'entreprise finlandaise TactoTek. Il est à noter que les substrats thermoplastiques peuvent aussi intégrer des designs graphiques, ouvrant des possibilités d'expressions créatives (cf. figure 13.b).

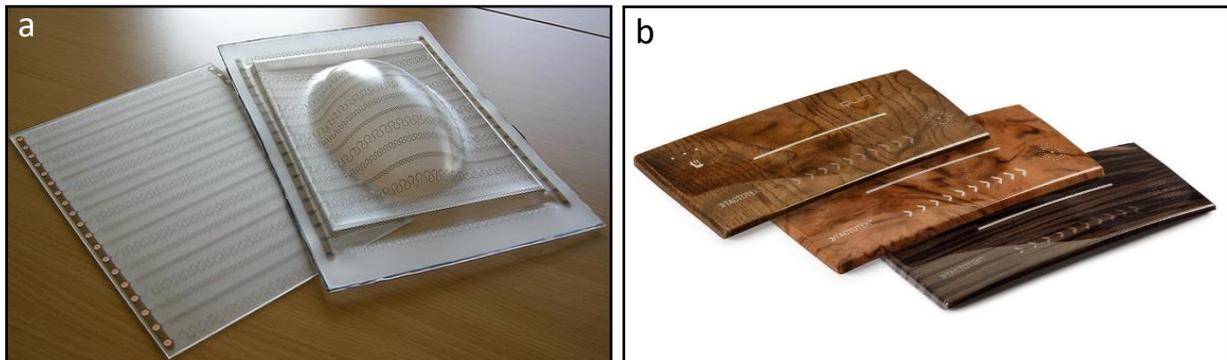


Figure 13 : Exemple de réalisation par IME, a) lignes conductrices en méandres avant et après formation du substrat thermoplastique^[19], b) plafonniers de voiture avec des motifs décoratifs proposés par l'entreprise TactoTek.

Bien que de nouveaux matériaux thermoformables biosourcés commencent à voir le jour tels que des composites^[21] à base de fibres naturelles et de PLA (acide polylactique), l'IME reste restreint à l'utilisation de substrats thermoplastiques pétrosourcés. De plus, une étape de surmoulage est nécessaire afin de protéger les composants montés en surface (CMS) des agressions extérieures telles que les vibrations. D'autres part, des températures d'environnements excessives et des applications générant de la chaleur re-déformeront le substrat. Ces critères limitent l'utilisation de ce type de dispositifs.

3 - Travail sur les designs des matériaux et des structures

3. a. Matériaux intrinsèquement étirables

Une première solution pour pallier les ruptures mécaniques engendrées par des déformations est d'utiliser des matériaux intrinsèquement étirables. Cependant, l'élasticité accrue a souvent un coût : les matériaux hautement étirables présentent généralement des performances électriques inférieures à leurs homologues rigides, notamment lorsqu'il est question de conductivité. Cet aspect doit être soigneusement pris en compte lors de la conception pour un compromis entre performance et conformité. Par exemple, dans le cas d'applications telles que des jauges de contraintes ou des

capteurs tactiles capacitifs, le besoin d'une bonne conductivité est moins important que dans le cas d'interconnexions où on souhaite limiter les pertes de courant.

Il existe de nombreux matériaux en développement qui pourraient être utilisés à l'avenir dans des applications étirables^[22]. On recense ainsi en majorité des encres conductrices étirables à base d'argent ou de carbone^[23], des encres à base de métaux liquides^[24,25] comme le gallium indium eutectique (EGaIn) ou le gallium allié à l'étain (Sn) pour ceux à faible toxicité. Le mercure^[26] était autrefois aussi utilisé bien que l'on tende aujourd'hui à l'éviter à cause de sa grande toxicité. On retrouve également l'utilisation de nanotubes de carbone et de graphène, qui peuvent être dans certains cas incorporés dans des composites PDMS^[27] (CNT PDMS et CB PDMS), des nano fils d'argent et d'or, tous types de polymères conducteurs et des conducteurs ioniques^[28] fabriqués à base d'hydrogels.

Même si l'on utilise uniquement des matériaux étirables pouvant résister à des déformations sans rompre, leurs propriétés électriques peuvent être modifiées en conséquence des changements de géométrie, ce qui modifie les résultats souhaités de l'application de base. Dans le cas d'une application ayant une seule modification de la forme du substrat et de l'électronique lors du montage, les changements des propriétés électriques pourraient être anticipés. Mais dans le cas de dispositifs complètement étirables, la difficulté est accrue et d'autres solutions peuvent être envisagées, telles que des changements d'architecture, de géométrie et de design pour protéger l'électronique (island bridge, serpent, buckling...).

3. b. « Design » des structures et des formes des matériaux

Une autre approche utilisée pour rendre étirable des fonctions électroniques telles que des interconnexions, est de modifier leurs formes, leurs designs ou bien leurs structures. En couplant la finesse des couches minces capables de flexion et en travaillant sur leurs formes, il est alors possible d'améliorer grandement la ductilité. Le but de cette section est de présenter les différents concepts et pas de dresser une liste exhaustive de leurs performances.

3. b. 1. Fer à cheval / méandres / serpent

Une des méthodes les plus couramment utilisées pour réduire les contraintes de déformation pour les interconnexions conductrices est la réalisation de pistes en serpent, ou aussi dit en méandres ou en fer-à-cheval (cf. figure 14). Cette méthode permet d'atténuer les contraintes locales et de réduire les effets de changement de résistance. Une simple structure en serpent peut permettre

une extensibilité de 30 %^[1], ce qui correspond à celle de la peau. Cette valeur peut monter jusqu'à plus de 1600 % dans le cas de structure sans substrat^[29]. Pour de plus grandes performances en ductilité, il est alors aussi possible de coupler structures serpentine et matériaux intrinsèquement étirables pour réduire drastiquement les contraintes.

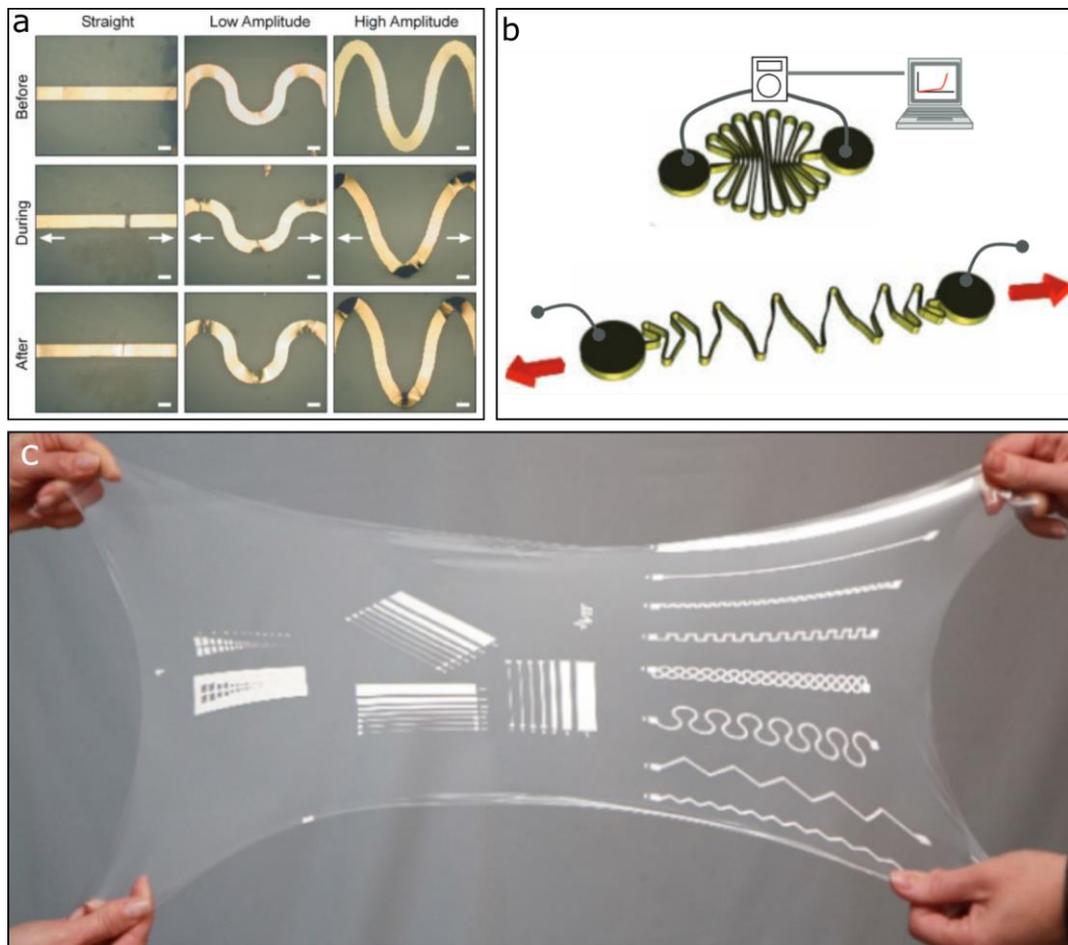


Figure 14 : a) Image d'essais de déformation de lignes d'or de différentes formes sur élastomères^[30], b) schéma de concept de structure serpentine pour un câble d'interconnexion^[29], c) structures serpentine en argent déposées sur un substrat de PDMS^[31].

Il est d'ailleurs possible d'observer sur la figure 13.a l'emploi de ces formes sur un substrat thermoplastique déformé lors du procédé d'IME.

3. b. II. Island-Bridge

Certains composants ou matériaux doivent cependant parfois présenter des motifs devant rester rigides. Ils ne peuvent donc pas être sous une forme atténuant les déformations mécaniques. C'est le cas notamment du silicium ne résistant qu'à des faibles contraintes ($\sim 1\%$). Une stratégie d'« *island-bridge* » est alors mise en place, où les interconnexions ; « *bridge* », sont étirables, et les composants rigides ; « *island* », subissent des déformations limitées^[32,33] (cf. figure 15).

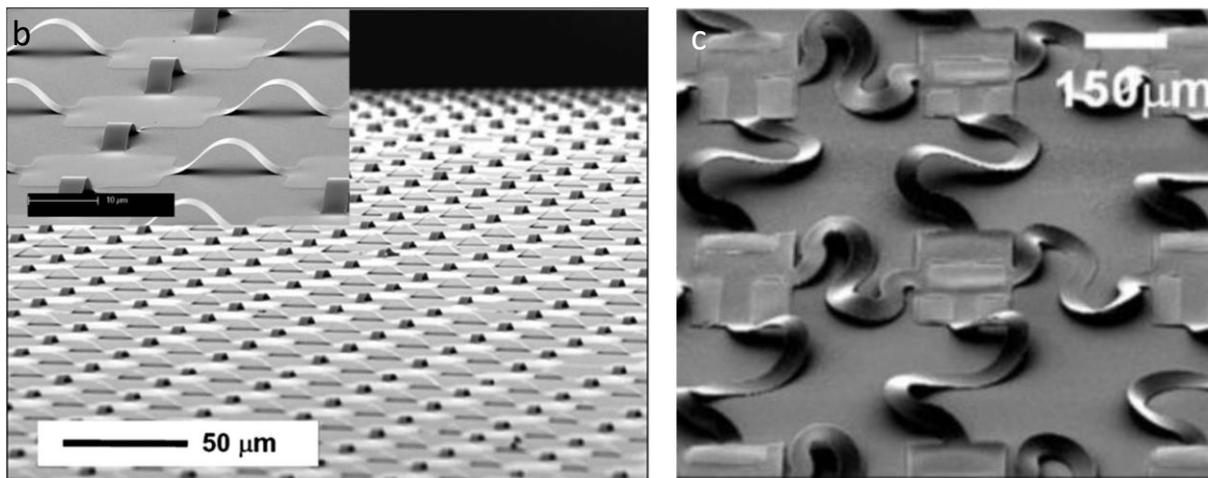
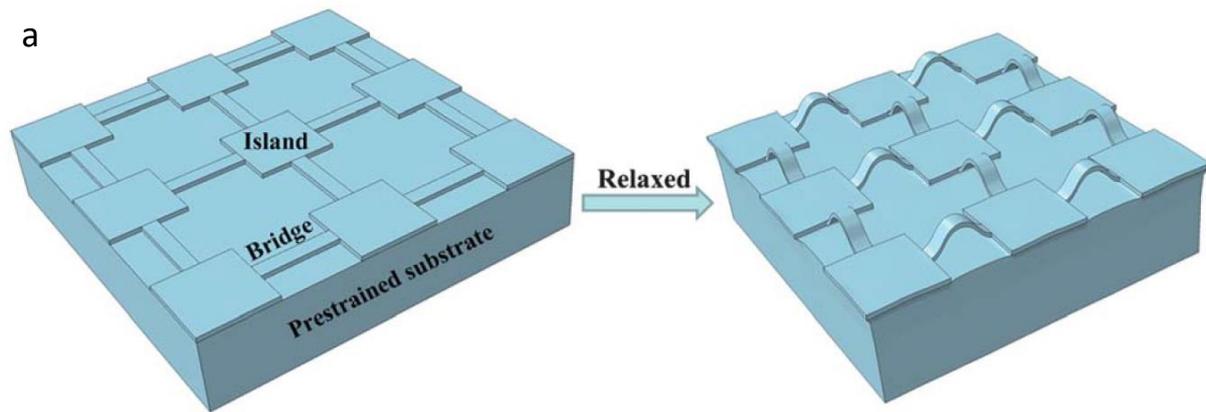


Figure 15 : a) Schéma décrivant le procédé de fabrication de structure *island bridge*, b) images au MEB à fort et faible grossissement d'une structure *island bridge*, îlot en silicium sur un substrat PDMS pour une application de caméra oculaire hémisphérique^[32], c) Image au MEB d'un circuit intégré en silicium (inverseurs CMOS) composé d'îlots supportant les transistors reliés par des structures serpentine non-coplanaires constituées d'un empilement tricouche de Polymère/Métal/Polymère^[34].

Le procédé de fabrication de telles structures implique l'impression par transfert des îlots reliés les uns aux autres par des interconnexions métalliques, des ponts, sur un substrat élastomère précontraint biaxialement, par exemple le PDMS (le procédé d'impression par transfert sera décrit dans la partie 5 de ce chapitre). C'est lors de la libération de la précontrainte que les ponts métalliques se soulèvent verticalement au substrat pour former des structures en forme d'arc (cf. figure 15.b). Pour optimiser les déformations, il est aussi possible de réaliser les ponts sous forme de serpentins comme vu précédemment et illustré en figure 15.c.

3. b. III. Structures à vagues (Buckling)

Les structures à vagues aussi appelé *buckling* en anglais comme le flambage observable dans les matériaux à l'échelle macroscopique, sont aussi utilisées pour rendre les applications plus étirables. La réalisation des structures à vagues est très semblable à celle du *island-bridge* car reprenant l'idée de déformer le substrat avant ou après dépôt des couches, pour les faire se recroqueviller une fois le

matériau relâché et contraint, à la différence que les matériaux déposés restent en contact intime avec le substrat créant ainsi des structures de vagues.

La contrainte appliquée au substrat peut se faire manuellement avec une précontrainte mécanique^[35] (voir figure 16.a), grâce à l'expansion thermique du substrat^[36,37] (cf. figure 16.b) ou bien grâce à l'hydratation du substrat^[38].

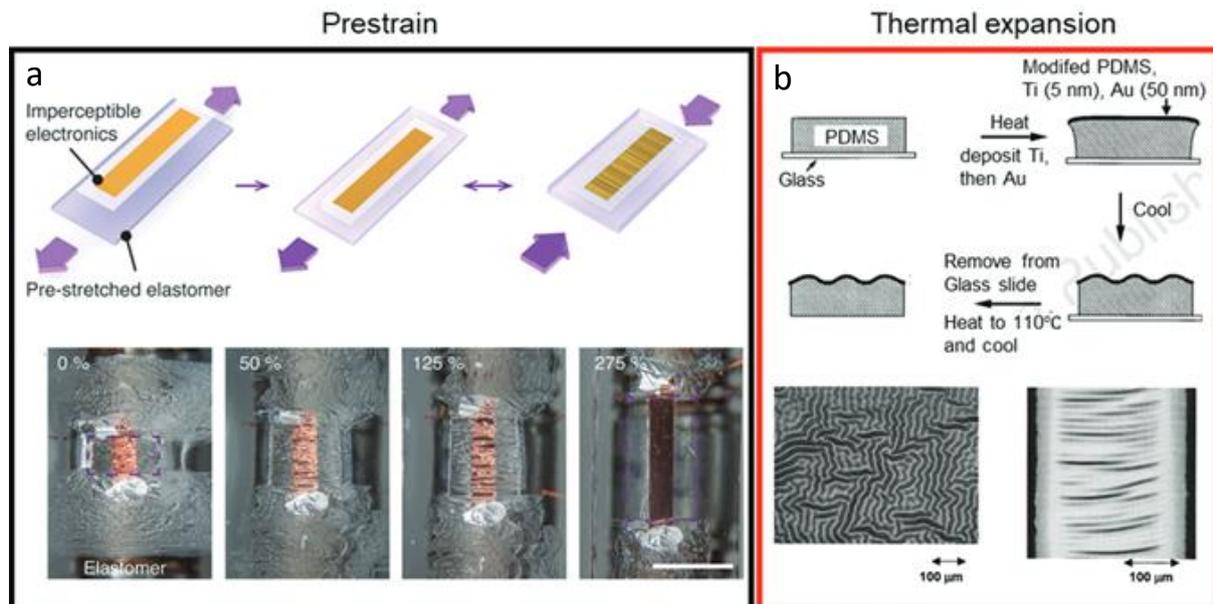


Figure 16 : Schéma et images de techniques de fabrication de structures à vague : a) en effectuant une précontrainte au substrat^[35], b) en utilisant l'expansion thermique du substrat lors du dépôt de la couche^[36,37].

3. b. IV. Maillage

Le maillage est une structure avec des ouvertures de différentes formes permettant à un matériau d'obtenir de plus grandes caractéristiques d'extensibilités par sa géométrie. Pour expliquer le concept, un exemple est illustré figures 17.a et b, avec une feuille de papier qui présente une structure de maillage en treillis à l'aide de fentes rectangulaires, et qui a permis de montrer une extensibilité de 25%^[39].

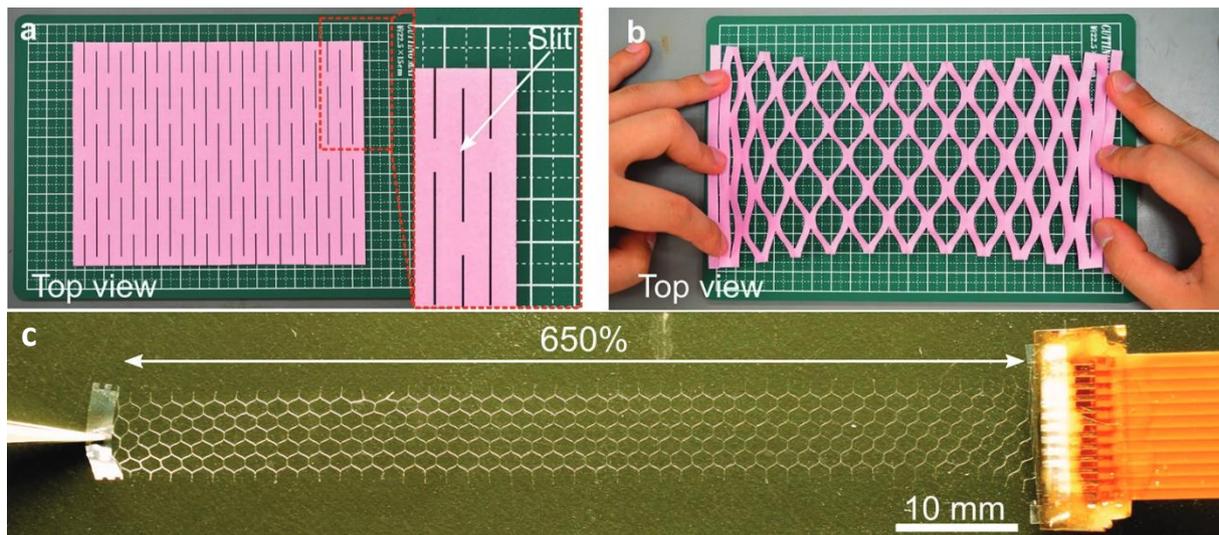


Figure 17 : Photographies présentant le concept de maillage à l'aide d'une feuille de papier : a) le matériau avant étirement, présentant des fentes rectangulaires, b) le matériau après étirement. c) Photographie d'un exemple de dispositif permettant d'étirer à 650% ^[39]

Les structures en maillage peuvent être appliquées à de nombreux matériaux et ce à différentes échelles ; à la figure 17.c, à l'échelle macroscopique où est présentée une interconnexion étirable conductrice^[39], mais aussi à l'échelle micro et nano comme peuvent le montrer les figures 18.a et b, en réalisant des maillages de métaux, notamment d'Au^[40] (mais aussi Cu, Ag, Al, Ti)^[41], ou aussi fabriqué à l'aide de nano fibres^[42,43] sur lesquelles les métaux ont été déposés. La figure 18.c permet aussi de montrer que les nano-maillages ont de plus un grand avantage de conformité sur des surfaces complexes, telles que la peau ou les organes^[39].

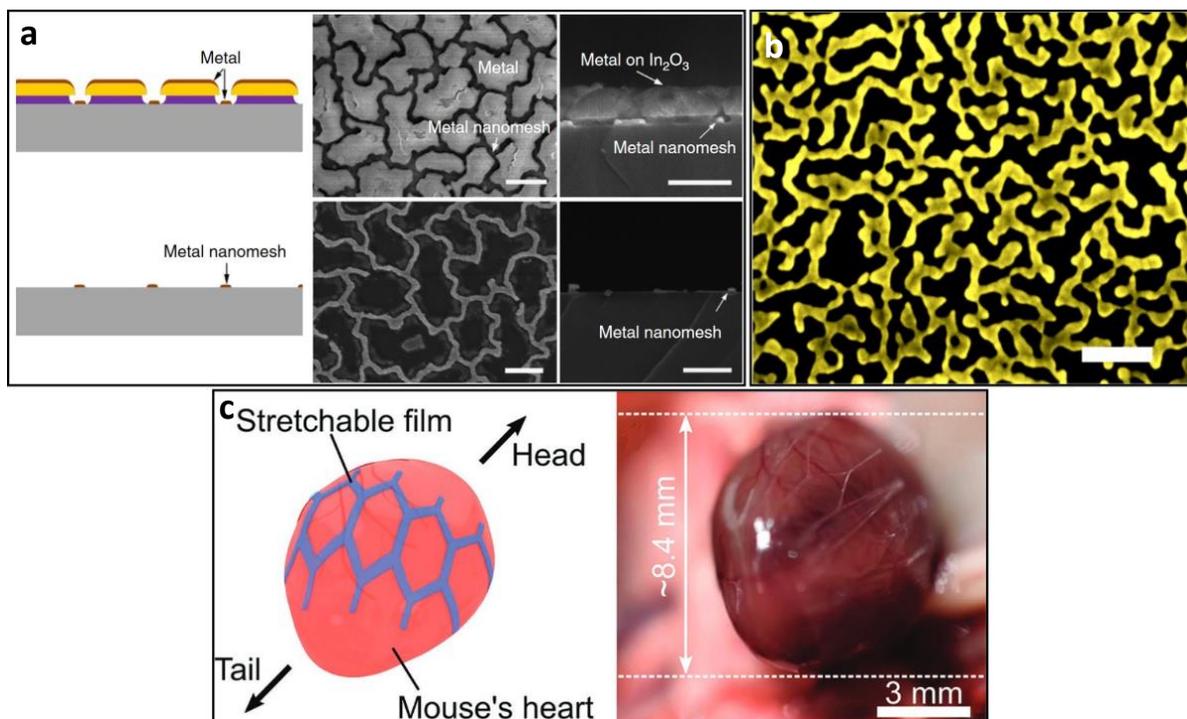


Figure 18 : a) Nano-maillage par dépôt d'or^[40], b) nano maillage par désalliage d'Au-Cu^[41], c) film étirable maillé de parylène déposé sur un cœur de souris en train de battre^[39].

3. b. V. Microfissures

Les microfissures sont d'autres structures capables de rendre des matériaux étirables. Elles sont en fait très similaires à des découpes de type kirigami, semblables à ce que l'on retrouve dans les structures de maillage, mais réalisées de manière plus indirecte que ces dernières. Les microfissures peuvent être formées pendant le dépôt de la couche mince. Il est à noter que l'or est l'un des matériaux les plus utilisés^[44]. Grâce à un choix méticuleux de substrats (à faible énergie de surface tels que le PDMS) et une condition de dépôt à température ambiante, il est possible d'obtenir des matériaux restant conducteurs sous étirement car possédant des fissures. En donnant une forme appropriée au substrat, il est aussi possible de générer volontairement des microfissures selon une orientation souhaitée^[45].

Certaines études ont démontrées que des dispositifs microfissurés possédaient des capacités d'extension et de durabilités aux déformations cycliques élevées sans pertes de conductivités^[46,47] (cf. figure 19). Le travail sur la propagation des fissures et le substrat a en outre réussi à limiter les changements de résistance par la contrainte, réduisant des problématiques classiques de la déformation des matériaux.

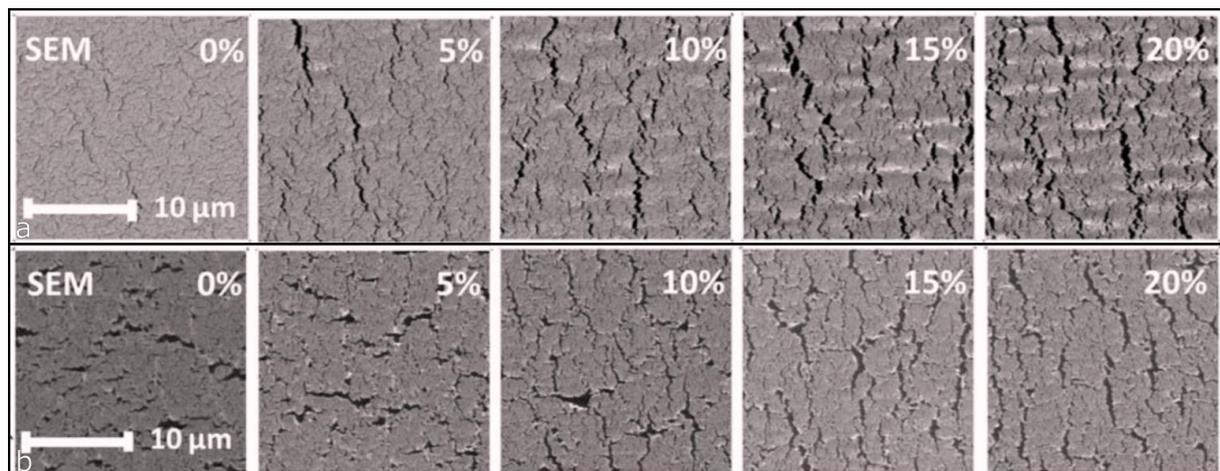


Figure 19 : Image au MEB d'une couche d'or micro fissurée déposée sur un substrat de PDMS : a) Images recueillies lors du premier cycle de déformation, de 0%, 5%, 10%, 15% et 20% en traction selon l'axe x, b) Images du même échantillon recueillies lors du cycle 35002 suivant les mêmes déformations^[46].

A noter que le changement de résistance d'un matériau selon ces microfissures est parfois utilisé pour la réalisation des jauges de déformations^[48,49] (cf. figure 20). Dans ce cas, la détection ne se base plus sur des effets de piézorésistivité du matériau (changements de géométrie selon le coefficient de Poisson) ou un changement de résistivité (propriétés intrinsèques du matériau) mais par la création de microfissures lors de l'élongation de ce matériau et une reprise de contacts électriques entre ces dernières lors d'une compression (cf. figure 20.a). Ce mécanisme fait ainsi varier la valeur de la résistance de la jauge comme montré en figure 20.b.

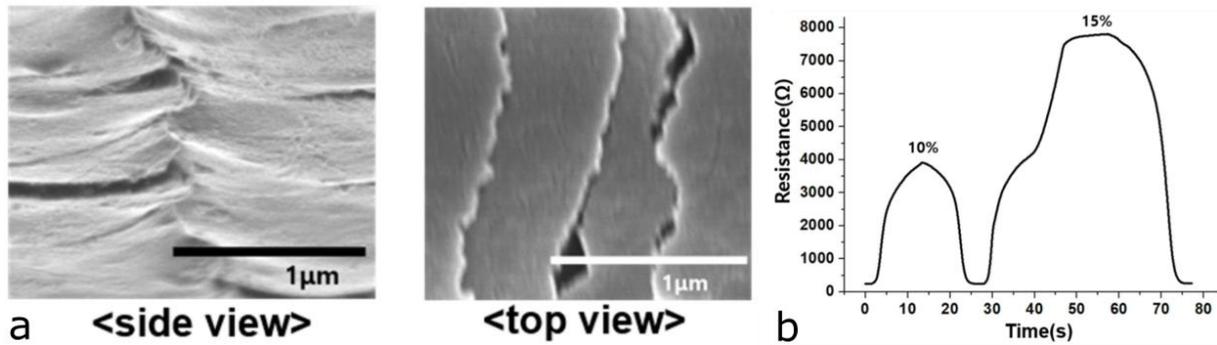


Figure 20 : a) Images MEB de microfissures de platine, b) évolution de la résistance de la jauge en platine dans le temps lors d'une elongation de 10 et 15%.^[49]

3. b. VI. Plan neutre

Lors d'une contrainte en flexion, les matériaux se courbent et subissent différents types de déformations. La zone du matériau à l'extérieur de la courbure subit une extension tandis que la partie à l'intérieur de la courbure subit une compression. L'électronique alors présente en surface du substrat flexible subit des déformations pouvant causer des modifications des caractéristiques électriques, voire des défaillances et des ruptures.

Pour renforcer la robustesse aux contraintes en flexion des fonctions électroniques, une solution envisageable est de les encapsuler afin de les placer au niveau du plan neutre de l'ensemble (substrat et fonction). Le plan neutre (ou ligne neutre) est le plan ne subissant aucune déformation. Il est situé entre les deux zones subissant une compression et une extension le long de la structure. Dans le cadre de couches minces déposées sur un substrat flexible comme des TFTs^[50,51] (Thin-Film Transistor), il a été entrepris de les prendre en « sandwich » afin de les relocaliser au plus proche du plan neutre. La figure 21.a présente des TFTs encapsulés et placés dans le plan neutre. Cette encapsulation permet ainsi à la fois de protéger l'électronique de l'environnement extérieur, et de réduire les déformations dues aux flexions.

L'utilisation du plan neutre s'est rapidement imposé pour répondre aux besoins grandissants de l'électronique pliable, au point de développer diverses stratégies de réduction de contraintes telles que la réalisation de plan neutre contrôlable^[52] ou de multi-plans neutres dans le cadre de dispositifs stratifiés de plusieurs substrats^[53,54], comme le présente la figure 21.b.

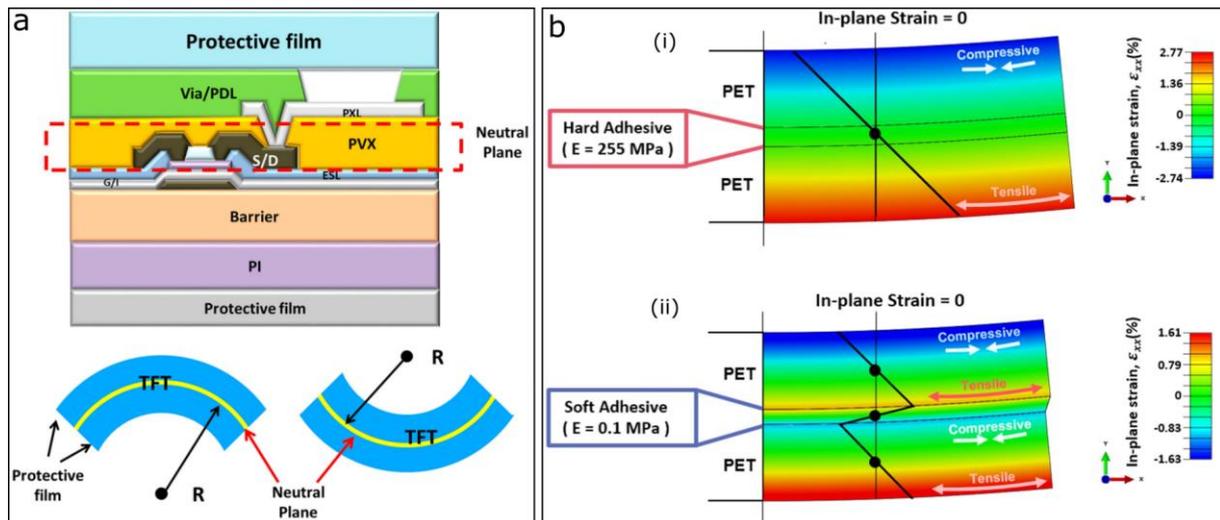


Figure 21 : a) Schéma en vue de coupe de TFT placé dans le plan neutre pour réduire les contraintes mécaniques^[51], b) Répartition des contraintes dans le plan sur toute la section transversale sous flexion d'un rayon de courbure de 5mm pour une structure avec (i) adhésif dur, et (ii) adhésif souple. Les points noirs indiquent l'emplacement des plans neutres^[54].

Les relations entre la courbure et la déformation ainsi que l'utilisation du plan neutre seront abordées plus précisément dans le chapitre 3 de cette thèse, en présentant notamment un cas d'usage pour des capteurs de déformations.

4 - L'électronique 3D

Après avoir présenté de nombreuses méthodes de montage de substrats flexibles ou étirables sur des surfaces en trois dimensions et introduit des stratégies de réalisation de structures et d'utilisation de matériaux étirables pour réduire les problématiques de contraintes mécaniques dans les matériaux, nous allons exposer divers procédés de fabrication d'électronique s'effectuant directement à la surface d'objets. Cette section décrit les technologies d'impression de matériaux électriques en trois dimensions par la fabrication additive, la plastronique liant électronique et matériaux plastiques, ou bien encore les techniques plus proches de la microélectronique classique comme la lithographie en surface 3D.

4. a. Impression 3D par fabrication additive

L'électronique imprimée réalisée par procédés de fabrication additifs est utilisée depuis plusieurs années pour permettre l'impression d'encres fonctionnelles sur des substrats plans. Ces encres peuvent être de diverses natures, des encres conductrices ou non pour la réalisation de pistes électroniques (métaux liquides, métallo-organiques, métalliques), des encres photosensibles ou des

résines liquides, ou bien même parfois des encres semi-conductrices pour des applications en électronique organique (e.g., réalisation de la couche active de transistors). Outre le fait de déposer des encres, ce sont les aspects de réalisation dans le prototypage liées à la polyvalence des matériaux qui font que l'impression d'électronique se développe de plus en plus.

Il est possible d'imprimer des matériaux sur des substrats plans flexibles ou extensibles permettant le montage de substrat 2D en surface 3D, tel que décrit précédemment.

Cependant, nous nous intéressons ici seulement aux procédés de fabrication directement en trois dimensions. Les avancées techniques en termes de réalisation d'impression en trois dimensions se sont rapidement accrues, et peuvent aujourd'hui proposer des solutions d'impression d'encres électroniques en 3D. Semblable en apparence aux machines d'impression 3D d'objets plastiques dont on entend parler depuis une dizaine d'années, l'impression 3D d'électronique s'apparente à une tête d'impression multi-axes de fabrication additive, qui vient déposer des encres à la surface d'un objet. A l'aide de scanner de surface, d'un plateau pivotant de tenue d'objet, de logiciel de mapping 3D, et d'une grande diversité d'autres outils, il est possible de venir placer précisément la tête d'impression à la surface d'un objet. En outre, il est possible d'employer une variété d'encres conductrices ou non tant que celles-ci possèdent les propriétés rhéologiques adaptées à la méthode de dépôt (ex : viscosité, tension de surface). En effet, il existe une grande diversité de méthodes de dépôts par impression souvent adaptées des arts graphiques.

Parmi ces différentes techniques de report de matériaux électroniques en 3D, on retrouve comme présenté sur la figure 22, les méthodes d'impression par jet d'encre qui exploite des buses utilisant des procédés à bulles thermiques, piézoélectrique, par aérosol^[55], ou bien encore par jet électrohydrodynamique^[56] (EHD).

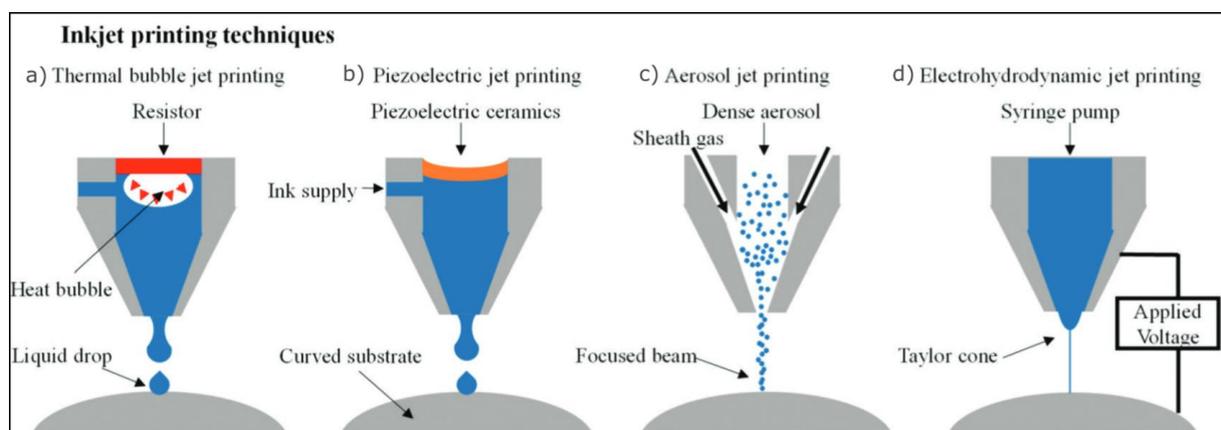


Figure 22 : Schéma de représentation des techniques d'impression jet d'encre^[55] : a) par bulle thermique, b) piézoélectrique, c) par jet d'aérosol, et d) par impression EHD.

De même, on retrouve la micro-extrusion^[57] qui offre une méthode simple de dépôt d'encres fonctionnelles en surface pour une résolution millimétrique, comme le met en évidence la figure 23.a.

Aujourd'hui, l'impression 3D d'électronique est principalement utilisée pour la réalisation d'antennes^[58] (cf figure 23a) ou bien d'interconnexions^[59,60] (cf. figure 23.b). Les matériaux déposables étant pour le moment restreints aux encres à base de micro ou nanoparticules et métaux liquides, les applications possibles sont encore limitées mais tendent à évoluer, notamment pour des composants électroniques simples utilisant des encres conductrices comme des jauges de déformation^[61,62], des capteurs capacitifs^[63,64] (cf. figure 23.c), ou des oscillateurs et émetteurs RF^[65]. Coupler l'impression additive à une machine de report de composants en 3D, permet d'obtenir une solution tout en un de réalisation de carte électronique 3D à la surface d'objets.

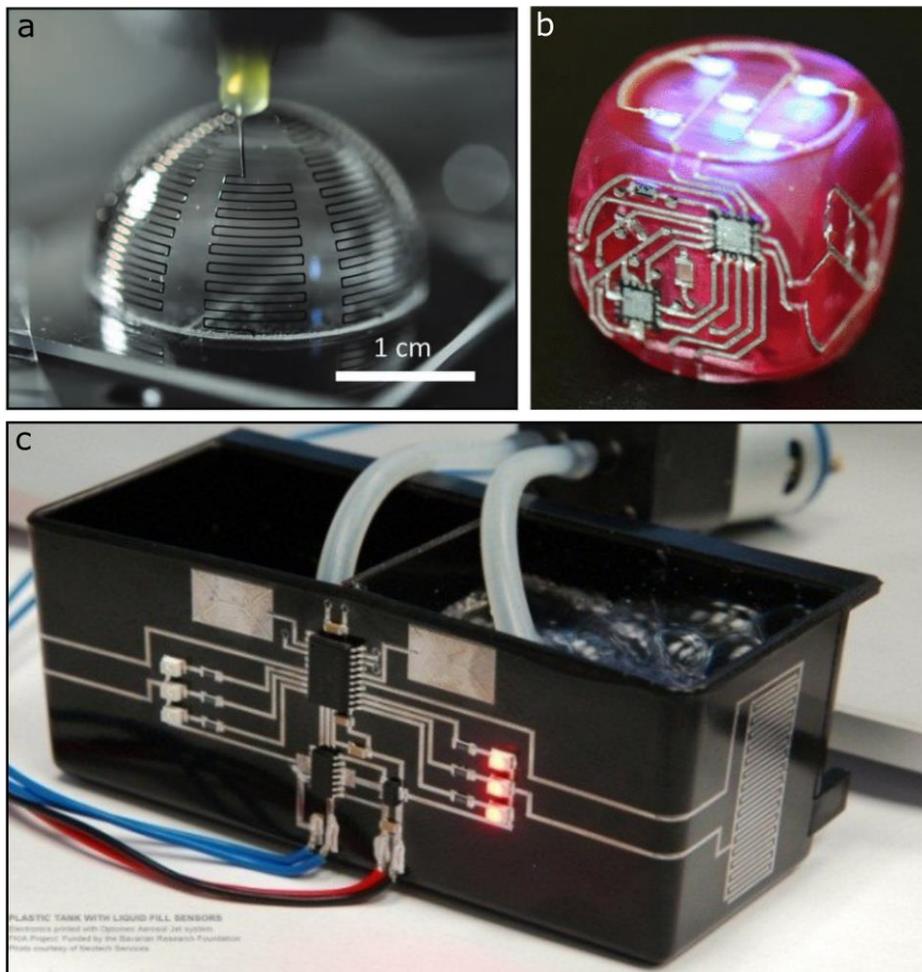


Figure 23 : Images optiques a) d'une antenne lors de sa fabrication par micro extrusion 3D d'encre^[58], b) d'un dé fonctionnalisé^[59], c) d'un capteur capacitif de niveau d'eau réalisé par aérosol jet printing sur un réservoir à deux chambres^[60].

4. b. Laser Direct Structuring (LDS) et dépôt autocatalytique (electroless deposition)

Le *Laser Direct Structuring* (LDS) est un procédé de fabrication faisant partie de la plastronique, qui est aussi appelé MID pour *Molded Interconnect Device* en anglais, et qui combine plasturgie et électronique. Il permet de réaliser des circuits électroniques sur des objets plastiques conçus spécialement pour ce procédé (cf. figure 24).

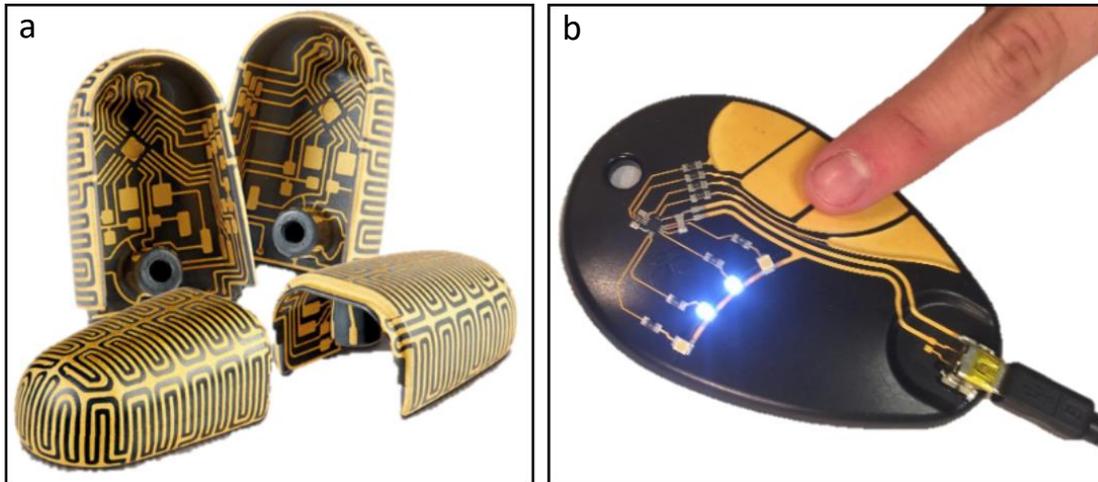


Figure 24 : Objets réalisés par LDS de chez LPKF : a) Blindage et circuit électronique, b) Interface homme-machine.

En effet, le procédé met en œuvre des thermoplastiques moulés par injection et enrichis en particules métalliques. Un faisceau laser vient ensuite révéler le motif souhaité à la surface de l'objet. Une réaction physico-chimique produit des germes métalliques rugueux qui serviront à l'étape suivante : la métallisation. La métallisation des motifs est réalisée par *electroless plating* de cuivre. Divers revêtements tels que du Sn, Ag, Pd/Au, OSP (*organic solderability preservative* = revêtement de protection organique de soudabilité)... peuvent être ensuite appliqués en fonction de l'application recherchée. Une fois les pistes métalliques réalisées, tout comme l'impression 3D électronique, il est possible de venir assembler des composants montés en surface.

Limitée aux matériaux plastiques prédisposés au « LPKF-LDS », la technologie cherche à offrir un plus large panel de matériaux cibles pour la réalisation de pistes électroniques comme de nouveaux composites ou bien encore des céramiques^[66].

Aujourd'hui les principales applications réalisées par LDS sont tournées vers la fabrication de circuits électroniques 3D, de blindage électromagnétique et de systèmes antennaires^[67].

4. c. Lithographie en 3 Dimensions, lithographie holographique et soft lithographie

La lithographie est un procédé qui est réalisé au contact ou très proche du substrat pour minimiser les effets de diffraction entre le masque et le substrat. La réalisation de motifs micrométriques par lithographie sur des objets courbes est donc très complexe et demande des adaptations du procédé original pour permettre un contact conforme entre le substrat et le masque.

Une première idée est de venir adapter le masque pour qu'il soit à la forme du substrat. Ainsi le masque peut être flexible, étirable ou bien en 3D en fonction du besoin, pour pouvoir recouvrir de façon conforme le substrat 3D (cf. figure 25).

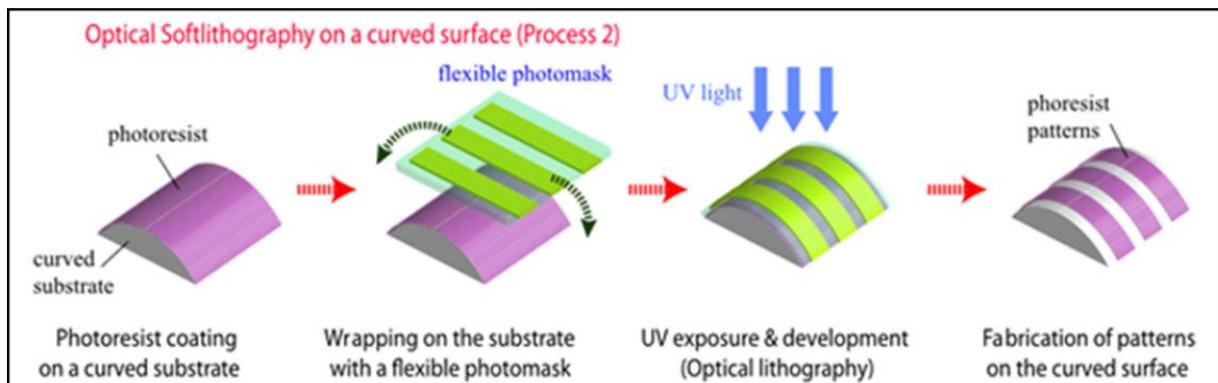


Figure 25 : Description du procédé de *soft lithographie* sur une surface courbe^[68].

Cette technique, appelée « soft lithographie », a par exemple permis de réaliser des motifs sur des surfaces sphériques ou cylindriques^[68-70] comme le montre la figure 26 avec un tube en verre ayant des motifs imprimés par soft lithographie ainsi que son masque flexible.

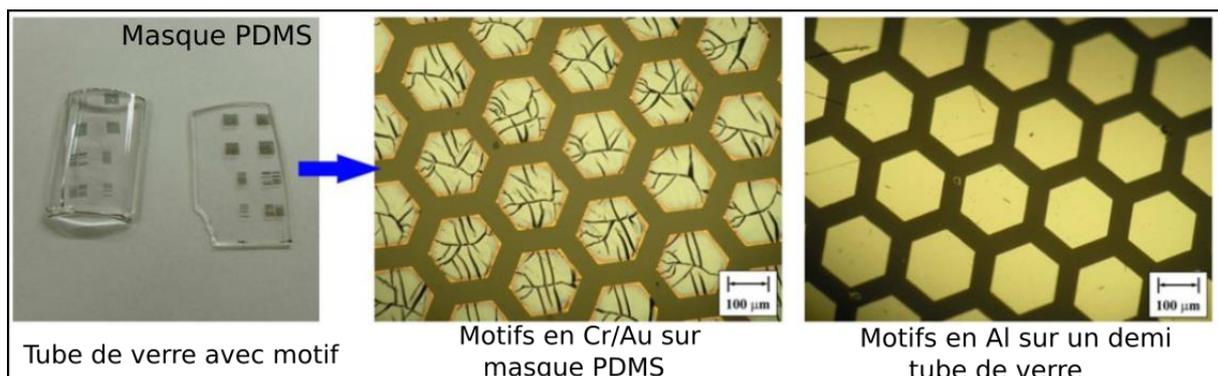


Figure 26 : Images représentant un tube de verre et son masque flexible couvert de motifs en aluminium sur des surfaces courbes fabriquées par *soft lithographie*.

En utilisant des masques conformes, on peut rapidement constater une limite lorsqu'il s'agira de réaliser un alignement sur des motifs de petites tailles. Pas encore développés, on peut imaginer que des outils seront probablement conçus à l'avenir pour permettre l'alignement 3D.

Dans un autre cas, c'est un système de photolithographie par laser qui vient insoler la couche de résine photosensible^[71]. Le substrat est monté sur une table mobile x-y-z afin de positionner la surface de l'objet vers le laser pour réaliser le motif défini (cf. figure 27).

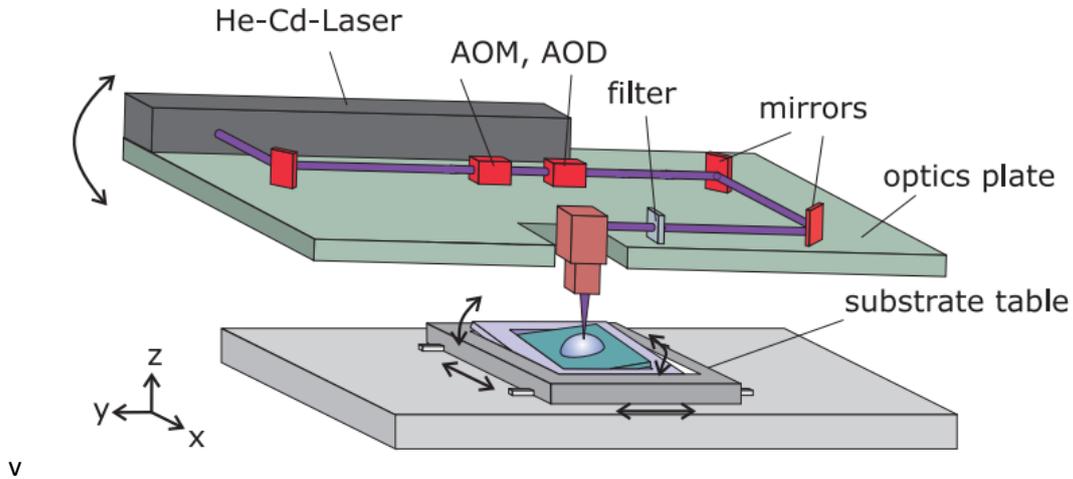


Figure 27 : Schéma représentant un système de lithographie par laser^[71].

La lithographie holographique est une autre méthode de réalisation de lithographie sur des surfaces incurvées et des objets 3D. A l'aide d'un masque sans contact avec la surface, et d'un système optique adapté, il est possible de réaliser une exposition des résines photosensibles en réduisant les problématiques de diffraction. La figure 28 présente le concept de la photolithographie holographique et un exemple d'objet sur lequel ont été réalisées des pistes conductrices en or.

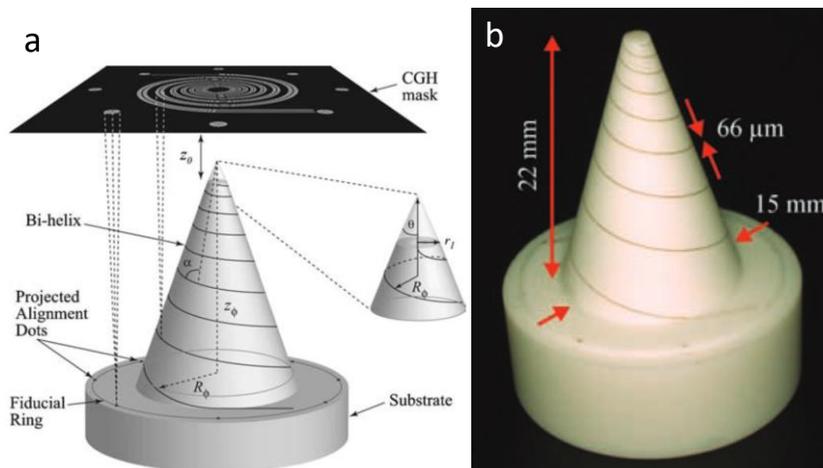


Figure 28 : a) Schéma de représentation du système de la lithographie holographique^[72], b) image de l'objet 3D avec le motif de pistes bi-hélicoïdales en or^[72].

4. d. Discussions sur les limites de l'électronique 3D

Les techniques de fabrication d'électronique 3D sont prometteuses et ont prouvé par leurs démonstrations, la faisabilité de structures simples à la surface de nombreuses formes pour permettre la réalisation de circuits électroniques, d'antennes ou bien de capteurs simples.

Comme tout type de nouveaux procédés, de nombreux verrous technologiques demandent à être levés pour franchir les prochaines étapes de développement d'applications plus complexes. C'est notamment le cas au niveau du choix des matériaux déposés pour le moment limité et demandant pour certains un post-traitement thermique rendant incompatible la plupart des substrats cibles. La précision et la répétabilité sont aussi un frein, car en ajoutant une dimension, chaque forme devient un défi au dépôt de matériaux et ajoute un besoin de numérisation 3D pouvant entraîner des imprécisions conduisant à des défauts dans l'impression finale. Il est aussi notable que les procédés de LDS et d'impression 3D sont restreints en vitesse d'exécution, les rendant plus difficilement industrialisables à grande échelle. Ils restent toutefois possibles pour des plus petites productions, ou des fabrications d'applications à haute valeur ajoutée.

5 - Les techniques de transfert

5. a. Enjeux

Comme indiqué plus tôt, les termes et le vocabulaire utilisés pour décrire les méthodes de fabrication d'électronique non-conventionnelle en sont encore à leurs débuts. Il en va de même pour la classification des technologies que nous avons présentées (électronique 3D, électronique 2D montée en surface). Ici, nous avons fait le choix de regrouper plusieurs techniques de fabrication d'électronique non-conventionnelle dites de « transfert ». Elles permettent en soit le report d'électronique en 3D sans substrat.

L'une des problématiques récurrentes des technologies 3D présentées précédemment, est la difficulté de réaliser des dispositifs complexes. Par cela, on entend des dispositifs multicouches, actifs, ou bien composés de matériaux plus complexes à leur fabrication, comme les semi-conducteurs. En effet, les procédés de fabrication 3D sont très souvent restreints aux applications d'interconnexions ou de composants passifs, et où les possibilités de matériaux déposés sont limitées elles aussi. D'autre part, les méthodes de montage de substrat 2D sont limitées en conformabilité notamment en gardant un substrat à demeure en surface de l'objet.

Le concept du *transfer printing* s'inscrit dans la continuité des techniques de substrats 2D montés sur une surface 3D, à la différence que le substrat sur lequel les dispositifs électroniques ont été réalisés, ne sera pas monté à demeure sur l'objet cible. Ce substrat est donc temporaire et a le rôle de **donneur**, c'est-à-dire qu'il sert le temps de la fabrication du dispositif électronique (cf. figure 29), et que par le biais de différentes techniques de transfert : transfert par tampon, direct transfert, substrat sacrificiel, water transfert printing..., l'électronique pourra être reportée par la suite sur un substrat **receveur** (la surface cible, l'objet).

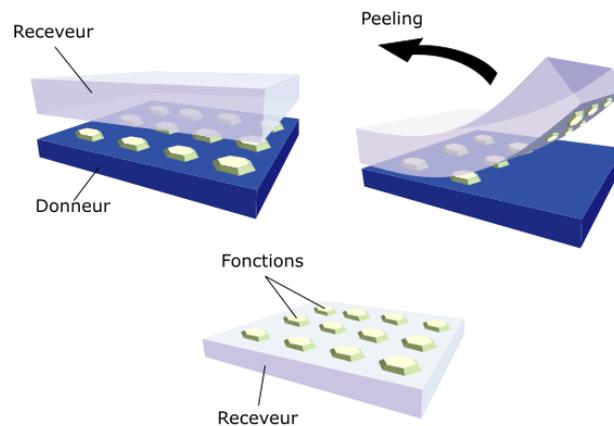


Figure 29 : Description du principe *transfer printing* : l'électronique est réalisée sur un substrat donneur puis le substrat receveur est placé en contact avec le substrat donneur et l'électronique afin d'y transférer cette dernière.

L'un des enjeux des techniques de transfert est donc de trouver le bon couple entre le donneur et le receveur avec la méthode de transfert adéquate pour un type de surface 3D (développable ou non) et un dispositif électronique donné. De plus, la difficulté de réalisation n'est pas uniquement due à la forme des matériaux cibles, mais aussi à la nature de ces derniers, notamment lorsqu'il s'agit d'effectuer des transferts sur des matériaux sensibles tels que les matières organiques, le vivant, les textiles et autres matériaux poreux...

5. b. Les techniques de *transfer printing*

La suite de cette partie introduira les différentes méthodes de transfert les plus notables telles que le report par substrat donneur sacrificiel permettant le passage d'un substrat à un autre en supprimant le donneur, l'utilisation de tampon pour permettre l'échange entre les deux substrats, le transfert direct entre la surface cible et le substrat donneur.

5. b. 1. Direct transfer

Le *direct transfer* est en fait l'idée même présentée précédemment du principe de *transfer printing* en une seule étape : développer l'électronique sur le substrat donneur pour « le passer » sur un substrat

receveur. **La philosophie de ce type de techniques est donc la suivante : s'il n'est pas possible de réaliser l'électronique directement sur un substrat désiré, alors elle sera reportée.**

Partant généralement d'un substrat donneur plan (wafer de silicium, verre...) pour réaliser des dispositifs complexes, le direct transfer s'oriente alors vers des substrats receveurs plan flexibles et/ou étirables. Comme présenté antérieurement en figure 11.a, cette méthode directe est notamment utilisée pour reporter des structures électroniques à la surface de substrats étirables ou de substrats adhésifs type PDMS (pré-étiré, le substrat cible est plat pendant le transfert pour être ensuite relâché et monté de manière conforme à la surface de l'objet 3D^[17,32]).

5. b. II. Transfert par tampon

Comme le met en évidence la figure 30.a et comme son nom l'indique, le transfert par tampon utilise un tampon généralement élastomère, pour permettre le passage des fonctions électroniques du substrat donneur au substrat receveur. Cependant, pour un tel transfert, des conditions d'adhésion du substrat donneur au tampon, et du tampon au substrat receveur doivent être réunies pour que le transfert soit réalisable. Plusieurs stratégies sont alors adoptées, notamment en travaillant sur l'adhérence des dispositifs au substrat donneur, au tampon et au substrat receveur. En soit celle du substrat receveur aux dispositifs doit être supérieure à celle du tampon qui doit être elle-même supérieure à celle du substrat donneur.

Pour aider à cela, de multiples méthodologies existent, comme le choix des forces de compression et des vitesses de détachement spécifiques appliquées sur les substrats^[73] (cf. graphique de la figure 30.a). La vitesse sera généralement rapide pour récupérer l'électronique sur le substrat donneur avec le tampon, puis lente et avec une bonne compression pour l'imprimer sur le substrat receveur. La forme du tampon a aussi son importance pour permettre un meilleur détachement et une meilleure conformabilité sur une surface de réception à forme complexe^[74,75] ; la figure 30.b met en avant un tampon possédant des ailettes rétractables pour permettre une adhésion réversible, de même que la figure 30.c présente un tampon micro-structuré pour aider au détachement. Une pression homogène et un cisaillement sont aussi parfois appliqués comme présenté sur la figure 30.d. Chaque méthode a ses avantages, ses inconvénients, mais surtout sa compatibilité avec la forme et à la nature des substrats donneurs et receveurs.

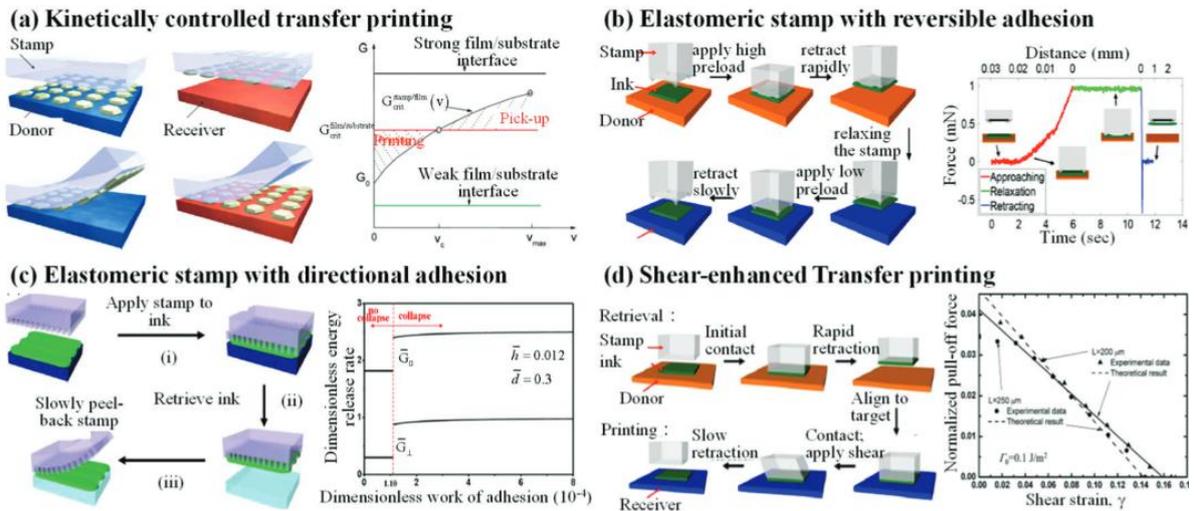


Figure 30 : Transfert par tampon^[55] : a) avec un contrôle cinétique du collage et détachement^[73], b) avec un tampon élastomère avec des reliefs de surface rétractable pour une adhésion réversible^[74], c) avec tampon micro-structuré^[75], d) amélioré par cisaillement^[76].

5. b. III. Water Transfer Printing et couche sacrificielle

Le *Water Transfer Printing* (WTP), aussi appelé transfert hydrographique, est une technique utilisant des substrats solubles comme l'alcool polyvinylique (PVA, ou Polyvinyl alcohol en anglais), pour permettre le transfert de motifs électroniques sur des surfaces 3D^[77]. Cette méthode s'inspire directement de l'hydrographie des arts graphiques, permettant le report de pigments et de peinture sur des surfaces 3D et objets du quotidien. Dans le cadre de l'électronique, le décor graphique est remplacé par un dispositif électronique. Cette méthode de fabrication originale a été brevetée par l'IETR en 2019 (Solvent transfer printing method, M. Harnois, E. Jacques, B. Le Borgne, US Patent App. 16/480,465).

La figure 31 présente les différentes étapes du WTP : les motifs sont d'abord réalisés sur le substrat hydrosoluble (31.a), qui est ensuite placé en surface de l'eau (31.b). Après quelques secondes le PVA commence à se dissoudre, et les motifs électroniques flottent à la surface de l'eau grâce à la tension superficielle. L'application d'un activateur en spray est ensuite effectuée en surface pour permettre un meilleur transfert. Un objet 3D est alors plongé dans l'eau à travers les motifs pour réaliser le transfert (31.c). Après complète immersion, le PVA présent en surface est dispersé, et l'objet est finalement émergé, puis rincé et nettoyé à l'eau. Les motifs se retrouvent ainsi imprimés sur l'objet (31.d). La figure 31.e présente un film de PVA sur lequel se trouvent des pistes conductrices, tandis que les figures 31.f, g, h et i présentent une variété d'objets sur lesquels ont été reportées des pistes conductrices.

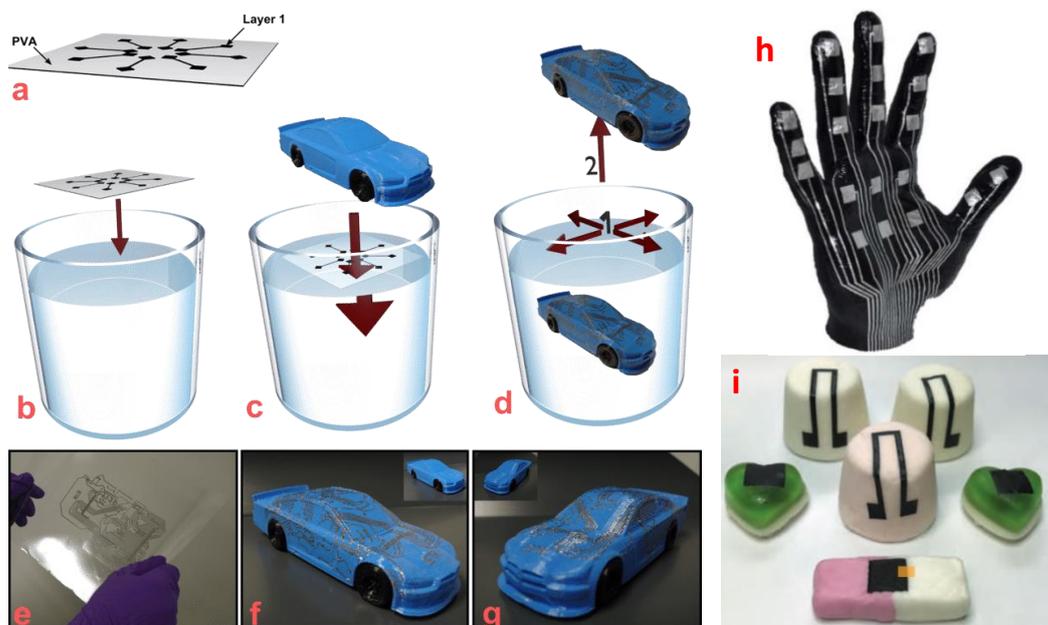


Figure 31 : Schéma de description du procédé de WTP : a) Motifs réalisés sur substrat de PVA, b) Dépôt du substrat avec motifs électroniques à la surface de l'eau, c) Transfert d'un objet 3D à travers les motifs, d) Dispersion du restant de motif et de substrat présent en surface, et émergence de l'objet. Images : e) film de PVA avec motifs électroniques réalisés par inkjet printing, f et g) objet 3D après transfert des motifs et avant en insert.^[78] h) Image de capteurs capacitifs transférés par WTP sur une main imprimée en 3D^[79], i) Transfert de lignes d'encre de graphène sur différents types de bonbons^[80].

Le WTP pose néanmoins quelques problèmes de réalisation sur le substrat de PVA. En effet, très limité thermiquement (température maximale de 70°C) et soluble dans l'eau, la majeure partie des procédés de fabrication de la microélectronique n'est pas compatible^[78]. Par exemple, les étapes de photolithographie nécessitent des réactifs chimiques contenant de l'eau dans la plupart des cas.

Aujourd'hui, le WTP est limité par ses procédés de dépôt de réalisation de motifs à la surface des substrats hydrosolubles. On retrouve alors des procédés d'impression comme la sérigraphie^[80], l'impression goutte à goutte (Drop On Demand) ou bien le shadow masking, ne nécessitant pas d'étape de photolithographie. Restreint aux encres fonctionnelles (encre d'argent^[79], EGaln^[81], ou graphène^[80]), au graphène^[82] et métaux, les applications sont pour le moment la réalisation de pistes électroniques, de capteurs capacitifs^[77] ou résistifs.

Le *water transfer printing* s'inscrit dans les techniques de substrat ou de couche dits « sacrificiels », c'est-à-dire qu'une couche (ou le substrat) sur laquelle des motifs électroniques sont présents, va être dissoute ou gravée pour permettre le transfert sur une autre surface.

6 - Bilan de l'état de l'art, problématique et organisation du manuscrit

Bilan de l'état de l'art

L'analyse de l'état de l'art montre une multitude de technologies et/ou de procédés de fabrication développés pour concevoir une électronique différente et désignée dans ce manuscrit comme non-conventionnelle car non rigide, non plane, non nécessairement fabriquée sur un substrat 2D, etc.

Ce chapitre a pour but de classer les technologies les plus pertinentes de l'électronique non-conventionnelle en regroupant les substrats 2D montés en 3D, les techniques directement réalisées en 3D ainsi que les technologies de transfert. Bien sûr, ce classement n'est pas universel et il aurait été possible de les organiser différemment, en regroupant par exemple les techniques de la plastronique ensemble, telles que les substrats thermoformables de l'IME avec le LDS ou bien en considérant que le transfert par tampon soit dans la même veine que celle des substrats 2D montés en surface. Cette analyse démontre d'une part la richesse, le dynamisme et l'engouement des recherches menées autour de cette nouvelle forme d'électronique et d'autre part le travail restant à accomplir.

Concernant, l'électronique réalisée sur substrats 2D montés en surface, la littérature montre deux filières s'étant imposées que sont l'électronique flexible et son évolution vers l'étirabilité. En ce qui concerne l'électronique flexible, il apparaît maintenant assez clair et intuitif que les meilleurs résultats en termes de capacités à conformer un objet sont obtenus en diminuant l'épaisseur du substrat flexible. Concernant l'électronique étirable, l'analyse de l'état de l'art est plus délicate et amène à être critique sur les valeurs d'étirement annoncées par telle ou telle technique ou autres designs. Une étude comparative exhaustive est selon nous très délicate tant les conditions expérimentales, les architectures de dispositifs, les matériaux utilisés, etc. influent sur les valeurs d'étirabilité. Il apparaît tout de même que les formes en méandres sont, à ce jour, les plus utilisées permettant des élongations de l'ordre de 100% assez communément.

Une autre filière technologique, plus récente, est la fabrication de l'électronique directement en 3D. La littérature montre une multitude de technologies principalement basées sur les procédés d'impression et un procédé propriétaire de chez LKPF (le LDS). Dans ce cas, la maîtrise technologique vient par l'ingénierie des équipements devant embarquer un système complexe de motorisation de la tête d'impression ou du laser. En plus de cette complexité, la variété et la qualité électronique des matériaux sont encore, à ce jour, un véritable frein à l'essor de ces technologies.

Problématique

Le savoir-faire du groupe OASIS aurait pu pousser à mener une énième étude sur la réalisation et la caractérisation d'un dispositif électronique flexible et/ou étirable "le plus performant possible". Celle-ci aurait amené à l'état de l'art son lot de nouvelles valeurs en termes de capacité de flexion ou d'élongation. Cette voie de recherche a été écartée dès la genèse de ce travail car l'ambition, ici, est d'apporter à notre communauté scientifique une contribution au développement de technologies, plus en ruptures et focalisées sur *le transfer printing*.

Le point de départ de la réflexion a été de combiner l'acquis du département OASIS sur les technologies silicium pour l'élaboration de jauges de contraintes et les récents développements sur le *water transfer printing* ayant menés à un brevet en 2019. Cependant, les écueils technologiques rencontrés lors de la thèse et synthétisés dans ce manuscrit ont aussi été source d'innovation (2 demandes de brevets en cours d'étude par l'office européen des brevets) conduisant à mener des développements élargissant la portée originale de ce travail non pas uniquement au *water transfer printing* mais aussi au *direct printing* pour une application de surveillance de l'intégrité physique des matériaux composites.

Organisation du manuscrit

Par choix, ce manuscrit n'est pas présenté de façon chronologique. Il nous a paru plus pertinent de scinder en deux parties relatives au tenant et aboutissant des deux méthodes de *transfer printing* étudiées. Ainsi, les chapitres deux et trois porteront sur la technologie de direct printing pour les composites et le chapitre 4, plus technologique, décrira les résultats liés au *water transfer printing*. Le lecteur observera le gradient de challenges scientifiques et technologiques entre la technologie de direct printing et de *water transfer printing* lorsqu'elles mettent en œuvre un matériau tel que le silicium. Il observera aussi, des similitudes dans les briques de bases des procédés développés marquant notre volonté de mixer astucieusement les matériaux, la méthodologie, etc. pour diverses applications.

Chapitre 2 : Les jauges de contraintes pour les applications de surveillance de l'intégrité des matériaux – Choix de l'application

Le premier chapitre a permis de décrire de nombreux procédés de fabrication d'électronique réalisés ou transférables à la surface et/ou au sein de matériaux aux formes plus ou moins complexes. De nombreuses applications de ces technologies sont possibles. Nous avons choisi de nous intéresser spécifiquement à un cas concret d'application d'intégration d'électronique qui concerne la surveillance de l'intégrité des matériaux.

La première partie de ce chapitre se focalise sur l'intérêt et les raisons qui ont poussé le développement du contrôle des structures, et ce en s'appuyant notamment sur la branche en pleine expansion des matériaux composites. Les différents procédés de fabrication de ces dits matériaux sont ensuite décrits, ainsi que les différentes solutions existantes pour la surveillance de leur intégrité.

Puis nous porterons notre regard sur les jauges de contrainte en tant que choix de capteurs répondant à des besoins du cas d'application. Nous développerons en outre une revue des technologies et un condensé sur la théorie des différents types de jauges de contraintes.

1 - Contexte et enjeux de la surveillance de l'intégrité des matériaux

La surveillance de l'intégrité structurelle des matériaux ou plus communément appelée par le terme anglais « **SHM** », pour *Structural Health Monitoring*, est une discipline ayant pour objectif d'évaluer l'intégrité, la santé et l'évolution temporelle de structures d'ingénieries telles que les bâtiments, les ponts, les véhicules... L'objectif est de maintenir et de prolonger leur durée de vie ainsi que de détecter et prédire leurs défaillances. En effet, ces structures peuvent s'endommager au cours de leur vie du fait de leur utilisation, leur vieillissement ou à cause des intempéries. Elles peuvent aussi présenter des défauts internes dès leur fabrication. Pour des raisons de productivité, de sécurité, etc., il est donc nécessaire de prévenir des dangers potentiels en amont de l'accident, en surveillant en particulier l'intégrité des matériaux.

La mise en œuvre de la surveillance de l'intégrité des structures fait appel à des compétences pluridisciplinaires dans les domaines des matériaux, des capteurs, du contrôle non destructif, de l'instrumentation, de l'architecture, de la maintenance, ou bien encore de l'analyse des données. L'intérêt majeur est de développer des protocoles de contrôle non destructif *in situ*, en cherchant à

être le moins intrusif possible, de manière à réduire l'emploi de méthodes conventionnelles d'inspection visuelle et permettre également la surveillance dans des lieux inaccessibles. Les performances des structures et des matériaux les constituant doivent être le moins possible affectées par l'ajout de capteurs ou d'actionneurs. C'est pourquoi de nombreuses recherches et des développements se focalisent sur la diminution de l'impact de cette surveillance, en particulier au niveau du matériau.

De multiples avantages découlent de cette surveillance, car le SHM trouve aussi son intérêt dans l'optimisation des procédés de fabrication. Lors de la conception de procédés de fabrication de matériaux, il est intéressant de connaître ce qui se passe en leur cœur. Des capteurs seront également utiles pour connaître les cycles de vie de certains matériaux. Ainsi, on cherchera souvent à ajuster les paramètres de fabrication pour obtenir les performances souhaitées en fonction de l'application visée.

De ces optimisations découlent forcément un gain économique et écologique, visant à réduire le gaspillage lors de la fabrication et les coûts énergétiques, notamment par la réduction du temps de fabrication grâce à des capteurs au plus près des matériaux. La figure 32 met en évidence la chaîne d'intérêt à l'ajout de capteurs au sein de matériaux pendant leur fabrication.

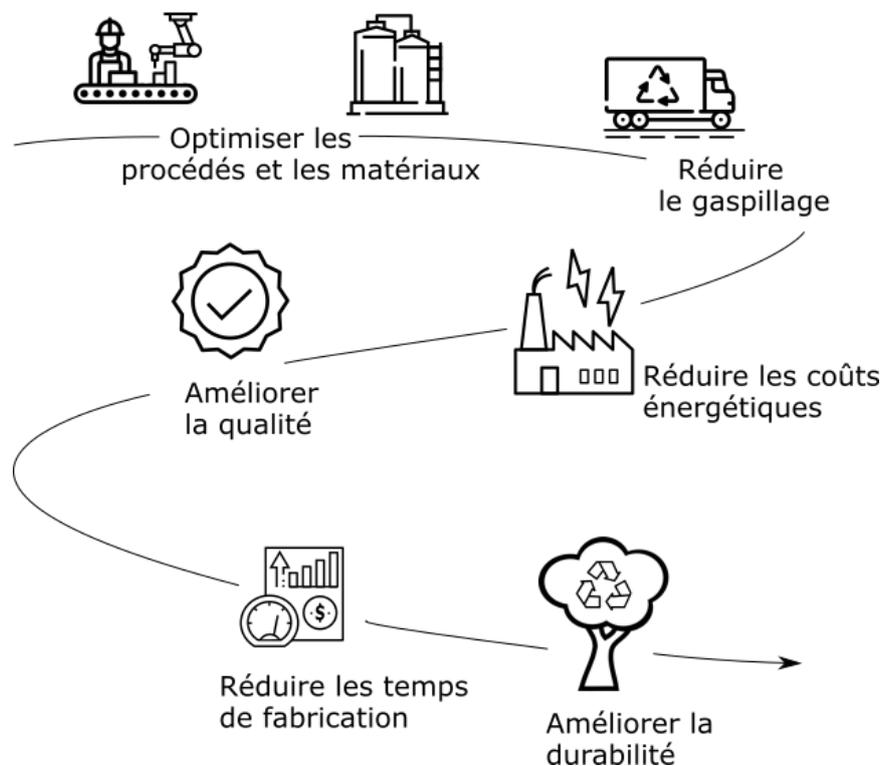


Figure 32 : Chaîne explicative de l'intérêt d'ajouter des capteurs aux matériaux pendant leur fabrication.

Force est de constater que la création de matériaux intelligents intéresse, notamment dans les applications de hautes performances telles que les secteurs de l'aviation, du transport naval, le

spatial, le transport routier, le sport, l'architecture etc. Dans tous ces domaines, les matériaux composites remplacent de plus en plus les matériaux traditionnels, grâce à leurs nombreux avantages tels que, leur facilité de mise en forme, leur haute résistance à la fatigue et à la corrosion ou bien encore leur faible densité. Les structures en fibres de carbone sont par exemple « les stars » lorsqu'il s'agit de réduction de poids, ou lorsque l'on entend parler de performance et de « dernier cri » dans le domaine du sport et de l'automobile.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons développé un procédé de fabrication permettant l'intégration par « *transfer printing* » de fonctions électroniques à la surface et au sein des matériaux pour répondre à ces objectifs de SHM. Ce chapitre portera donc sur l'instrumentation de matériaux composites.

2 - Les matériaux composites

2. a. Introduction aux matériaux composites

Un matériau composite est un matériau constitué d'au moins deux composants de nature différente et non miscibles : une matrice et un renfort (cf. figure 33). Le but de cette association est d'obtenir un nouveau matériau avec de nouvelles caractéristiques, différentes de celles des composants isolés, et conduisant à des améliorations de la qualité de cette matière en particulier en termes de légèreté, dureté, rigidité ou bien encore de résistance à la corrosion.

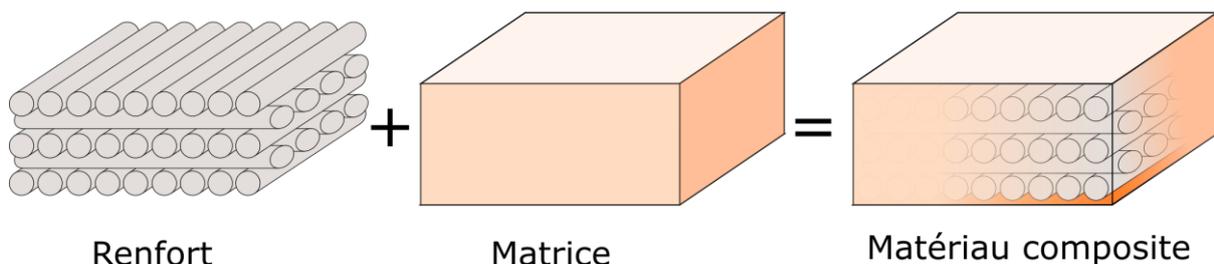


Figure 33 : Schéma explicatif de la composition d'un matériau composite.

La matrice permet d'assurer la cohésion du matériau en donnant la forme souhaitée à la structure finale ainsi que de transmettre les efforts mécaniques au renfort. Le renfort est donc l'armature reprenant l'essentiel des efforts mécaniques.

L'un des cas les plus typiques de matériau composite est le béton armé, où l'armature métallique sert de renfort, et le béton de matrice, protégeant ainsi le métal de la corrosion et se complétant l'un l'autre par leurs propriétés mécaniques en traction et en compression.

Le renfort constitue l'ossature de la pièce et assure l'essentiel des propriétés mécaniques du matériau composite. Dans les usages les plus communs, le renfort est souvent sous forme de fibres longues ou continues comme de la fibre de verre. Dans ce cas, les fibres peuvent être disposées de différentes manières : en mat de fibres ou laminées selon un angle défini (figure 34.a), alignées parallèlement les unes par rapport aux autres (figure 34.b), ou bien tissées selon différentes méthodes (figure 34.c). Le renfort peut également prendre la forme de particules plus ou moins grosses (figure 34.d), ou bien de courtes fibres discontinues directement incorporées dans la matrice avant la mise en forme (figure 34.e).

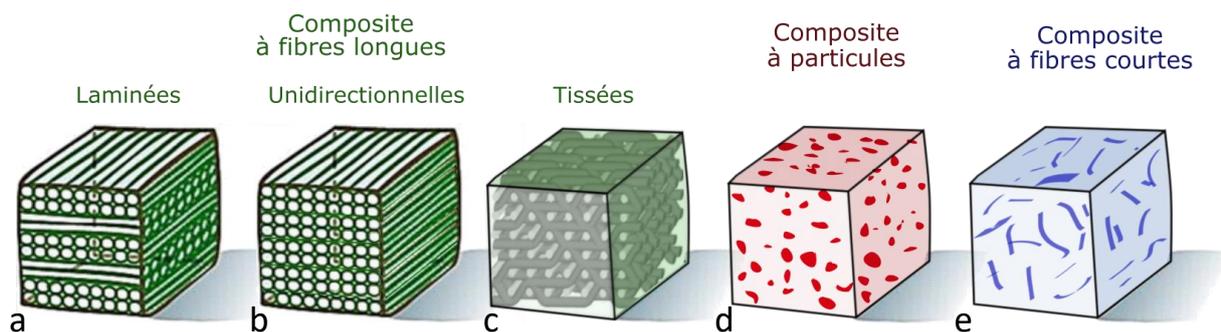


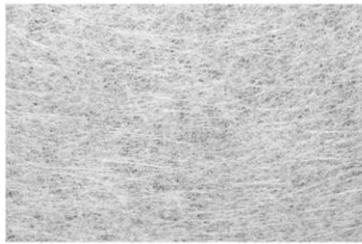
Figure 34 : Schémas représentatifs de différents types de renforts que l'on retrouve au sein des matériaux composites : Composite à fibres longues a) laminées, b) unidirectionnelles, c) tissées, d) composite à particules, e) composite à fibres courtes.

2. b. Les types de composite et leur matrice

2. b. I. CMO : Composite à Matrice Organique

Les CMO sont les composites les plus répandus, notamment grâce à leur accessibilité de mise en forme et leur coût. Les matrices utilisées sont pour la majeure partie des résines polymères thermodurcissables, dans lesquelles le mélange d'un précurseur liquide et d'un catalyseur vont réagir pour former la matrice, entraînant ainsi une solidification par la polymérisation. Elles peuvent être aussi des thermoplastiques tels que des granulés solides qui, une fois chauffés, se ramollissent pour être ensuite mis en forme.

Les renforts associés à ces matrices peuvent être de toutes formes et tous types. Il est à noter que les composites les plus couramment fabriqués sont des associations de résine thermodurcissable et de fibres longues telles que la fibre de verre, de carbone voire des fibres végétales telles que le lin, comme présenté à la figure 35.



Fibre de verre



Fibre de carbone



Fibre végétale

Figure 35 : Exemples de différents renforts de fibres longues utilisés dans l'industrie.

Par leurs avantages en termes de résistance mécanique, de poids et de liberté de forme, les composites sont aujourd'hui présents partout autour de nous au détriment de matériaux plus conventionnels comme le bois ou le métal. Comme peut le mettre en avant plusieurs images de la figure 36, on les retrouve dans un large panel de secteurs d'activités regroupant : les loisirs et l'équipement sportif (36.a), le transport, les équipements industriels, le naval (36.b), le prototypage, l'automobile, la défense, l'éolien (36.c), l'aéronautique (36.d), le bâtiment...



Figure 36 : Images d'objets réalisés à l'aide de procédés de fabrication de matériaux composites : a) rames de compétition en fibres de carbone, b) coque de bateau en fibres de verre réalisée par infusion sous vide, c) pale d'éolienne de 107m en fibres de verre sortie de l'usine de LM Wind Power à Cherbourg, d) aile d'avion en fibres de carbone.

Les différents procédés de fabrication des CMO seront présentés dans la section : « 2. c. procédés de fabrication ».

2. b. II. CMM : Composite à Matrice Métallique

Les CMM sont des matériaux utilisés pour leurs caractéristiques généralement supérieures à celles des métaux et des alliages, notamment lorsqu'il s'agit de tenue en température, de résistance au feu, de vieillissement, ou encore pour leur bon compromis entre ténacité et rigidité comparé aux CMO à matrice therm durcissable. Bien que limités à des applications dans les secteurs de l'aéronautique^[83,84] et de l'aérospatiale^[85] à leur début, de par leur coût, l'utilisation des CMM s'est démocratisée par la suite. Ils intéressent aujourd'hui de plus en plus l'industrie automobile^[86] pour les caractéristiques mécaniques spécifiques qu'ils offrent, comme peut le mettre en avant la figure 37, avec des utilisations variées d'aluminium CMM dans des systèmes de freinage et des parties mécaniques de moteurs.



Figure 37 : Photos d'objets d'ingénieries d'automobile réalisés en aluminium CMM^[86] : a) pistons, b) moteur Honda Prelude avec un barillet en aluminium CMM, c) bielle de piston, d) système de freinage.

Pour des raisons de gain de poids, les CMM présentent généralement une matrice avec un métal ou un alliage léger tel que l'aluminium, le magnésium ou bien le titane, ainsi que leurs alliages respectifs. Pour des applications à haute température, le cobalt ou un alliage cobalt-nickel est utilisé.

Les renforts sont d'ordinaire métalliques ou céramiques, et peuvent être sous forme continue comme les fils d'acier, ou discontinue comme de la poudre d'alumine. D'autres matériaux sont aussi utilisés tels que la fibre de carbone, des particules de carbure de silicium (SiC), etc.

La fabrication de composite à matrice métallique est complexe pour des raisons de température de fusion de la matrice et de cohésion entre cette dernière et les renforts. La mise en forme peut se faire dans un moule sous pression contenant les renforts où la matrice est injectée^[87], ou bien par frittage de la matrice^[88].

2. b. III. CMC : Composite à Matrice Céramique

Les CMC sont une branche des céramiques dites techniques, en particulier pour les différencier des céramiques artisanales, d'art ou bien d'usage domestique. La matrice et le renfort sont tous deux des matériaux céramiques^[89], où l'on retrouve des fibres de type oxyde (quartz, alumine, mullite – $3Al_2O_3$, $2SiO_2$...), non-oxyde (carbures, borures, nitrures), et où sont incluses aussi les fibres de carbone (qui ne sont pas de la famille des céramiques mais qui se comportent comme telle dans ces usages).

Légers et résistants à des conditions extrêmes de températures (plus de $3000^\circ C$ pour certains), les CMC sont particulièrement techniques et coûteux, ce qui les a d'abord limités à des utilisations dans l'aérospatial et l'aéronautique militaire dans des applications nécessitant de hautes résistances en température^[90]. La figure 38.a met en avant l'importance du bouclier thermique face à l'échauffement aérodynamique qu'une navette spatiale peut atteindre lors de la descente dans l'atmosphère. Les CMC sont en voie de développement dans les parties constituant les navettes, comme peut le montrer la figure 38.b avec des ailerons réalisés en C/SiC.

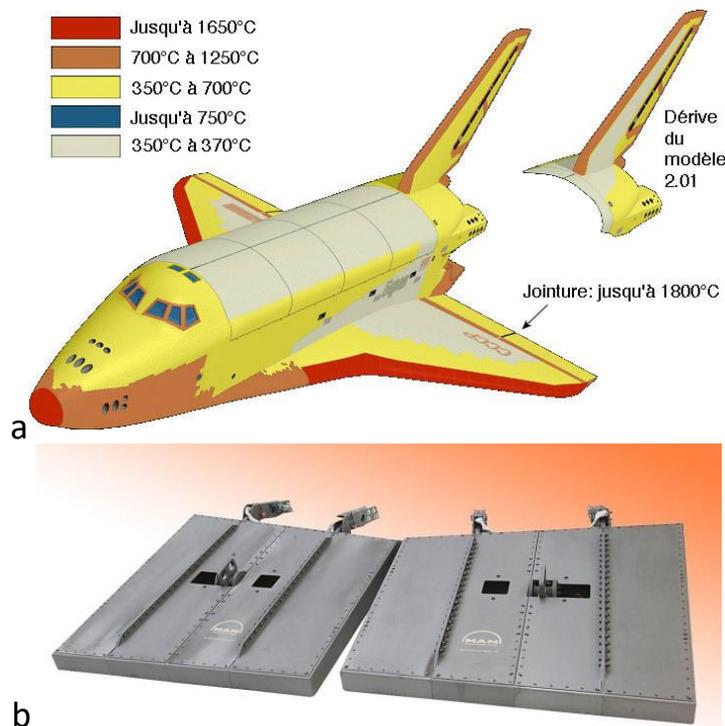


Figure 38 : a) Représentation des températures du fuselage de la navette Bourane, b) ailerons de direction de la navette NASA X-38 en C/SiC par MT Aerospace AG (Augsbourg).

En outre, l'allègement est très recherché dans ces filières pour la réduction de consommation de carburant et d'ergol, ainsi que pour ce qui découle de cette consommation comme la pollution. Par leur ténacité, ils permettent de compenser les lacunes des céramiques techniques plus conventionnelles ayant une résistance limitée aux chocs thermiques et à la rupture par leur caractère très cassant.

De par leurs bonnes propriétés thermiques et leur résistance à la corrosion, les CMC tendent à élargir leurs domaines d'emploi dans d'autres applications aux conditions exigeantes, notamment pour les systèmes de freinage^[91], pour l'évacuation de gaz d'échappement^[92], ou encore pour l'énergie en tant que gainage du combustible nucléaire^[93] (SiC/SiC).

2. b. IV. Conclusion sur les différents types de matériaux composites

De nos jours, il est possible de choisir parmi un large panel de couples matrice-renfort en fonction de l'application visée et du budget alloué. La fibre de verre convient pour les utilisations courantes, la fibre d'aramide (aussi appelé kevlar) pour des applications de résistance aux chocs, notamment utilisée dans la balistique, la fibre de carbone pour des applications de performances plus hautes que la fibre de verre et nécessitant une légèreté associée à une très bonne rigidité. Les fibres végétales à base de lin ou de chanvre sont de plus en plus utilisées pour des applications cherchant une alternative biosourcée. Et dès lors que l'on recherche de très hautes performances en température et en gain de poids, les CMC et les CMM seront privilégiés.

Dans la suite de notre étude, nous avons fait le choix de nous focaliser sur les composites à matrice organique (CMO) couplée à des renforts à fibres longues, car ces matériaux répondent à la majeure partie des applications pour les raisons décrites précédemment (accessibilité, coût de mise en œuvre, etc.).

2. c. Procédés de fabrication

La majeure partie des procédés de fabrication de composites à fibres longues utilise des moules pour réaliser les formes des structures souhaitées. Ci-après sont listées diverses techniques utilisées aujourd'hui dans l'industrie ou même chez les particuliers.

2. c. I. Stratification/moulage au contact

Il s'agit de la plus ancienne méthode de mise en œuvre des composites effectuée manuellement à température et pression ambiante. La figure 39.a présente un schéma résumant les différentes

étapes du procédé : un moule préalablement enduit d'un agent de démoulage reçoit une couche de surface aussi appelé gelcoat (cette couche sert de finition d'aspect et est optionnelle). Le renfort et la matrice sont ensuite ajoutés manuellement par couches successives, et ce à l'aide d'un rouleau, d'un pinceau ou d'une raclette pour permettre d'imprégner au mieux la résine (cf. figure 39.b). Il est ensuite nécessaire de retirer le plus d'air présent entre les couches à l'aide d'un rouleau ébulleur pour obtenir un composite des plus résistant.

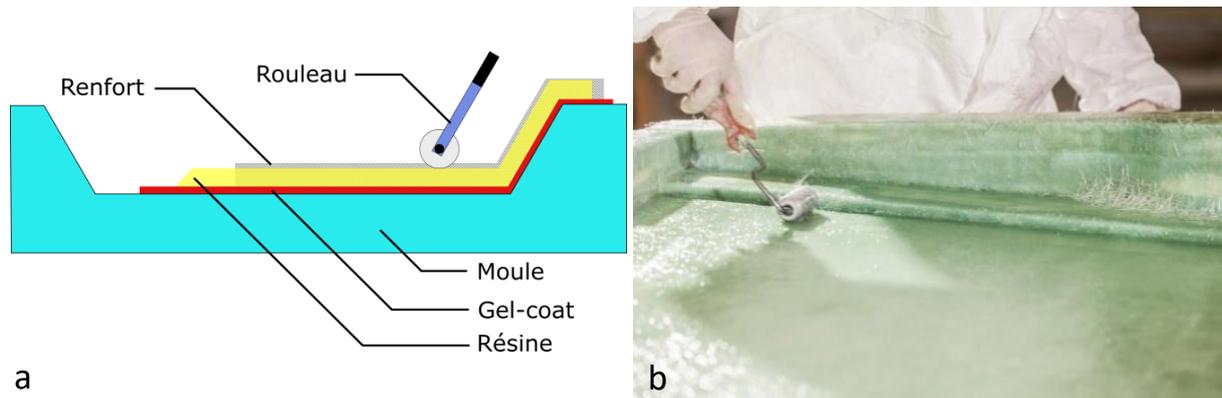


Figure 39 : a) Schéma explicatif du procédé de stratification au contact, b) image d'un opérateur lors de l'étape d'imprégnation de la résine lors d'une stratification au contact.

Après plusieurs heures de séchage, la pièce composite est retirée du moule et peut être utilisée. Dans certains cas de matrice, on effectuera un recuit de la pièce pour améliorer ses propriétés mécaniques.

2. c. II. Infusion sous vide

Tout comme la stratification au contact, ce procédé consiste à empiler plusieurs ou bien même différents plis de renfort sec dans un moule rigide sur une couche de gelcoat (ou non), puis de placer l'ensemble sous vide à l'aide d'une bâche et d'un système de pompage. La figure 40 présente un schéma explicatif du procédé d'infusion où l'on peut voir les successions d'empilement de matériaux nécessaires à sa mise en place. Les renforts sont ensuite imprégnés par l'arrivée de résine sous forme liquide qui est aspirée par la dépression créée sous la bâche. Il est aussi nécessaire d'ajouter par-dessus l'empilement de renfort, un tissu d'arrachage et une grille de drainage pour permettre le bon écoulement de la résine et une facilité de détachement lors du démoulage. Des étapes de recuit pendant ou après le durcissement de la résine sont possibles pour améliorer les performances du matériau.

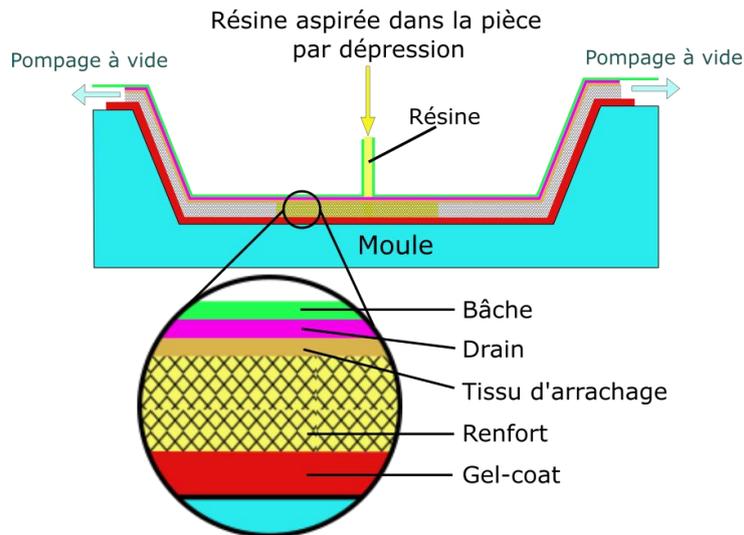


Figure 40 : Schéma explicatif du procédé d'infusion sous vide.

Ce procédé permet ainsi la réalisation de pièces avec un taux volumique de renfort plus élevé qu'un moulage au contact, donc d'un meilleur rapport résistance/poids. En outre, cette méthode accorde une meilleure reproductibilité et une fabrication d'un seul bloc ou « *one shot* » des pièces. Cependant, à cause de ces bâches, systèmes de pompages, tubes et tissus en plus, il requiert plus de consommables et de technicité, et par conséquent un surcroît de coût de production. Cela permet toutefois de favoriser une meilleure protection des opérateurs aux émissions de solvants (moins de composés organiques volatiles).

2. c. III. RTM - *Resin Transfer Molding*

Le moulage par injection de résine liquide RTM, *Resin Transfer Molding* en anglais, est un procédé manuel ou semi-automatisé qui s'effectue entre un moule et un contre-moule rigide. La figure 41 décrit le procédé suivant : les renforts sont placés entre les deux moules solidement fermés par une pression de maintien, puis la résine déjà catalysée est injectée à l'intérieur sous faible pression (1,5 à 4 bars). Le vide est utilisé dans certaines techniques RTM pour permettre la fermeture du moule et ainsi réduire la quantité de résine utilisée, et améliorer les performances du matériau. L'injection de résine est stoppée lorsque le moule est rempli, puis ce dernier est chauffé et maintenu en température le temps pour la résine thermodurcissable de durcir. Une fois durci, le moule peut être ouvert, et la pièce est démoulée pour être ensuite ébarbée, ou éventuellement placée dans un four pour une étape de recuit dans le cas où l'on cherche à donner de meilleures propriétés mécaniques.

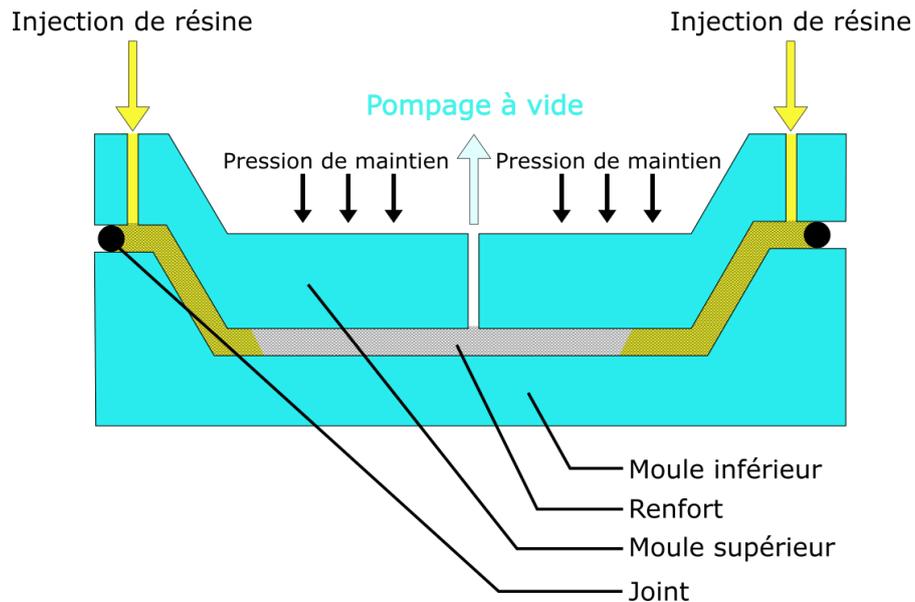


Figure 41 : Schéma explicatif du procédé de RTM.

Cette technique est plus rapide que celles présentées précédemment. Cependant, le coût de revient de ces moules pousse généralement son utilisation pour la production à grande échelle de pièces structurales pouvant aller de la raquette de tennis à des poutres structurantes d'avion.

2. c. IV. Pré-imprégnés/prépregs

Les préimprégnés (souvent appelé *prepreg* en anglais) sont des composites semi-finis constitués de plis ou de tissus déjà enduits de matrice thermodurcissable ou d'un thermoplastique. Pour les matrices thermodurcissables, la technique repose sur le fait que la réaction de polymérisation n'est que partielle et très lente à température ambiante. Il est donc possible de mettre en forme les préimprégnés sur un moule en les plaquant sous vide ou en appliquant une pression, puis en finissant la réaction de polymérisation dans un autoclave à haute température (généralement entre 120 et 180 °C). Plus rapides d'utilisation et de mises en forme, les prepregs représentent un avantage pour les grandes productions de pièces structurales de qualité. Ils sont néanmoins beaucoup plus onéreux à l'achat, au stockage et à l'utilisation. En effet, les prepregs demandent un équipement de stockage spécifique tel que de grands congélateurs et des sacs anti-humidité pour réduire la vitesse de polymérisation et l'absorption d'eau. Leur fabrication demandant des fours à autoclave peut aussi engendrer de forts coûts en équipement, notamment pour la réalisation de pièces de grand volume.

2. c. V. Autres procédés

On notera l'existence de procédés automatisés un peu plus de niche, et fonctionnant de manière ininterrompue, cependant dédiés à des géométries définies telles que des poutres, des tubes/cylindres ou encore des cônes.

L'enroulement filamentaire :

La figure 42.a met en avant ce procédé qui consiste à enrouler de la fibre imprégnée ou non, autour d'un mandrin. Il est possible de contrôler l'orientation de la fibre tout en gardant de très bonnes propriétés mécaniques grâce à un taux de fibres élevé. La matrice est ajoutée soit avant l'enroulement par un passage du renfort dans un bain de résine, soit par spray le long du mandrin.

La pultrusion :

La figure 42.b représente le processus de pultrusion qui permet la production automatisée et continue de formes structurelles en fibres composites. Elle consiste à tirer des nappes de fibres à travers un bain de résine ou un imprégnateur de résine, qui vient saturer le renfort, pour ensuite passer à travers un four et permettre une polymérisation rapide. Les nappes imprégnées sont mises en forme le long de la chaîne puis découpées une fois arrivées au bout. Cette technique est majoritairement utilisée pour la réalisation de poutres structurelles.

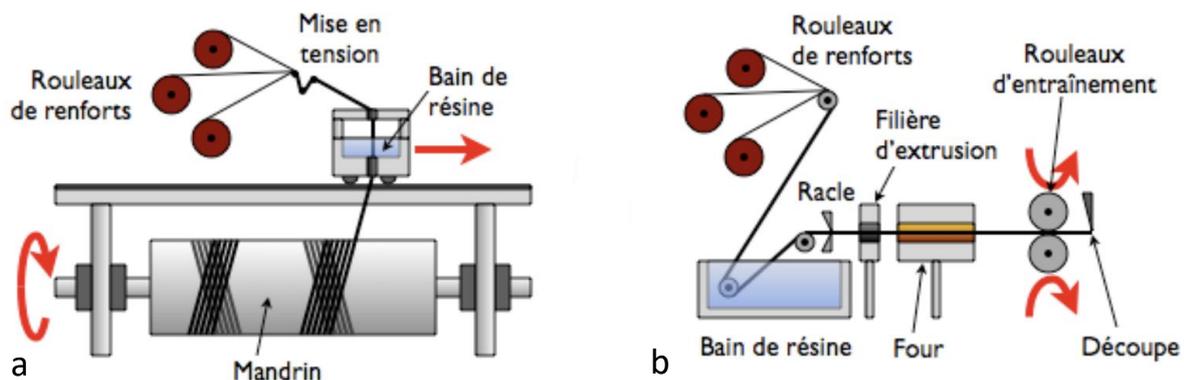


Figure 42 : Schémas explicatifs des procédés : a) d'enroulement filamentaire, b) et de pultrusion.

3 - Technologies de surveillance de l'intégrité des matériaux

composites

Il existe de nombreuses raisons que nous avons déjà citées justifiant l'intérêt de la surveillance de l'intégrité des matériaux, et par conséquent, il existe aussi de nombreuses solutions en fonction des besoins. Dans cette partie et après avoir présenté les technologies existantes et émergentes pour la surveillance des matériaux composites pendant leur fabrication, nous mettrons en avant la surveillance lors de l'exploitation des matériaux dans diverses applications et secteurs d'activités des composites.

3. a. Surveillance en fabrication

Le SHM prouve son utilité lors de l'étape de fabrication des matériaux, en particulier pour un meilleur contrôle en conformité, pour le suivi de fabrication, ou encore pour l'automatisation et la normalisation. On retrouve alors de nombreux capteurs directement intégrés entre les renforts du futur matériau pour récupérer des données au plus proche, mais aussi des capteurs dans les composants du système de fabrication tels que les moules et la tuyauterie. Bien que ces derniers s'écartent de notre problématique de base, il reste néanmoins important d'en lister quelques exemples et de ne pas nier leur existence.

- **Capteur de flux de chaleur** : ce sont des capteurs intégrés et placés généralement au sein du moule ou des lignes d'arrivée de résine. Ils mesurent le flux de chaleur et la température, pour permettre de déterminer l'étape à laquelle se trouve le procédé, et de gérer au mieux les besoins en apport thermique. Comme peut le montrer le graphique de la figure 43, ce type de capteur permet de surveiller l'étape de durcissement de la résine lors d'un procédé RTM. Au temps $t = 0$ heure, la résine est injectée. La durée d'un cycle de durcissement débute lorsque la température atteint 180°C , et la fin du durcissement correspond à un niveau de 99% de durcissement relatif (axe vertical à droite). La fin du durcissement correspond également avec la stabilisation du flux de chaleur. Cela a permis de réduire de 30 min le temps d'attente de durcissement de la résine, au lieu des 2 heures préconisées auparavant, montrant l'intérêt du SHM dans les systèmes de production.

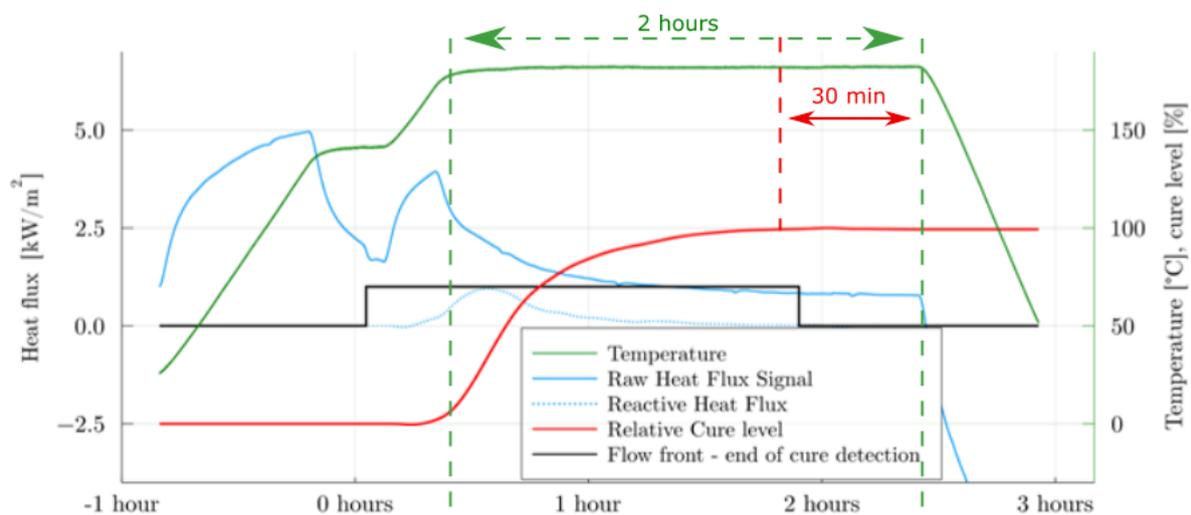


Figure 43 : Mesure du durcissement de la résine par un capteur de flux thermique pour réduire le temps de fabrication de pièce composite par RTM. Au temps $t = 0$ heure la résine est injectée. La durée d'un cycle de durcissement débute lorsque la température atteint 180°C , et la fin du durcissement correspond à 99% du niveau de durcissement relatif (axe vertical à droite). La fin du durcissement correspond également avec la stabilisation du flux de chaleur^[94].

- **Capteur diélectrique et sonde capacitive** : ce sont des capteurs de mesure de la température, ainsi que de l'impédance et de la viscosité de la résine lors de l'infusion des

renforts. Il est nécessaire pour la majeure partie de ces capteurs d'être en contact avec la résine. Ils permettent ainsi la surveillance de l'imbibition de la résine à différents endroits complexes de la structure, du durcissement, de la viscosité, et de la température de la résine. Comme le présente la figure 44.a, lors d'une infusion de résine, ces capteurs de suivi de fabrication peuvent être intégrés dans les procédés de fabrication de composites. Ils sont notamment utilisés pour contrôler le bon déroulement de l'opération en analysant les données reçues sur ordinateur, et permettent de réduire les temps de fabrication. Ils sont aussi parfois utilisés en tant que capteur de contrôle de pression pour les préimprégnés.

- **Capteur ultrasonique** : ce sont des capteurs intégrés aux moules ou aux outils de fabrication, mesurant les propriétés acoustiques du matériau telles que la vitesse de propagation du son et son atténuation dans le matériau. Ils servent à mesurer la bonne infusion de la résine ainsi que sa polymérisation.
- **Jauges de contraintes** : utilisés depuis des décennies dans le SHM, ces capteurs sont intégrés directement dans le futur composite entre les renforts. Ils permettent la mesure de la pression et des déformations du matériau au cours de sa fabrication. Ces capteurs servent cependant principalement lors de l'exploitation de la future pièce composite où ils sont les plus majoritairement utilisés. La déformation étant l'une des principales raisons d'intérêt du SHM et le sujet d'une partie de cette étude, une section de ce chapitre est réservée aux jauges de contraintes (cf. section 4).
- **Capteur à fibre optique** : ce sont des capteurs directement intégrés entre les renforts ou bien parfois tissés à travers les fibres longues (cf. figure 44.b). Comme les jauges de contraintes, ils permettent de mesurer la déformation du matériau pendant sa fabrication et son exploitation. En outre, ils permettent de mesurer la température du matériau. Leur fonctionnement est basé sur le réseau de Bragg qui sera décrit dans la prochaine partie.

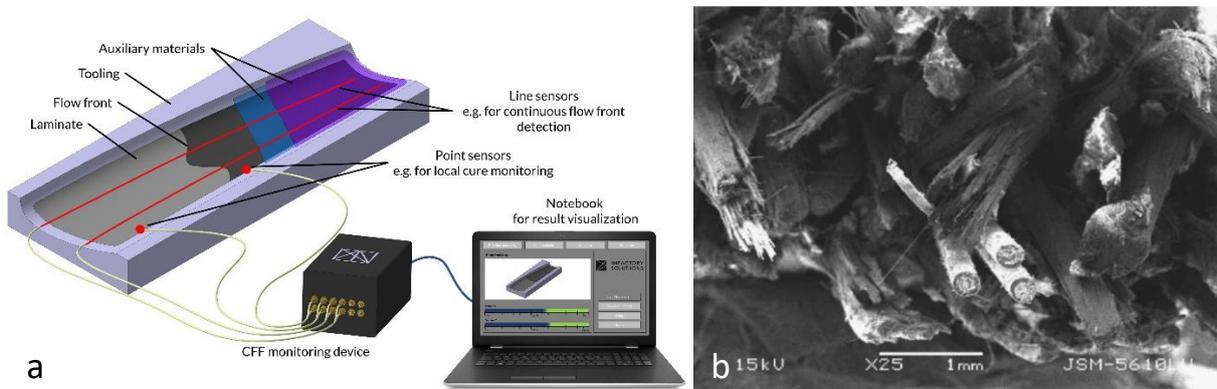


Figure 44 : a) Image d'un dispositif de SHM de mesure de contrôle de durcissement et de débit de résine de « InFactory Solutions ». b) Image au microscope électronique à balayage de fibres optiques insérées dans de la fibre composite^[95].

Ces contrôles de fabrication par ces multiples acquisitions de données des capteurs présents au plus proche des matériaux, permettent de garantir une conformité, et prévenir à l'avance des défauts de fabrication pouvant entraîner des défaillances pendant l'exploitation.

3. b. Surveillance en exploitation

Le génie civil représente la plus importante part du marché du SHM. En effet les structures telles que les ponts, les tunnels, les bâtiments, ou bien encore le mobilier urbain, font l'objet de programmes rigoureux d'inspection, de contrôle et de maintenance. Les systèmes SHM sont donc ajoutés dans le but de proposer une alternative aux inspections, de garantir la sécurité, d'anticiper les défaillances, et de prolonger la durée de vie des structures. La motivation est donc à la fois économique et sécuritaire.

Le SHM n'est pas une discipline nouvelle : depuis longtemps, les structures sont inspectées pour garantir leur longévité et où pour lesquelles des solutions de mesures déportées sont recherchées. De nos jours, avec l'émergence des capteurs, des réseaux d'IoT et des systèmes embarqués communicants, le domaine connaît un véritable essor pour la surveillance à distance, et est enclin à s'étendre à de nouveaux secteurs.

Exemple de surveillance en exploitation

Le secteur des structures offshores telles que les parcs d'éoliennes en mer, et d'hydroliennes, les stations de mesures de données marines, ainsi que les plateformes pétrolières, utilisent une large gamme de capteurs embarqués pour mesurer de nombreuses données à distance où la présence humaine et l'inspection sont parfois difficiles. Des recherches actuelles suscitent l'intérêt des industriels en matière de détection de la teneur en chlore dans le béton armé à l'aide de capteur capacitif^[96], pour prévenir de la corrosion l'armature en métal (cf. figure 45.a). Aussi, des travaux de recherche sur la détection de bio salissures^[97] sont envisagés afin de prévenir de la dégradation par des colonisations d'organismes marins et d'en identifier les causes. Naturellement, on retrouve aussi des capteurs de déformations, présents aussi depuis longtemps dans les structures de génie civil déjà citées telles que les ponts, les tunnels et les bâtiments. Ils sont intégrés dans le béton, dans les matériaux composites ou sur les structures métalliques, pour tous types d'applications cherchant à mesurer les forces appliquées sur les structures d'ingénieries. Les capteurs de déformations sont parmi les plus utilisés dans le SHM lorsqu'il s'agit de surveiller les défaillances physiques dans les matériaux.

On peut noter par exemple l'augmentation de l'utilisation de fibres optiques et de jauges dans les voiliers de compétitions pour les pièces pouvant subir des forces considérables comme le foil présent en figure 45.b, et ainsi essayer de prévoir au mieux les défaillances comme les fissures, les craquelures, les ruptures. Les fibres optiques offrent aussi l'avantage de ne pas interférer et ne pas être modifiées dans le cas de champ magnétique, ce qui leur a valu d'être choisi dans le cas de la mesure de déformation des boucliers en béton du projet ITER^[98] à la place de jauges de contraintes plus traditionnelles.

Le domaine de l'aéronautique et notamment l'aviation de ligne utilise aussi de nombreuses jauges de contraintes intégrées dans les coques d'avions pour réduire le temps et accompagner les inspections des avions. Les figures 45.c et d présentent aussi la présence de capteurs inductifs sans contact introduits dans la coque des avions, pour effectuer des mesures de détection d'impacts invisibles à l'œil nu, et aider à l'inspection de l'appareil.

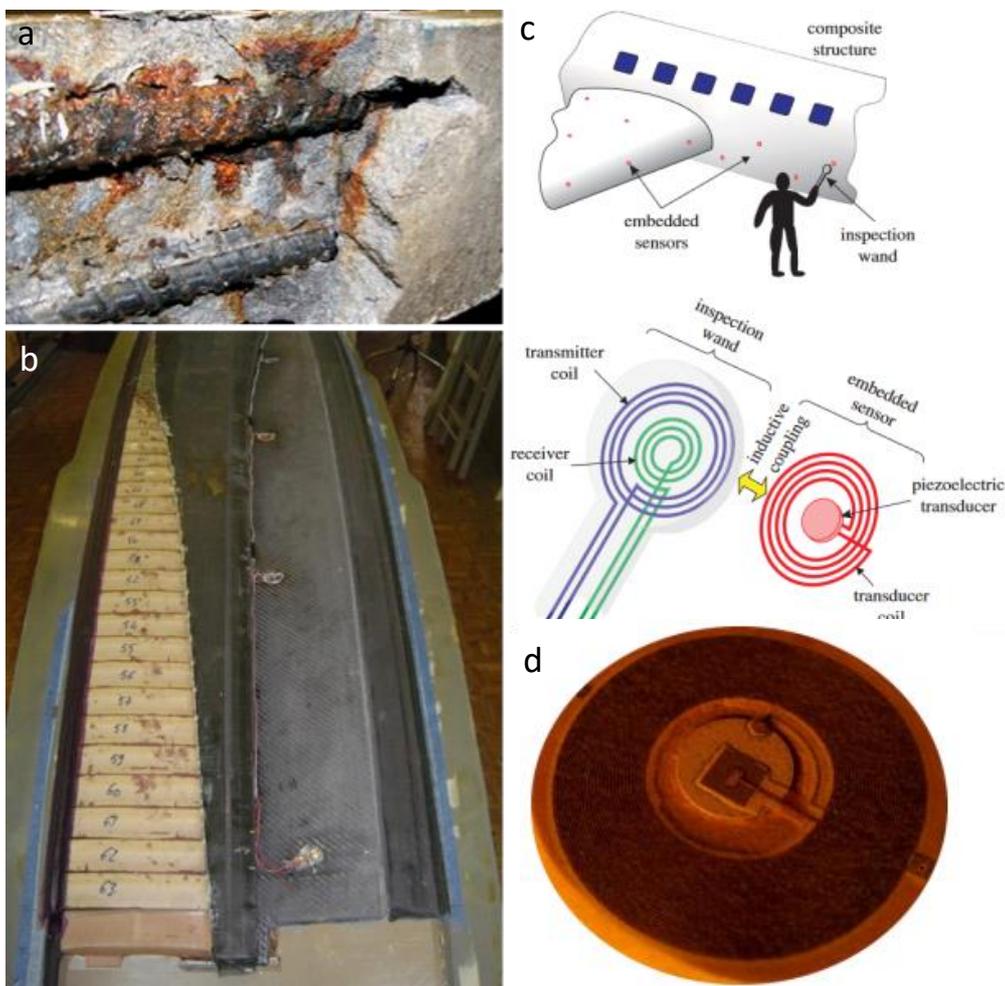


Figure 45 : a) Image de corrosion de béton armé ayant résulté en une chute de la matrice, b) jauge d'extensométrie en fibre optique pour la mesure de déformation d'un foil de bateau en fibre de carbone, c) schéma de principe de mesure inductive sans contact pour la détection d'impact sur la coque d'un avion^[99], d) capteur inductif de détection d'impact.

En connaissant mieux les matériaux et en pouvant effectuer des mesures au plus proche des matériaux par le biais de capteurs tout en opérant à distance, il est aujourd'hui possible de diminuer les opérations de maintenance préventive, de renforcer le diagnostic de l'état d'une structure, mais aussi d'en apprendre d'avantage sur la physique des matériaux.

4 - Les jauges de contraintes

Antérieurement à cette thèse, des travaux concernant la fabrication de micro-capteurs, et plus précisément la fabrication de jauges de déformation en silicium microcristallin^[100-102], ont été réalisés au sein de l'IETR. Avec les connaissances et le savoir-faire présents sur place, nous avons donc naturellement fait le choix d'aborder le sujet de l'intégration de fonctions électroniques à la surface et au sein des matériaux, notamment pour répondre aux besoins de la surveillance des matériaux, en conduisant nos recherches sur les jauges de contraintes.

Les capteurs de déformation sont des fonctions électroniques qui nécessitent d'être mécaniquement déformées pour fonctionner, et donc doivent être flexibles et/ou étirables à différentes échelles selon l'application ciblée. Ils représentent ainsi un bon exemple de type d'application pouvant exiger une réalisation par des procédés de fabrication moins standards, pour être intégrés par exemple à des matériaux et des formes plus complexes.

Diverses technologies et effets physiques existent pour la mesure de déformation, et cette partie a pour but de les présenter et d'introduire les notions de contrainte et de déformation.

4. a. Introduction aux jauges de déformation

Inventées par Edward E. Simmons et Arthur C. Ruge en 1938, les jauges de déformation (ou aussi appelées par abus de langage jauges de contrainte), ont pour but comme tout type de capteurs, de traduire une grandeur physique, ici une déformation, en un signal électrique. Ce sont des capteurs dits mécaniques, où l'on mesure la déformation d'un matériau (conducteur ou diélectrique). Les effets les plus représentatifs du fonctionnement d'une jauge de déformation sont les effets **piézorésistif**, **capacitif** ou bien encore **piézoélectrique**. Il est à noter qu'il existe aussi des jauges de déformation fonctionnant à l'aide de fibres optiques dont nous présenterons le fonctionnement plus loin dans ce chapitre.

Si les jauges de contraintes ne servent en pratique que dans le domaine élastique des matériaux que l'on souhaite monitorer, il est cependant tout à fait possible d'étudier les matériaux hors du domaine élastique en choisissant la technologie adaptée.

Parmi les applications les plus communes des jauges de déformation, on retrouvera les divers systèmes de balance dans le domaine du pesage, de la force, de la mesure d'intégrité des matériaux, ou bien de capteur en robotique et dans l'IoT.

Pour comprendre le fonctionnement d'une jauge de déformation nous devons définir deux notions cruciales dans le domaine des matériaux : la contrainte et la déformation.

Contrainte et déformation :

On désigne par $\overrightarrow{T(M, \vec{n})}$ le vecteur contrainte où la contrainte au point M orientée par la facette \vec{n} (figure 46) tel que^[103-105] :

$$\overrightarrow{T(M, \vec{n})} = \overline{\sigma} \cdot \vec{n} = \sigma_n \vec{n} + \tau \vec{t} \quad (i)$$

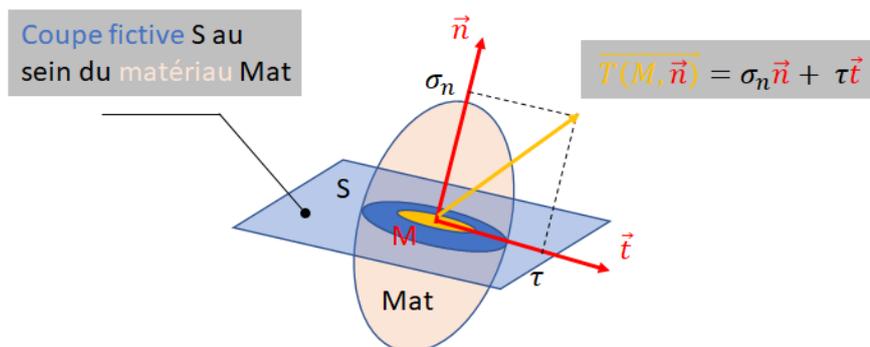


Figure 46 : Représentation du concept de vecteur contrainte (contrainte) au sein d'un matériau, matériau (Mat) schématisé par l'ellipsoïde beige dans le cadre de la mécanique des milieux continus déformable.

Où dans l'équation (i) les paramètres $\overline{\sigma}$, \vec{t} , \vec{n} , τ et σ_n désignent respectivement le tenseur des contraintes (tenseur de Cauchy), le vecteur tangent à la facette, la normale à la facette (que l'on désigne directement par facette), la contrainte tangentielle (relative à du cisaillement) et la contrainte normale (relative à de la compression/traction).

Le tenseur de Cauchy est symétrique et défini positif, il est donc diagonalisable et permet donc d'exprimer l'état des contraintes dans les directions principales, c'est-à-dire suivant les directions de chargement mécanique.

Dans le cadre de la traction (suivant \vec{Z}) le tenseur de Cauchy s'exprime tel que :

$$\bar{\sigma} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{F_{coh}}{S_{XY}} \end{pmatrix} \quad (ii)$$

Où dans (ii) l'effort F_{coh} désigne l'effort interne qui physiquement représente la résultante des efforts de cohésions de la matière (qui s'oppose au chargement en traction de l'éprouvette) et S_{XY} la section nominale dans le plan (\vec{X}, \vec{Y}) .

Dans ces conditions la contrainte suivant la facette \vec{Z} c'est-à-dire suivant la direction de traction s'exprime tel que :

$$\overrightarrow{T(M, \vec{n})} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & \frac{F_{coh}}{S_{XY}} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 0 \\ 0 \\ 1 \end{pmatrix} = \frac{F_{coh}}{S_{XY}} \vec{Z} \quad (iii)$$

On reconnaît alors l'expression bien connue de la contrainte dans le cadre d'un essai de traction $\sigma = \frac{F}{S}$ où σ représente l'évolution de la valeur numérique de la contrainte en [Mpa] et F l'évolution de l'effort appliqué [N] durant l'essai mécanique et enfin S [mm²] qui représente la section nominale de l'éprouvette, i.e. section avant déformation.

Il existe plusieurs types de contraintes mécaniques et chacune d'entre elles induit des déformations (ϵ). La figure 47 et la liste suivante décrivent les différents types de contraintes applicables à un matériau :

- Contrainte de **traction**, qui tend à étirer ou allonger le matériau.
- Contrainte de **compression**, qui tend à comprimer ou raccourcir le matériau.
- Contrainte de **cisaillement**, qui tend à cisailer le matériau.
- Contrainte de **torsion**, qui tend à tordre le matériau.
- Contrainte de **flexion**, qui tend à plier le matériau.

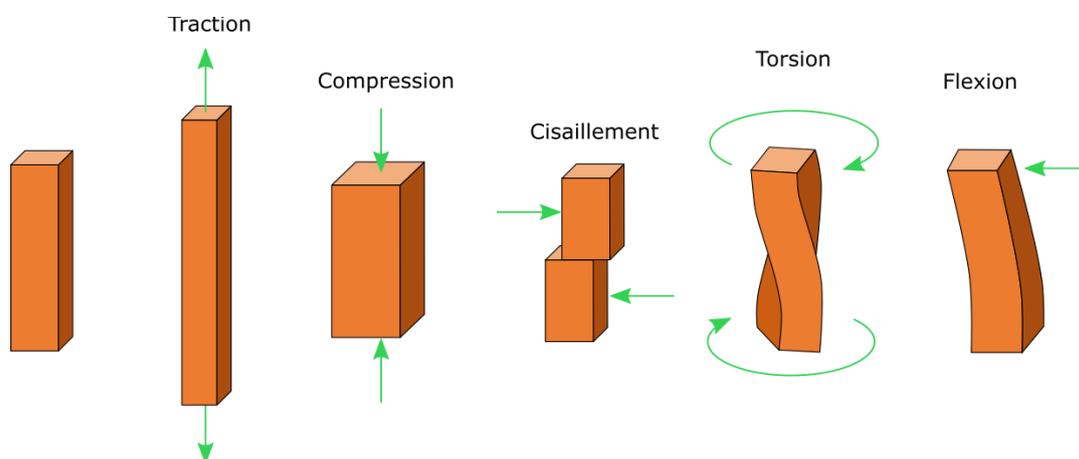


Figure 47 : Schéma de représentation des différentes contraintes applicables à un matériau.

Une déformation est la modification que subit un corps sous l'effet de la contrainte. Comme le montre la figure 48, lors d'une contrainte normale où le matériau est étiré dans sa longueur, on définit la déformation longitudinale ϵ_I (aussi souvent appelée élongation/extension) par :

$$\epsilon_I = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L - L_0}{L_0}$$

Où,

- L_0 : est la longueur initiale de la pièce, ou aussi ici la jauge.
- ΔL : la variation de la longueur sous charge.

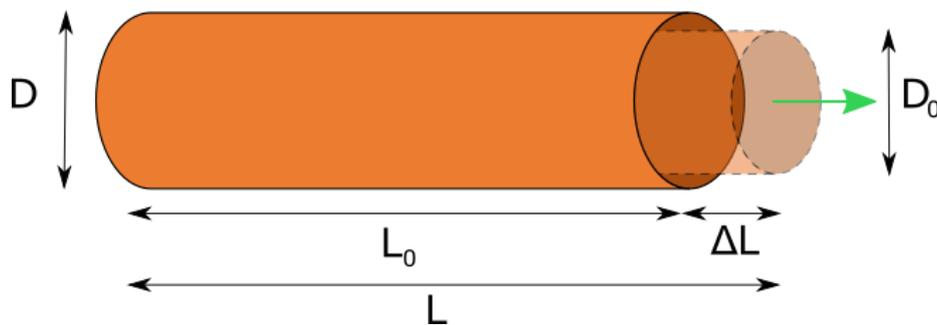


Figure 48 : Schéma de représentation des déformations appliquées à un objet lors d'une élongation.

Le matériau subissant cette contrainte normale subit par la même occasion une déformation transverse notée ϵ_{II} , modifiant le diamètre D de la pièce :

$$\epsilon_{II} = \frac{\Delta D}{D_0} = \frac{D - D_0}{D_0}$$

Où,

- D_0 : est le diamètre initial de la pièce, ou aussi ici la jauge.
- ΔD : la variation du diamètre sous charge.

Ces déformations sont reliées par le **coefficient de Poisson** du matériau (ν) par la formule :

$$\epsilon_{II} = -\nu * \epsilon_I$$

La contrainte et la déformation sont donc deux aspects de la mécanique des matériaux qui sont directement liés par la **loi de Hooke**. Lors d'une contrainte normale dans le domaine élastique, on obtient :

$$\sigma = E * \epsilon_I$$

Où,

- σ : contrainte normale.
- ε_1 : déformation longitudinale.
- E : module de Young, caractéristique du matériau pour des conditions de température et de pression données.

Le but d'une jauge de contrainte est donc de pouvoir mesurer les différents types de déformations en les traduisant par un signal électrique.

4. b. Jauges résistives/piézorésistives

Historiquement découverte dans les métaux par Lord Kelvin en 1856, la piézorésistivité est la propriété qu'un matériau a de voir sa résistance électrique changer lorsqu'il est soumis à des contraintes mécaniques. Ce phénomène présent principalement dans les métaux et semi-conducteurs est donc utilisé pour le fonctionnement des jauges de déformation résistives.

D'autres matériaux piézorésistifs comme le graphite, les nanotubes de carbone, les semi-conducteurs organiques ou bien certains polymères composites conducteurs existent dans la littérature mais ne sont pas assez matures pour l'industrialisation. Nous les aborderons succinctement dans la partie 4.e.

4. b. I. Fonctionnement

Le fonctionnement d'une jauge de contrainte piézorésistive est défini grâce au coefficient de proportionnalité entre la variation de la résistance et la déformation. Ce coefficient caractérise la sensibilité du capteur de contrainte, aussi appelée le **facteur de jauge GF** :

$$\frac{\Delta R}{R} = GF * \frac{\Delta L}{L_0} = GF * \varepsilon_1$$

En partant de la formule de la résistance d'un fil filiforme homogène de longueur L et de section S , on peut démontrer la formule du facteur de jauge. La résistance s'écrit :

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

Avec,

- R : la résistance du fil [Ω].
- ρ : la résistivité du matériau du fil [$\Omega.m$].
- S : la section du fil [m^2].
- L : la longueur du fil [m].

On peut ainsi calculer la variation de la résistance :

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{\Delta \rho}{\rho_0} + \frac{\Delta L}{L_0} - \frac{\Delta S}{S_0}$$

En considérant que D est le diamètre du fil on peut écrire que :

$$\frac{\Delta S}{S_0} = 2 * \frac{\Delta D}{D_0} \quad \text{et sachant que : } \frac{\Delta D}{D_0} = -\nu * \frac{\Delta L}{L_0}$$

On obtient alors :

$$\frac{\Delta R}{R_0} = \frac{\Delta \rho}{\rho_0} + (1 + 2\nu) * \frac{\Delta L}{L_0}$$

$$GF = \frac{\Delta \rho}{\rho_0} * \frac{1}{\varepsilon_l} + (1 + 2\nu)$$

On observe alors deux termes dans l'expression de la variation de la résistance/du facteur de gauge :

- $1 + 2\nu$ représentant les **variations géométriques** du matériau, prenant en compte le coefficient de Poisson du matériau.
- $\frac{\Delta \rho}{\rho_0} * \frac{1}{\varepsilon_l}$ représentant la **variation de la résistivité** du matériau engendrée par la déformation.

Ces termes sont à l'origine des sensibilités des jauges en fonction de leurs matériaux de fabrication qui seront plus détaillés dans les parties suivantes.

4. b. II. Les jauges résistives métalliques

Les jauges métalliques sont les plus largement utilisées aujourd'hui. Présentes dans l'industrie depuis longtemps, leurs procédés de fabrication sont maîtrisés et compatibles avec les substrats plastiques, c'est-à-dire des procédés dits basse température. Généralement ce sont des alliages de métaux qui sont utilisés tels que le constantan ou le karma car possédant un coefficient de variation thermique faible, réduisant ainsi les effets de décalage liés à la température.

Leur facteur de jauge dépend majoritairement des modifications de la géométrie du matériau. En effet, pour les métaux, la résistivité ne change que très peu, voire ne change pas, lors d'une mise en contrainte. C'est donc le terme $(1 + 2\nu)$, et donc le coefficient de Poisson qui influe sur la sensibilité des jauges métalliques. Il est donc nécessaire que la géométrie des jauges métalliques soit

suffisamment grande (en longueur) pour pouvoir observer une variation de la résistance. Le tableau 1 présente une liste de facteurs de jauge de plusieurs métaux et alliages courants.

Tableau 1 : Compilation de facteurs de jauge de certains métaux et alliages.

Matériaux	Composition (%)	GF
Aluminium	Al	1,4 – 3,8
Constantan	Cu ₅₅ Ni ₄₅	2,1
Cuivre	Cu	1,6 – 2,9
Karma	Ni ₇₄ Cr ₂₀ Al ₃ Fe ₃	2
Manganin	Cu ₈₄ Mn ₁₂ Ni ₄	0,47
Molybdène	Mo	0,8
Monel	Ni ₆₇ Cu ₃₃	1,9
Nickel	Ni	-11 – -12,6
Nichrome V	Ni ₈₀ Cr ₂₀	2,1 – 2,5
Platine	Pt	2,6 – 6,1
Platine – Tungstène	Pt ₉₂ W ₈	4

4. b. III. Jauges résistives en matériaux semi-conducteurs

La piézorésistivité dans les semi-conducteurs a elle été découverte en 1954 par Charles S. Smith^[106] avec du germanium et du silicium dopé. L'origine de la variation de la résistance dans les semi-conducteurs est principalement liée à la modification de la résistivité du matériau lorsqu'une contrainte est appliquée.

Bien plus sensibles que les jauges métalliques, avec des facteurs de jauge pouvant atteindre les ± 100 pour des jauges en silicium en fonction de l'orientation cristallographique et du dopage du matériau^[100,107,108], elles sont appréciées dans l'utilisation de mesure de microdéformations et lorsque la mesure doit se faire sur une surface restreinte. Comme peut le montrer la figure 49, les jauges en matériaux semi-conducteurs ont aussi l'avantage de leur taille et de l'espace pris par leur ratio de longueur sur largeur, permettant ainsi plus facilement la réalisation de matrices de jauges de contraintes. Cependant, les matériaux semi-conducteurs sont majoritairement plus fragiles que les métaux, et ont une élongation maximale jusqu'à la rupture bien plus faible, les limitant ainsi aux cas de mesure de faible plage d'élongation. De plus, les procédés de fabrication utilisant des semi-conducteurs engendrent une hausse de coût par rapport à la fabrication de jauges métalliques.

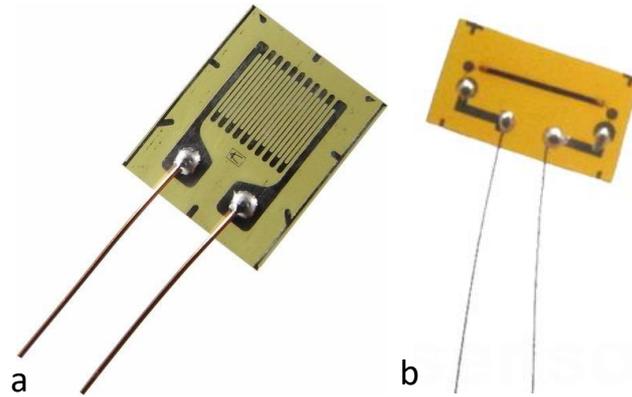


Figure 49 : Différence de ratio de longueur sur largeur du matériau sensible aux déformations entre : a) une jauge de contrainte métallique, b) et une jauge de contrainte en silicium.

4. b. IV. Jauges résistives exotiques /autres matériaux

Des matériaux autres que les métaux et les semi-conducteurs font l'objet d'études en tant que jauges piézorésistives mais ils sont encore très peu présents dans le milieu industriel. On retrouve ainsi des jauges à base de carbone, comme des nanotubes de carbone^[109] (CNT et MWCNT pour les nanotubes de carbone multiparois), ou du carbon black^[110] (CB), déposés sur un substrat flexible ou étirable. La variation de la résistance se fait par percolation entre les particules de carbone ou de CNTs lorsqu'une déformation les réarrange. Ainsi, de nouvelles liaisons entre les particules conductrices se créent ou se perdent et le chemin électrique est rétréci ou allongé.

D'autre part, il existe des jauges composites, où des particules conductrices^[111,112] (métalliques, semi-conductrices, carbone) sont incorporées dans la matrice. Le fonctionnement de ces jauges est basé sur le principe d'un réarrangement des particules conductrices dans la matrice lors d'une déformation, qui par conséquent vient modifier la résistance électrique mesurée. Ces composites permettent ainsi de créer de nouveaux matériaux avec des matrices plus ou moins flexibles en fonction de l'application visée. Le PDMS est par exemple l'un des matériaux de prédilection en tant que matrice pour ce domaine grâce à ses très grandes possibilités de déformation (au-delà de 80%), à son élasticité^[113] ainsi qu'à son module de Young très faible (de 1 à 100 MPa). Ces types de jauges ont notamment montré des facteurs de jauges pouvant aller jusqu'à 10^4 pour des élongations données^[114].

On peut ainsi citer de nombreuses associations PDMS et matériaux présents dans la littérature comme : PDMS/Ni^[115], PDMS/Au, PDMS/Cu^[116] pour les métaux, nanoporous PDMS/MWCNT^[117], PDMS/CB à base de carbone.

4. c. Jauges capacitives

L'effet capacitif appliqué aux jauges de déformation se base sur la variation de la capacité d'un matériau diélectrique disposé entre 2 électrodes métalliques, plus généralement dans le cas de condensateur plan. En effet, une capacité C est définie par l'équation suivante :

$$C = \frac{\epsilon_0 \cdot \epsilon_r \cdot A}{l}$$

Où ϵ_0 et ϵ_r représentent respectivement les permittivités du vide et du diélectrique, A désigne la surface de recouvrement entre électrodes, et l la distance entre électrodes.

La figure 50 représente le fonctionnement d'un capteur capacitif : une déformation du système entraîne une variation de la capacité, soit en venant modifier l'épaisseur du diélectrique sous l'application d'une force normale, c'est-à-dire en venant modifier l la distance entre les électrodes, et/ou soit en effectuant une variation de la surface de recouvrement A des électrodes sous l'application d'une force tangentielle.

Pour l'optimisation de l'application concernée, on viendra alors modifier la forme des électrodes en ayant une électrode plus large que l'autre dans le cas d'une application de mesure de pression, ne changeant pas ainsi la capacité lors de l'application d'une force tangentielle. Pour des mesures de cisaillements, il sera alors privilégié d'utiliser des électrodes de même taille en regard, de façon à être orienté dans la direction de la déformation souhaitée.

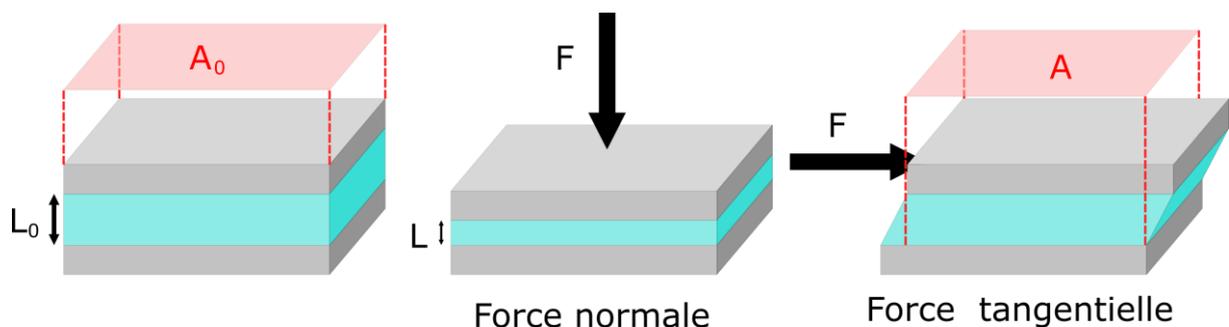


Figure 50 : Schéma du principe d'un capteur capacitif : avec la variation de l'épaisseur du diélectrique en appliquant une force normale, ou en appliquant une force tangentielle pour faire varier la surface en regard des électrodes.

Il existe diverses formes d'électrodes en fonction des usages : formes simples telles que des carrés ou des disques, ou des formes plus complexes comme des peignes interdigités ou superposés avec décalage, permettant de privilégier ou non des directions et d'augmenter ou de diminuer les surfaces en regard.

Le choix du matériau diélectrique est aussi très important. Une constante diélectrique élevée pour maximiser la valeur de la capacité sera souvent recherchée car les dimensions des dispositifs sont

couramment très faibles. De même, étant nécessaire d'avoir des matériaux avec des propriétés mécaniques permettant des déformations, on retrouvera ainsi fréquemment le parylène, le PDMS, l'air ou bien encore le polyimide. La figure 51 présente une jauge de contrainte capacitive réalisée sur un film de PDMS lors d'une déformation.

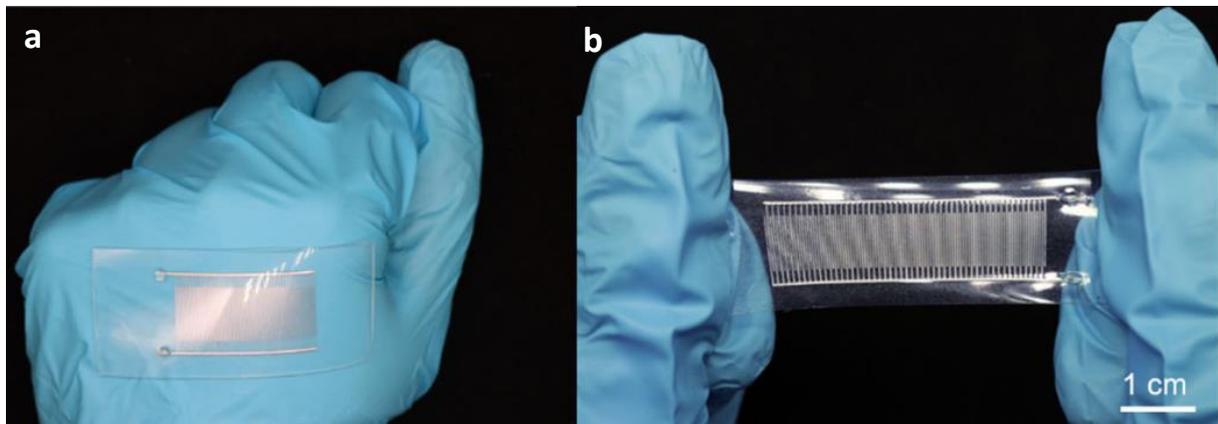


Figure 51 : Jauge de contrainte capacitive interdigitée en métal liquide réalisée sur un film de PDMS^[118] : a) à plat, b) et lors d'une extension du substrat.

4. d. Jauges piézoélectriques

Une jauge piézoélectrique se présente généralement sous la forme d'un condensateur, où un matériau piézoélectrique est positionné entre deux électrodes. Comme peut le montrer la figure 52.a, l'effet piézoélectrique repose sur l'apparition d'une différence de potentiel entre les deux extrémités d'un matériau piézoélectrique lorsqu'il subit une contrainte mécanique de pression : c'est ce que l'on nomme l'effet piézoélectrique direct. Réciproquement, on parle d'effet indirect lorsque le matériau piézoélectrique se déforme sous l'application d'une différence de potentiel entre les deux électrodes. La figure 52.b présente un capteur piézoélectrique disponible dans le commerce pour des usages de capteur de pression.

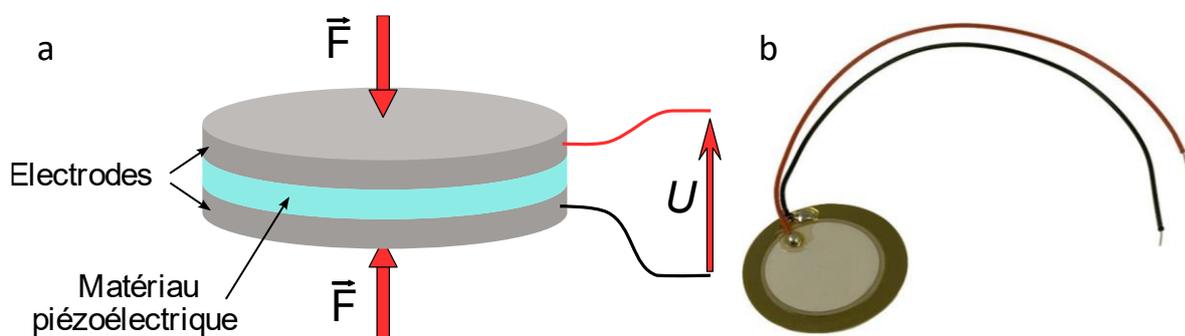


Figure 52 : a) Schéma explicatif du fonctionnement d'un capteur de pression piézoélectrique, b) capteur piézoélectrique.

La mesure de l'amplitude de la tension générée permet alors de déduire la déformation par le coefficient de proportionnalité les reliant : le coefficient de couplage électromagnétique compris

entre 0 et 1 qui est un rapport entre l'énergie électrique fournie et l'énergie élastique totale emmagasinée. La tension générée n'étant que brève dans le temps, les capteurs piézoélectriques sont uniquement utilisés dans le cas de mesures dynamiques ; les jauges de contrainte piézorésistive ayant une dérive de sortie insignifiante dans le temps seront préférées dans le cas de charges statiques. Les jauges piézoélectriques sont néanmoins d'excellents capteurs de pression et servent principalement pour des applications de mesure brève comme les mesures d'impact, de pouls, d'accélération ou bien encore dans le cas de vibrations en tant que micro balance à quartz par effet indirect de la piézoélectricité, capteur à ondes acoustiques de surface. En outre, ils peuvent aussi être utilisés pour des applications de récupération d'énergie.

Les matériaux piézoélectriques sont très divers et font constamment l'objet de recherches : on retrouve des quartz (SiO_2), des oxydes ferroélectriques comme le titano-zirconate de plomb^[119,120] (abrégié PZT : $\text{Pb}(\text{Z}_x\text{Ti}_{1-x})\text{O}_3$), des semi-conducteurs des groupes III-V et II-VI (le nitrure d'aluminium AlN, l'oxyde de zinc ZnO ^[121]), certains polymères, mais aussi des sels, des céramiques (les matériaux piézocéramiques^[122]), des matériaux composites (renforts en matériau piézoélectrique et matrice en résine époxy), ou encore comme dans de récentes recherches des matériaux directement issus de la faune ou de la flore tels que le collagène^[123], la chitine, ou bien encore la cellulose^[124].

4. e. Jauges de contrainte à fibre optique à réseau de Bragg

Bien que différentes en fonctionnement des jauges électriques, les jauges optiques font aujourd'hui partie intégrante des techniques de mesure de déformation

Les jauges de contrainte optiques reposent sur la variation de grandeurs physiques mesurées à travers une fibre optique lors d'une déformation mécanique. Ces grandeurs physiques se traduisent par des variations de propriétés de propagation de la lumière le long de la fibre optique.

Une fibre optique est un guide d'onde qui se décrit comme un cylindre constitué d'au moins deux milieux cylindriques concentriques exploitant les propriétés de la réfraction de la lumière. L'âme du fil, aussi appelé le cœur, possède un indice de réfraction de la lumière plus élevé que la gaine optique, permettant ainsi de confiner le rayon lumineux le long de la fibre par réflexion. Autour de cette gaine optique, un revêtement assure la protection et la tenue mécanique de la fibre optique.

La mesure de la déformation au sein d'une fibre optique est effectuée grâce à une empreinte présente dans un segment de la fibre appelée réseau de Bragg. Comme peut le montrer la figure 53, il s'agit d'un ajout de tranches ou « slices » placées périodiquement et ayant un indice de réfraction différent, qui servent de filtre en réfléchissant des longueurs d'onde spécifiques de la lumière, tout en continuant de transmettre toutes les autres.

Lors d'une déformation la fibre optique s'allonge ou se rétracte entraînant une modification de la distance entre les slices. La lumière réfléchi prend ainsi plus ou moins de temps pour se déplacer et la longueur d'onde réfléchi change, ce qui permet l'évaluation de la déformation subite par la jauge.

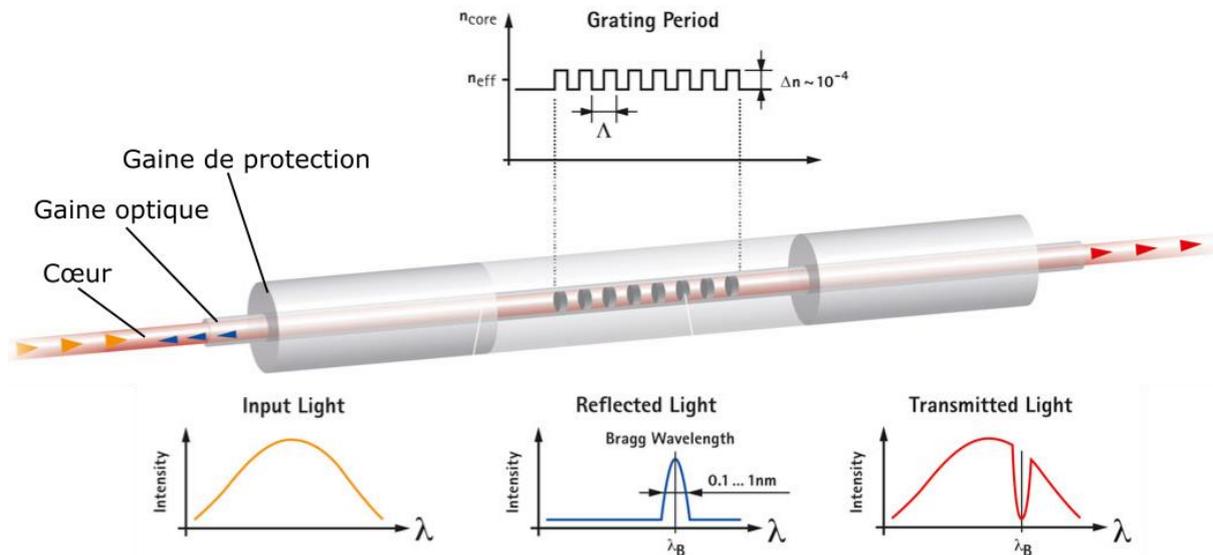


Figure 53 : Schéma représentatif de la constitution d'une fibre optique à réseau de Bragg^[125].

Généralement fabriquées en silice, les jauges de contrainte optiques offrent divers avantages comme la non-interférence de mesure aux champs magnétiques, une haute résistance à la température, une faible dimension, une faible perte de signal pour des applications déportées, ou encore le fait d'être inertes chimiquement.

4. e. Choix de la technologie

Afin de mesurer les déformations des matériaux, il a été montré que de nombreuses technologies plus ou moins complexes sont à disposition en fonction du type de déformation et du choix de signal mesuré par un système d'acquisition. La liste de technologie présentée n'est pas exhaustive et ne représente qu'une partie des technologies les plus courantes aujourd'hui.

Dans cette étude, l'attention a été majoritairement portée sur la méthode d'intégration des jauges de contraintes et non sur une étude complète sur le fonctionnement de ces dernières. Le choix de la technologie s'est donc basé sur des dispositifs électroniques déjà maîtrisés, les jauges piézorésistives en silicium microcristallin, dans un contexte d'intégration au sein et sur les matériaux. Le choix des jauges piézorésistives en silicium apporte par ailleurs de nombreux avantages : le capteur est réalisé en film mince et est donc moins intrusif, le dépôt de silicium microcristallin est réalisé à basse température (185°C) pour un matériau de ce type, le facteur de jauge est plus grand que ceux des

jauges métalliques, et doit donc permettre de répondre au défi de l'intégration d'un dispositif en matériaux inorganiques complexes en tant que démonstrateur de faisabilité.

5 - Conclusion

Ce chapitre pose quelques fondements du SHM et en quoi son investigation est un enjeu sociétal majeur. En effet, nous sommes entrés dans une période où l'instrumentation des matériaux de notre quotidien est devenue primordiale tant pour des raisons économiques qu'écologiques. Ainsi, l'intérêt du SHM est à minima double car il a pour but de qualifier les procédés de fabrication dans un souci de rentabilité mais aussi de jouver à bon escient des pièces structurelles avec un gain écologique indéniable.

La concurrence technologique dans le SHM est rude et l'analyse de l'état de l'art apportée ici le confirme. Concernant la détection de contraintes mécaniques, les technologies à base de fibres optiques et de jauges de déformation sur substrats plastiques occupent une place prépondérante. Le savoir-faire du département OASIS de l'IETR sur l'élaboration de jauges de contraintes à fort facteur de jauge en silicium basse température s'avère un atout majeur dans cette course.

D'autre part, notre analyse montre aussi un intérêt à développer des procédés de fabrications visant à intégrer aux seins de matériaux structurels des capteurs, tout en veillant à ne pas en dénaturer sa composition, sa résistance mécanique, etc. Les matériaux composites, constituées d'une stratification de renforts fibreux avec une tendance naturelle au délaminage en font un bon exemple. Cependant, à ce jour, l'instrumentation de composites par des jauges de déformations est le plus souvent effectuée à l'aide de capteurs élaborés sur substrats plastiques d'épaisseurs non négligeables.

A la lecture de l'état de l'art, une problématique d'intérêt pour le SHM des composites est de proposer des technologies de capteurs à forts potentiels en termes de sensibilité et ayant la capacité à s'intégrer en étant le moins intrusif possible au sein de ce type de matériaux. Ceci a constitué le leitmotiv d'une partie de ce travail de thèse qui sera présenté dans le chapitre suivant.

Chapitre 3 : Dispositifs électroniques par *direct transfer printing* **pour la détection de contraintes dans les matériaux composites**

1 - Contexte et enjeux

Le travail de synthèse mené au cours des deux premiers chapitres rend compte des challenges applicatifs, scientifiques et technologiques liés à la réalisation d'électronique conforme et à l'instrumentation de matériaux structurels tels que les matériaux composites. Ces derniers sont complexes de par leur composition (c.-à-d. composé de matériaux non-homogènes, fibreux) et leur forme (la plus souvent tridimensionnelle). De plus, leur instrumentation doit idéalement se faire à cœur au cours de leur fabrication et de la façon la moins intrusive possible.

L'intégration d'électronique sur et dans ces matériaux de nature et de formes diverses n'est pas triviale car pas nécessairement compatible avec les procédés standards de la microélectronique pour diverses raisons : résistance à la température, compatibilité chimique, structures non planes et/ou rugueuses, tenue au vide, etc. Il est donc nécessaire d'adapter, d'innover, et de créer des méthodes de fabrication nouvelles.

Notre réflexion s'est basée sur les concepts de *transfer printing* présentés au chapitre 1 tout en gardant à l'esprit l'application visée ; la détection de contraintes dans les matériaux composites, et sa mise en adéquation avec le savoir-faire du laboratoire.

Nous avons ainsi opté pour la réalisation de jauges de contraintes métalliques à l'image de celles couramment utilisées dans la littérature en complément d'une technologie plus spécifique au département OASiS, à savoir celles en silicium microcristallin. Ces dernières démontrent toutes les potentialités du *direct transfer printing*. En effet, en plus d'être plus sensibles que leurs concurrentes métalliques, les résultats obtenus sur les jauges en silicium vont démontrer la possibilité de transférer au cœur d'un matériau, un dispositif multicouche (électrodes de contact métalliques et couche sensible semi-conductrice) réalisé par lithographie. De plus, un des avantages du *transfer printing* réside dans l'incorporation, au cœur du matériau cible, de l'électronique sans le substrat sur lequel il a été fabriqué. **Ce chapitre démontre donc que le *direct transfer printing* est une technologie disruptive de choix répondant au cahier des charges énoncé précédemment !** Il sera organisé comme suit : La première section sera dédiée à la technologie mise au point pendant ce travail de thèse et ayant fait l'objet de deux demandes de dépôt de brevet (Numéro de dépôt : PCT

EP2022/058577, le 01/04/2021, statut : en cours d'instruction et Numéros de dépôt : FR2204161, le 02/05/2022, statut : en cours d'instruction). La seconde partie porte sur les caractérisations électriques des jauges de contraintes (en silicium ou métalliques) insérées dans des matériaux composites soumis à contraintes mécaniques. La troisième partie porte sur une étude plus prospective d'autres applications pouvant être adressées par nos capteurs, telles que des mesures de températures en cours ou post fabrication du composite.

2 - Procédés de fabrication des dispositifs

Cette partie a pour but de décrire le procédé de *transfer printing* visant à intégrer des jauges de déformation piézorésistives à la surface de matériaux fibreux comme les textiles. Ceux-ci seront ensuite utilisés en tant que renfort pour la fabrication d'un matériau composite. En outre, nous décrirons les technologies de micro-fabrication et de dépôts de couches minces utilisées au sein du laboratoire IETR dans notre procédé.

En avant-propos, il est essentiel de définir les termes et expressions propres à ce travail de thèse et utilisés dans cette section :

- **Un pli** désigne une couche unique de matériau poreux (e.g., fibres de verre tressées) associée à sa matrice (cf. chapitre 2).
- **Un pli fonctionnalisé** comprend un pli tel que défini précédemment auquel est intégrée une fonction électronique telle qu'une jauge de contrainte.
- **Un composite fonctionnalisé** comprend un empilement de plis comportant à minima un pli fonctionnalisé et une matrice associée au type du pli.

2. a. Matériaux sensibles utilisés et méthodes de dépôt associées

Comme illustré dans le chapitre 2.4.a, la réalisation de jauge de contrainte piézorésistive nécessite l'utilisation de matériaux sensibles aux déformations. Dans cette étude, l'attention a été portée aux jauges en silicium microcristallin pour mettre en avant la possibilité de réalisation de fonctions multicouches complexes. Elle a aussi été portée vers les jauges métalliques pour décrire les possibilités de réalisation à moindre coût et plus communément reportées dans la littérature.

2. a. I. Dépôts métalliques

Le point principal qui détermine les caractéristiques d'une jauge métallique est le choix des métaux.

De fait, on cherchera un matériau ayant les propriétés spécifiques suivantes :

- Résistance à la fatigue,
- Maximum de contrainte élevé,
- Sensibilité à la déformation suffisamment élevée (facteur de jauge : GF),
- Résistivité suffisamment élevée, permettant d'atteindre des valeurs de résistance appropriées à la mesure de dispositifs de petite taille,
- Faible variation thermique de sa résistivité.

Le tableau 2 présente quelques matériaux couramment utilisés pour les jauges de déformation.

Tableau 2 : Matériaux et leurs propriétés importantes dans les jauges de déformation.

Matériaux	Allongement a la rupture	Facteur de jauge	Résistivité	Coefficient thermique a 20°C
Constantan	<45%	2,1	$4,9 \times 10^{-7} \Omega.m$	$3 \times 10^{-5} K^{-1}$
Karma	<20%	2	$1,33 \times 10^{-6} \Omega.m$	$1,6 \times 10^{-5} K^{-1}$
Cuivre	<60%	1,6 – 2,9	$1,72 \times 10^{-8} \Omega.m$	$3,9 \times 10^{-3} K^{-1}$

Chaque matériau possède ses avantages et inconvénients, toutefois les alliages possédant une résistivité quasi indépendante de la température sont les plus exploités, notamment le constantan qui est l'un des plus anciens et des plus utilisés, alliant le cuivre et de nickel ($Cu_{55-60}-Ni_{40-45}$), mais aussi le karma ($Ni_{74}-Cr_{20}-Al_3-Fe_3$) ou bien encore le manganin ($Cu_{86}-Mn_{12}-Ni_2$).

Il existe de nombreux procédés de dépôts de métaux et d'alliages en couches. Trois d'entre eux étaient à notre disposition au sein du laboratoire de l'IETR : la pulvérisation cathodique d'une cible du matériau souhaité (cf. figure 54.a), et deux enceintes pour évaporation thermique du matériau dans un creuset à l'aide d'un canon à électrons (cf. figure 54.b), ou par effet Joule (cf. figure 54.c).

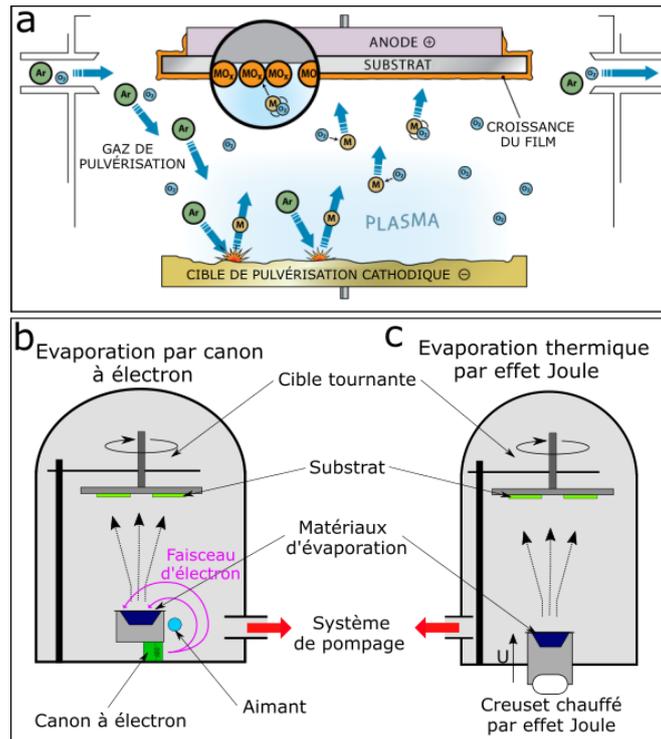


Figure 54 : Procédés de dépôt de métaux en couches minces : a) pulvérisation cathodique, b) évaporation par canon à électrons, c) évaporation par effet Joule.

2. a. II. Dépôt du silicium microcristallin par PECVD

Le dépôt de silicium microcristallin à une température inférieure à 200°C est l'une des spécialités du département OASiS de l'IETR où un bâti de dépôt sur mesure a été développé spécifiquement en interne^[126]. Comme présenté en figure 55, il consiste en un dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma utilisant un champ radiofréquence aussi appelé RF-PECVD (en anglais pour Radio-Frequency Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition), alliant des gaz de silane (SiH_4), d'arsine (AsH_3 , ou trihydrure d'arsenic), d'argon (Ar) et d'hydrogène (H) pour permettre le dépôt de couches minces de silicium microcristallin dopé N. La croissance d'une couche de silicium sur le substrat est rendue possible par la décomposition du gaz précurseur (ici le silane) par le plasma généré par la différence de potentiel entre les électrodes.

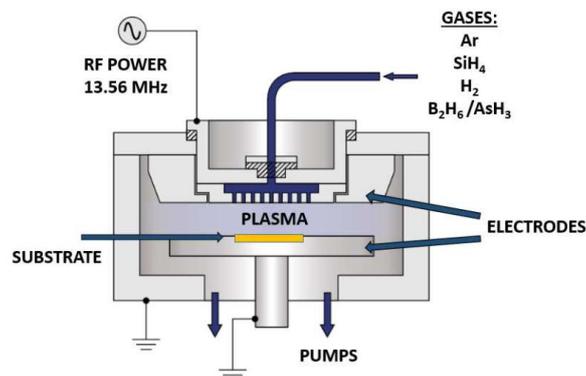


Figure 55 : Schéma d'un réacteur PECVD.

Utilisé au sein de l'unité pour des dépôts sur des matériaux flexibles tels que le kapton, le PET, le PEN, ce dépôt en basse température a été une source d'inspiration dans l'optique de fabriquer des dispositifs électroniques sur de nouveaux substrats^[101,127,128].

2. b. Substrat donneur

2. b. I. Rappels et problématique

Les dépôts directs de couches minces comme les opérations présentées ci-dessus sont impossibles sur des substrats textiles ou composites, et ce notamment pour des raisons de conditions de tenue en température et d'incompatibilité avec la photolithographie. De plus, le substrat textile étant fibreux et par conséquent poreux, les difficultés n'en sont que démultipliées. Il a donc été choisi d'effectuer un *transfer printing* comme peut le rappeler la figure 56.

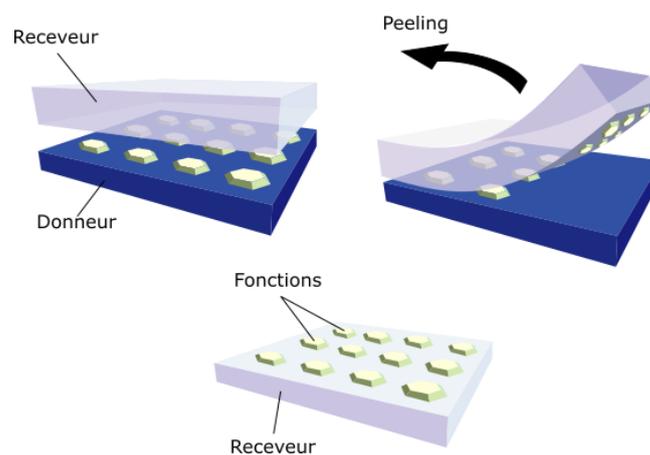


Figure 56 : Rappel du schéma du principe du *transfer printing*, dont la philosophie est décrite dans le chapitre 1.

Deux critères primordiaux doivent ainsi être étudiés pour que l'étape de transfert soit optimale :

- La sélection d'un substrat donneur sur lequel le dispositif électronique peut être développé.
- L'obtention du dispositif non dégradé sur le substrat receveur.

Par conséquent, le défi majeur est de concevoir le procédé de fabrication (matériaux, méthodologie, etc.) adéquat permettant le transfert de la fonction électronique en fonction des spécificités du substrat receveur. La sélection du couple compatible donneur-receveur doit donc être rigoureusement étudiée.

Pour ce faire, de nombreuses pistes ont été investiguées aboutissant aux résultats décrits dans cette section. La réflexion, les idées ainsi que les expérimentations fructueuses ou non menées le long de

ce travail seront elles décrites dans le chapitre 4. **Dans cette section ne figure par souci de clarté, uniquement le procédé de *transfer printing* optimisé.**

L'application visée étant d'intégrer des jauges de contrainte au sein d'un matériau composite, le substrat receveur constituera le renfort (un pli) de la future pièce composite. Compte tenu du choix se basant sur des composites à matrice organique, les renforts à fibres longues ont été sélectionnés et plus précisément la fibre de verre. L'étude s'est focalisée sur cette dernière pour ses aspects de praticités, de coût et de mise en œuvre, et surtout car s'agissant du renfort le plus utilisé dans l'industrie du composite à ce jour. Il sera aussi montré plus tard dans ce chapitre, la possibilité d'emploi d'autres types de renforts à fibres longues.

La première étape a donc été de sélectionner le substrat temporaire (c.-à-d. le substrat donneur) compatible avec la plupart des techniques de fabrication utilisées en microélectronique, telles que la photolithographie, les gravures humides et sèches, les dépôts thermiques... mais aussi avec des technologies à plus faible coût telles que le shadow masking ou bien l'impression jet d'encre. De forme adaptée aux procédés de fabrication de micro-électronique et facile d'accès, les wafers de silicium ont été retenus. Le choix du type, de l'orientation, ou de la concentration du dopage n'a pas d'importance car le wafer sert uniquement de support.

2. b. II. Préparation du substrat donneur

Comme peut le mettre en évidence la figure 57, la préparation du substrat donneur débute à l'aide d'un wafer de silicium sur lequel une couche de polyméthacrylate de méthyle (PMMA) et une couche de polyimide (PI) sont successivement déposées par enduction par centrifugation. A noter que le durimide est en fait la forme pré-imidisé du polyimide.

Le PMMA (référence : 495 PMMA A11 de chez MICROCHEM) a d'abord été dilué à 50% dans de l'anisole pour des raisons de réduction d'épaisseur. Son enduction est effectuée par centrifugation à une **vitesse** de 4000 rpm, une **accélération** de 5000 rpm.s⁻¹ et pendant 30 s. Un recuit de 100°C pendant 3 min est ensuite effectué à la fin de l'enduction. Ces paramètres ont été optimisés pour obtenir une épaisseur de PMMA de 300 nm, il sera développé en détail dans le chapitre 4 que l'épaisseur de la couche de PMMA joue un rôle dans l'apparition de buckling de la couche de silicium microcristallin.

Le PI (référence : durimide 7320 de chez FUJIFILM) a été dilué dans l'anisole à 20% pour des raisons de réduction d'épaisseur et de facilité d'enduction, en effet le durimide en notre possession était beaucoup trop concentré et donc visqueux pour notre application. Son enduction est effectuée par centrifugation en deux étapes. Première étape : une **vitesse** de 300 rpm, une **accélération** de

100 rpm.s⁻¹ et une **durée** de 30 s. Seconde étape : une **vitesse** de 4000 rpm, une **accélération** de 500 rpm.s⁻¹ et une **durée** de 30 s. Un recuit de 150°C pendant 5 min est ensuite effectué à la fin de l'enduction. L'épaisseur de PI obtenue est de 1,1 µm.

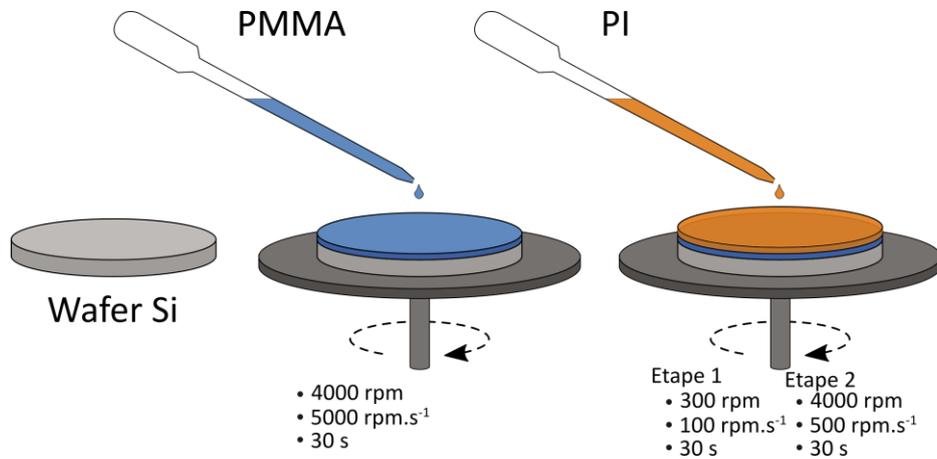


Figure 57 : Schéma représentatif de la préparation du substrat donneur.

Le choix de ces couches de polymère sur le wafer est fait de sorte que le substrat donneur ait la capacité de transférer les dispositifs électroniques sur le substrat receveur par le biais de ses couches sacrificielles dites de « détachement ». En effet, l'idée de base était d'utiliser le PMMA en tant que couche sacrificielle pour le *lift-off* de toute la structure, puisque connu pour son utilisation en photolithographie^[129], et le PI en tant que couche de protection et de transfert car inerte à la majorité des produits chimiques couramment utilisés en salle blanche.

D'autre part, l'utilisation du PI est faite de sorte à encapsuler le PMMA, le protégeant lors des étapes photolithographies nécessaires à la fabrication du design des jauges de déformation. En effet, le PMMA est sensible à une grande partie des solvants, il est par conséquent difficilement utilisable en tant que couche de support. De plus, il est à noter que la faisabilité de dépôt de silicium microcristallin dopé par PECVD sur PI et kapton a été démontrée au sein de l'IETR^[101] par le passé, rendant le choix de l'utilisation du PI judicieux. Nos développements portant sur la combinaison de couches de polymères (PMMA et PI) en tant que couche de transfert est inspiré des travaux de recherche de R.C.WEBB^[130] (2015) sur son utilisation en tant que couche de lift off.

2. c. Fabrication du capteur sur le substrat donneur

Une fois le substrat donneur préparé avec ses couches de détachement, les jauges de contraintes sont réalisées.

2. c. I. Jauge silicium

Les jauges en silicium sont conçues à l'aide des procédés présentés en partie 2.a. Elles sont constituées d'électrodes métalliques en aluminium, et d'une zone active en silicium microcristallin dopé N pour la mesure des déformations. Il est préférable de réaliser en premier la couche de silicium pour minimiser la valeur de la résistance de contact due au phénomène d'oxydation surfacique naturelle de l'aluminium. En effet, une couche d'alumine en surface se forme, posant des problématiques liées à la résistance de contact à l'interface semi-conducteur métal.

La figure 58 résume l'ensemble des étapes de fabrication des jauges de contraintes en silicium microcristallin.

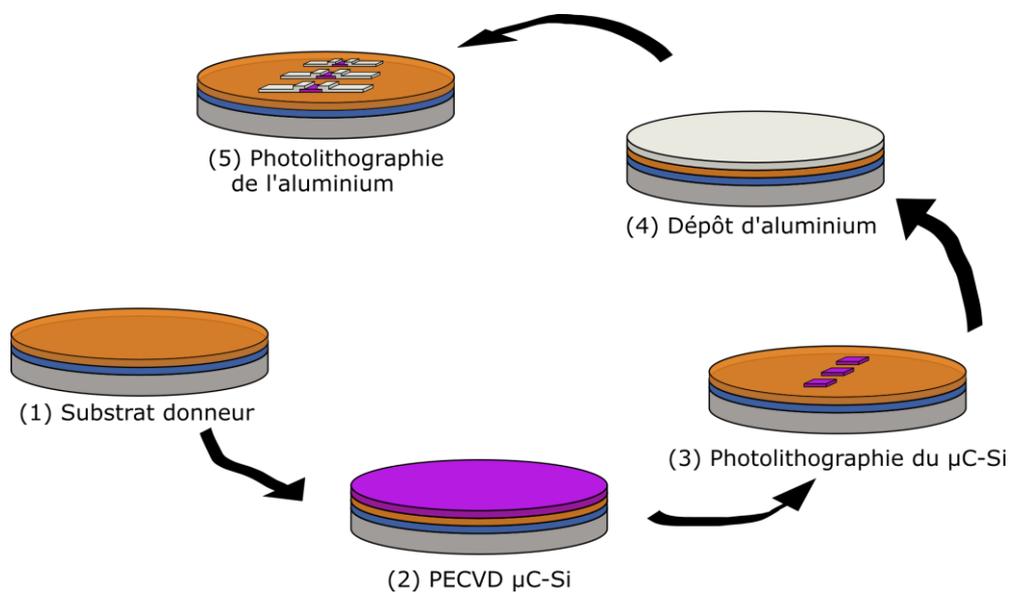


Figure 58 : Schéma 3D des étapes de fabrication des jauges de contraintes en silicium microcristallin dopé N à la surface du substrat donneur : (1) Substrat donneur, (2) PECVD de la couche de silicium microcristallin dopé N ($\mu\text{C-Si}$), (3) réalisation des motifs en silicium par photolithographie et gravure par plasma RF de gaz SF_6 , (4) dépôt de la couche d'aluminium par évaporation par canon à électrons, (5) réalisation des motifs en aluminium pour les électrodes des jauges de contraintes par photolithographie et gravure humide à l'acide orthophosphorique. Chaque étape de photolithographie est suivie d'un délaquage de la résine photosensible par immersion dans l'acétone, puis rinçage à l'éthanol et séchage à l'azote.

A l'aide du RF-PECVD décrit précédemment, un dépôt de silicium microcristallin ($\mu\text{C-Si}$) dopé N est effectué selon les paramètres suivants :

- Flux de gaz : SiH_4 1,5 sccm, A_5H_3 10 sccm, Ar 75 sccm et H_2 75 sccm,
 - Puissance RF : 15 W,
 - Pression : 0,9 mbar,
 - Température : 165°C,
 - Vitesse de dépôt : 3,75nm/min.
- Dans ces conditions et sur notre bâti PECVD, une couche de $\mu\text{C-Si}$ dopé N d'une épaisseur de 90 nm est obtenue.

La photolithographie de la couche active du capteur est réalisée à l'aide de résine positive S1818. Son enduction est faite par centrifugation à une **vitesse** de 4000 rpm, une **accélération** de $5000 \text{ rpm}\cdot\text{s}^{-1}$ et pour une **durée** de 30 s. Un recuit de 90°C pendant 1min30 est ensuite effectué. La réalisation des motifs par un masque et l'exposition aux UV sont mis en œuvre de manière standard.

La gravure du silicium est réalisée par gravure ionique réactive (ou RIE pour Reactive-Ion Etching) de plasma d'hexafluorure de soufre (SF_6) aux conditions suivantes :

- Flux de gaz : SF_6 50 sccm,
- Puissance RF : 50 W,
- Pression : 30 mTorr.

A noter qu'après chaque étape de gravure, il est nécessaire de retirer la résine résultant du masquage à l'aide d'acétone ou d'un *remover* prévu par le fabricant de résine puis de nettoyer le tout à l'aide d'éthanol et de sécher à l'azote.

L'aluminium est ensuite déposé par évaporation de lingots par canon à électrons à une vitesse de dépôt de $2 \text{ \AA}\cdot\text{s}^{-1}$, pour une épaisseur de 150 nm.

La photolithographie des électrodes est aussi réalisée à l'aide de résine positive S1818 suivant les mêmes paramètres qu'énoncés précédemment, et la gravure est effectuée de manière humide par acide orthophosphorique chauffé à 60°C .

La figure 59.a présente les 4 jauges de contraintes sur le substrat donneur une fois toutes ces étapes réalisées. La figure 59.b montre un zoom sur deux dispositifs dont les dimensionnels de la zone active en silicium sont les suivants : $W_1 = 100 \text{ }\mu\text{m}$ et $W_2 = 1200 \text{ }\mu\text{m}$, $D = 1400 \text{ }\mu\text{m}$. Il est à noter que les dispositifs sont identiques par couple au sein d'une même plaque.

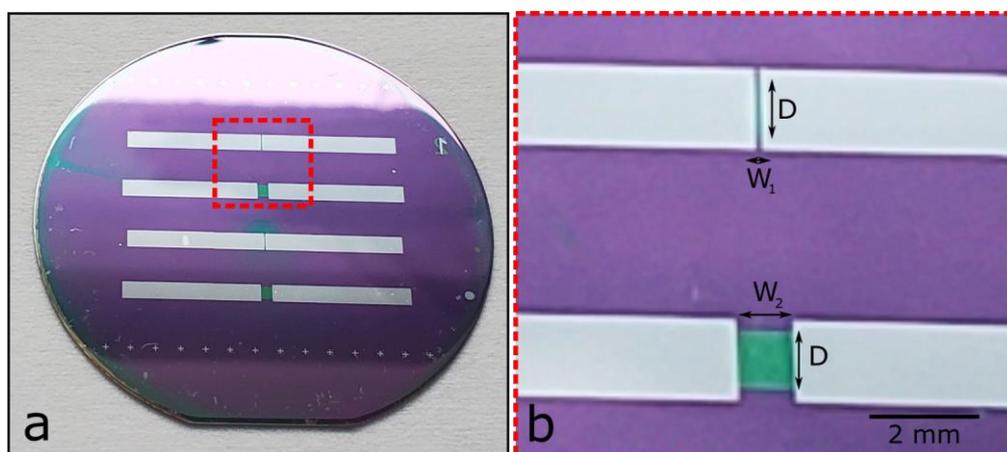


Figure 59 : Capteurs fabriqués par photolithographie sur substrat 2 pouces de silicium : a) Jauges en silicium microcristallin dopé N sur son substrat donneur, b) zoom sur les zones actives des jauges de déformation, $W_1 = 100 \text{ }\mu\text{m}$ et $W_2 = 1200 \text{ }\mu\text{m}$, $D = 1400 \text{ }\mu\text{m}$.

2. c. II. Jauge métallique

Comme expliqué précédemment, le choix du matériau composant les jauges métalliques est important pour ses caractéristiques. Ici il a été choisi d'utiliser du constantan (NiCu) qui a été déposé par évaporation de lingots par effet joule.

La photolithographie de la couche de constantan est réalisée à l'aide de résine positive S1818 suivant les mêmes paramètres qu'énoncés précédemment. La gravure est cependant effectuée de manière humide à l'aide d'une solution de perchlorure de fer.

Toutes les jauges sont ensuite testées de manière classique par mesure de courant en faisant varier la tension ($I=f(V)$) par mesure sous pointes pour évaluer leur résistance à l'aide d'un analyseur de paramètres Agilent B1500.

La figure 60 présente les jauges de contraintes métalliques sur le substrat donneur une fois toutes ces étapes réalisées. Les deux dispositifs présentent les mêmes dimensions, à savoir une longueur totale de piste de 25,2 cm et une largeur de 300 μm .

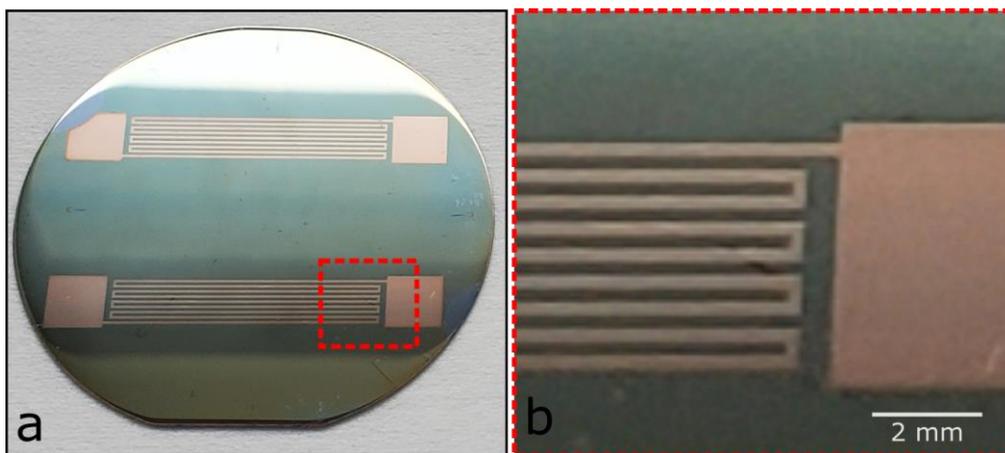


Figure 60 : Substrat de silicium 2 pouces montrant : a) des jauges métalliques en constantan sur son substrat donneur, b) un zoom sur les designs en zigzag.

Remarque : Les dimensions des jauges métalliques ont été proportionnées de sorte à obtenir une résistance suffisamment grande (ordre de la centaine d'ohm) pour qu'une simple carte d'acquisition puisse observer les variations. De plus, ces « grandes » dimensions ont été choisies car les masques de photolithographie étaient basés sur des tests de masques de *shadowmasking*.

2. d. Transfert sur le receveur

2. d. I. Procédé de transfert

Pour transférer le dispositif électronique du donneur au textile de renfort pour composite (le receveur), de la résine époxy est enduite par centrifugation sur le donneur. Cette dernière sert à la fois d'agent de transfert du donneur au receveur mais est aussi la matrice du futur matériau composite. L'avantage de cette méthodologie est de proposer à terme des plis fonctionnalisés intégrables dans le procédé standard de fabrication de pièces composites. La suite de ce chapitre illustre cet avantage.

Comme expliqué dans le chapitre 2, les résines époxy sont des polymères thermodurcissables où un précurseur liquide (la résine) et un catalyseur (agent durcissant) vont réagir et se solidifier par action de polymérisation.

Après mélange homogène du précurseur (Sicomine SR InfuGreen 810) et du catalyseur (Sicomine SD 802) à une proportion de 10:1 wt, le mélange est placé 90 minutes dans une cloche sous vide pour réduire le plus possible la quantité de bulles d'air présentes dans le mélange. De plus, ce temps d'attente va permettre à la polymérisation de s'initier afin de rendre le mélange plus visqueux permettant de réduire l'effet de diffusion de la résine à travers l'ensemble de la fibre de verre. La résine est ensuite déposée à la surface du donneur, et enduite par centrifugation à une vitesse de 300 rpm, une accélération de $100 \text{ rpm}\cdot\text{s}^{-1}$, et une durée de 30 s (cf. figure 61 (a)). La résine doit ensuite être utilisée dans les minutes qui suivent sans quoi la polymérisation sera trop avancée et le transfert ne sera pas optimal.

Le substrat donneur, face active vers le haut, est alors placé sur une plaque de Téflon, plaque qui permet d'éviter les problèmes d'adhésion de la résine aux surfaces lors de la diffusion dans la fibre de verre. Comme le montre la figure 61 (b), la fibre de verre (Sicomine 3300 Sergé 2/2 verre $290 \text{ g}\cdot\text{m}^{-2}$) est ensuite déposée à la surface pour initier le transfert et ainsi former un pli composite fonctionnalisé. Une bâche en silicone, une plaque de verre et un poids sont ajoutés sur la fibre de verre pour produire une pression homogène sur toute la surface du substrat donneur et obtenir l'épaisseur de substrat receveur la plus faible et la plus uniforme possible. Il est à noter qu'il est parfois nécessaire de chasser l'air qui peut se piéger entre la bâche silicone et la fibre de verre à l'aide d'une raclette pour avoir une imprégnation de la résine en tout endroit et obtenir un transfert optimal.

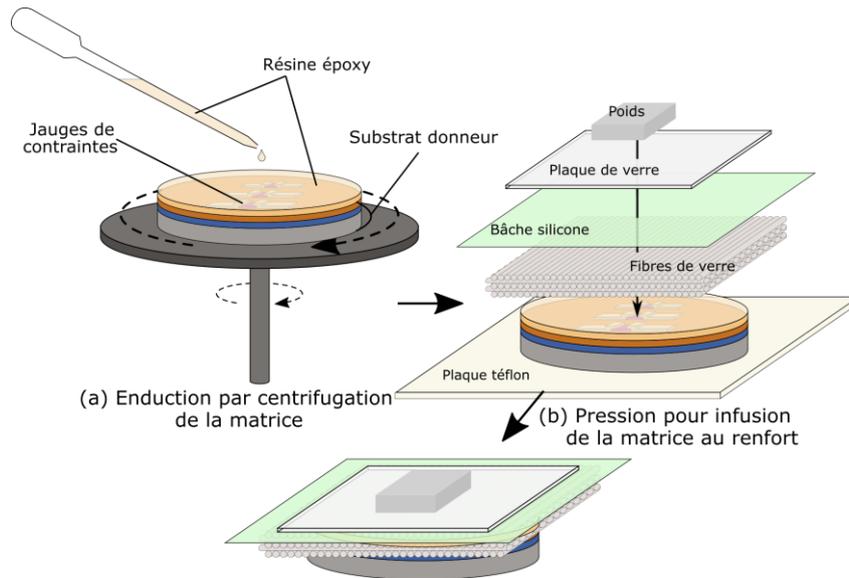


Figure 61 : Schéma descriptif du procédé de transfert printing des jauges en $\mu\text{C-Si}$ vers un pli de fibres de verre.

Après plusieurs heures (plus de 10 heures, typiquement une nuit), le temps pour que la résine durcisse, le poids, la plaque de verre et la bâche silicone sont retirés, laissant la fibre de verre imbibée de résine époxy durcie dans la zone du substrat donneur. Le wafer/substrat donneur peut alors être retiré manuellement en pliant doucement la fibre de verre, comme peut le mettre en avant la figure 62. D'un côté, le wafer de silicium ne présente en surface plus que la couche de PMMA, et de l'autre côté, les jauges de contraintes sont présentes sur la fibre de verre et encapsulées par le PI. En effet, bien qu'invisible à l'œil nu, la fine couche de PI est toujours présente en surface. Ceci est d'ailleurs confirmé par un test de mesure tension-courant ($I=f(V)$) à travers les jauges de contraintes montrant un courant nul sur une plage de tension allant jusqu'à la dizaine de volts.

Cette couche de PI de moins de $1\ \mu\text{m}$ est ensuite retirée par plasma d'oxygène selon les conditions suivantes :

- Flux de gaz : O_2 20 sccm,
- Puissance RF : 200 W,
- Pression : 10 mTorr,
- Arrêt de la fin de gravure par interférométrie.

Il est essentiel de vérifier par prise de contact et mesure $I=f(V)$ que la couche de polyimide a bien été gravée par le plasma d'oxygène. Il est à noter qu'en plus de réduire la viscosité du durimide pour faciliter son enduction, sa dilution a permis de réduire l'épaisseur de la couche enduite, qui par conséquent a réduit le temps de gravure (il est à noter que ce point sera aussi discuté en chapitre 4).

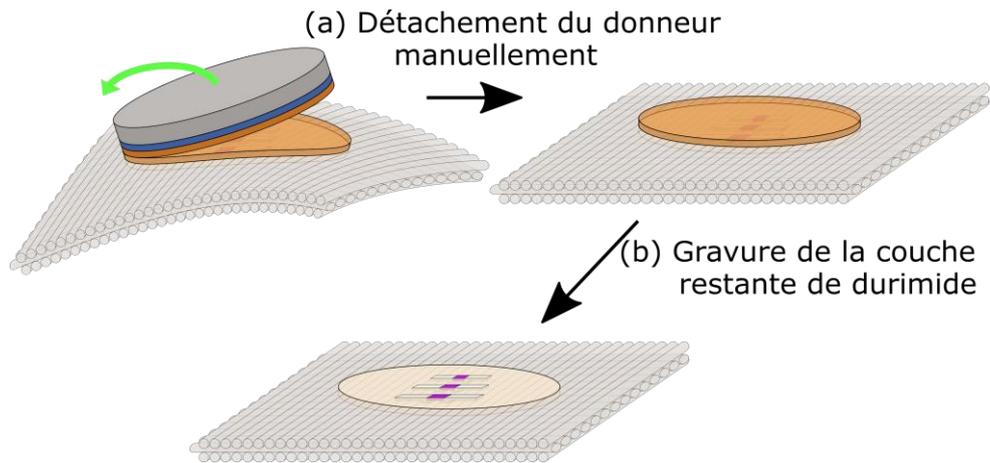


Figure 62 : Schéma descriptif du détachement du substrat donneur du substrat receveur après durcissement de la résine époxy.

Le transfert est rendu possible grâce à la faible adhésion entre les interfaces de PMMA/PI en comparaison avec les adhésions aux interfaces wafer/PMMA et époxy/PI (l'époxy étant un puissant agent collant).

Comme le montre la figure 63.a, les jauges de contraintes sont ainsi transférées sur le substrat receveur, la fibre de verre. Cette opération de transfert est réalisable sur d'autres types de renforts textiles comme peut le montrer respectivement les figures 63.b, c et d avec des transferts de jauges métalliques sur du lin, du coton et de la fibre de carbone. Il est à noter que ce procédé est potentiellement adaptable aux applications électroniques sur textile en choisissant une résine plus appropriée (plus souple/déformable) à ce type d'application.

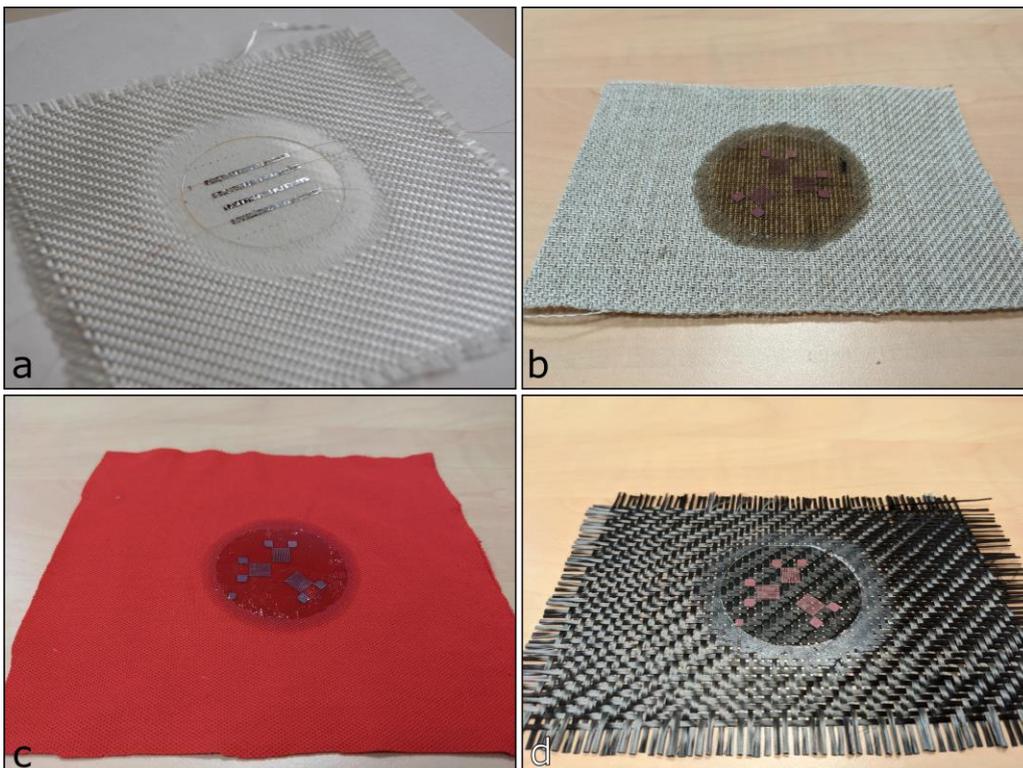


Figure 63 : a) Image d'un pli de fibre de verre après le transfert de jauges en $\mu\text{C-Si}$. Images de jauges métalliques (NiCu) sur différents types de textile : b) fibres de lin, c) coton, et d) fibres de carbone.

Après transfert, le renfort est donc partiellement infusé de sa matrice. L'épaisseur mesurée dans la zone infusée où était le substrat donneur est de $280\ \mu\text{m}$ (mesure Palmer : Schut 908.750). Cette épaisseur de substrat receveur dépend de plusieurs facteurs : majoritairement de la densité et de l'épaisseur de la fibre, mais aussi de la pression exercée avec le poids pendant l'étape de transfert.

2. d. II. Caractérisation du transfert

L'un des aspects importants des techniques de transfert énoncés plus tôt est l'obtention de dispositifs électroniques non dégradés sur le substrat receveur, en l'occurrence ici l'obtention de jauges de contraintes en $\mu\text{C-Si}$ non dégradées. Ces capteurs fonctionnant grâce à l'effet piézorésistif, la mesure du changement de résistance électrique par caractérisation $I=f(V)$ avant et après transfert est un bon indicateur de leur intégrité. La figure 64 met en évidence le résultat de mesure $I=f(V)$ des jauges avant et après transfert montrant par ailleurs le bon comportement ohmique des jauges. De plus, à polarisation constante, il est constatable que la variation électrique n'est pas significative montrant la non-dégradation de l'intégrité des jauges validant notre procédé de fabrication.

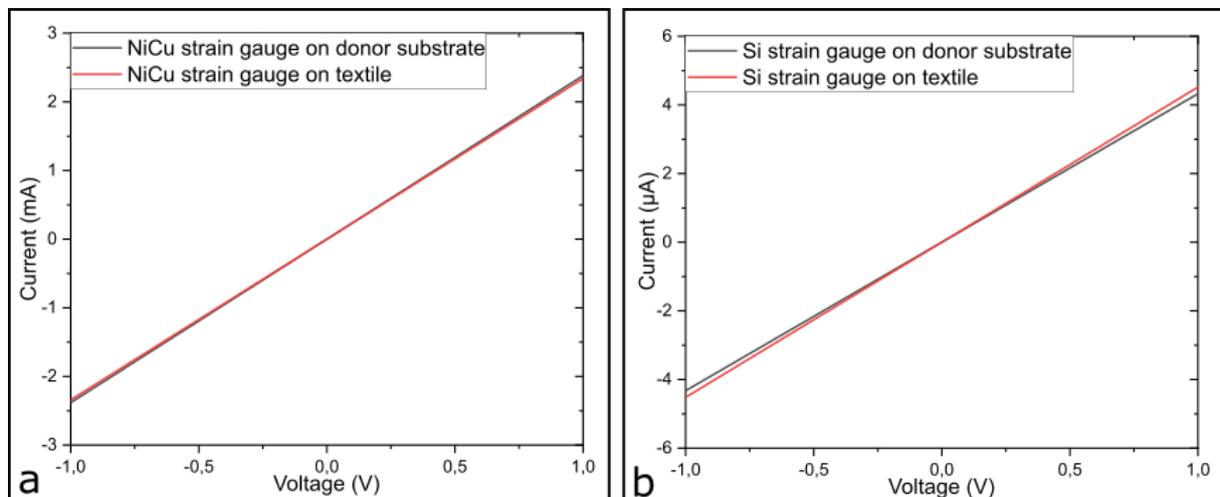


Figure 64 : Courbes de mesure $I=f(V)$ de -1 à 1V avant et après transfert des jauges : a) métallique à base de NiCu, b) silicium microcristallin dopé N.

2. e. Solution de transfert simplifiée pour les jauges métalliques

Dans le cas où l'intérêt de transfert est porté uniquement aux métaux, comme dans le cas de jauges métalliques, une solution de préparation du substrat donneur nécessitant une seule couche de détachement a été développée afin de proposer un procédé alternatif. A la place d'une enduction de deux couches de polymère sur le wafer de silicium, c'est un dépôt d'une fine couche de 20 nm de

polytétrafluoroéthylène (PTFE, aussi communément appelé téflon) qui est effectué par ICP-CVD (Inductively Coupled Plasma – Chemical Vapor Deposition), dépôt chimique en phase vapeur par plasma à couplage inductif (voir principe de fonctionnement en annexe 1).

Connu pour ses caractéristiques antiadhésives et pour être chimiquement inerte, le PTFE paraissait être un bon candidat en tant que couche de transfert. Toutefois ses propriétés hydrophobes et anti adhérentes représentent un défi pour réaliser les dépôts de certains matériaux. C'est le cas par exemple du silicium déposé par PECVD, qui ne peut pas s'effectuer dans les conditions actuelles de dépôt. En revanche, le dépôt et la réalisation de « design » micrométrique par photolithographie en métal est possible.

Le PTFE est déposé au sein de l'IETR avec les conditions suivantes :

- Flux de gaz : C_4F_8 50sccm,
- Puissance RF : 50 W,
- Puissance LF : 800 W,
- Pression : 10 mTorr,
- Cinétique : 30 nm.min^{-1} .

Une fois la préparation du substrat donneur accompli, la suite du procédé est exactement la même que pour la fabrication de jauges en technologie silicium : dépôt d'une couche métallique, lithographie puis transfert sur le renfort à l'aide de la matrice. Bien que la couche de PTFE soit très fine et que la prise de contact sur les jauges en mesure $I=f(V)$ est possible, il est essentiel d'effectuer une gravure par plasma d'oxygène sur le pli fonctionnalisé car une fine couche résiduelle de PTFE est présente en surface, pouvant induire des problèmes de délaminage dans la pièce composite finale (cf. annexe 2).

L'avantage de cette méthode réside dans la simplification du procédé de fabrication par la réduction du nombre d'étapes d'enduction et de recuit nécessaires.

Cette méthode a l'avantage d'être plus rapide à la préparation d'un substrat donneur, notamment par la réduction du nombre d'étapes d'enduction et des temps de recuit nécessaires, mais nécessite l'emploi d'un dépôt ICP-CVD.

3 - Caractérisations en flexion d'un pli fonctionnalisé

Les capteurs étant désormais transférés sur un pli de fibre de verre, il est intéressant de les caractériser avant leur intégration dans le matériau composite final. Pour ce faire, des mesures de déformation en flexion et en tension ont été effectuées. Ainsi, dans cette partie seront introduites des connaissances théoriques sur les relations entre courbure et déformation nécessaires à la compréhension du banc de caractérisation en flexion mis en place dans ce travail de thèse.

3. a. Relation entre courbure et déformation

Lors d'une contrainte en flexion, un matériau se courbe et subit en fait deux types de déformations. La partie du matériau située à l'extérieur de la courbure subit un allongement, tandis que la partie à l'intérieur de la courbure tend à se comprimer. La figure 65 représente la contrainte en flexion d'un substrat (en orange) et de ses dispositifs électroniques réalisés en surface (en jaune). Dans notre cas, les dispositifs électroniques sont les jauges de contraintes, et le substrat est le pli de fibres de verre partiellement infusé.

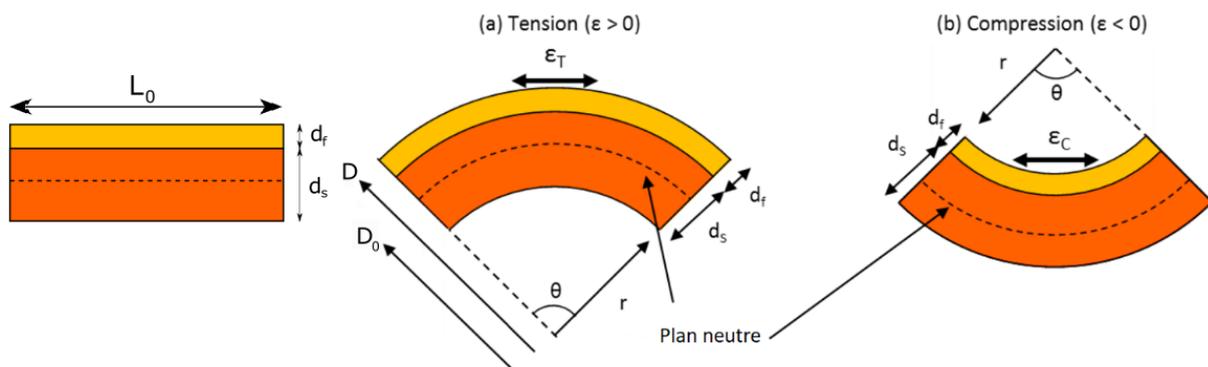


Figure 65 : Schéma représentatif des contraintes en flexion lorsque le dispositif électronique subit une : a) tension, b) compression.

Avec :

- r : le rayon de courbure appliqué,
- θ : l'angle entre les deux extrémités de l'arc pris en compte,
- d_s et d_f : respectivement les épaisseurs du substrat et de la couche mince (les dispositifs électroniques dans notre cas),
- D : la distance entre le centre de courbure et la surface de l'échantillon, c'est-à-dire où est calculée la déformation,
- D_0 : la distance entre le centre de la courbure et la ligne neutre c'est-à-dire où la contrainte est nulle,

- L_0 : la longueur en surface des dispositifs électroniques à l'état initial (aussi la longueur du plan neutre).

A l'état initial, on note L_0 la longueur en surface des dispositifs. Lors d'une flexion cette longueur est modifiée et est notée L_t dans le cas de déformation en tension et L_c dans le cas de déformation en compression. L_0 , longueur initiale du dispositif, reste inchangée au niveau du plan neutre. De ces longueurs, il est possible de déduire la déformation ε en surface que subissent les jauges de contrainte. Dans le cas le plus simple, c'est-à-dire lorsque les modules de Young du substrat et des dispositifs électroniques sont proches, il est alors possible d'écrire dans le cas d'une tension en surface comme montré en figure 64.a, la formule :

$$L_t = \theta(r + ds + df), \text{ et } L_0 = \theta \left(r + \frac{ds + df}{2} \right) \quad (1)$$

$$\text{donc : } \varepsilon_t = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L_t - L_0}{L_0} = \frac{ds + df}{2r + ds + df} \quad (2)$$

Dans les cas où le rayon de courbure est très supérieur à l'épaisseur totale $r \gg ds+df$, la formule est alors souvent écrite comme :

$$\varepsilon_t = \frac{ds + df}{2r + ds + df} \approx \frac{ds + df}{2r} \quad (3)$$

Respectivement dans le cas d'une compression en surface comme à la figure 64.b la formule est :

$$L_c = \theta * r, \text{ et } L_0 = \theta \left(r + \frac{ds + df}{2} \right) \quad (1 \text{ bis})$$

$$\text{donc : } \varepsilon_c = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L_c - L_0}{L_0} = -\frac{ds + df}{2r + ds + df} \quad (2 \text{ bis})$$

De même, dans les cas où le rayon de courbure est très supérieur à l'épaisseur totale $r \gg ds+df$, la formule devient alors :

$$\varepsilon_c = -\frac{ds + df}{2r + ds + df} \approx -\frac{ds + df}{2r} \quad (3 \text{ bis})$$

Dans le cas où l'ordre de grandeur du ratio des modules de Young des matériaux « χ » n'est pas de l'ordre de 1, il faut prendre en considération ces caractéristiques mécaniques dans la formule.

En notant :

- Y_f et Y_s : respectivement les modules de Young du dispositif et du substrat,
- $\eta = \frac{df}{ds}$, le ratio des épaisseurs,

- $\chi = \frac{Y_f}{Y_s}$, le ratio des modules de Young.

La formule reliant la courbure à la déformation devient :

$$\varepsilon = \left(\frac{df + ds}{2r} \right) * \frac{(1 + 2\eta + \chi\eta^2)}{(1 + \eta)(1 + \chi\eta)} \quad (4)$$

A l'aide du graphique de la figure 66, il est possible d'observer l'importance que joue le rapport d'épaisseur avec le rapport de module de Young sur la déformation que subit le dispositif en surface. Lorsque les modules de Young sont similaires, seul le rayon de courbure et l'épaisseur jouent un rôle sur la déformation, le plan neutre reste ainsi au centre de l'ensemble. Tandis que lorsque les modules de Young sont différents, il est intéressant de s'attarder sur le ratio des épaisseurs, pour savoir à quel point le plan neutre est décalé.

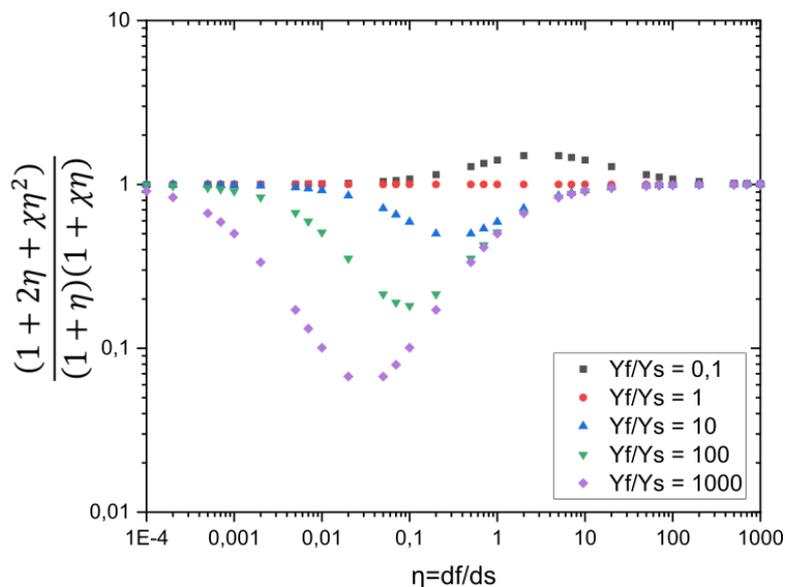


Figure 66 : Graphique de la déformation normalisée en fonction du rapport d'épaisseurs du film et du substrat pour différents ratios de module de Young (Y_f/Y_s).

Dans le cadre de notre étude, l'épaisseur de substrat qui correspond à l'épaisseur du pli fonctionnalisé, est de 280 μm , les épaisseurs des couches minces sont de 150 nm pour les électrodes et 90 nm pour la zone active en silicium, soit un maximum de 240 μm dans la zone de recouvrement métal/semi-conducteur. Ceci donne un ratio d'épaisseur de l'ordre de 10^{-3} . D'autre part, les modules de Young du silicium microcristallin et de la fibre de verre composite sont respectivement de 80 GPa et 86 GPa. Ce qui permet de dire que l'influence du terme prenant en compte les modules de Young sur la formule de la déformation est de 0,018%, soit une influence très négligeable sur l'ensemble de la déformation.

Le tableau 3 met en avant différents couples de substrat et de couche fine déposée en surface afin de déterminer l'influence que peut avoir le ratio des modules de Young des matériaux et le ratio des

épaisseurs sur la déformation subie par la couche mince. Par exemple, dans le cas de dispositifs en aluminium de même épaisseur, le choix de l'épaisseur de la feuille kapton (le substrat) joue un rôle très important dans la réduction des contraintes en surface : de 6.2% pour une feuille kapton de 100 μm jusqu'à 20.6% pour une feuille de 25 μm , la réduction de l'épaisseur du substrat diminue donc les contraintes dans le dispositif.

Tableau 3 : Influences des ratios d'épaisseurs et des modules de Young sur les contraintes subies par des couples substrat/couche mince représentatif de l'électronique flexible et étirable.

	Si/Fibre de verre	Alu/kapton			SiC/kapton	Alu/PDMS
Df	250 nm	250 nm			250 nm	250 nm
Ds	280 μm	25 μm	50 μm	100 μm	25 μm	25 μm
Yf	69 GPa	69 GPa			450 GPa	69 GPa
Ys	86 Gpa	2,5 Gpa			2,5 GPa	0,8 GPa
H	0,0009	0,01	0,005	0,0025	0,01	0,01
X	0,80	27,6			180	86,25
Influence	0,018 %	-20,6 %	-11,6 %	-6,2 %	-63,3 %	-45,3 %

3. b. Réponse électrique sous contraintes mécaniques en flexion

3. b. I. Mise en place de la caractérisation

La théorie sur les jauges de déformation piézorésistives et la relation entre la courbure et la déformation étant introduites, il est désormais intéressant de s'attarder sur un cas applicatif des jauges de contraintes intégrées sur un renfort de composite imprégné partiellement de résine (le pli fonctionnalisé).

Rappelons que l'une des caractéristiques les plus importantes des capteurs de déformation est le facteur de jauge. Il est donc nécessaire de le déterminer pour mettre en relation l'équation entre la variation relative de la résistance du capteur et la variation relative de sa longueur (sa déformation). A cet égard, il est donc indispensable de mesurer électriquement les jauges lorsqu'une contrainte est appliquée.

Dans un premier temps, des mesures en flexion ont été effectuées à l'aide d'objets étalonnés à différents rayons de courbure (30 cm, 20 cm, 10 cm et 5cm) comme peuvent le mettre en avant les figures 67.a et 67.b. A noter que pour un rayon de courbure r minimum de 5 cm et une épaisseur de substrat d_s de 284 μm , il a été possible de calculer le maximum d'élongation en extérieur de courbure que subiront les jauges de contraintes. Ce maximum d'élongation de l'ordre de 0,28% est inférieur à l'élongation avant dégradation observée expérimentalement^[131] de 0,6% que peut supporter le silicium.

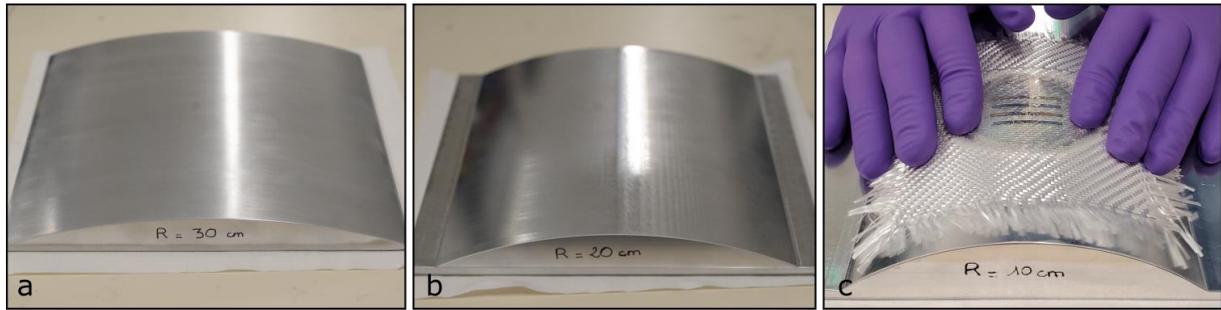


Figure 67 : Images des objets étalonnés aux rayons de courbure a) 30cm et b) 20cm. c) Image de jauges de contrainte en silicium micro cristallin transférées sur un pli de fibre de verre partiellement infusé mis en contrainte sur un objet étalonné au rayon de courbure de 10cm.

Les mesures électriques ont été effectuées à l'aide d'un analyseur de paramètres B150RA Keysight Agilent à polarisation constante de 1V et la contrainte a été appliquée par un opérateur appuyant manuellement sur le pli fonctionnalisé afin d'épouser la courbure des objets étalonnés (cf figure 66.c).

3. b. II. Résultats

La figure 68.a présente la variation relative de la résistance en fonction de la variation relative de la longueur de la jauge par points de mesure aux différents rayons de courbure des objets étalonnés. La droite a été obtenue par régression linéaire et permet d'extraire par le calcul de son coefficient directeur la valeur moyenne du facteur de jauge (-32,9). Son caractère décroissant reflète le signe négatif du facteur de jauge relatif au type de dopage du silicium microcristallin, en l'occurrence dopé N. Ce résultat est cohérent avec la littérature et avec les précédents résultats de l'IETR^[101] traitant sur les jauges de contrainte en silicium dopé N.

La figure 68.b décrit la mesure d'un cycle de déformation sur un objet étalonné de rayon de courbure 10 cm à polarisation constante de 1Volt. Elle met en évidence la stabilité dans le temps des mesures et lors d'un stress mécanique cyclique. A noter que le décalage d'environ 0,4% de la variation relative de la résistance est dû au poids même et à la rigidité du pli fonctionnalisé lorsqu'il est posé en surface de l'objet de rayon 10 cm sans contrainte appliquée par l'opérateur.

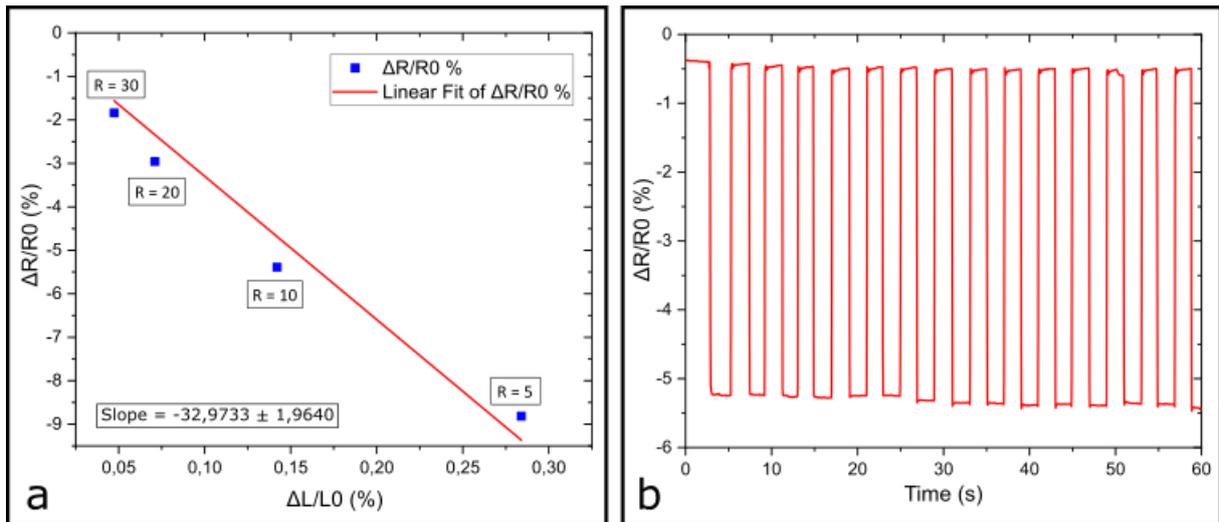


Figure 68 : a) Graphique de la variation relative de la résistance en fonction de la déformation de la jauge en $\mu\text{C-Si}$ dopé N selon différents rayons de courbure. La courbe de tendance permet de donner un aperçu du facteur de jauge moyen. b) Graphique de l'évolution de la variation relative de la résistance de la jauge $\mu\text{C-Si}$ dopé N au cours du temps, sous un cycle de déformation par l'appui d'un opérateur sur un objet étalonné au rayon de courbure de 10 cm.

Après cette caractérisation, la multitude de tests répétés (différents rayons de courbure et autres manipulations) a conduit à une dégradation de la jauge. La figure 69.a montre la variation du courant à travers la jauge à polarisation constante de 1V lors de la déformation en flexion suivant plusieurs rayons de courbure. Les quatre premières montées de courant correspondent aux flexions à 30, 20, 10 et 5 cm de rayon de courbure, la cinquième correspond à une tentative en flexion sur un rayon de courbure de 2,5 cm, ce qui aurait dû correspondre à une élévation en surface autour de 0,57 %. Or le maximum de mesure s'est arrêté à 596 μA , ce qui correspondrait pour un facteur de jauge moyen de -32,9 à une élévation d'environ 0,44%, soit un rayon de courbure d'environ 3,24 cm.

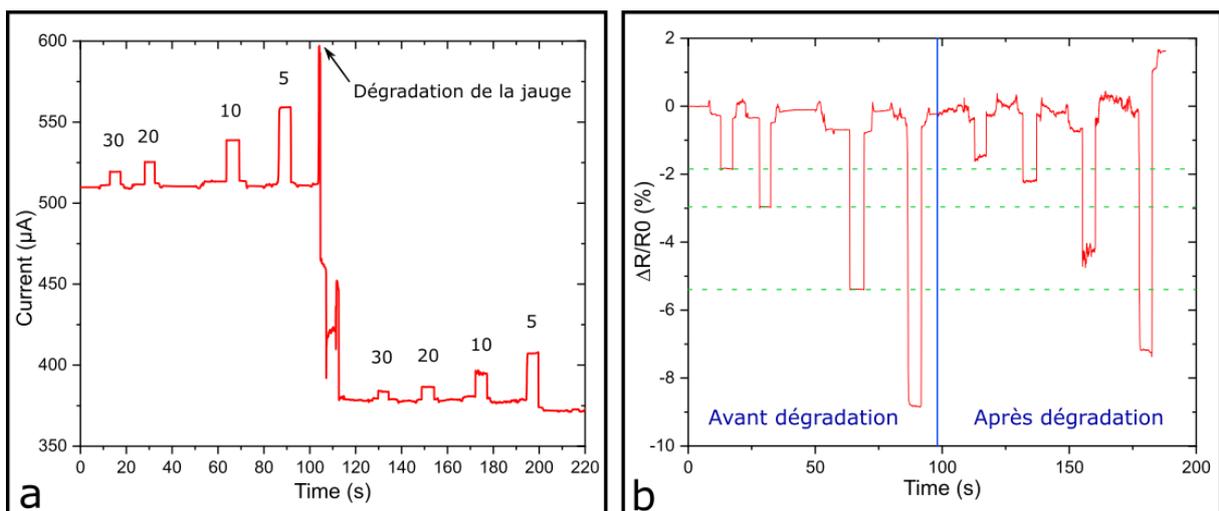


Figure 69 : a) Graphique de l'évolution du courant à travers la jauge à polarisation constante de 1V au cours du temps pendant des tests en flexion, la dégradation de la jauge a eu lieu pour un rayon de courbure pouvant être évalué à 3,24 cm, conduisant à une réduction du courant passant à travers la jauge, la seconde partie de la courbe indique la réponse en courant pendant des tests en flexion après dégradation. b) Graphique de l'évolution de la variation relative de la résistance de la jauge pendant les tests en flexion à 30, 20, 10 et 5 cm de rayon de courbure effectués par l'opérateur aux tests de la figure a). Les lignes vertes mettent en avant la différence de sensibilité avant et après dégradation.

Après cette déformation, le courant chute fortement, ce qui se traduit par une dégradation de la jauge qui est à notre sens liée à des microfissures surfaciques du silicium microcristallin. Une fois cette détérioration effectuée et la contrainte appliquée par l'opérateur stoppée, le courant s'est stabilisé autour de 379 μA . De nouveaux tests pour vérifier le fonctionnement de la jauge après dégradation du courant ont été effectués (cf. figure 69.a partie droite) et montrent que la jauge réagit toujours aux déformations en flexion. Cependant en se basant sur la nouvelle valeur de courant sans déformation, et en effectuant le calcul des variations relatives des résistances (cf. figure 69.b), on observe une diminution de la sensibilité de la jauge pour les mêmes gammes de rayons de courbure, c'est-à-dire une diminution du facteur de jauge. A titre d'exemple, pour une déformation sur un rayon de courbure de 20 cm, la variation relative de la résistance était d'environ -3 %, alors qu'après dégradation elle est de -2,2 %. On observe ainsi une diminution du facteur de jauge moyen de -32,9 à -26,6. Il est aussi à noter que l'endommagement de la jauge a conduit également à une augmentation du bruit du signal.

3. b. III. Bilan

Un pli fonctionnalisé a été caractérisé en flexion de manière cyclique montrant une bonne stabilité électrique au cours du temps. Un facteur de jauge de l'ordre de -30 a été obtenu, ce qui est cohérent avec les valeurs déjà obtenues sur substrats flexibles avec du silicium microcristallin lors d'études précédentes. Bien qu'endommagé, la jauge de contrainte transférée continue de fonctionner, ce qui est, de par notre expérience, aussi observé lorsque les dispositifs sont réalisés sur substrats flexibles conventionnels. Les résultats obtenus valident donc le procédé de *transfer printing* développé au cours de ce travail de thèse.

4 - Fabrication et caractérisations en flexion et en traction d'une structure composites multi plis instrumentés

Une fois les capteurs caractérisés, la pièce composite intégrant un pli fonctionnalisé est mise en forme par un procédé d'infusion sous vide. La structure composite instrumentée a ensuite été caractérisée mécaniquement en flexion et en extension.

4. a. Fabrication

En préambule, il est à noter que la fabrication d'un composite par infusion n'étant pas le cœur de ce travail de thèse, il ne sera pas présenté les nombreux essais d'élaboration infructueux et la résolution des problèmes liés aux défauts d'infusion.

La figure 70.a rappelle le procédé d'infusion sous vide, et la figure 70.b montre le placement du pli fonctionnalisé par rapport aux autres plis lors de la fabrication par ce procédé. De plus, cette dernière met en avant les deux façons employées pour le passage des fils d'interconnexions, c'est-à-dire soit à travers les différents plis supérieurs, soit sur les côtés (voir annexe 3 pour un aperçu du passage des fils dans le composite final).

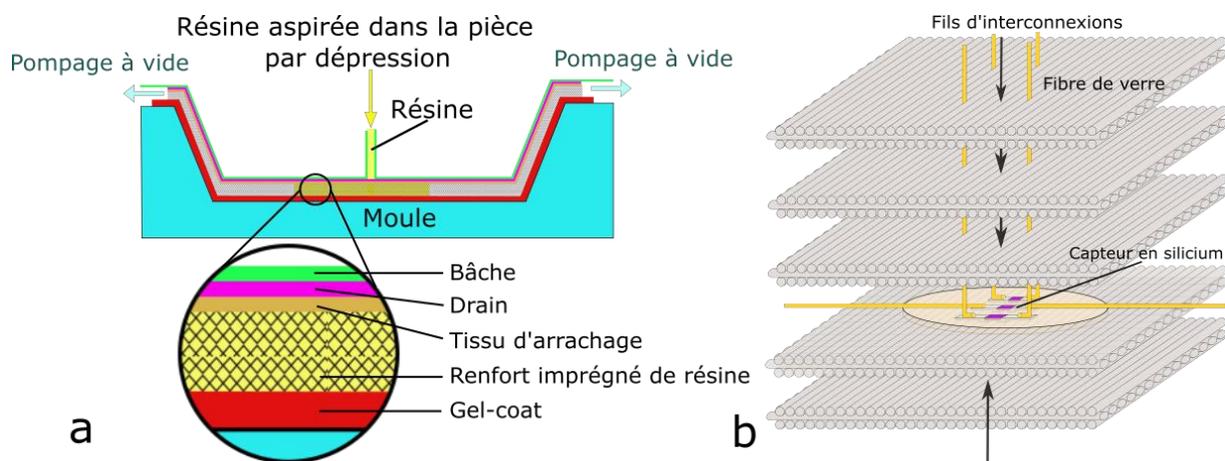


Figure 70 : a) Schéma du procédé d'infusion sous vide, b) schéma du placement du pli fonctionnalisé entre les renforts, et du passage des fils d'interconnexions, trois renforts au-dessus et un en dessous.

Les renforts sont placés sur une plaque de téflon et organisés comme décrit précédemment, puis un tissu d'arrachage et un drain sont superposés par-dessus. Le tout est placé sous vide par un système de pompage à l'aide de joints et d'une bâche silicone. Après un contrôle d'étanchéité, le mélange résine et catalyseur identique au procédé de transfert est aspiré par un tuyau et imbibe les renforts (cf. figure 71.a). Une fois les renforts complètement imprégnés de résine et la présence de bulle réduite, l'injection est coupée, les tubes sont hermétiquement clos et le tout est laissé en attente sous vide pour l'étape de durcissement. Après plusieurs heures, la nouvelle pièce composite formée est démoulée, nettoyée, puis prête à l'emploi. La figure 71.b montre une pièce composite instrumentée de jauges de contrainte.

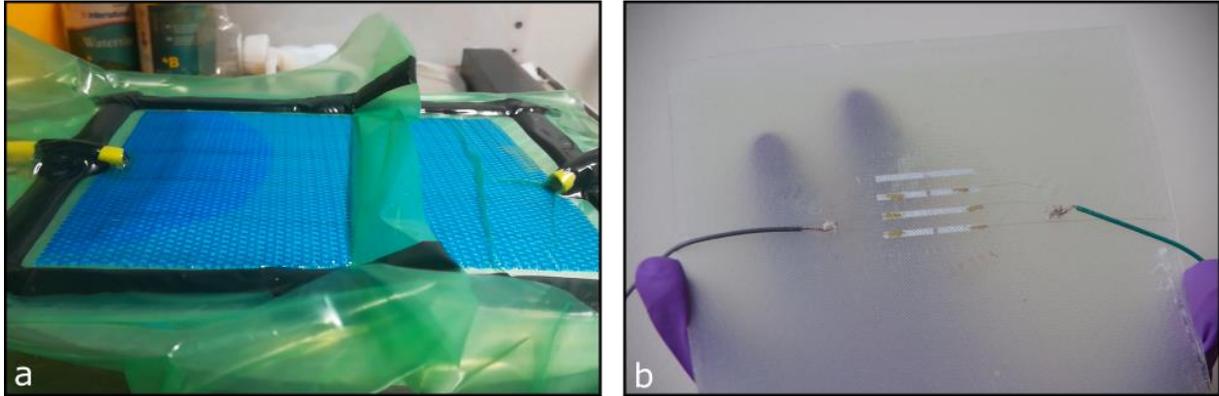


Figure 71 : a) Image du procédé d'infusion sous vide pour la conception du composite fonctionnalisé, b) pièce composite instrumentée de jauge de contrainte $\mu\text{C-Si}$ dopé N.

La position du pli fonctionnalisé entre les différentes couches de fibre est importante. Elle permet de contrôler la distance avec le plan neutre et donc le type de déformation que subiront les jauges. Dans le cas présenté, le plan neutre devrait se positionner au-dessus des jauges de contraintes car trois plis sont présents en position supérieure contre un seul en dessous du pli fonctionnalisé. Ainsi, contrairement aux tests effectués précédemment comme à la figure 68, lors d'une contrainte dans la même direction de courbure, les jauges de déformation subiront une compression au lieu d'une extension.

Dans le cas présenté, la pièce composite était plane. Toutefois, comme le montre la figure 72, il est possible de réaliser des pièces en 3D grâce la flexibilité dont fait preuve le pli fonctionnalisé dans la zone infusée de résine, sans quoi les mesures précédemment réalisées n'auraient pas été possibles. La courbure maximale est évidemment limitée par la contrainte maximale en courbure que peut supporter le dispositif électrique. Dans le cas de structures ayant des aspects très spécifiques, des jauges élaborées en matériaux ayant une plus grande résistance à la rupture en élongation comme les métaux seront alors préférées au silicium pour éviter une défaillance due à un maximum de déformation atteint. D'autre part, la flexibilité du pli fonctionnalisé dépend de nombreux paramètres tels que l'épaisseur de la zone infusée, la résine et le ratio de précurseur et de catalyseur, les caractéristiques de la fibre, la réalisation d'un recuit ou non...



Figure 72 : Image de pièce composite 3D instrumentée de jauges de contraintes métalliques en rosette.

D'autre part, la figure 73 met en évidence qu'en plus d'être façonné en 3D en étant contraint sur le moule, des textiles fonctionnalisés peuvent être thermoformés. En appliquant une source de chaleur sur cette zone susmentionnée, il est possible de lui donner une forme persistante, rendant la fabrication sur un moule simplifiée.

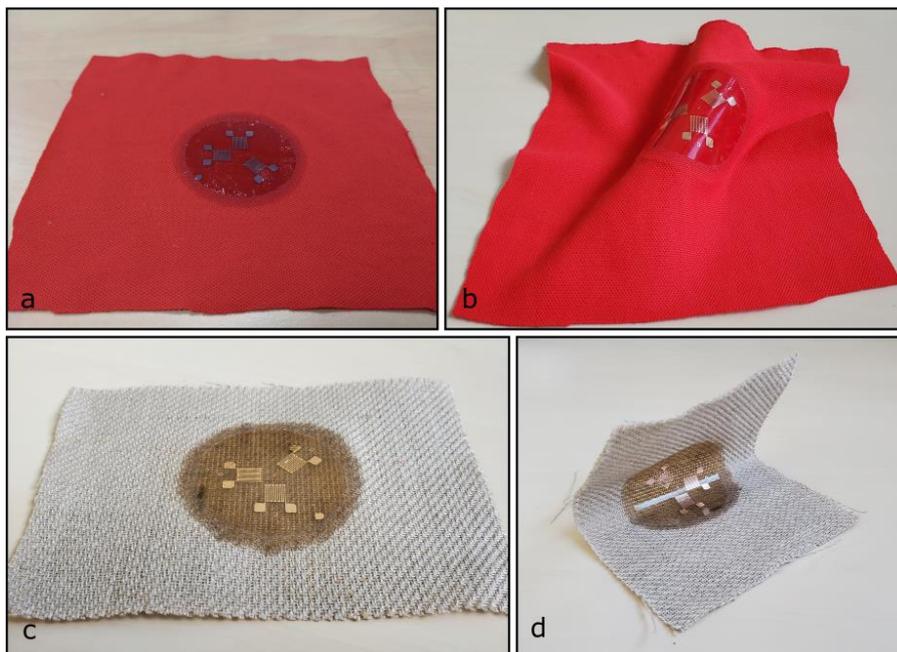


Figure 73 : Images montrant des jauges métalliques réalisées par transfert printing sur pli composite en coton (a) et en lin (c), et images après la déformation du renfort par application de chaleur sur le renfort en (b) coton et (d) lin.

4. b. Caractérisation en flexion

Les mesures en flexion des jauges en silicium microcristallin dans la pièce composite fonctionnalisée présentant une structure telle que décrite en figure 69.b, ont été réalisées de la même manière que dans le cas du pli fonctionnalisé, c'est-à-dire sur des objets de rayon de courbure étalonné (cf. figure 74.a).

La figure 74.b montre l'évolution au cours du temps de la variation relative de la résistance de la jauge selon différentes déformations en flexion (i.e. différents rayons de courbure). Lorsque cette variation est positive, la déformation appliquée à la jauge est une compression, et réciproquement lorsqu'elle est négative, la déformation est une extension.

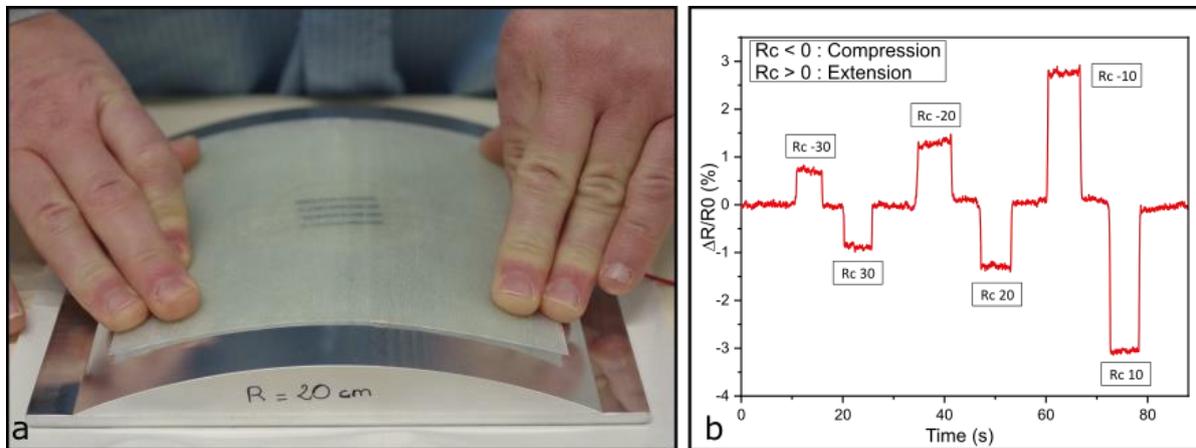


Figure 74 : a) image de la pièce composite fonctionnalisée par une jauge $\mu\text{C-Si}$ et déformée par un opérateur sur un objet de rayon de courbure 20 cm durant des tests de flexions, b) évolution au cours du temps de la variation relative de la résistance de la jauge de contrainte $\mu\text{C-Si}$ sur des rayons de courbures positifs et négatifs (extension ou compression).

En partie précédente, il avait été annoncé et mis en avant par la figure 70.b, que les jauges de contraintes devaient se situer en dessous du plan neutre lorsque l'on regarde le pli fonctionnalisé dans le même sens qu'auparavant. Ceci a été vérifié lors d'une déformation en flexion dans le même sens qu'au test avec le pli fonctionnalisé à la figure 68, et où on a pu observer une variation relative de la résistance positive, traduisant d'une déformation en compression et non d'une déformation en extension. Il est donc possible de contrôler le type de déformation que subiront les jauges en fonction de leur placement dans le composite final.

D'autre part, connaissant le facteur de jauge moyen et la variation relative de la résistance, il est possible de déduire la déformation subie par la jauge de contrainte, et donc de déduire la distance pl entre le plan neutre et la position de la jauge. En admettant que le matériau soit homogène, donc que le plan neutre se situe au centre de la pièce composite, on obtient les formules suivantes pour le calcul de cette distance (cf. figure 75) :

$$L_0 = \theta \left(r + \frac{d_s}{2} \right), \text{ et } L_t = \theta \left(r + \frac{d_s}{2} + pl \right)$$

$$\text{donc : } \varepsilon_t = \frac{\Delta L}{L_0} = \frac{L_t - L_0}{L_0} = \frac{pl}{r + \frac{d_s}{2}}$$

$$\text{ainsi : } pl = \varepsilon_t * r + \frac{d_s}{2} = \frac{\Delta R}{R_0} * \frac{1}{GF} * \left(r + \frac{d_s}{2} \right)$$

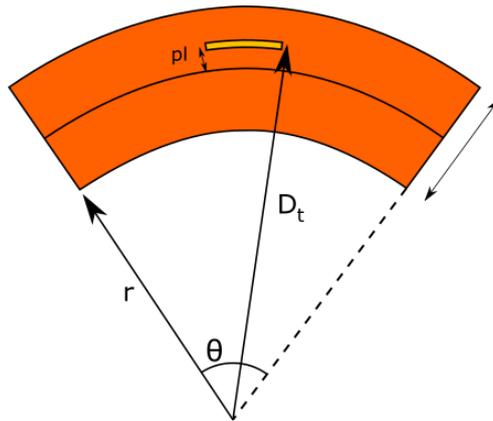


Figure 75 : Schéma et formules du calcul de la distance avec le plan neutre d'une couche mince dans un matériau.

Le tableau 4 donne les variations relatives moyennes de la résistance qui ont été mesurées sur la courbe de la figure 74.b. En se basant sur un facteur de jauge moyen de -26,6 et des résistances mesurées, la distance moyenne des dispositifs par rapport au plan neutre est de $98,5 \pm 11,5 \mu\text{m}$. Cette valeur concorde avec les mesures optiques effectuées à postériori.

Tableau 4 : Evaluation de la distance de la jauge avec le plan neutre (pl).

r (m)	$\Delta R/R_0$ (%)	ϵ (%)	pl (μm)
0,3	-0,880	0,0331	99,47
0,2	-1,289	0,0485	96,99
0,1	-3,061	0,115	115,09
- 0,3	0,707	-0,027	79,80
- 0,2	1,279	-0,048	96,20
- 0,1	2,757	-0,104	103,66

Grâce à cette méthode d'intégration sur un pli, il est possible, en fonction du besoin, de contrôler la distance des dispositifs électroniques du plan neutre et donc de mieux maîtriser les contraintes appliquées aux dispositifs. On pourra ainsi intégrer des dispositifs non contraints sur le plan neutre, servant par exemple de référence ou devant conserver des caractéristiques électriques stables, ou au contraire éloigner les capteurs du plan neutre de manière à augmenter la détection de déformation.

La figure 76 montre l'exemple d'un composite intégrant deux jauges de contraintes localisées de part et d'autre du plan neutre, donc subissant des déformations opposées. Lors d'une déformation en flexion l'une subira une extension tandis que l'autre subira une compression.

On constate une bonne symétrie de la variation de la résistance relative correspondant bien à une symétrie physique par rapport au plan neutre.

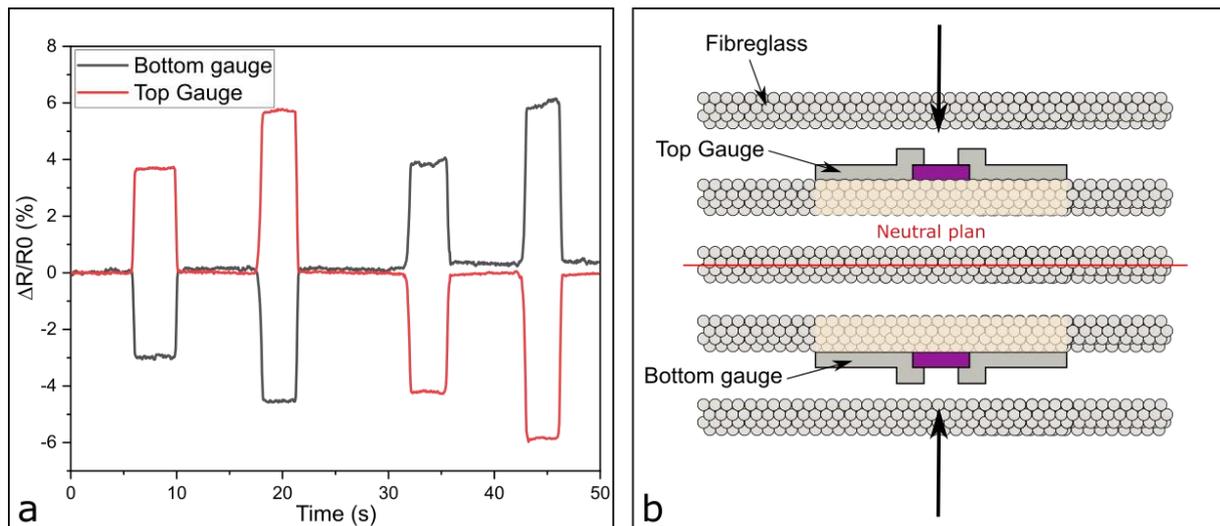


Figure 76 : a) Graphique de l'évolution dans le temps à polarisation constante de 1V de la variation relative de la résistance de deux jauges $\mu\text{C-Si}$ placées de part et d'autre du plan neutre dans un matériau composite, b) schéma du positionnement des jauges de contrainte dans le composite.

4. c. Caractérisation en traction

Bien qu'il existe des bancs de mesure de déformation en flexion, nous venons de voir que dans le cadre de ce type de déformation, il est essentiel de connaître la distance des jauges avec le plan neutre pour pouvoir déterminer la valeur de la déformation liée à l'élongation ou à la compression.

La mesure de déformation linéaire en traction ou en compression est donc plus simple, précise, voire plus pertinente car elle ne dépend pas de cette distance. Dans ce cadre, une collaboration avec le Dr. Eric Robin (Maître de conférences dans l'équipe Mécanique et Verres de l'Institut de Physique de Rennes (IPR)) a été initiée. Des mesures de déformation en élongation de nos composites instrumentés grâce au banc de traction de l'IPR ont été effectuées et sont présentées dans cette section.

Les bancs de traction possèdent pour la plupart un dispositif de mesure de l'élongation intégré à la cellule de mesure de la force appliquée. Cependant, dans notre cas l'exactitude des données de déformation était contestable à cause de problèmes de glissement entre les fixations du banc de mesure et l'éprouvette. Pour résoudre ces difficultés, un dispositif de mesure optique d'élongation, mis au point par le Dr. Robin, a été utilisé pour déterminer la déformation subie par l'éprouvette en temps réel. Une caméra et un logiciel de traitement d'image ont été employés pour évaluer la distance en pixel entre les barycentres des deux points placés sur l'éprouvette. Lors d'une traction, ceux-ci s'éloignent et il est alors possible d'estimer la déformation.

La figure 77 illustre le banc de test qui a été mis en place. La mesure de la résistance de la jauge a été effectuée de la même manière que précédemment, c'est-à-dire par une mesure du courant à polarisation constante à l'aide de l'analyseur de paramètre Keysight Agilent B1500. Les éprouvettes

ont été réalisées à l'IETR par découpe laser du composite et sont de géométries classiques pour ce type de tests (cf. annexe 4)

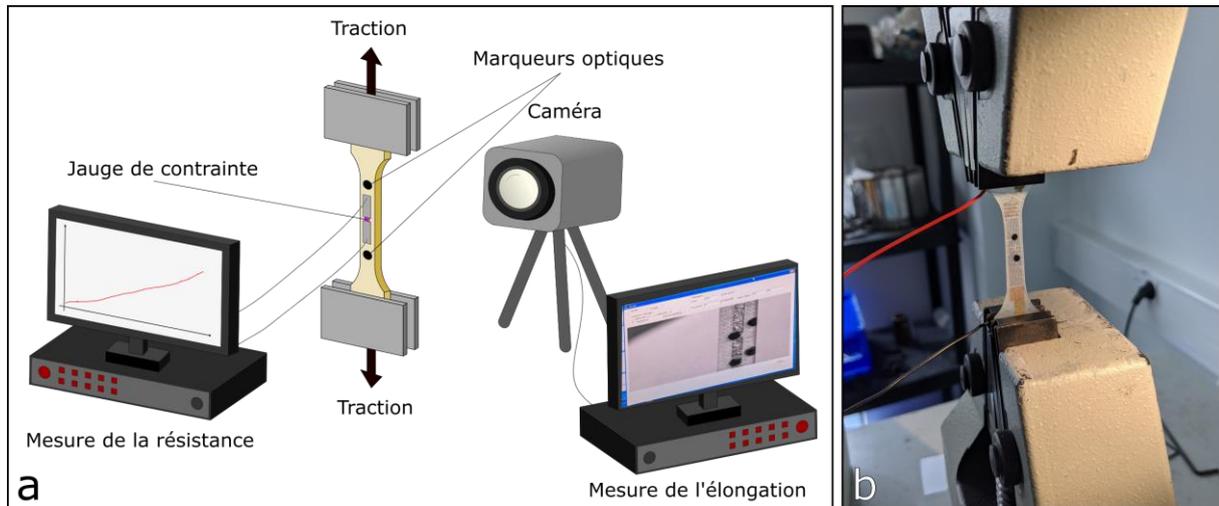


Figure 77 : Illustration d'un essai en traction : a) Schéma du banc de mesure mis en place pour la mesure en traction des composites instrumentés. b) éprouvette placée entre les mors de traction. Les points noirs sur l'éprouvette représentent les repères de vision pour la mesure de l'élongation par la caméra.

4. c. I. Tests en traction d'une éprouvette composite intégrant une jauge en $\mu\text{C-Si}$ dopé N

Dans un premier temps, une jauge silicium intégrée dans le composite a été testée selon 4 cycles de traction en variant la force appliquée de 0 à 500 N à une vitesse de $2 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$. La figure 78.a montre l'évolution au cours du temps de la déformation, de la variation relative de la résistance et de la force appliquée par le banc de traction sur l'éprouvette. On observe ainsi que la réponse électrique du capteur à la déformation est en parfaite corrélation avec la force appliquée à l'éprouvette. Une fois de plus, il est possible d'observer le caractère négatif du facteur de jauge du silicium microcristallin dopé N par une variation relative de la résistance négative lors de l'application d'une élongation.

Remarque : la forme de la courbe de la force appliquée est due à des pauses effectuées par le banc.

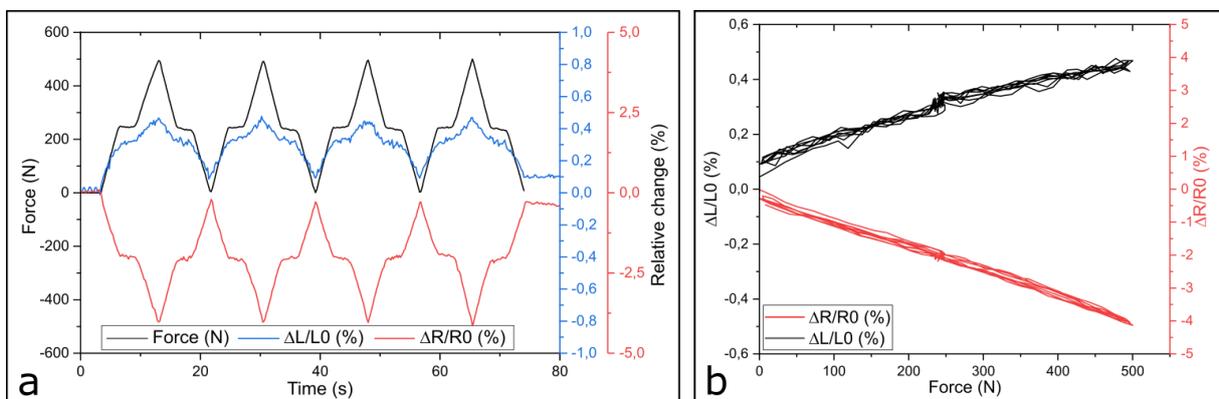


Figure 78 : Essais en traction sur 4 cycles de traction de 0 à 500 N à une vitesse de $2 \text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$: a) Graphique de l'évolution de la déformation, de la variation relative de la résistance et de la force appliquée par le banc de traction sur une éprouvette composite instrumentée par une jauge $\mu\text{C-Si}$ au cours du temps, b) Graphique montrant l'évolution de $\Delta L/L_0$ et de $\Delta R/R_0$ fonction de la force appliquée.

Le graphique de la figure 78.b illustre la variation relative de la résistance de la jauge et de la déformation de l'éprouvette lors des cycles de traction selon la force appliquée. Le ratio de coefficient directeur entre les deux courbes permet donc de retrouver la valeur moyenne du facteur de jauge, ici de -10.

Remarque : La valeur du facteur de jauge est plus de trois fois inférieure à la valeur optimale présentée lors des tests en flexion (cf. en section 3.b.II Résultats). Certes, les conditions de dépôt du silicium microcristallin permettent d'obtenir un matériau à fort facteur de jauge (pour un matériau déposé à 165°C) mais celui-ci souffre d'un problème de reproductibilité en termes d'incorporation de dopants. En effet, un maximum de conductivité est obtenu pour une plage de conditions de dépôt très étroites et difficile à assurer de façon reproductible certainement lié à un phénomène de pulvérisation apparaissant en cours de dépôt et imposant un reconditionnement très fréquent de la chambre.

Cependant, la dispersion des valeurs de conductivités impliquant celle du facteur de jauge n'est pas un critère rédhibitoire dans cette étude portant sur les procédés de transfert printing. Toutefois, il est évident qu'il constitue un frein à l'industrialisation sans étude plus approfondie visant à résoudre cette problématique.

La figure 79 met en évidence des tests de tractions similaires aux précédents à la différence qu'un palier de 20 secondes à force constante de 500 N en valeur absolue est appliqué entre chaque cycle de traction. On constate tout d'abord que la mesure optique de l'élongation est bruitée car extrêmement dépendante de la variation de la luminosité et des vibrations ambiantes. Il est force de constater que la mesure électrique n'est pas influencée par ces aléas expérimentaux.

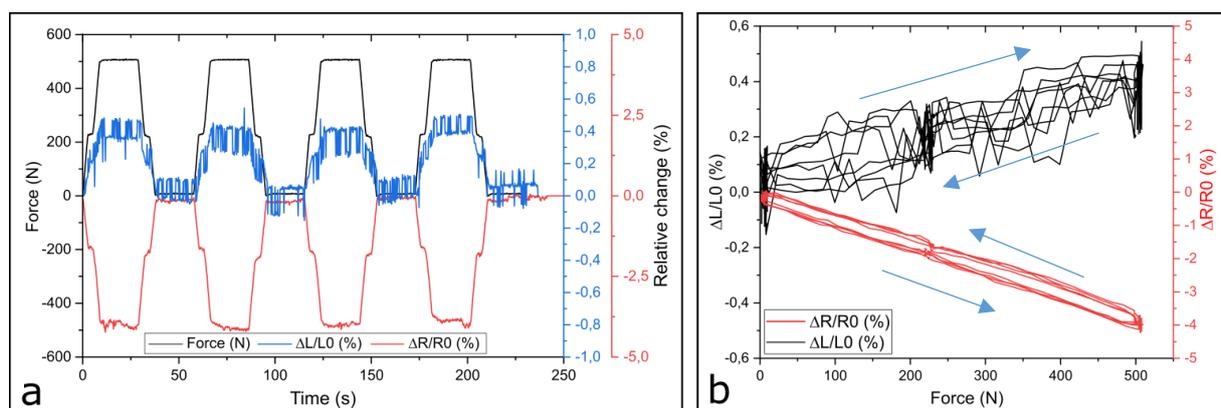


Figure 79 : a) Graphiques de l'évolution au cours du temps lors de 4 cycles de traction de 0 à 500 N à une vitesse de 2 mm.min⁻¹ et des pauses de 20 s, de la déformation, de la variation relative de la résistance et de la force appliquée par le banc de traction sur une éprouvette composite instrumentée par une jauge μC-Si, b) ΔL/L0 et ΔR/R0 fonction de la force appliquée.

Cette expérience met en évidence un phénomène d’hystérésis tant sur les observations optiques que les mesures électriques (cf. figure 79.b) en comparaison avec les résultats de la figure 78. Cette hystérésis est principalement la conséquence du palier de 20 secondes sous traction. Le même constat peut être dressé sur l’ensemble des échantillons testés et présentés dans la suite de ce chapitre. Le phénomène d’hystérésis est observable sur la mesure optique démontrant qu’il est à imputer au matériau composite hypothétiquement lors d’une déformation élastique.

4. c. II. Tests en traction jusqu’à rupture de l’éprouvette intégrant une jauge silicium

Cette section décrit les résultats portant sur le comportement électrique d’une éprouvette instrumentée sous traction jusqu’à rupture mécanique. La figure 80 illustre l’évolution de la force en fonction de la variation de la valeur de résistivité et de l’élongation d’une éprouvette intégrant une jauge en $\mu\text{C-Si}$ dopé N. Cette dernière montre une réponse linéaire jusqu’à 1.1% d’élongation.

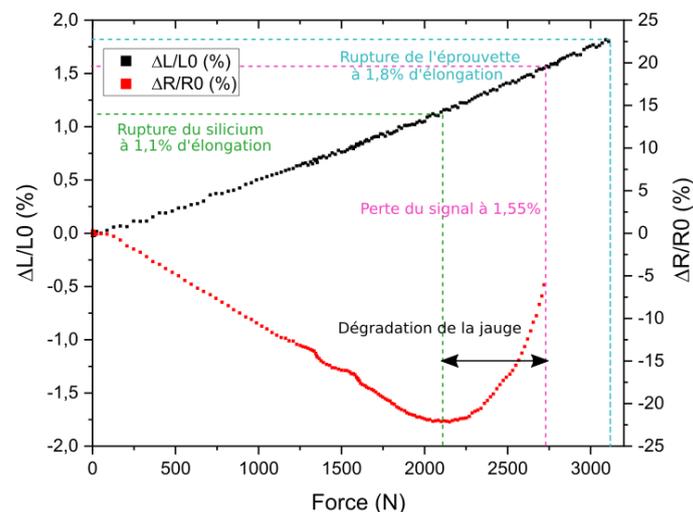


Figure 80 : Déformation de l’éprouvette et variation relative de la résistance de la jauge de contrainte $\mu\text{C-Si}$ dopé N en fonction de la force appliquée jusqu’à rupture à une vitesse de $5\text{mm}\cdot\text{min}^{-1}$.

Au-delà de 1,1%, $\Delta R/RO$ décroît, indiquant une augmentation de la valeur de résistance de la jauge et donc traduisant de sa dégradation, comme il avait été montré lors des tests de flexion. Cette augmentation de courant est à notre sens due aux premières ruptures ou microfissures de la couche de silicium dans la partie active de la jauge, augmentant la résistance.

Après une déformation de plus de 1,55%, aucun courant n’est mesurable indiquant une rupture complète de la jauge. L’éprouvette quant à elle, a résisté jusqu’à une déformation de 1,8% traduisant la capacité d’élongation du composite.

En conclusion, la valeur limite d’élongation des jauges en $\mu\text{C-Si}$ intégrées au composite est de l’ordre de 1%, soit une valeur cohérente avec celle de la littérature. Ces jauges ne sont donc pas adaptées à

la mesure de déformations au-delà de 1% d'élongation, ce qui constitue une limite d'utilisation dans un cadre de la détection de rupture dans un composite car cassant avant.

Remarque : Le facteur de jauge de ce capteur est supérieur à celui précédemment présenté car il s'agit d'une autre éprouvette.

4. c. III. Tests en traction d'une éprouvette composite intégrant une jauge métallique

De la même manière qu'avec l'éprouvette intégrant des jauges en silicium, la figure 81 présente les résultats des tests en traction qui ont été effectués sur des éprouvettes instrumentées d'une jauge de contrainte métallique.

La différence entre les pentes des courbes $\Delta L/L_0$ et $\Delta R/R_0$ de la figure 81.b permettent de mettre en avant le facteur de jauge de la jauge métallique qui est d'environ 3,5 (cf. tableau 1 du chapitre 2). Ce résultat est nettement supérieur au facteur de jauge moyen du constantan laissant penser que le matériau déposé dans ce travail n'était pas un alliage parfait. Ce constat corrobore les caractérisations électriques menées en cours de procédé de fabrication.

L'évaporation simple d'un lingot de constantan par effet joule ou canon à électron ne permet pas l'obtention d'une couche de constantan stœchiométrique, mais d'un autre alliage NiCu. En effet, le dépôt de constantan est généralement effectué par co-évaporation de nickel et de cuivre.

Ne possédant pas de dispositif de co-évaporation par effet Joule, nous avons toutefois fait le choix d'utiliser des lingots de constantan que nous avons à disposition pour réaliser des jauges métalliques qui puissent répondre géométriquement à une déformation. Il est à noter qu'à ce jour, une étude est en cours pour réaliser du constantan par pulvérisation cathodique. Dans la suite de ce chapitre, il sera montré que des résultats sur les variations de la résistance des jauges métalliques en fonction de la température confirmeront l'hypothèse originelle qu'il ne s'agit pas de constantan stœchiométrique mais d'un alliage Ni_xCu_y .

Comme dans le cas des jauges de contraintes en silicium, une hystérésis est pareillement observable dans le cas des jauges métalliques, renforçant l'hypothèse que cet effet provient directement des caractéristiques du composite, mais sans toutefois indiquer de manière formelle que la jauge ne possède pas de même une hystérésis. Cette première série de tests montre aussi que les jauges de contraintes métalliques peuvent endurer sans rupture mécanique ni déformation des forces appliquées d'à minima le même ordre de grandeur que les jauges en silicium.

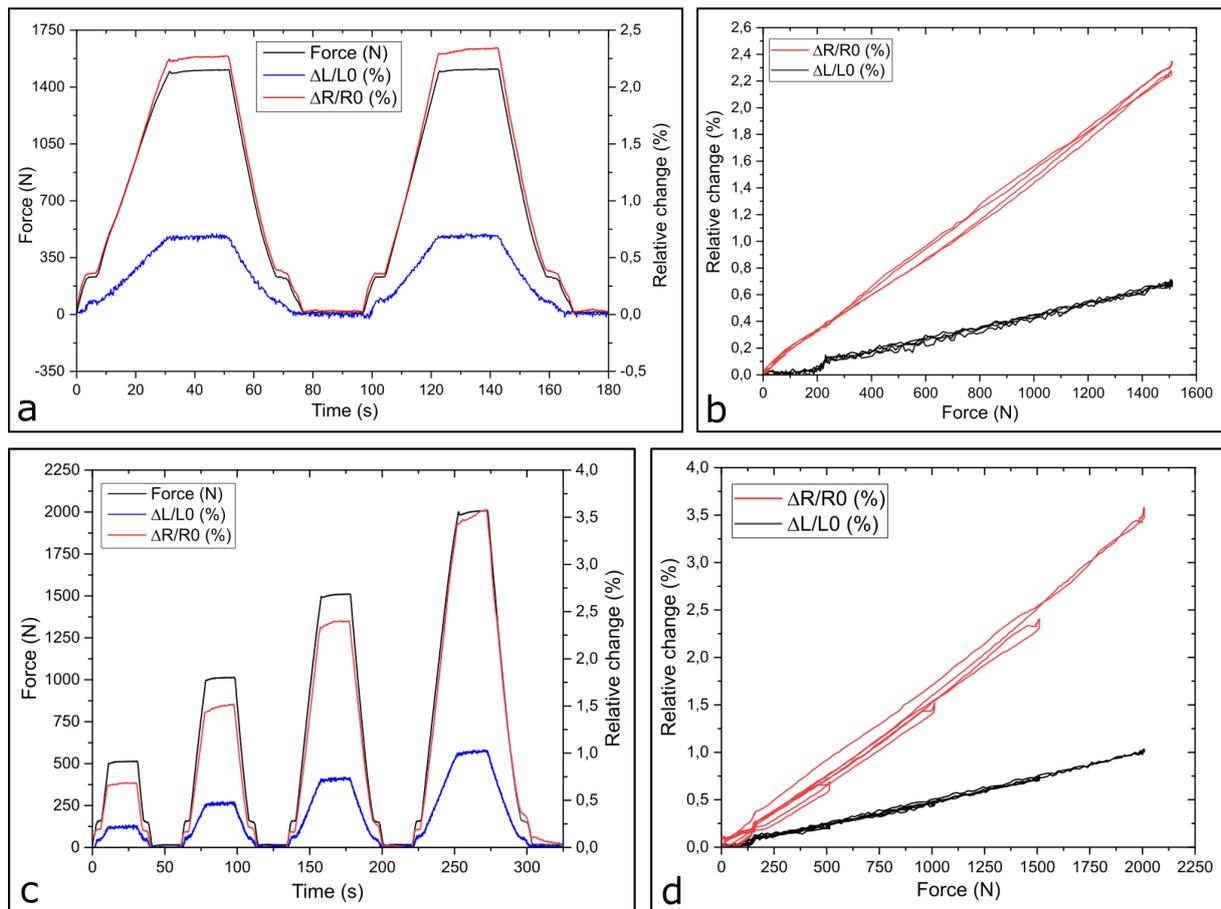


Figure 81 : a) Graphiques de l'évolution au cours du temps lors de 2 cycles de traction de 0 à 1000 N à une vitesse de 2 mm.s^{-1} , de la déformation, de la variation relative de la résistance et de la force appliquée par le banc de traction sur une éprouvette composite instrumentée d'une jauge métallique, b) $\Delta L/L_0$ et $\Delta R/R_0$ en fonction de la force appliquée. c) Graphiques de l'évolution au cours du temps lors de 4 cycles de traction de 0 à 500, 1000, 1500 et 2000 N à une vitesse de 2 mm.min^{-1} , de la déformation, de la variation relative de la résistance et de la force appliquée par le banc de traction sur une éprouvette composite instrumentée d'une jauge métallique, d) $\Delta L/L_0$ et $\Delta R/R_0$ en fonction de la force appliquée.

4. c. IV. Tests en traction jusqu'à rupture de l'éprouvette intégrant une jauge métallique

La figure 82 montre le résultat d'un test en traction jusqu'à rupture d'une éprouvette composite instrumentée d'une jauge métallique. Le graphique permet de montrer que l'éprouvette a rompu autour de 2% d'élongation, tandis que le capteur continuait de répondre électriquement. En effet, l'allongement à la rupture des métaux est bien supérieur aux composites à base de fibres de verre.

D'autre part, il est observable que la variation de la résistance en fonction de la force appliquée n'est pas linéaire tandis que la déformation l'est.

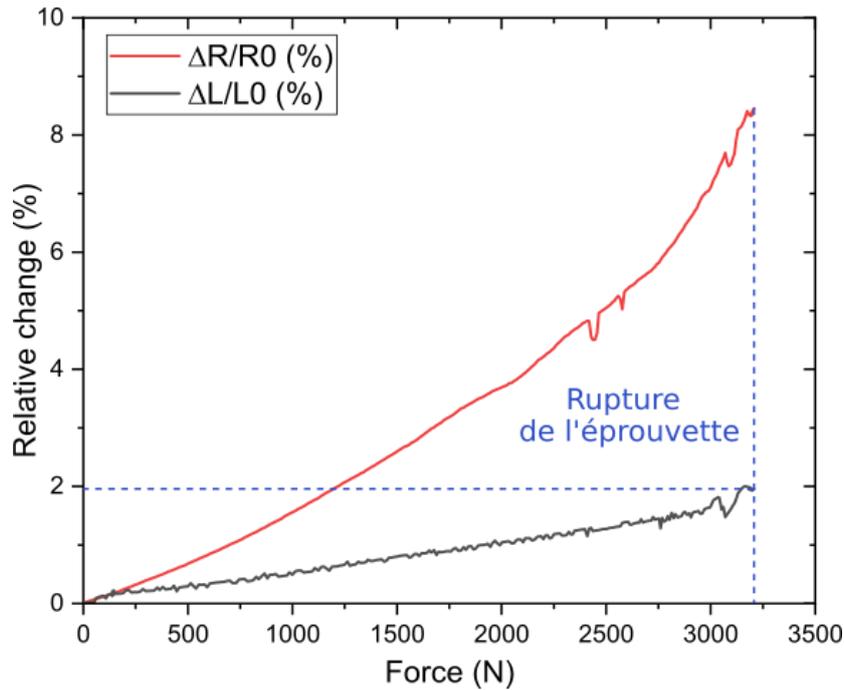


Figure 82 : Déformation de l'éprouvette et variation relative de la résistance de la jauge de contrainte métallique en fonction de la force appliquée jusqu'à rupture à une vitesse de 2 mm.s⁻¹.

En conclusion, les jauges de contraintes métalliques, bien que moins sensibles que celles en silicium, d'un rapport de 10 entre les facteurs de jauges, permettent un suivi de l'élongation d'un matériau tel que celui instrumenté dans ce travail de thèse sur une plus grande plage. Cependant, si l'objectif est de détecter de faibles variations, la technologie silicium sera à privilégier.

4. c. V. Essais comparatifs avec des jauges réalisées sur substrat flexible intégré au sein du composite

Afin de comparer notre méthode d'intégration de fonctions électroniques à ce qu'il est possible aujourd'hui de trouver dans l'industrie composite, des jauges μ C-Si et métalliques ont été réalisées sur des substrats de kapton de 25 μ m selon les mêmes procédés et paramètres que précédemment introduits (cf. figure 83.a). Une fois munies de leurs connectiques, les jauges sur substrats ont été placées entre les plis composites avant l'étape d'infusion sous vide de résine. La figure 83.b illustre un composite intégrant des jauges métalliques selon le procédé de *transfer printing* présenté dans ce chapitre et une jauge fabriquée sur kapton à l'image des méthodes actuelles d'intégration dans les composites. Par conséquent, une étude comparative peut être effectuée puisque le composite final a été réalisé durant la même infusion. Les jauges ont ensuite été découpées au laser au format d'une éprouvette.

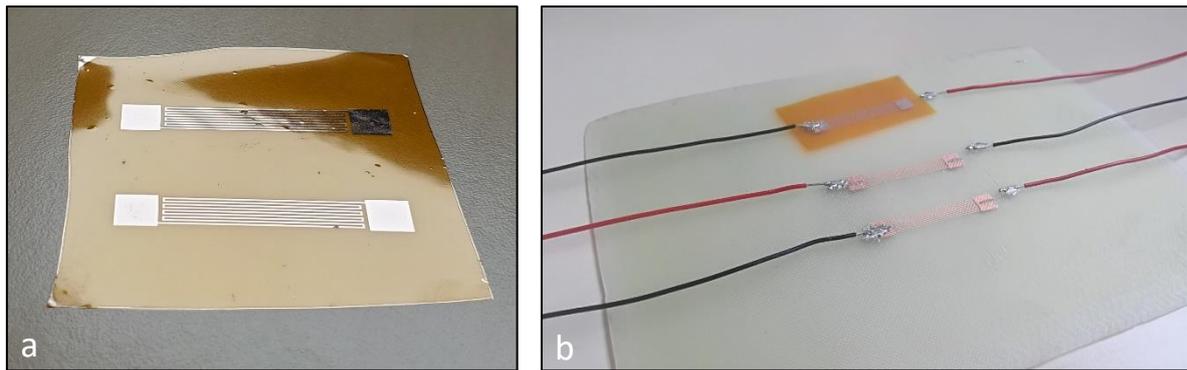


Figure 83 : a) Image de jauges métalliques en NiCu réalisées sur un substrat kapton de 25 μm , b) image d'un composite instrumenté de deux jauges métalliques suivant le procédé d'intégration par *transfer printing* décrit dans ce chapitre et d'une jauge réalisée sur substrat kapton intégrée entre les plis de fibre de verre.

Les courbes de la figure 84 représentent les résultats pour une éprouvette composite intégrant une jauge de contrainte $\mu\text{C-Si}$ sur substrat kapton soumises à des tests de cycle de traction avec ou sans palier de force (tests identiques à ceux effectués sur les éprouvettes instrumentés de jauge $\mu\text{C-Si}$ sans substrat). Aucune différence n'est perceptible quant à la capacité des jauges à mesurer une déformation. De même, on observe le même effet d'hystérésis lors des paliers de force. Il est à noter que le facteur de jauge de ces jauges sur substrat kapton est de -20.

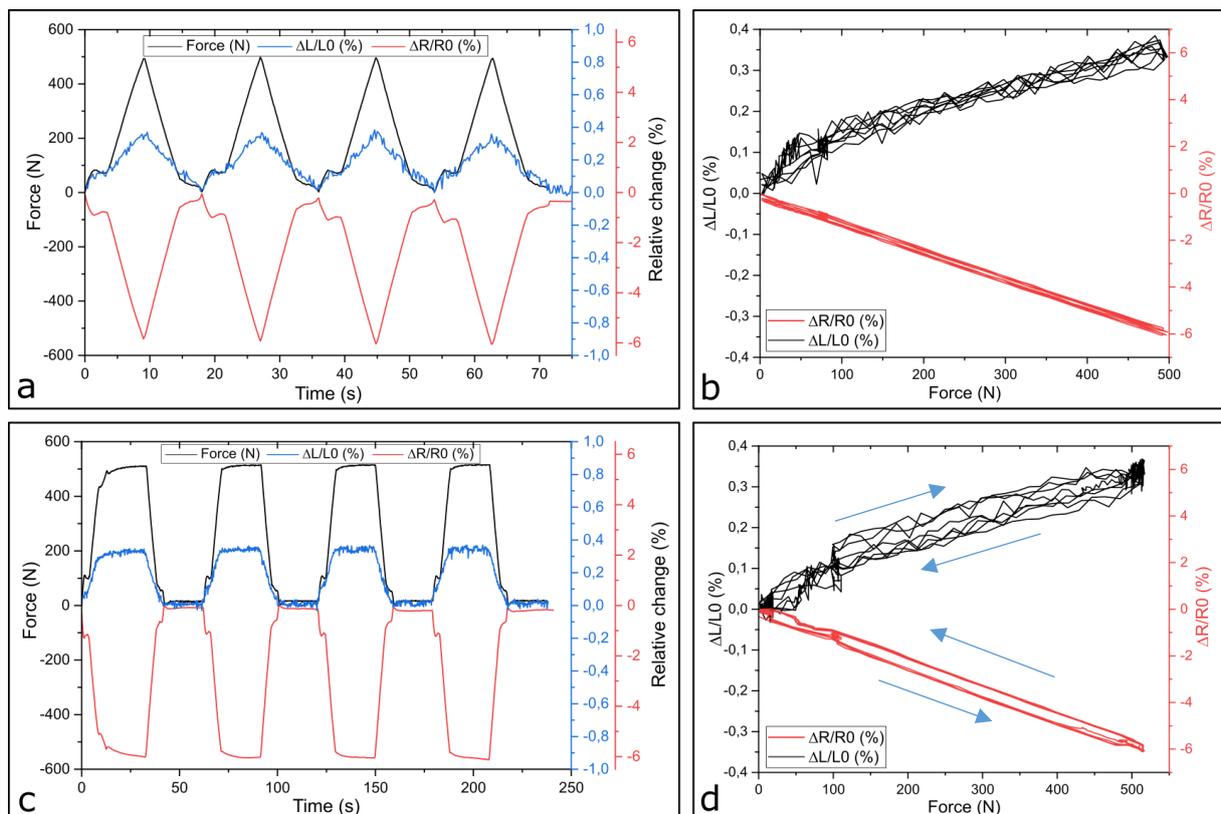


Figure 84 : Graphiques : a) de l'évolution au cours du temps lors de 4 cycles de traction de 0 à 500 N à une vitesse de 2 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$, de la déformation, de la variation relative de la résistance et de la force appliquée par le banc de traction sur une éprouvette composite intégrant une jauge $\mu\text{C-Si}$ sur substrat kapton, b) $\Delta L/L_0$ et $\Delta R/R_0$ fonction de la force appliquée. Graphiques : c) de l'évolution au cours du temps lors de 4 cycles de traction de 0 à 500 N à une vitesse de 2 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$ et des pauses de 20 s, de la déformation, de la variation relative de la résistance et de la force appliquée par le banc de traction

sur une éprouvette composite intégrant une jauge $\mu\text{C-Si}$ sur substrat kapton, d) $\Delta L/L_0$ et $\Delta R/R_0$ fonction de la force appliquée.

L'annexe 5 présente les résultats du même type de comparaison pour les jauges métalliques, où aucune différence avec le procédé présenté n'a été identifiée.

La figure 85 présente le test en traction jusqu'à rupture de l'éprouvette intégrant la jauge $\mu\text{C-Si}$ sur substrat kapton. Le silicium a rompu de manière nette à 1% d'élongation et l'éprouvette à 2,1% correspondant à 3150 N de force appliquée. Le kapton ayant une rupture à l'élongation supérieure à 70%^[132] pour une épaisseur de 25 μm , il n'est pas le matériau ayant provoqué la rupture du silicium microcristallin.

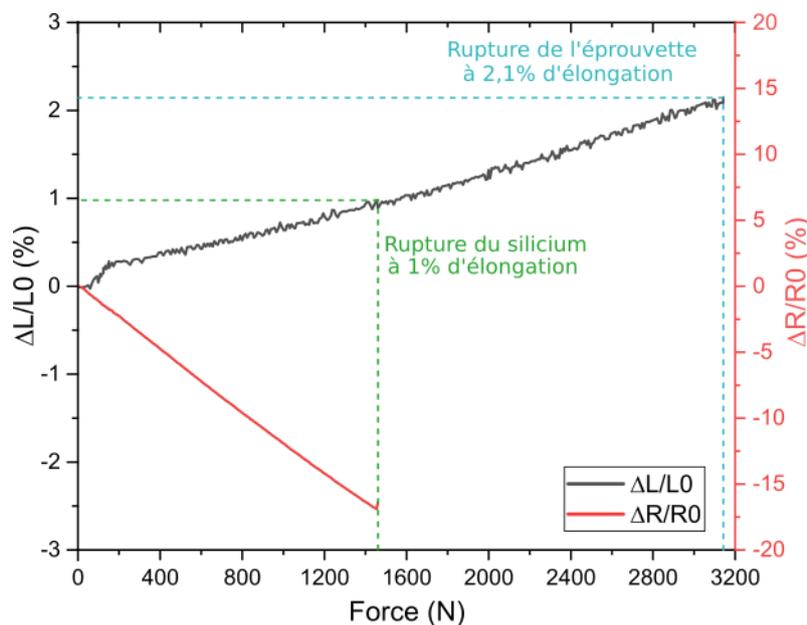


Figure 85 : Déformation de l'éprouvette et variation relative de la résistance de la jauge de contrainte $\mu\text{C-Si}$ dopé N en fonction de la force appliquée jusqu'à rupture à une vitesse de 2 mm.s^{-1} .

Le résultat en traction jusqu'à rupture ne montre à première vue aucune différence quant au maximum d'élongation que peuvent subir les jauges en $\mu\text{C-Si}$ intégrées dans un composite avec ou sans substrat.

En conclusion, ces résultats valident donc que le procédé de *direct transfer printing* développé dans ce travail de thèse ne détériore pas la capacité d'élongation des jauges de contraintes qu'elles soient en technologie silicium ou métallique.

5 - Travaux prospectifs sur les jauges intégrées dans les composites

Cette partie présente les travaux prospectifs au regard de la problématique du délaminage dans les composites par l'intégration de films et de substrats minces. Cet effet est étudié par des observations

par imagerie à différentes échelles ainsi que via une analyse EDX, illustrant l'effet de l'intrusion de corps étrangers dans ces matériaux.

En outre, une qualification des jauges intégrées en fonction de la température a été initiée mettant en avant les effets de fluages pouvant apparaître dans les composites ainsi que la possibilité d'utilisation de ces jauges en tant que capteur de température.

Enfin il est montré une première réalisation de transfert de motifs micrométriques complexes pour la surveillance du durcissement de la résine lors de la fabrication d'un composite.

5. a. Observation d'un délaminage

Le délaminage est une problématique récurrente dans le domaine des matériaux composites. Intuitivement, nous pouvons penser que notre procédé de *transfer printing* est moins intrusif que les procédés nécessitant l'insertion d'un substrat et donc qu'il limiterait l'apparition de phénomènes de délaminage.

Comme l'illustre la figure 86.a, il a été possible d'observer de manière répétée un effet de délaminage entre le substrat Kapton et le composite après rupture de l'éprouvette. Les mêmes observations ont été faites pour les jauges métalliques intégrées selon la méthode simplifiée présentée lorsque la gravure de la couche de transfert en C_4F_8 n'était pas bien réalisée (cf. figure 86.b). Cet effet est causé par une faible adhésion à l'interface entre le substrat (Kapton) et le composite (majoritairement sa matrice).

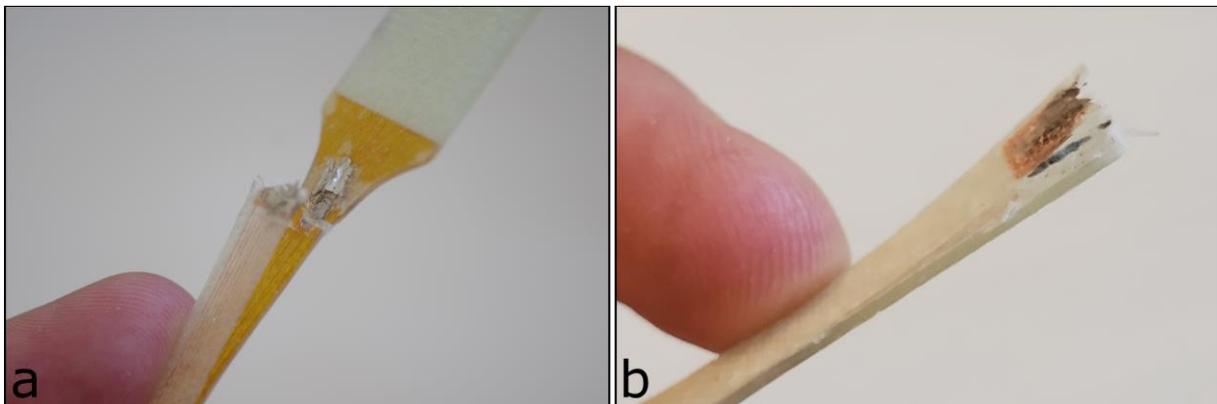


Figure 86 : Image d'effet de délaminage de la pièce composite : a) avec la jauge métallique sur substrat kapton, b) avec la jauge métallique intégré selon le procédé présenté.

Dans le cas du procédé standard présenté pour les jauges $\mu C-Si$, l'apparition d'un délaminage était majoritairement due à une mauvaise imprégnation des renforts lors de l'infusion sous vide, et donc à une mauvaise fabrication de la pièce composite le rendant poreux.

Aussi, il est possible de penser que l'adhésion suivant notre procédé soit potentiellement plus élevée que dans le cas de l'ajout d'un substrat, étant donné que le pli fonctionnalisé (un renfort partiellement infusé) et la matrice sont faits des mêmes matériaux : résine époxy et fibre de verre.

Toutefois, à l'échelle de notre étude, du nombre de tests et d'échantillons réalisés, nous ne pouvons mettre en avant que quelques observations empiriques sur la problématique de l'effet de délaminage lors de la présence de substrat ou de couche résiduelle. Il nous est donc impossible de conclure sur un éventuel bénéfice ou inconvénient de notre méthode par rapport à celles actuelles.

Pour permettre d'affirmer avec certitude, si notre méthode est la moins intrusive, il serait, selon nous, intéressant d'effectuer des tests cycliques sur une très longue durée jusqu'à apparition de ces effets ou jusqu'à dégradation du composite ou du dispositif électronique intégré.

5. b. Observations optiques complémentaires

Afin de tenter d'analyser l'intégration des jauges au sein du composite, nous avons réalisé des mesures optiques des tranches des composites. Pour ce faire, il a été nécessaire de couper puis de roder finement la tranche des composites instrumentés. Nous supposons cependant que la friction générée par le rodage est certainement responsable de l'effet de délaminage entre les couches intégrées dans le composite.

La figure 87 présente des vues en tranche au microscope confocal d'une pièce composite au niveau de la jauge de contrainte, ici en silicium microcristallin. Il est possible d'observer l'organisation des fibres (cf. figure 87.a) ainsi que l'interface à la jonction entre le pli fonctionnalisé et l'ensemble du composite (cf. figure 87.b). Cependant, il est évidemment impossible de percevoir la couche de silicium ou d'aluminium avec ce type de microscope.

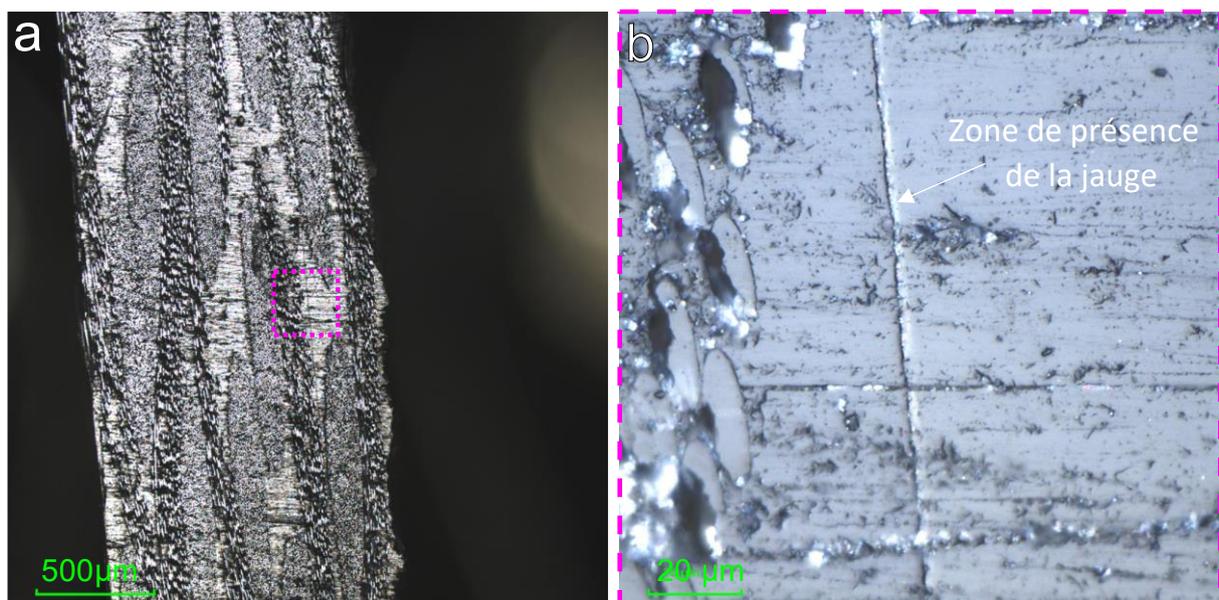


Figure 87 : a) Vue en tranche au microscope confocal d'une pièce composite intégrant une jauge en $\mu\text{C-Si}$ dopé N, b) zoom sur la partie montrant l'emplacement de l'intégration de la jauge.

Des images de cette même tranche ont été relevées au microscope électronique à balayage (MEB), ainsi que des analyses EDX (Energie Dispersive de Rayons X) après avoir été métallisée d'une fine couche d'or en surface par pulvérisation cathodique comme le présente la figure 88. Il a ainsi été possible d'observer la présence d'aluminium et de silicium au niveau de cette zone d'intégration de la jauge dans le composite.

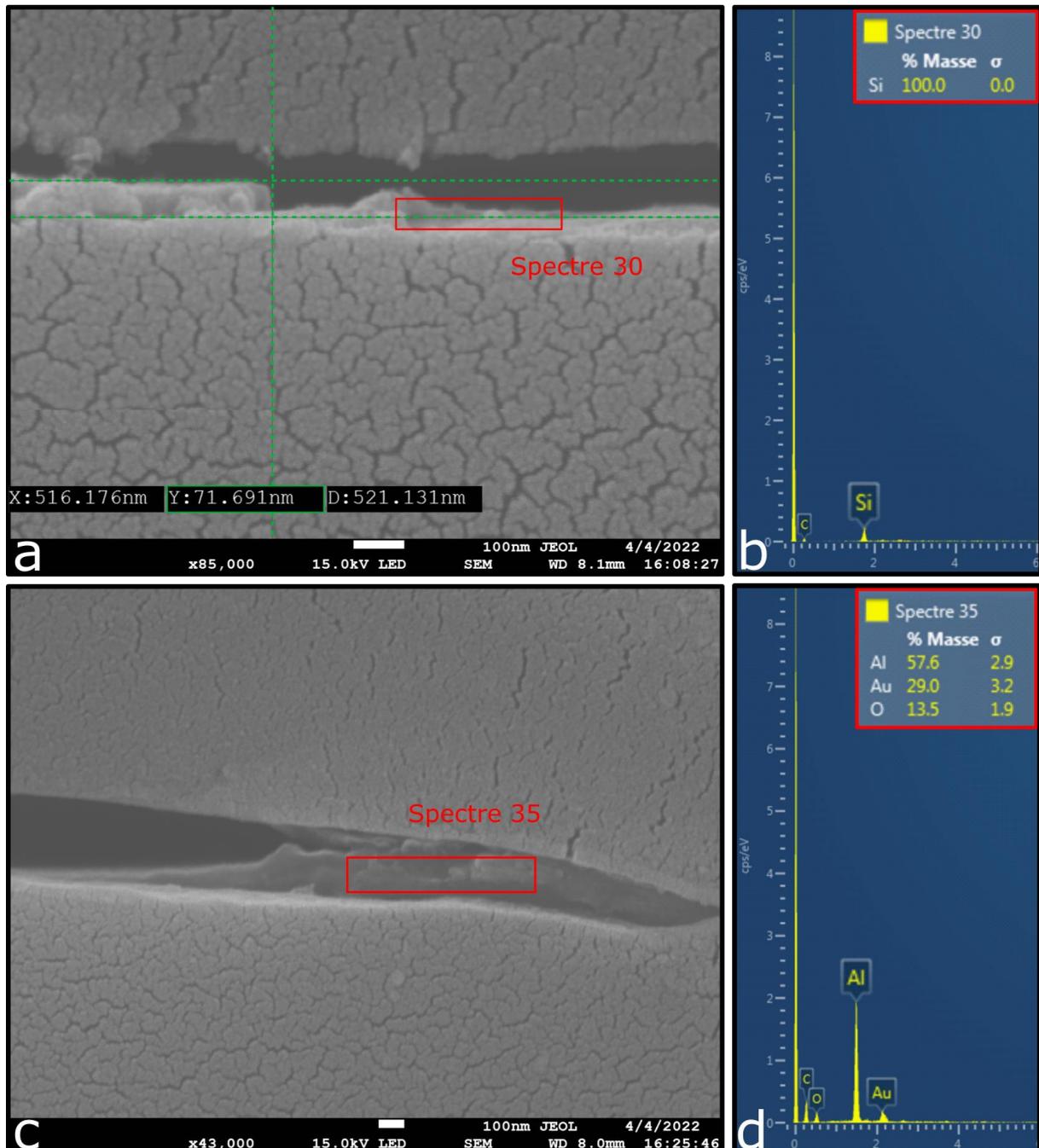


Figure 88 : a) Image au MEB de la tranche de la pièce composite instrumentée d'une jauge $\mu\text{C-Si}$ dans une zone de présence de silicium microcristallin dopé N, b) analyse XPS de la zone encadrée en rouge de l'image (a), c) image au MEB de la tranche de la pièce composite instrumentée d'une jauge $\mu\text{C-Si}$ dans une zone de présence de l'électrode en aluminium, d) analyse EDX de la zone encadrée en rouge de l'image (c).

A ces observations s'ajoutent des mesures optiques en tranche de composite intégrant d'autres types de substrats tels que du PET, du kapton plus épais de 50 et de 100 μm et du PVC. L'idée était de simuler l'influence de l'épaisseur d'un substrat plastique sur lequel pouvait potentiellement être déposé une fonction électronique.

La figure 89 met en avant diverses vues en coupe au microscope confocal, où il est possible d'observer les fibres de verre englobées de matrice (figure 89.a), les superpositions des multiples couches de renfort (figure 89.b), un effet de délaminage entre le composite et un substrat (figure 89.c), et de larges zones (bourelets) présentant uniquement de la matrice à cause de l'épaisseur du substrat intégré par rapport à l'ensemble (figure 89.d).

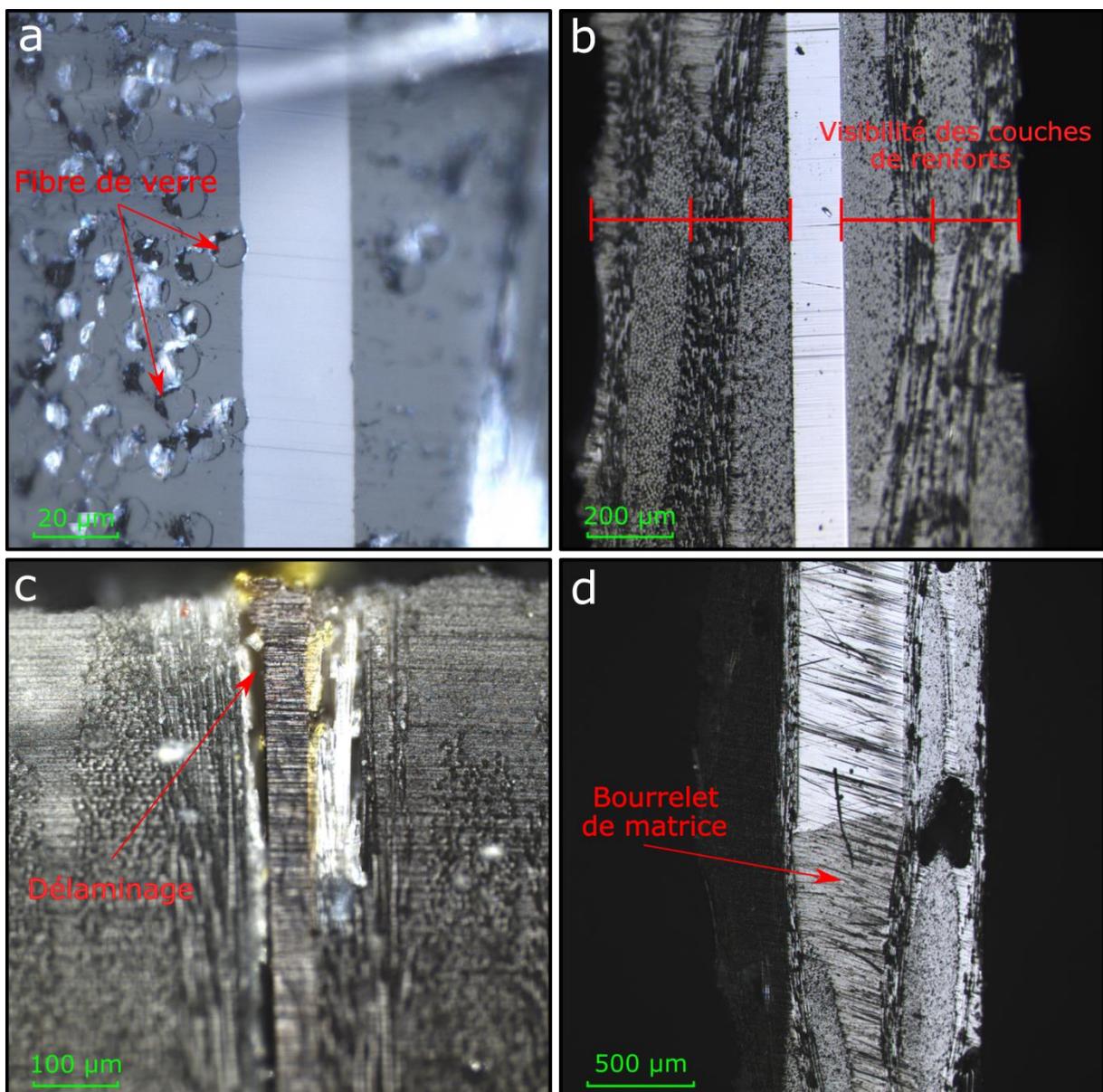


Figure 89 : Images de coupe au microscope confocal de pièces composites intégrant différents substrats de différentes épaisseurs : a) une jauge de contrainte $\mu\text{C-Si}$ sur feuille de kapton 25 μm , b) une feuille PET 125 μm , c) une feuille kapton 50 μm présentant un délaminage, d) une feuille de PVC 500 μm .

Par ces observations, l'intégration de substrat ou de tout matériau paraît comme une dégradation ou une complexification de la fabrication du composite dans son ensemble. Par conséquent, il apparaît clairement que notre choix d'effectuer la comparaison entre notre procédé sans substrat et le procédé avec un substrat Kapton d'épaisseur 25µm supportant les jauges est le plus judicieux. En effet, nous avons comparé notre technologie avec un substrat qui ne perturbait structurellement que très peu le composite.

5. c. Caractérisations en température

Disposant d'une enceinte climatique au sein de l'IETR, des caractérisations en température et en humidité contrôlées ont pu être réalisées sur des pièces composites intégrant des jauges de contraintes.

Les résultats des tests présentés ci-après ont été réalisés à l'aide d'une enceinte climatique de type Binder (MKF 115) pour des températures allant de 20°C à 80°C par palier de 10°C avec une tolérance de 1°C et un ratio d'humidité fixé à 50% avec une tolérance de 10%. La mesure de la résistance électrique des jauges a été effectuée par mesure du courant à polarisation constante (1V pour les jauges en silicium et 0,1 V pour les jauges métalliques) à l'aide d'un analyseur de paramètres (Keysight B1500A).

5. c. I. Jauges silicium

Dans un premier temps, nous avons étudié la variation de la résistance électrique de la jauge au cours d'un test par palier de température et sans déformation mécanique appliquée à la pièce composite (cf. figure 90.a). On constate tout d'abord que la résistance décroît avec l'augmentation de la température, ce qui est en accord avec la théorie des semiconducteurs et dû à l'effet de l'agitation thermique. De plus, dans un simple intervalle de 60°C (de 20°C à 80°C), on constate une forte variation de la résistance électrique de 16,7 %, ce qui est aussi caractéristique des semi-conducteurs^[8].

Il nous a paru alors intéressant d'évaluer cette variation de résistance en température lors d'une contrainte mécanique. Les figures 90.b et c présentent les courbes de variations de la résistance de la jauge dans le temps et en fonction de la température avec ou sans contrainte mécanique, ici en flexion de façon extensive pour le positionnement de la jauge par rapport au plan neutre. Ainsi, sous contrainte extensive de 20 à 50°C, le comportement attendu de la résistance électrique de la jauge est observé : la résistance diminue en fonction de la température et est inférieure à celle mesurée sans contrainte comme peut le montrer le zoom Z de la figure 90.b. Cependant, au-delà de 50°C, on observe une augmentation de la résistance électrique. En fait, à partir de 50-60°C le matériau

composite que nous avons réalisé commence à devenir beaucoup plus flexible à cause du phénomène de fluage de la résine époxy. Ainsi, nous supposons que dans le cas de cette expérience, la jauge de contrainte s'est dégradée, ce qui a engendré une augmentation de la résistance.

La réduction de l'effet de fluage est un enjeu majeur dans le domaine des composites à matrice organique. Dans le cas de notre application, pour amoindrir ces effets afin d'effectuer des tests sous contrainte mécanique en température plus élevée, il serait préférable d'effectuer une étape de post-cuisson/post traitement thermique du composite, ou de sélectionner un type de résine et de durcisseur adaptés à de plus hautes température d'utilisation.

Quoi qu'il en soit, cette mesure montre que le phénomène de fluage est détectable de manière très nette en utilisant ces jauges.

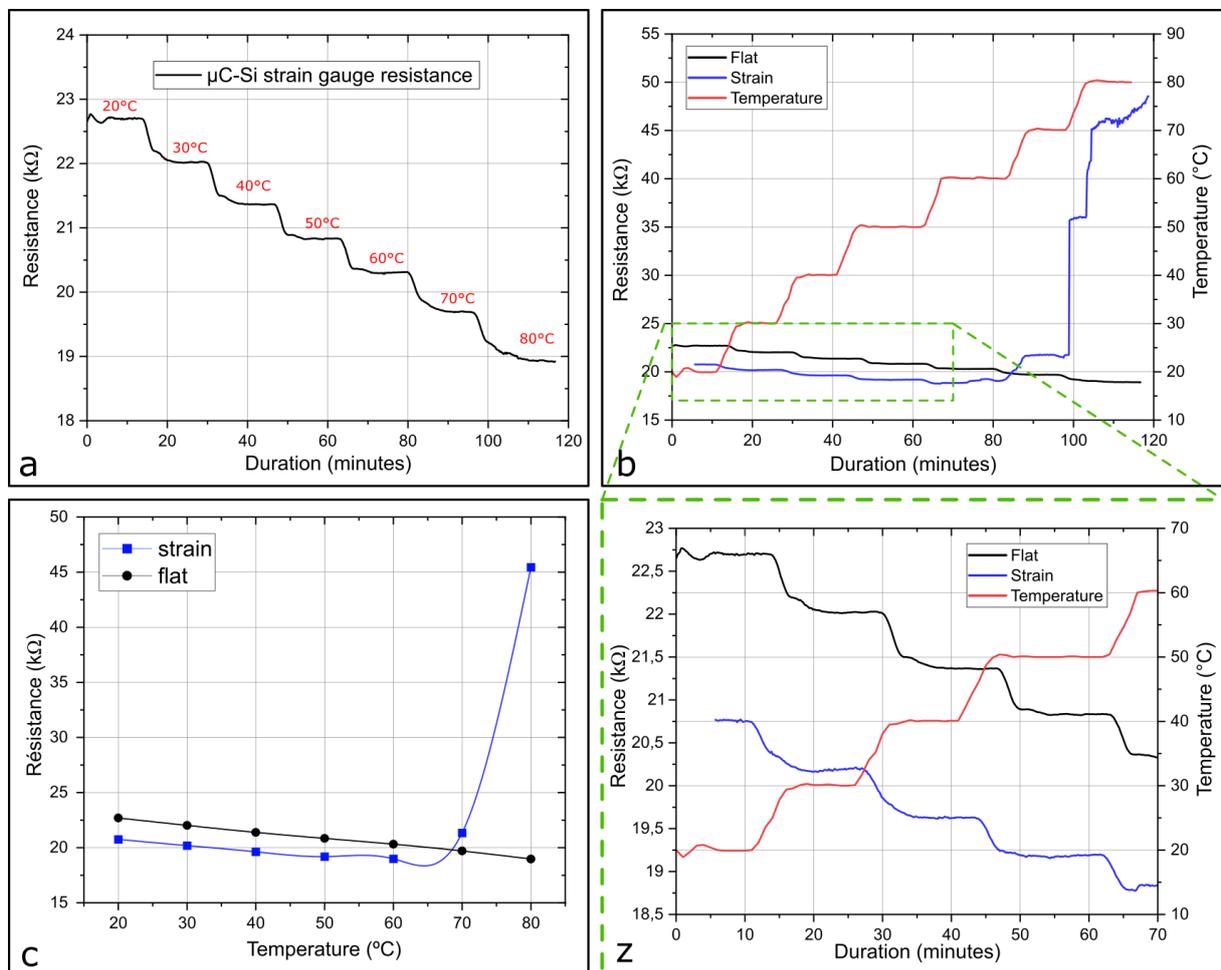


Figure 90 : Graphiques de l'évolution de la résistance d'une jauge $\mu\text{C-Si}$ intégrée dans une pièce composite lors d'un test par palier en température de 20 à 80°C : a) évolution de la résistance lors du test et (b) comparaison de l'évolution de la résistance selon une déformation en flexion extensive, c) résistance en fonction de la température avec et sans déformation, z) zoom sur le graphique (b) pour des valeurs de résistance entre 20 et 50°C.

Pour la suite des tests en température sur les jauges métalliques, il a donc été entrepris d'effectuer des paliers de température n'exédant pas 60°C.

5. c. II. Jauges métalliques

La figure 91.a présente la réponse électrique d'une jauge métallique intégrée dans une pièce composite lors d'un test par palier de température. La première observation est que la résistance de la jauge est croissante avec l'augmentation de la température. Ainsi, lorsque la résistance est tracée en fonction de la température comme présenté à la figure 91.b, la variation est linéaire dans la gamme de température mesurée. En fait, la loi de variation de la résistance avec la température pour les métaux est du type :

$$R(T) = R_0 * (1 + \alpha_0 * (T - T_0) + \beta_0 * (T - T_0)^2)$$

Avec T la température exprimée en °C ou en K, T₀ la température de référence (généralement 0°C ou 20°C) de la même unité que T, R₀ la résistance à la température de référence [Ω], α₀ le coefficient thermique linéaire [K⁻¹] et β₀ le coefficient thermique au carré [K⁻²] à la température de référence.

Or, pour une plage de température telle que de 0°C à 100°C, comme α >> β, il est possible de se référer à une équation approximative linéaire :

$$R(T) = R_0 * (1 + \alpha_0 * (T - T_0))$$

Dans notre cas, avec une température de référence de 0°C, l'équation de la courbe de tendance de la résistance en fonction de la température et sans déformation était de :

$$R(T) = 365 + 0,558 * T , soit R(T) = 365 * (1 + 1,53.10^{-3} * T)$$

On obtient alors R₀ = 365 Ω à 0°C, et α₀ = 1,53.10⁻³ K⁻¹ à 0°C.

Par simple calcul, il est alors possible de déduire le coefficient thermique à 20°C qui est de α₂₀ = 1,48.10⁻³ K⁻¹. Comme expliqué plus tôt, l'alliage de cuivre et de nickel déposé ne correspond pas à un alliage de constantan en raison de la technique de dépôt utilisée. Le coefficient thermique du constantan à 20°C est généralement de l'ordre de 3.10⁻⁵ K⁻¹, faisant de ce dernier l'un des alliages les moins influencé en résistivité par la température. A titre de comparaison, les coefficients thermiques à 20°C du cuivre et du nickel sont respectivement de 3,9.10⁻³ K⁻¹ et 6,41.10⁻³ K⁻¹, il n'est donc pas surprenant d'avoir obtenu un coefficient proche de ces valeurs.

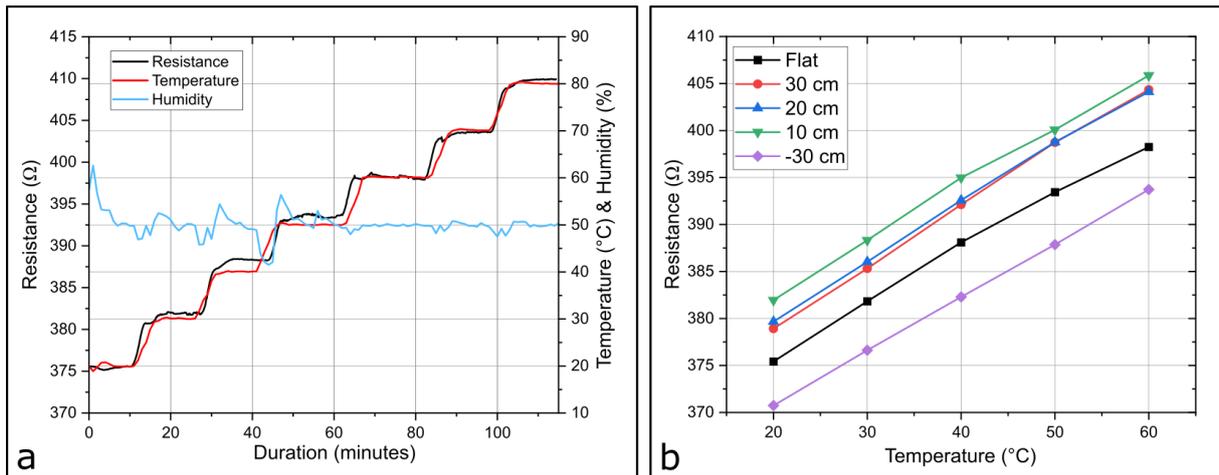


Figure 91 : Graphiques des résultats de réponses à une variation de température d'une jauge métallique intégrée dans une pièce composite : a) lors d'un test par palier de température de 20 à 80°C, b) comparaison de la résistance de la jauge métallique en fonction de la température selon différents rayons de courbure appliqués.

La figure 92.a présente la réponse électrique d'une jauge métallique dans un composite lors d'un test par 3 cycles en température de 20 à 80 °C. On observe ainsi une faible hystérésis de la résistance en fonction de la température à la figure 92.b, ce qui est caractéristique des métaux et plus globalement des capteurs de température résistifs métalliques.

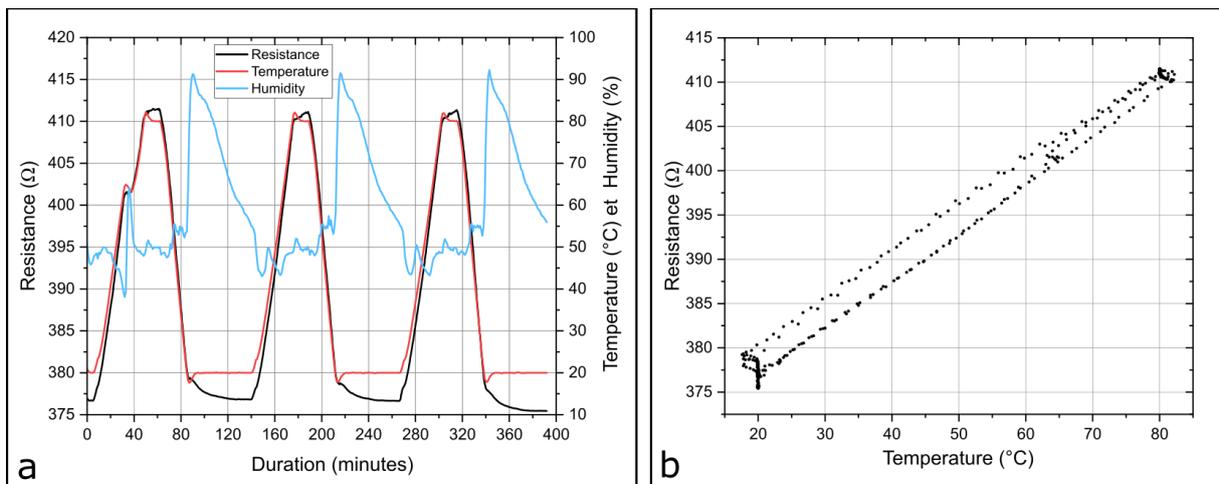


Figure 92 : a) Graphique d'évolution de la résistance d'une jauge métallique intégrée dans une pièce composite lors d'un test en cycle de température de 20 à 80 °C. b) Tracé de la résistance en fonction de la température suivant le test en cycle en température.

En conclusion, l'alliage obtenu étant suffisamment influencé par la température (contrairement au constantan), les jauges métalliques réalisées selon notre méthode d'intégration suivent bien le modèle de fonctionnement d'un capteur de température et peuvent donc être utilisées en tant que tel.

5. d. Tests prospectifs de transfert de motifs micrométriques et surveillance de la fabrication d'un composite

Une autre démarche initiée a été la réalisation de motifs électroniques plus complexes et plus petits, afin de tester les limites du procédé de transfert. En se basant sur les concepts de capteur pour la surveillance de la fabrication de composite, comme présenté au chapitre 2, des électrodes métalliques en forme de peignes interdigités ont été réalisées pour mesurer la conductivité de la résine, en vue de déduire son durcissement. Les figures 93.a et b présentent le design et la taille du capteur, à savoir 95 peignes d'une longueur de 15 mm d'une largeur de 40 μm , espacés de 25 μm .

Le capteur a été fabriqué de la même manière que les jauges métalliques suivant le procédé simplifié, c'est-à-dire avec un wafer de silicium ayant une couche de détachement déposée par plasma de C_4F_8 en tant que substrat donneur, et un dépôt d'alliage NiCu par évaporation par effet joule. Le transfert a ensuite été effectué sur un pli de fibre de verre, et la figure 93.b met en avant une image au microscope confocal de la qualité du transfert sur le pli. Aucun court-circuit n'a été observé optiquement sur l'ensemble du capteur, de même que la mesure électrique n'a indiquée aucun courant.

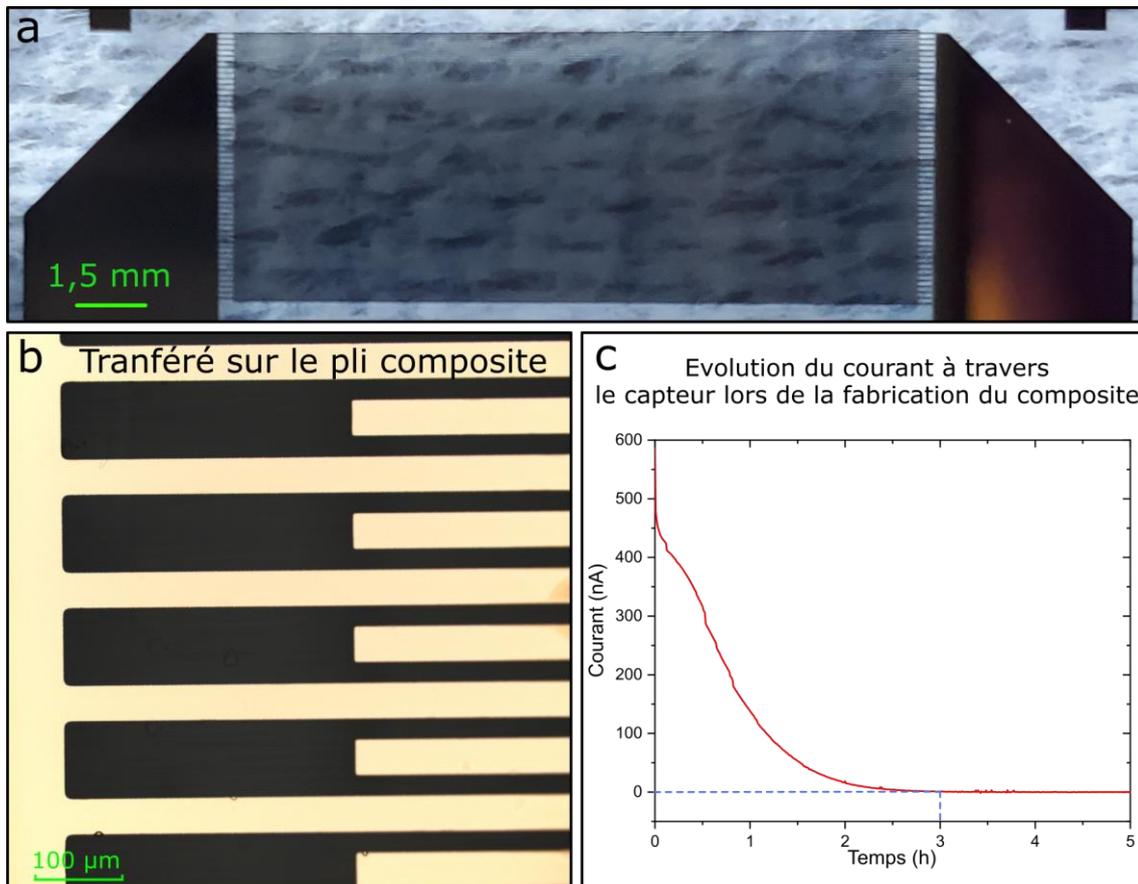


Figure 93 : a) Image du masque montrant le design du capteur (95 peignes interdigités), b) image au microscope confocal des peignes interdigités en NiCu transférés sur un pli de fibre de verre, c) mesure du courant entre les deux électrodes du capteur, au bout de 3h plus aucun courant n'était mesuré atteignant les limites de l'analyseur de paramètres.

La figure 93.c présente un graphique montrant l'évolution du courant mesuré à travers le capteur à polarisation constante (0,1V) lors du procédé l'infusion sous vide pour la fabrication d'une pièce composite (la mesure a démarré lorsque la résine époxy a été imbibée dans tous les renforts). On observe une baisse du courant au fur et à mesure que le temps passe, indiquant selon nous une baisse de la conductivité et donc un durcissement de la résine époxy. Au bout de 3 heures, plus aucun courant n'est mesuré à travers le capteur et correspond au durcissement de la résine. Cette mesure qualifiant électriquement le procédé de fabrication corrobore notre observation au touché de la pièce composite mais est aussi en accord avec la documentation technique du fournisseur de la résine et du durcisseur. La pièce composite une fois le durcissement terminé est observable en annexe 3.

Cette expérience a permis de mettre en avant la possibilité de reporter des motifs métalliques complexes de 25 μm , pour un usage de surveillance de la fabrication de pièce composite.

6 - Bilan

Ce chapitre a permis de mettre en avant une nouvelle solution de *transfer printing*, avec pour objectif l'intégration de capteur à la surface et au sein de matériaux composites à matrice organique, en cherchant de surcroît à être le moins intrusif possible. En particulier, nous nous sommes positionnés sur le cas applicatif des jauges de contraintes pour la mesure de la déformation.

Tout au long du procédé, il a été mis en avant la non-dégradation des jauges par des mesures de caractéristiques électriques, ainsi que des tests mécaniques pour vérifier leur bon fonctionnement et définir leurs spécificités techniques. Comme prévu, les jauges à base de silicium sont nettement plus sensibles que les jauges métalliques, mais n'offrent cependant pas les mêmes facultés en termes de maximum de déformation. Comparées aux jauges métalliques, leur fabrication demande plus de coût et de technicités, mais a cependant permis de mettre en avant la possibilité d'effectuer un *transfer printing* d'un dispositif électronique multicouche à base de silicium dopé, ouvrant de nouvelles voies d'innovation.

D'autre part, les travaux prospectifs ont indiqué de potentiels premiers résultats sur notre procédé, quant à une réduction des problèmes de délaminage par rapport aux méthodes d'ajout de substrat dans les composites. En plus de la mesure de déformation, ils mettent en avant de nouvelles possibilités d'application de SHM selon notre procédé telles que la mesure de la température dans une pièce composite et la surveillance du durcissement de la résine lors des étapes de fabrication et d'utilisation.

Cette étude ouvre sur de nouvelles perspectives d'amélioration et de tests, à explorer et à réaliser pour la suite des travaux. En particulier, on notera une nécessité d'effectuer des tests cycliques de déformation et d'effort sur les pièces composites afin de déterminer au mieux l'influence de notre procédé sur la robustesse du composite.

Chapitre 4 : Travaux prospectifs sur l'intégration de fonctions électroniques sur des objets 3D par *Water Transfer Printing*

1 - Contexte et enjeux

Comme exprimé en bilan du premier chapitre, l'origine de sujet de thèse résulte d'une volonté du département OASIS de développer de nouveaux procédés visant à intégrer de l'électronique en 3 dimensions et sur de nouveaux matériaux, en se concentrant particulièrement sur les techniques de transfert. Cette thématique a également pour ambition de développer des technologies de type « substrat free » ouvrant de larges possibilités d'applications.

Concrètement, le *Water Transfer Printing* (WTP) est le point de départ du développement de cette thématique qui a conduit au procédé d'intégration dans les composites présenté au précédent chapitre. À la suite d'un premier brevet et de publications sur les travaux initiaux du WTP, qui sont synthétisés en première partie de ce chapitre, des objectifs d'amélioration du procédé ont été définis sur ces 3 années de thèse. En effet, l'ambition est d'accroître : i) la diversité des matériaux transférables tels que le silicium offrant davantage de perspectives applicatives, ii) la précision en termes dimensionnels des dispositifs électroniques (i.e., jusqu'à l'échelle micrométrique), iii) le panel de formes de surfaces cibles du transfert.

En parallèle de ce sujet de thèse, un programme de maturation technologique avec la SATT-Ouest-Valorisation a été mené afin de renforcer l'activité de développement de procédés avec une visée de transfert technologique. Par conséquent, une partie des travaux présentés dans ce chapitre sont issus des résultats communs avec ceux du programme de maturation technologique.

Dans ce chapitre, il sera présenté un aperçu de l'état de l'art accessible aux débuts de ces travaux, et incluant les progrès et innovations apportés par l'IETR. Seront ensuite introduits les problématiques et verrous gravitant autour du WTP et annonçant les défis qui étaient à réaliser notamment lorsqu'il s'agit d'employer du silicium dopé et de réaliser des motifs à l'échelle microscopique. Enfin, seront exposées les perspectives de ces recherches.

2 - Water Tansfer Printing

2. a. Rappel sur le Water Transfer Printing

Présenté brièvement au chapitre 1, le WTP est, pour rappel, une adaptation de l'impression hydrographique qui, au lieu de reporter des pigments ou de la peinture à la surface d'objets 3D par immersion, permet le report de composants ou de pistes électroniques. La figure 94.a présente une impression hydrographique d'un élément décoratif semblable à la fibre de carbone sur une jante de voiture, tandis que la figure 94.b met en avant le WTP de motifs carrés en aluminium sur un objet sphérique, qui a été effectué au sein du laboratoire de l'IETR. L'innovation (US Patent App. 17/751,079) ne réside pas dans la technique de transfert à proprement parlé mais dans l'emploi d'un substrat se dissolvant lors de l'étape de transfert, conférant par exemple la possibilité de déposer des dispositifs électroniques sur des surfaces complexes car non-développables.

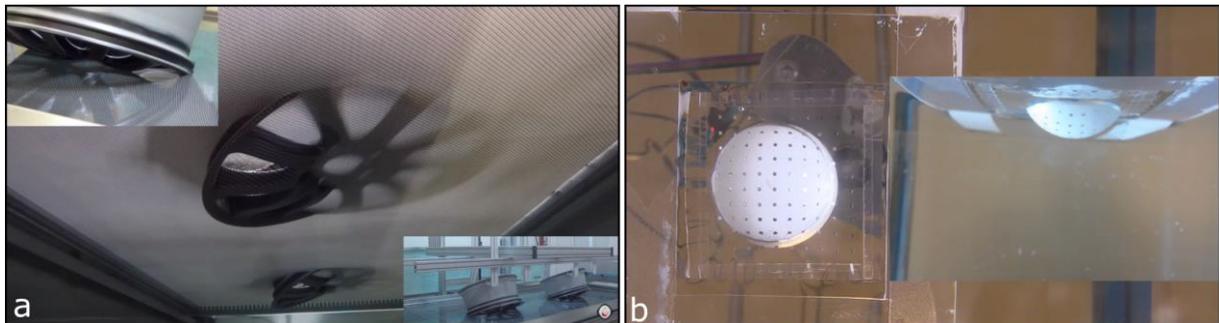


Figure 94 : Exemples de transfert hydrographique en vues de dessous et de côté (sur les encarts) : a) de peinture sur une jante de voiture, effectué par l'entreprise HG Arts, b) de motifs d'aluminium d'épaisseur 150 nm sur un objet sphérique, effectué au sein du laboratoire de l'IETR.

2. b. Mécanisme de dissolution du substrat hydrosoluble, le polyvinyl alcool.

L'hydrographie doit son principe de fonctionnement au film hydrosoluble, et en particulier au polyvinyl alcool (PVA). Obtenu par l'hydrolyse du polyacétate de vinyle (PVAC), le PVA possède la propriété d'être hydrophile et hautement soluble dans l'eau par des mécanismes d'absorption et de diffusion, propriétés sans lesquelles l'impression hydrographique ne pourrait être possible. La figure 95 présente les mécanismes permettant le dépôt de motifs électroniques en surface de l'eau pour un futur report par immersion : (a) le film de PVA est placé à la surface de l'eau donc à son contact, plusieurs phénomènes physiques interviennent alors en commençant par (b) le gonflement du film par absorption des molécules d'eau écartant les chaînes macromoléculaires de PVA, puis (c) la plastification du PVA où les molécules d'eau créent des liaisons hydrogènes avec les liaisons alcools présentes dans le PVA, ce qui entraîne l'étirement du film en s'intercalant entre les macromolécules,

enfin (d) la dissolution du PVA par hydrolyse laissant les motifs électroniques flotter à la surface de l'eau.

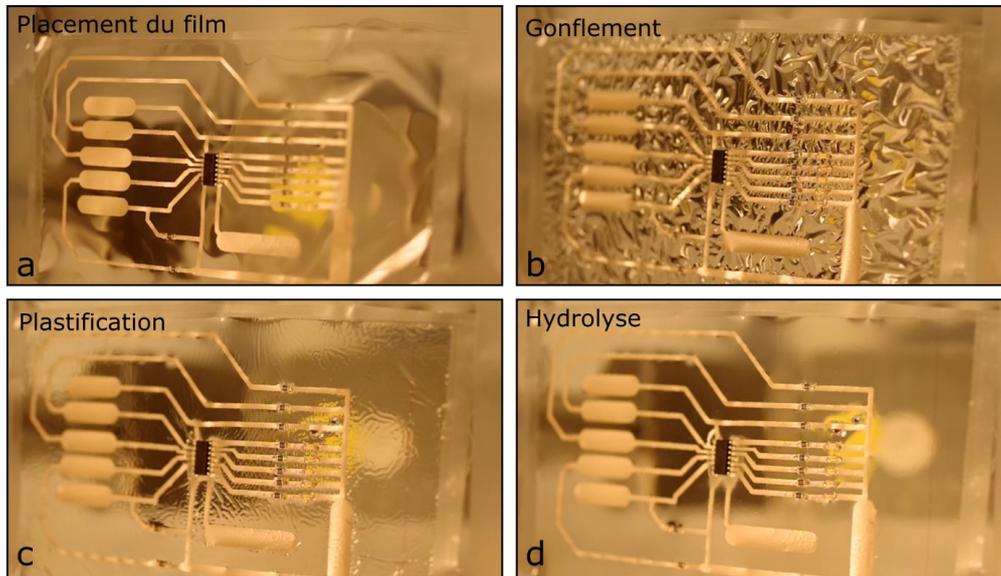


Figure 95 : Images en vues de dessus représentant les différentes étapes de dissolution du PVA préalablement imprimé d'un circuit électronique sérigraphié : a) placement du film à la surface de l'eau, b) gonflement du film, c) plastification, d) hydrolyse. Images issues du projet de maturation SATT OV : « WTP ».

Lors de l'étape de plastification, un agent chimique, pulvérisé en aérosol et communément appelé « activateur » est très souvent utilisé dans l'hydrographie afin d'améliorer la qualité du transfert. La liste des composants chimique de l'aérosol est dressée dans le tableau 5. L'analyse de l'utilisation dans les arts graphiques de chaque composant indépendamment permet de formuler les hypothèses de la troisième colonne du tableau quant à leurs fonctions au cours du procédé de WTP.

Tableau 5 : Composition de l'activateur hydrographique.

Composants	Utilisation du produit seul	Utilisation par WTP (Théorisé)
Xylène	Solvant de vernis et d'encre	Allongement des pigments (arts hydrographiques), insoluble dans l'eau
MIBC	Dilution d'encre	
Butyl	Propriétés hydrophobes	Amélioration de la surface de contact avec l'objet 3D (mouillabilité)
Acétate d'éthyle	Utilisé dans les colles	Effet de colle avec le substrat
Phtalate de dibutyl	Plastifiant	Augmentation de l'allongement du film pour mieux épouser l'objet 3D
CVC, propylène glycole de méthyle	Dissolution du PVA	Dissolution du PVA

2. c. Etat de l'art

Pour comprendre l'origine du *Water Transfer Printing*, il est nécessaire de retracer l'évolution de l'emploi des substrats hydrosolubles dans les procédés de fabrication d'électronique, en particulier le PVA, pour mieux appréhender les enjeux et les défis présents au début de cette thèse.

Avant de servir proprement de substrat notamment pour le WTP, l'emploi du PVA dans les techniques de transfert en électronique fut d'abord en tant que couche de détachement comme le présente les figures 96.a et b : le PVA étant soluble dans l'eau, il permet d'effectuer un lift-off et d'obtenir un dispositif électronique sur une membrane flexible ultrafine (de l'ordre de quelques micromètres) qui pourra être transférée par la suite sur de nombreuses surfaces^[133]. Dans un autre exemple, une couche de PVA s'est avérée fructueuse pour le transfert de graphène d'une feuille de cuivre à un substrat cible^[134] (cf. figure 96.c).

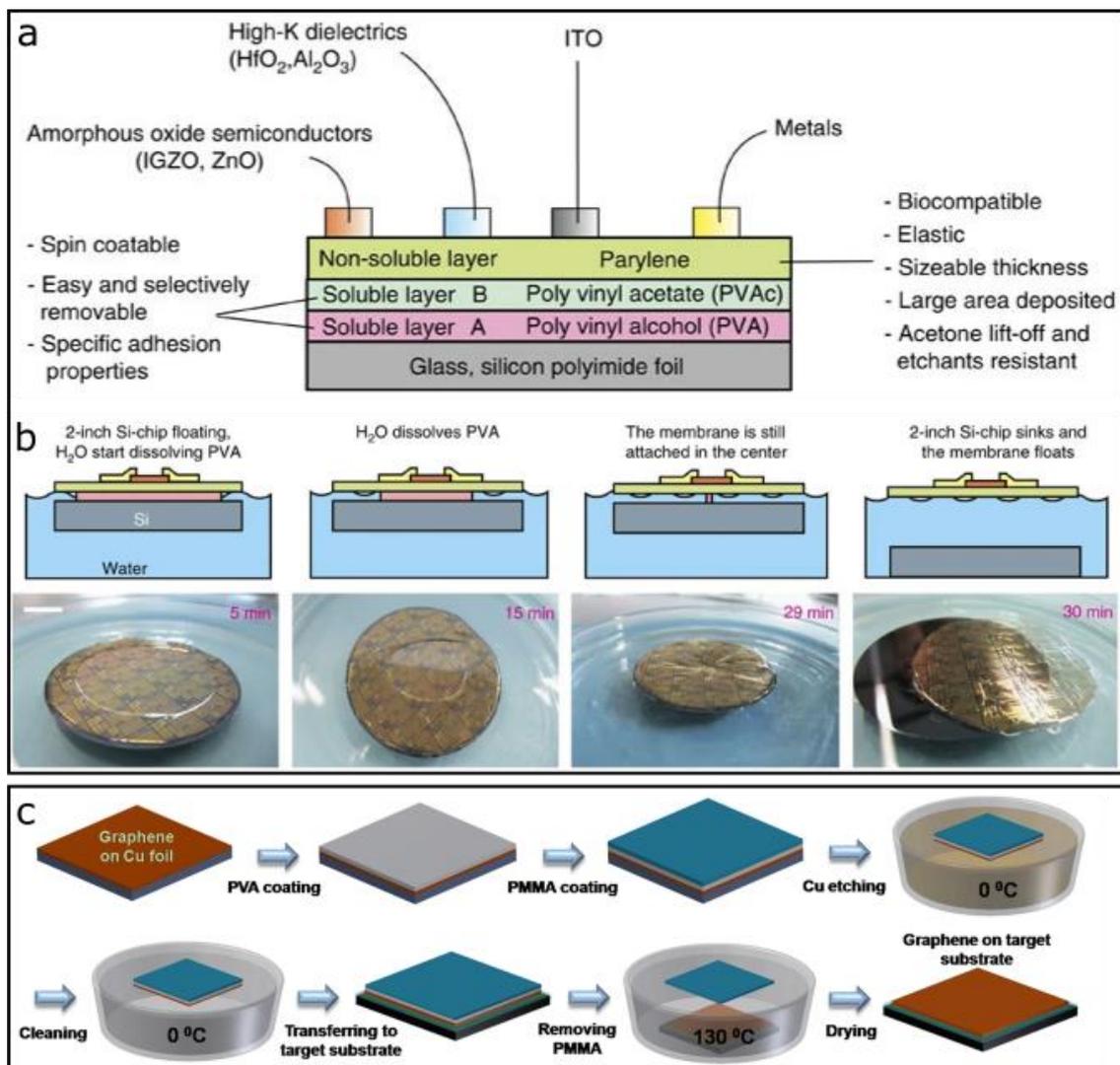


Figure 96 : Exemples de travaux tirant profit de la caractéristique d'hydro solubilité du PVA : a) Schéma en vue de coupe des couches déposées pour la technique de détachement proposée par Salvatore et al^[133], b) Schémas et images du procédé de « lift-off » grâce à une couche de détachement en PVA. Au bout de 30 min, le PVA est complètement dissous et laisse la membrane flotter sur l'eau tandis que le wafer coule^[133]. c) Schéma 3D illustrant un procédé de transfer printing, assisté par dissolution de PVA, de graphène développé par CVD sur feuille de cuivre^[134].

A notre connaissance, les premiers travaux sur l'impression d'électronique de transfert par immersion n'ont pas été réalisés à l'aide de film de PVA, mais de feuille de cuivre pour le transfert de graphène sur des objets cibles^[82]. La figure 97.a présente le procédé de transfert où tout d'abord une couche de graphène a été réalisée sur une feuille de cuivre. Pour séparer la couche déposée de la

feuille de cuivre, cette dernière est soigneusement placée en surface d'une solution aqueuse de chlorure ferrique (solution d'attaque de cuivre) avec le graphène sur la face supérieure du côté émergé. La tension superficielle de la solution est suffisamment grande pour permettre à la feuille de cuivre de flotter, de par la présence de sel inorganique. Lorsque la feuille est complètement gravée (le temps de gravure dépendant de l'épaisseur de la feuille), un objet cible est lentement plongé dans la solution à travers le graphène permettant ainsi son impression.

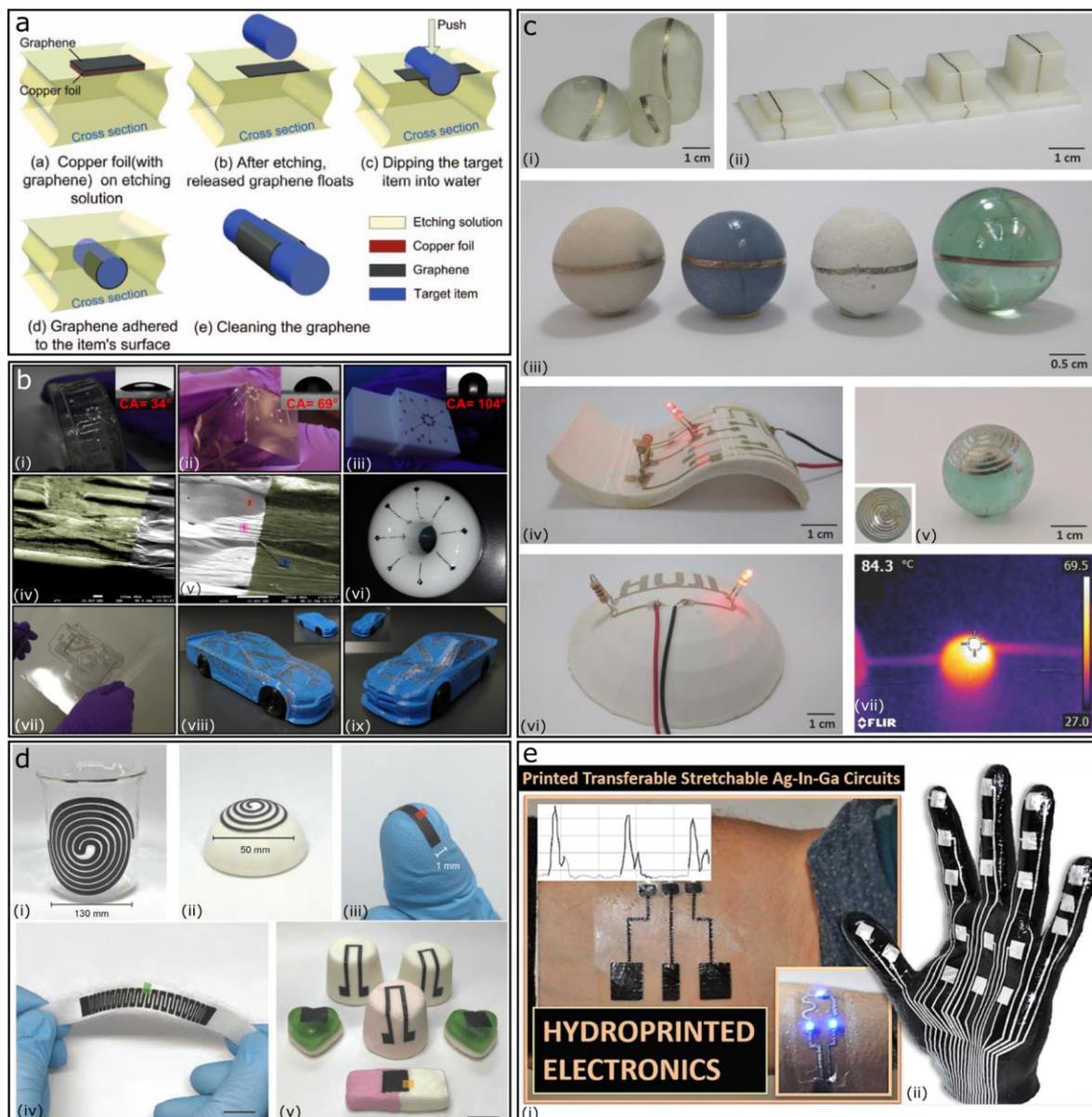


Figure 97 : Résumé des travaux portant sur le WTP entre 2016 (les premiers travaux sur le WTP) et 2019 (le début de cette thèse) : a) Schéma du procédé de transfert printing de graphène par la gravure d'une feuille de cuivre^[82], b) premiers travaux publiés par l'IETR sur le WTP^[78], étude du transfert sur des surfaces de mouillabilités différentes (surfaces en : verre (i), PMMA (ii) et téflon (iii)), étude de la conformabilité d'un motif d'aluminium sur une pièce de monnaie ((iv) et (v) un rayon de courbure de 10 μ m peut être recouvert sans rupture mécanique), (vi) report de lignes métalliques sur une forme non développable torique, (vii) circuit électronique imprimée par « drop on demand » sur une feuille de PVA au format A4) puis transféré sur un objet imprimé en 3D de la taille d'une main. c) travaux de Magdassi et al^[135] sur le WTP sur des surfaces de différentes formes et ajouts de led et de résistance dans un circuit, d) travaux de Tawfique et al^[136] sur l'impression d'encre de graphène sur de nombreuses surfaces, e) travaux de Tavakoli et al^[79] sur le WTP à l'aide d'encre d'argent et de gallium-idiium eutectic.

Très peu de temps après, l'IETR dépose le premier brevet et publie à propos du WTP employant cette fois-ci le PVA en tant que couche sacrificielle^[78] (cf. figure 97.b), de même qu'un nombre croissant d'équipes de recherche à travers le monde traitant des différents aspects du procédé, des matériaux utilisés lors des transferts ainsi que des surfaces cibles (cf. figures 97.c d et e). En effet, ces études proposent l'emploi de divers matériaux conducteurs tels que les encres fonctionnelles à base d'argent^[78], de graphène^[136], d'EGaIn^[79], ou bien de métaux déposés par évaporation^[77], par des procédés additifs comme l'inkjet printing, le *shadow masking* ou la sérigraphie. De même que de nombreuses applications voient le jour telles que la fabrication de pistes conductrices pour du routage électronique (97.b.viii) avec ajout de composants de types CMS^[81,137] et traversant^[135] (97.c.iv, 3.d.i), des résistances chauffantes^[135] (97.c.v et vii), des capteurs résistifs pour mesurer les déformations^[137] (98.a), mais aussi pour des applications dans le domaine des fréquences avec des antennes UHF^[138] (Ultra High Frequency) (98.b) et des filtres FFS^[139] (Frequency Selective Surface) (98.c). On retrouve aussi des capteurs capacitifs à vocation d'IHM^[77] (98.d) et des électrodes pour des mesures électromyographiques^[81] (97.e.i) par le biais de « tatouages électroniques »^[79,140]. Ces derniers font d'ailleurs partie d'une branche d'application de l'électronique non-conventionnelle appelée l'électronique sur l'épiderme^[1], utilisant ici du « papier tatou » conçu à base de PVA. C'est d'ailleurs historiquement l'une des utilisations les plus anciennes du PVA en transfert.

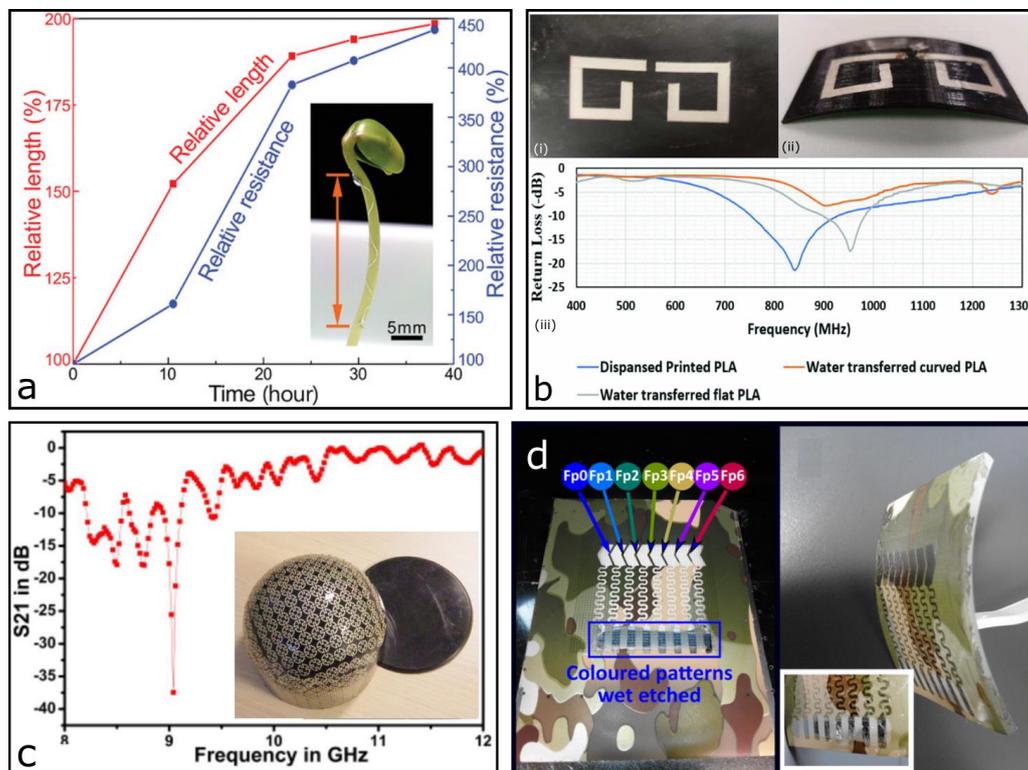


Figure 98 : Exemples d'applications réalisées sur des objets 3D par WTP : a) mesure de la croissance de plantes par capteur résistif^[137], b) antenne dipôle ultra haute fréquence imprimée sur des pièces de PLA^[138] : (i) à plat, (ii) incurvée, (iii) graphique montrant la fréquence de résonance et la perte de retour, c) travaux IETR : motifs répétés en encres d'argent sur un objet hémisphérique pour la filtration de fréquence (surface sélective en fréquence)^[139], d) travaux IETR : capteurs capacitifs pour touchpad IHM^[77].

2. d. Annonce des problématiques

Prometteur dans son énoncé, le WTP est encore limité par de nombreuses contraintes en raison du substrat de PVA qui engendre bon nombre de restrictions quant au choix des matériaux employables et aux limites dimensionnelles atteignables des motifs. Etant un polymère hydrosoluble, tout emploi d'eau dans la réalisation des dispositifs électroniques ou présence en atmosphère trop humide est à proscrire. Ainsi, la photolithographie faisant usage de nombreux solvants et produits contenant de l'eau, doit laisser place à des méthodes d'élaboration de motifs moins précises telles que le *shadow masking*, l'*inkjet printing* de type *Drop on Demand*, la sérigraphie, etc.

D'un point de vue recherche, l'analyse de l'état de l'art indique une émergence de nouvelles applications et d'emplois du WTP et du PVA, mais montre qu'il n'y a pas encore de solution concrète apportée ni pour l'ajout de matériaux plus complexes comme les matériaux déposés à « hautes températures », ni pour la fabrication de motifs micrométriques par photolithographie.

Comme énoncé en introduction, ces limitations techniques sont en grande partie à l'origine du sujet de thèse qui portait initialement sur l'impression sur des objets 3D de jauges de contraintes en silicium microcristallin par WTP. Celles-ci ont de cette façon servi de fils conducteurs tout au long de ces 3 années, avec pour ambition de réaliser le transfert d'un dispositif électronique bicouche à base de silicium PECVD dopé.

D'un point de vue industriel et transfert technologique, le procédé manque fortement de maturité, notamment par une insuffisance d'informations sur les spécificités techniques telles que la caractérisation précise de la qualité du report des matériaux en 3D et du mécanisme d'accroche, de la répétabilité, de la précision, de la connaissance des limites des surfaces cibles et des géométries, de la présentation d'applications concrètes ayant une véritable valeur ajoutée dans le cas d'une mise en place à une échelle industrielle... C'est donc sur ce type d'enjeu que le programme de maturation s'est appuyé et qu'une partie des travaux ont été dédiés à l'optimisation du procédé et à la réalisation de démonstrateurs afin d'atteindre un TRL4 sur l'échelle de maturité (*Technology readiness level*).

3 - Travaux communs au programme de maturation

Dans cette partie seront présentés les premiers aspects abordés pour le travail de thèse concernant la prise en main du procédé afin d'appréhender au mieux le sujet, notamment par la fabrication et l'utilisation de film hydrosoluble « home made », ainsi que la poursuite des travaux déjà initiés sur le

WTP en adéquation avec le projet de maturation. Ce dernier aura pour axe l'optimisation et la caractérisation du procédé, en étudiant les mécanismes d'accroche du transfert ainsi que les déformations engendrées, et s'orientera vers une mise en place de démonstrateurs industriels dans l'objectif d'un transfert technologique.

3. a. Fabrication et utilisation de film de PVA

Après avoir effectué auparavant de nombreux transferts à l'aide de films hydrosolubles industriels, une première idée a été d'en concevoir directement sur place afin de les étudier et d'avoir un contrôle sur leurs caractéristiques comme l'épaisseur.

La fabrication de films de PVA se fait par enduction de solution de PVA sur une surface. Cette mise en solution est simple et est préparée par dissolution dans l'eau du PVA sous forme solide, généralement commercialisé en granulés ou en poudre.

3. a. I. Dilution de la poudre de PVA

Dans un tube falcon hermétiquement clos pour éviter l'évaporation, sont mélangés au ratio de poids 1-4 respectivement de la poudre de PVA (Sigma-Aldrich, P8136-250G 87-90% hydrolyzed, average mol wt 30.000-70.000) et de l'eau désionisée. Il est nécessaire que le tube soit porté à 80°C et que la solution soit placée sous agitation par barreau magnétique ou son contenant plongé dans une cuve à ultrasons afin d'accélérer la dissolution. Après obtention d'une solution homogène, la solution est laissée à refroidir jusqu'à température ambiante.

3. a. II. Enduction de la solution

La fabrication d'un film de PVA peut être faite de plusieurs méthodes d'enduction : drop casting, spin coating, barcoating (cf. figure 99). Dans tous les cas, l'épaisseur finale du film dépend de la concentration en PVA dans la solution, mais aussi de la vitesse de rotation dans le cas du spin coating, du type et de la hauteur de la barre d'enduction pour le bar coating et de la quantité déposée dans le cadre du drop casting. Une fois la surface enduite, un temps d'attente de séchage/évaporation de l'eau est nécessaire à température ambiante pour la formation du film. Dans notre étude, nous avons opté pour le spin coating et le bar coating.

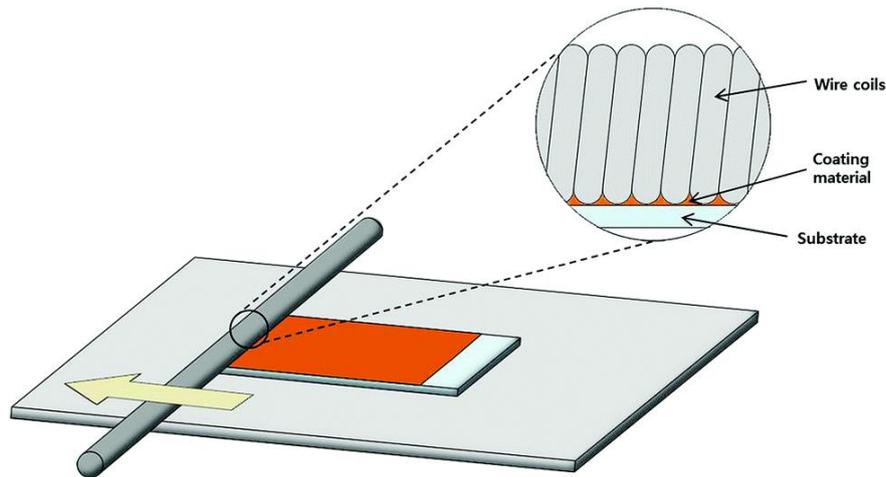


Figure 99 : Schéma représentant le principe du bar coating^[141].

Le support sur lequel le PVA est enduit a son importance lorsque le film doit être détaché. Ainsi le détachement du film de PVA sur des wafers de verre ou de silicium s'est montré très difficile voire impossible, mais était possible sur des surfaces moins adhérentes et à plus faible énergie de surface comme le kapton ou le téflon.

3. b. Fabrication additive de pistes métalliques sur substrat PVA

La fabrication de pistes conductrices sur substrat de PVA était jusqu'à présent majoritairement additive. Les premiers essais de report de motifs métalliques sur substrat de PVA effectués à l'IETR étaient réalisés par shadow masking (évaporation par effet joule) et par impression jet d'encre de type « Drop On Demand » (Ceradrop X-serie).

Le projet de maturation a de son côté, permis de mettre en place une autre méthode additive de réalisation de motifs électroniques conducteurs : la sérigraphie, afin d'étudier une potentielle mise à l'échelle industrielle. En effet, comparé aux deux autres méthodes préalablement entreprises, la sérigraphie a pour avantages sa vitesse d'exécution et son coût et représente la technique de fabrication adoptée par 70% des acteurs industriels de l'électronique imprimée en France.

Toutefois, la sérigraphie se heurte à la même problématique de recuit que l'inkjet printing. En effet, les encres conductrices déposées nécessitent un recuit à des températures supérieures à ce que les films de PVA peuvent supporter. La température de transition vitreuse du PVA étant autour de 80°C, au-delà de cette température, des déformations défavorables à l'intégrité du film apparaissent. Les résistivités indiquées alors après recuit par les fabricants d'encres (approximativement 15 mΩ/square/mil, pour des températures de recuit de 120°C), ne sont alors pas atteignables, à moins d'un recuit de l'objet cible une fois le WTP effectué.

De nombreuses applications de fabrication de circuits électroniques restent néanmoins réalisables, au détriment de performances en conductivité, comme peuvent le montrer les figures 100.a et b avec des électrodes d'aluminium et un circuit électronique respectivement réalisés par *shadow masking* et par inkjet printing. Dans un premier temps, il a par exemple été entrepris d'utiliser une encre possédant une température de recuit des plus basses, en comparaison avec celles d'autres encres disponibles sur le marché et qui sont nettement supérieures. L'encre choisie (Dupont 5025) nécessite une température de recuit de 120°C pendant 5 min (cf. figure 100.c),



Figure 100 : Images de report de motifs métalliques réalisés à l'IETR sur substrat PVA par : a) *shadow masking*, b) inkjet printing. c) Motifs en encre d'argent réalisés par sérigraphie flottant à la surface de l'eau après dissolution du PVA.

D'autre part, le *shadow masking*, bien que permettant le dépôt de métaux directement sur les films et conduisant à des conductivités nettement supérieures aux deux autres méthodes, est limité dans ses motifs des formes non fermées, mais aussi par la taille de ces derniers, pour des raisons de problèmes d'ombrages ou de résolution de la machine de découpe laser permettant la réalisation du masque.

3. c. Transfert

3. c. I. Sens de transfert

Désormais en capacité d'utiliser plusieurs méthodes de fabrication de pistes conductrices sur substrat de PVA, il est nécessaire d'aborder la question du transfert de la manière la plus optimale. En effet, comme le montre la figure 101.a entre nos réflexions et les différentes publications disponibles sur le WTP, plusieurs sens de transfert sont employables. Par sens de transfert, on désigne la direction dans laquelle l'objet passe à travers les motifs électroniques à la surface de l'eau. Pour la majeure partie des publications et pour tous les transferts hydrographiques de design et de peinture, il s'agit d'une immersion de l'objet dans l'eau à travers les motifs en surface (cf. cas (1) et 101.b). Cependant, dans quelques cas de figure, l'objet est déjà présent dans l'eau avant dépôt en surface de l'eau du film hydrosoluble puis émergé à travers le motif pour son impression (cf. cas (2) et 101.c).

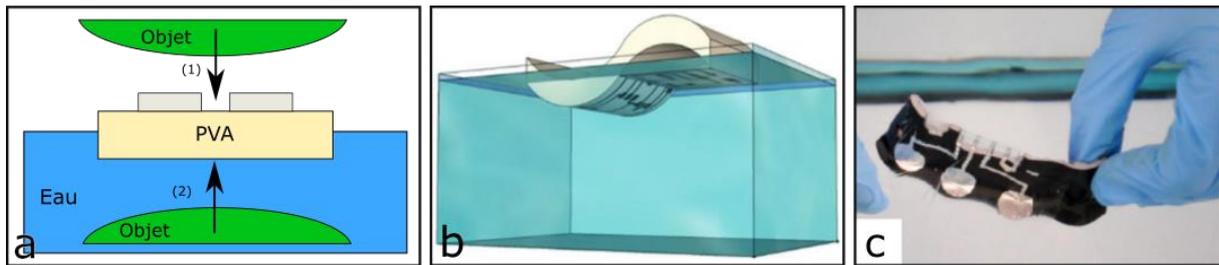


Figure 101 : a) Schéma représentatif des sens de transfert possible pour le WTP, (1) immersion de l'objet à travers le film, (2) émergence de l'objet. Images de transfert dans les publications sur le WTP : dans le sens b) (1)^[135], et c) le sens (2)^[79].

La différence entre les méthodes 1 et 2 est le mécanisme d'accroche à l'objet cible. Dans le premier cas, l'utilisation d'activateur est conseillée car il renforce fortement l'accroche entre les pistes métalliques et l'objet 3D en agissant comme agent collant. Dans le second cas, c'est le PVA après séchage qui sert d'agent de collage entre les pistes et l'objet cible. Cette seconde méthode souffre d'un inconvénient puisqu'elle ne permet pas le nettoyage du PVA sur l'objet après transfert et le rend par conséquent sensible à toute présence d'eau pouvant engendrer le décrochement des pistes. Ces points sur le mécanisme d'accroche ont notamment fait l'objet d'une étude au cours du projet de maturation et ne seront pas plus développés dans ce manuscrit. Ils ont cependant permis de déterminer que la première méthode de transfert était la plus adaptée dans le cas d'impression de lignes conductrices.

3. c. II. Ajout de composants montés en surface (CMS)

L'une des premières idées d'application à l'impression de pistes électroniques sur des objets 3D est l'ajout de composant, et plus particulièrement l'ajout de CMS. Une première idée a donc été de directement ajouter les composants sur les films de PVA comme le présente la figure 102.a. Toutefois, comme le montre la figure 102.b, l'impression selon la méthode (1), par immersion, présentée en figure 101.a n'est pas possible à cause de la taille des composants, il est alors nécessaire d'effectuer un transfert dans le sens (2) comme le montre la figure 102.c et donc d'avoir une moins bonne accroche avec la surface cible à cause de la présence du PVA entre l'objet et l'électronique.



Figure 102 : Images : a) d'une résistance et d'une led intégrées sur des pistes en aluminium réalisées sur film de PVA, b) transfert selon le sens (1) sur un objet, induisant une rupture à cause de la taille du CMS, c) transfert selon le sens (2).

L'ajout de composant directement sur le film a ses limites à cause de la taille et du poids des CMS. Les soudures cassent souvent et les composants ne flottent pas nécessairement à la surface de l'eau. De plus la présence d'eau pour de nombreux CMS peut engendrer des dysfonctionnements et des défaillances.

La seconde option est donc de reporter les composants directement en 3D sur les objets ayant des pistes conductrices imprimées par WTP. Cette opération de *pick and place*, est tout à fait possible à l'échelle de prototype par des placements manuels, et commence à voir le jour pour des applications à l'échelle industrielle. En effet, comme le présente la figure 103, une première machine de *pick and place* 3D a été commercialisée il y a peu et montre l'intérêt des industriels et du marché face à l'électronique 3D. Cette machine a notamment été conçue pour répondre aux besoins des circuits 3D réalisés par 3D MID (LDS).

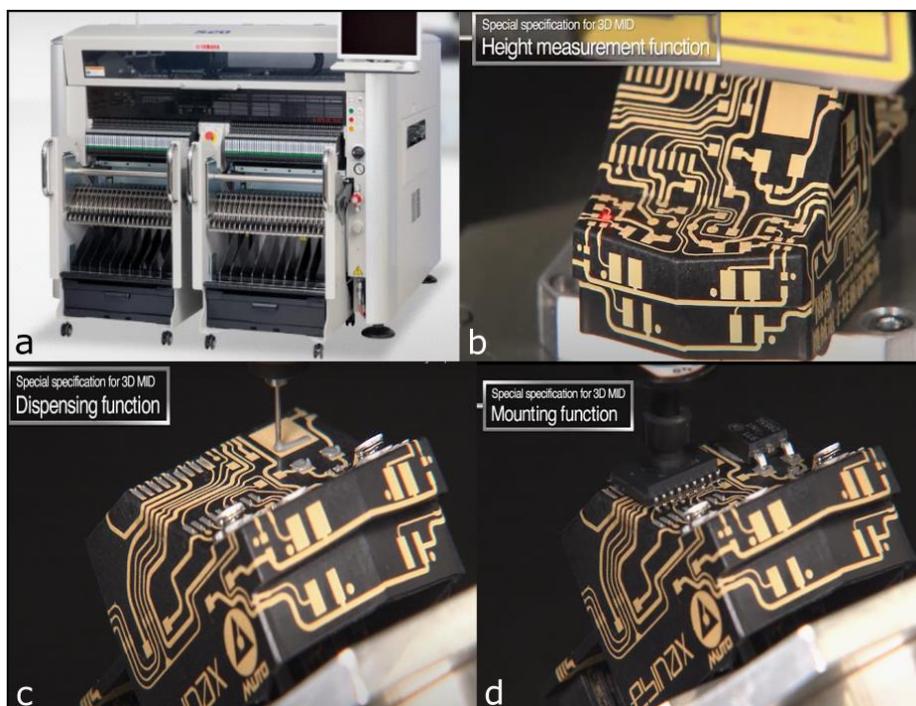


Figure 103 : Images de la machine *pick and place* 3D Hybrid Modular S20 par Yamaha, a) vue d'ensemble de la machine, b) détection de ligne, c) dépôt de crème à braser, d) pose de composant.

Toutefois, la forme des objets cibles est toujours très limitante face au transfert de nombreux composants. Ces derniers étant rigides, un rayon de courbure ou un angle empêchera toute soudure, ou forcera les composants à broches à être préparés au préalable. On retrouvera alors généralement les composants placés sur les surfaces planes, tandis que les interconnexions conformes relient ces dernières les unes aux autres.

Que ce soit pour l'électronique MID, le WTP, ou l'IME, ces techniques sont toutes dans l'absolu limitées à la surface des objets. Il est évident qu'elles ne peuvent donc pas être au même niveau de

performance ou de fonctionnalité qu'un PCB multicouches, puisque n'adressant que les surfaces. Il est d'ailleurs impossible pour le MID, de faire se croiser des pistes conductrices sans l'ajout d'un « via » par le biais d'un composant.

Nous sommes alors en raison de nous poser la question du véritable intérêt à la conception complète d'un circuit en 3D dans un cadre applicatif et non de recherche. A notre sens et comme déjà annoncé au chapitre 1, ces technologies doivent être utilisées en complément de celles plus traditionnelles. Ainsi, utiliser les méthodes 3D pour réaliser des interconnexions, ajouter des capteurs et des interactions utilisateur avec les matériaux par le biais d'interfaces (IHM), placer au plus proche de certaines applications les composants intégrés nécessaires à leur bon fonctionnement, ou bien encore réaliser des designs électromagnétiques restent parmi les enjeux d'intérêt pour ces technologies.

3. c. III. Travaux de maturation et prospectifs sur la réalisation de circuit 3D

Jusqu'à présent les résultats présentés étaient issus de mon travail de thèse en partie en lien avec le projet de maturation. Ce travail de maturation a été poursuivi. J'ai choisi de vous en présenter les principaux résultats, même si je n'y ai pas directement contribué, car ils permettent de montrer tout l'intérêt du travail préliminaire que j'ai pu réaliser dans cette thématique, en lien en particulier avec Jean-Charles Fustec, ingénieur Satt recruté sur ce projet

Les points principaux suivant ont été traités dans ce projet :

- Mis en avant dans la partie méthode additive, un premier point développé était la mise en place de sérigraphie d'encres fonctionnelles sur les films de PVA, afin de développer un procédé de réalisation des pistes conductrices à une cadence de fabrication plus grande, et ce notamment en réalisant un démonstrateur industriellement viable. Dans cette étude, il a été choisi de s'intéresser à un démonstrateur de type touchpad et de leds contrôlées par un microprocesseur dans l'intention d'avoir une application visuelle simple de la technologie WTP. La figure 104 met en avant différents types de démonstrateurs réalisés au cours de cette étude.
- L'optimisation du procédé WTP, du point de vue du respect des géométries et dimensionnels était au cœur de la maturation. Une étude, menée en particulier en s'inspirant des travaux de Panozzo et al^[142], a été faite sur la déformation des motifs lors du passage de la 2D à la 3D par transfert hydrographique. Un modèle d'anticipation de ces déformations, et basé sur

l'obtention d'une géométrie finale ciblée, a été développé et utilisé afin de compenser ces déformations (cf. annexe 6).

- On note aussi l'étude du mécanisme d'accroche, un travail prospectif sur la possibilité de multicouches métal/isolant/métal par sérigraphie, le transfert sur des objets de rayons de courbure de 4,2 cm.
- En outre, on mentionnera aussi l'emploi de film « classique » d'hydrographie (avec des motifs colorés et artistiques) lors de la sérigraphie, dans le but d'ajouter une permission artistique, comme peut le montrer la figure 104.c avec le démonstrateur touchpad et un motif coloré bleu.

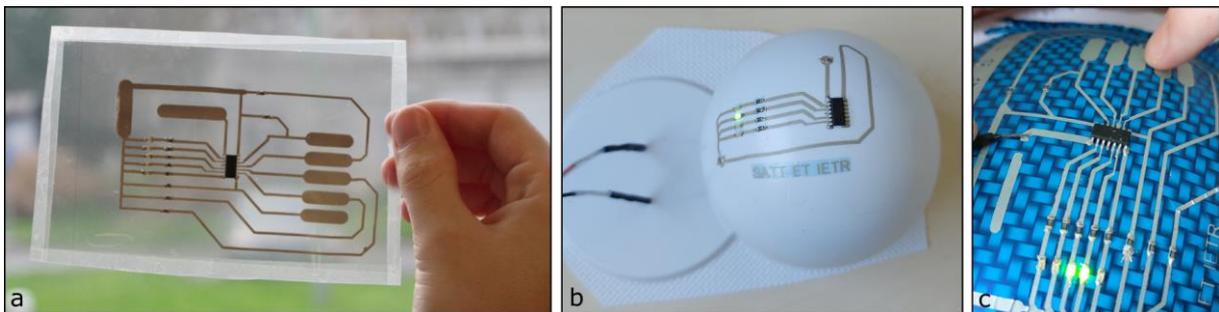


Figure 104 : Images : a) circuit touchpad avec CMS et Attiny réalisé sur film de PVA industriel, b) circuit chenillard leds réalisé par WTP sur une surface hémisphérique, c) circuit touchpad réalisé sur un objet convexe par WTP d'un film PVA décoratif.

4 - Transfer Printing de jauge de contrainte silicium vers un procédé

WTP

Après avoir présenté la poursuite de travaux sur le WTP de matériaux adaptés aux conditions d'utilisations du PVA, l'objectif principal était d'élargir le panel de matériaux transférables par WTP, en particulier le silicium dopé pour la réalisation de jauges de contrainte.

Pour des raisons de température d'utilisation du PVA, il n'est pas possible de déposer directement du silicium dopé sur ce polymère, ni d'effectuer de photolithographie pour cause de présence d'eau. La première intention a donc été de réaliser d'abord les jauges de contraintes sur un substrat adapté, puis d'essayer de les reporter sur un film de PVA. En soit, le but est d'accomplir un *transfer printing*.

Comme indiqué au début de ce manuscrit, ces travaux sur le WTP sont chronologiquement antérieurs aux études présentées au chapitre précédent sur le *transfer printing*. C'est pourquoi de nombreuses similitudes pourront être observées. Toutefois il est important de comprendre que ce sont les résultats de ces travaux qui ont permis de présenter ceux du chapitre 3 et d'aboutir au dépôt d'un brevet et à un intérêt de transfert de technologie par la SATT-Ouest Valorisation.

4. a. D'une feuille de kapton à un film de PVA

4. a. I. Adaptation au film de PVA de travaux antérieurs sur les jauges de contraintes

La première idée a été de travailler sur la continuité des recherches effectuées en amont de cette thèse, sur la fabrication de jauges en silicium microcristallin dopé N sur feuille de kapton^[100], dans le but de les transférer sur un film de PVA.

Les jauges ont été réalisées de la même façon que présentée au chapitre 3, à la différence que le substrat donneur était dans ce cas une feuille de kapton de 25 μm . La figure 105.a présente les différentes étapes de fabrication, autrement dit : (1) le dépôt par PECVD de silicium microcristallin dopé N et (2) sa photolithographie à l'aide de résine S1818 et de plasma SF₆, (3) le dépôt d'aluminium par évaporation et (4) sa photolithographie à l'aide de résine S1818 et d'acide orthophosphorique.

Le but recherché étant de transférer les dispositifs électroniques de la feuille de kapton au film hydrosoluble, (5) du PVA en solution a été déposé par enduction par centrifugation pour une épaisseur visée de 30 μm après séchage. La première approche imaginée a été de graver entièrement le kapton par plasma d'oxygène (6). Les figures 105.b-d montrent l'évolution du dispositif suivant l'étape (5) et (6) jusqu'à obtention des jauges sur le film de PVA après plusieurs heures de gravure. En effet, la gravure par plasma d'oxygène de 25 μm d'une feuille de kapton n'est pas triviale et demande beaucoup de temps machine.

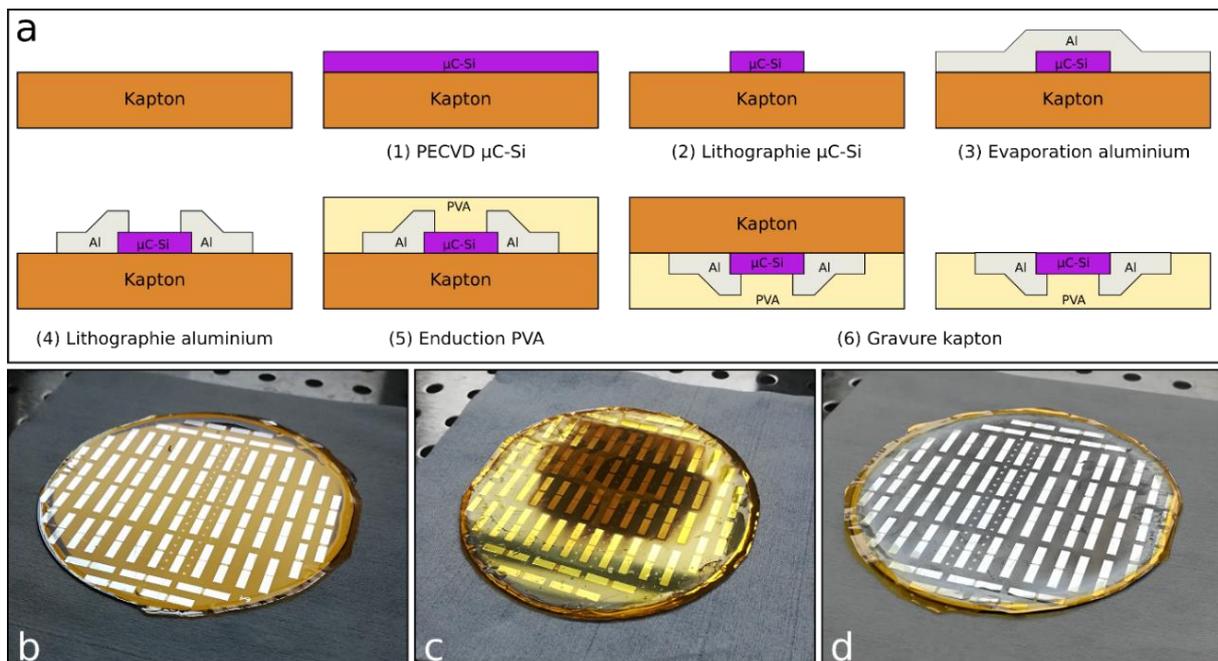


Figure 105 : a) Schéma représentatif des étapes de fabrication des jauges de contrainte en silicium dopé N sur un substrat de PVA. Images des dispositifs : b) après séchage du PVA, c) pendant la gravure de la feuille de kapton, d) après la gravure de la feuille de kapton.

Remarque : Tout au long du procédé, le dispositif a été maintenu en place grâce à un wafer recouvert d'une couche de PDMS pour ses propriétés adhésives.

4. a. II. Résultats

Les jauges désormais sur le film de PVA ont été testées en déformation par flexion sur des cylindres de différents rayons de courbure (5 cm, 2 cm, 1,5cm et 1 cm). Les figures 106.a et b présentent le protocole de déformation ainsi que le graphique de la variation relative de la résistance du capteur en fonction de la déformation subie. Comme pour les tests en flexion du chapitre 3, on observe un facteur de jauge négatif (-21) et d'ordre de grandeur similaire aux jauges déjà présentées.

Il est à noter que, comparés aux tests effectués sur les plis fonctionnalisés et sur les pièces composites, les rayons de courbure des objets étalonnés sont nettement plus petits ici afin d'obtenir des déformations suffisantes puisque l'épaisseur totale du substrat est plus fine. D'autre part, ces résultats ont contribué à la publication d'un article scientifique sur le développement d'électronique inorganique conformable sur substrat hydrosoluble^[143].

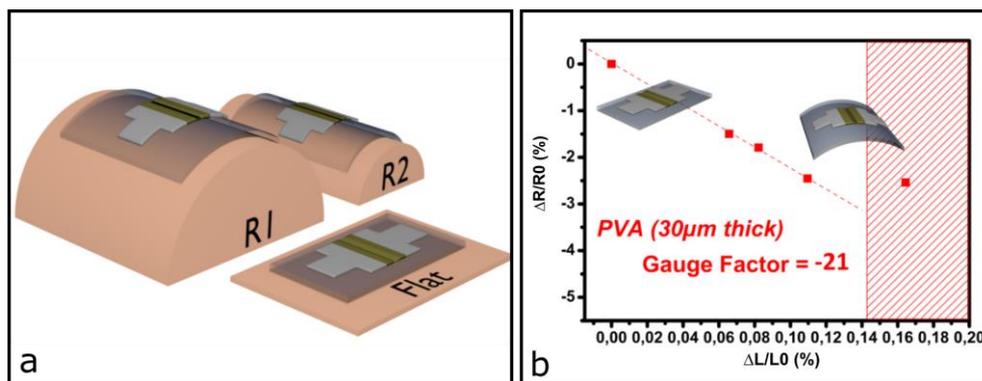


Figure 106 : a) Schéma en vue 3D du protocole de mesure en flexion des jauges $\mu\text{C-Si}$, b) Graphique de la variation relative de la résistance en fonction de la déformation appliquée sur la jauge^[143].

Bien que les premiers essais aient été concluants pour le transfert des jauges de la feuille de kapton à un film de PVA, la méthode reste très critiquable, puisqu'il est nécessaire de graver entièrement une feuille de kapton de $25\mu\text{m}$, ce qui a pour conséquence un très long temps d'opération, entraînant un fort coût énergétique et une pollution de l'enceinte de la machine après plusieurs expérimentations.

De plus, une problématique récurrente de dégradation du PVA par la gravure du kapton, observable à la figure 107.a, a entraîné un besoin de contrôle régulier de cette dernière, ainsi que d'une gestion précise de l'échauffement du substrat en cours de procédé. Mais même si le substrat avait toujours la capacité de se dissoudre, la figure 107.b met en avant l'impossibilité d'effectuer le WTP, à cause d'un fort stress apparaissant au niveau des dispositifs électroniques lors de la dissolution du PVA pendant l'étape de WTP.

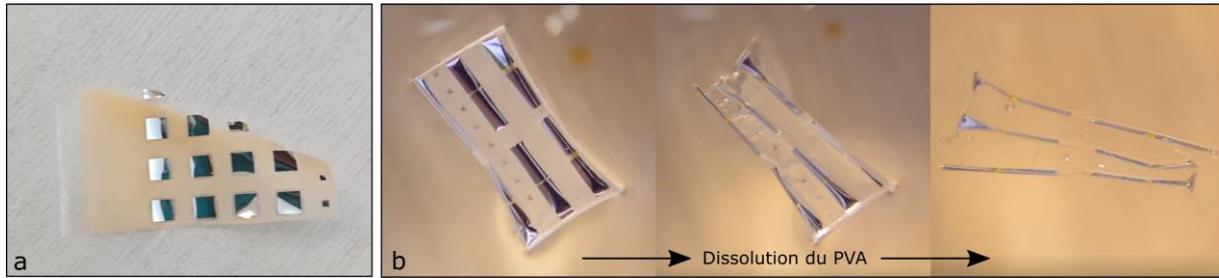


Figure 107 : a) Image présentant la contamination du PVA par le kapton lors de la gravure, b) image présentant la mauvaise dissolution du PVA pour le WTP et l'apparition d'un stress des structures électroniques.

4. a. III. Premier essai de *transfer printing* et problématique d'interfaces entre les couches

Sachant que les films de PVA fabriqués se détachent facilement d'un support en kapton, nous nous sommes alors demandé s'il était possible de réaliser un *transfer printing* de dispositifs électroniques réalisés sur un substrat de kapton vers un film de PVA en employant un détachement manuel de type *peeling*.

La figure 108 présente le résultat après détachement et montre que dans cette situation, les zones du dispositif en contact direct avec le substrat donneur sont restées sur ce dernier (108.a), tandis que les électrodes en aluminium présentes en surface du silicium se sont transférées sur le film de PVA (108.b). La figure 108.c présente le schéma récapitulatif le *transfer printing* qui a été réalisé.

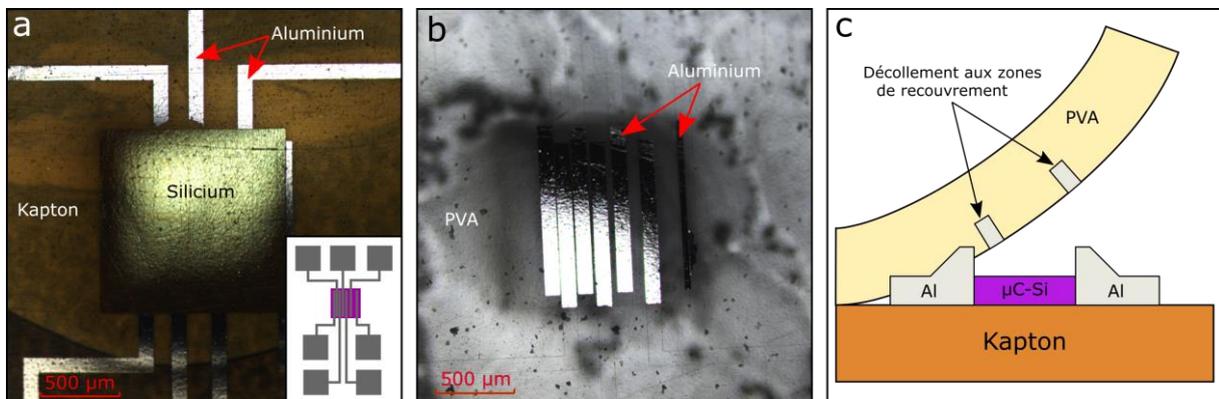


Figure 108 : Images au microscope confocal : a) d'un dispositif multicouche ($\mu\text{C-Si}$ et aluminium) sur le substrat donneur après essai de *transfer printing* sur un film de PVA, ainsi qu'un schéma du dispositif en insert, b) la partie des électrodes en aluminium transférée sur le substrat receveur (film de PVA) et qui étaient au préalable en contact avec le silicium. c) Schéma récapitulatif l'essai de *transfer printing* des dispositifs électroniques multicouches.

Ce premier essai de *transfer printing* met en lumière un problème inhérent aux interfaces entre les différents matériaux déposés d'un dispositif électronique bicouche. L'accroche mécanique entre les électrodes en aluminium et la zone active en silicium est donc très faible, ce qui a engendré le transfert de la partie qui était en contact avec le silicium. Cette problématique d'adhérence entre les couches de matériaux est à notre sens l'un des enjeux majeurs de la thématique du *transfer printing* et n'est aujourd'hui pas assez développée et mise en avant dans les publications scientifiques, comme il s'agit d'échec dans la plupart des cas. Tout ajout de niveau électronique/couche

électronique dans un dispositif peut donner lieu à une complexité du transfert. En plus d'étudier les possibilités de couples de substrats donneur/receveur compatibles, il est nécessaire de considérer l'adhérence entre les couches électroniques du dispositif afin d'être en mesure de réaliser ce type de procédé.

Dans la suite de ce chapitre, nous étudierons plusieurs voies d'améliorations possibles à l'optimisation du transfert de dispositifs électroniques multicouches, ainsi que diverses perspectives.

4. b. Réduction de l'épaisseur du kapton

4. b. I. Fabrication d'un substrat donneur et *transfer printing* par *lift-off*

L'optimisation du procédé de gravure de la feuille de kapton ne nous semblait pas être la bonne voie de recherche pour toutes les raisons citées plus haut. L'utilisation d'une feuille moins épaisse pouvait alors paraître être une solution, mais il n'existe pas à notre connaissance de feuilles de kapton plus fines commercialisées et la manipulation de substrat fin est très délicate. Nous nous sommes alors intéressés à la forme liquide du kapton : le durimide, afin d'imaginer un procédé de *transfer printing* en partant d'un substrat donneur possédant les caractéristiques adaptées à la fabrication des jauges, et dont l'épaisseur pourrait-être contrôlée.

En nous basant sur les travaux sur le *transfer printing* proposés R.C.WEBB^[130] (2015), nous avons adapté la méthode à notre utilisation en mettant en œuvre deux couches de polymère, le polyméthacrylate de méthyle (PMMA) et le polyimide sous sa forme pré-imidisé, le durimide (PI), en tant que couches de transfert du substrat donneur.

Notre adaptation consiste à utiliser le PI en tant que couche sur laquelle les jauges de contrainte peuvent être réalisées et qui protège la couche sous-jacente de PMMA des étapes de photolithographie (le polyimide étant inerte chimiquement aux produits utilisés pendant le procédé de fabrication). Le but recherché était qu'après la réalisation de la couche de PVA en surface des dispositifs et du substrat donneur, le PMMA serve de couche de lift-off à l'ensemble de la structure.

Les figures 109.a-c illustrent les étapes du procédé, de la préparation du substrat donneur à la formation de la couche de PVA. Les paramètres de fabrication du substrat donneur sont donnés en chapitre 2. b. II. "Préparation du substrat donneur", et les jauges ont été réalisées sous les mêmes conditions que précédemment. Après séchage du PVA, des entailles au scalpel sont effectuées sur le pourtour du wafer de sorte à amorcer la dissolution du PMMA et à réaliser le lift-off dans un bain d'acétone (109.d). Après décollement et séchage de la structure, cette dernière est positionnée sur

un wafer de maintenance afin de réaliser la gravure RIE par plasma d'oxygène de la couche de PI (109.e et f).

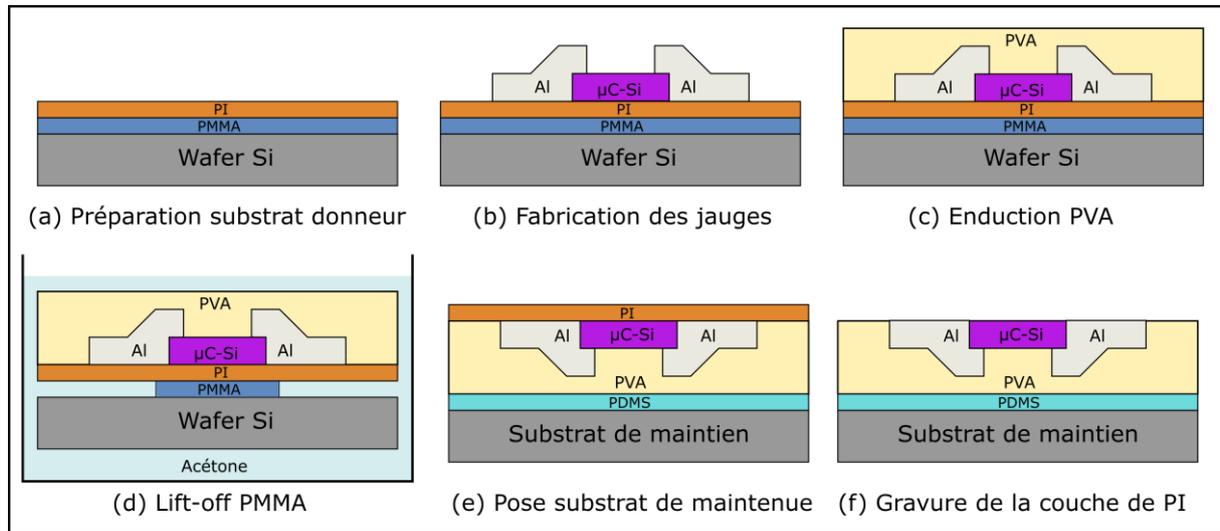


Figure 109 : a) Schéma du procédé de *transfer printing* mis en place pour le passage de dispositifs électroniques inorganiques d'un substrat donneur à un film de PVA : (a) préparation du substrat donneur par enduction par centrifugation de PMMA et de PI, (b) fabrication des jauges de contraintes, après cette étape un recuit en ambiance d'azote à 180°C pendant 2 heures peut-être effectué pour améliorer les performances des jauges, (c) formation du film de PVA en surface par enduction de PVA en solution, (d) lift-off/détachement de la partie supérieure (film et jauges) par bain d'acétone où le PMMA se dissout, e) pose de la structure sur un substrat de maintien avec une couche de PDMS, f) gravure RIE par plasma d'oxygène de la couche de polyimide restante, et obtention des jauges sur un film de PVA de 25μm.

Bien que le lift-off ait été rendu possible, le procédé montre des faiblesses au niveau de la qualité du film de PVA obtenue. En effet, comme le présente la figure 110, des contraintes mécaniques tendent à faire se recourber fortement le film sur ses bords, et génère un stress général sur sa surface, rendant difficile la gravure de la couche de PI, où des irrégularités de gravures peuvent apparaître. Il est aussi à noter que pour que les substrats se détachent l'un de l'autre, cette méthode impose un temps de lift-off de plusieurs heures (3 – 5 heures) sur des substrats 3 pouces.

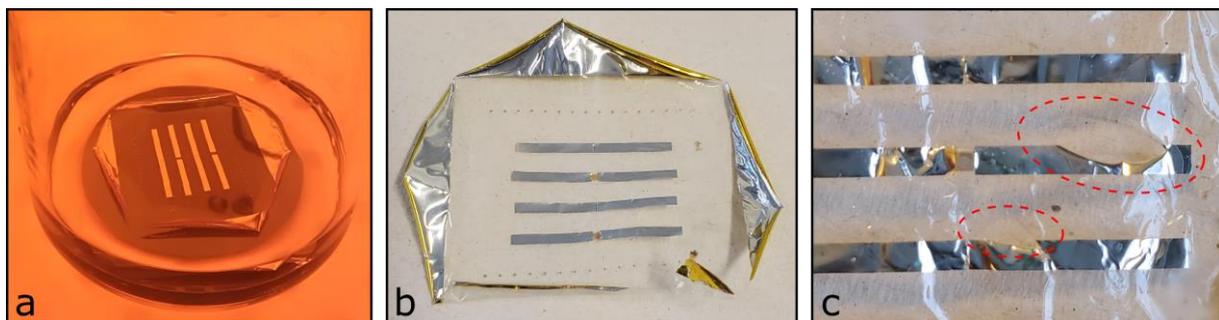


Figure 110 : Images de a) l'étape de lift off du substrat receveur et des dispositifs, b) du film de PVA et ses dispositifs après lift off, c) trous apparents après gravure de la couche de PI.

4. b. II. *Transfer printing par peeling*

Lors des expériences de décollement, et notamment lors de la phase de découpe du PVA sur le pourtour du wafer afin d'initier la dissolution du PMMA, un détachement spontané du PVA et du substrat donneur a pu être constaté. Tout comme précédemment avec la feuille de kapton, un *peeling* était envisageable. La figure 111.a décrit les premiers essais qui ont montré le même phénomène que précédemment, c'est-à-dire un détachement de la partie des électrodes en contact avec le silicium.

Toutefois, à l'aide d'un simple test d'accroche avec une bande autocollante, on constate que l'adhérence entre les couches de PMMA et de PI est très faible. Ainsi, nous avons imaginé qu'en réduisant davantage l'adhérence entre les couches de PMMA et le PI ou en renforçant l'accroche entre les couches de PVA et de PI, il serait possible de faire en sorte de détacher ces deux dernières ensemble avec les jauges de contraintes.

Pour ce faire, nous avons testé différentes fonctionnalisations de surface à notre portée telles que : des plasmas d'oxygène, d'argon, d'hexafluorure de soufre (SF₆), et avons retenu un traitement par UV-Ozone de la couche de PI juste avant l'enduction de PVA.

A première vue, le traitement ayant pour but de renforcer l'adhérence entre la couche de PI et de PVA a eu l'effet escompté. Les jauges étaient présentes sur le film de PVA et un test électrique a montré que la couche de PI était encore présente à la surface de la structure. Par conséquent, comme pour la méthode de lift-off, il sera nécessaire d'effectuer une gravure RIE de la couche de PI.

Malheureusement le *transfer printing* était une fois de plus incomplet ; cette fois-ci, comme l'illustre la figure 111.b, une partie du silicium en contact avec les électrodes en aluminium est restée sur le substrat donneur. L'adhérence entre la couche de silicium et la couche d'aluminium n'est pas suffisamment élevée comparée à l'adhérence entre le PVA et l'aluminium et celle entre le PMMA et le silicium, résultant ainsi d'un détachement entre les deux couches du dispositif au niveau de leurs zones de recouvrement.

La figure 111.c présente une jauge sur le film de PVA après TP où l'on peut apercevoir qu'une partie du silicium est manquante au niveau de la zone de recouvrement et qu'elle est en fait restée accrochée au substrat donneur comme le met en avant les figures 111.d et e.

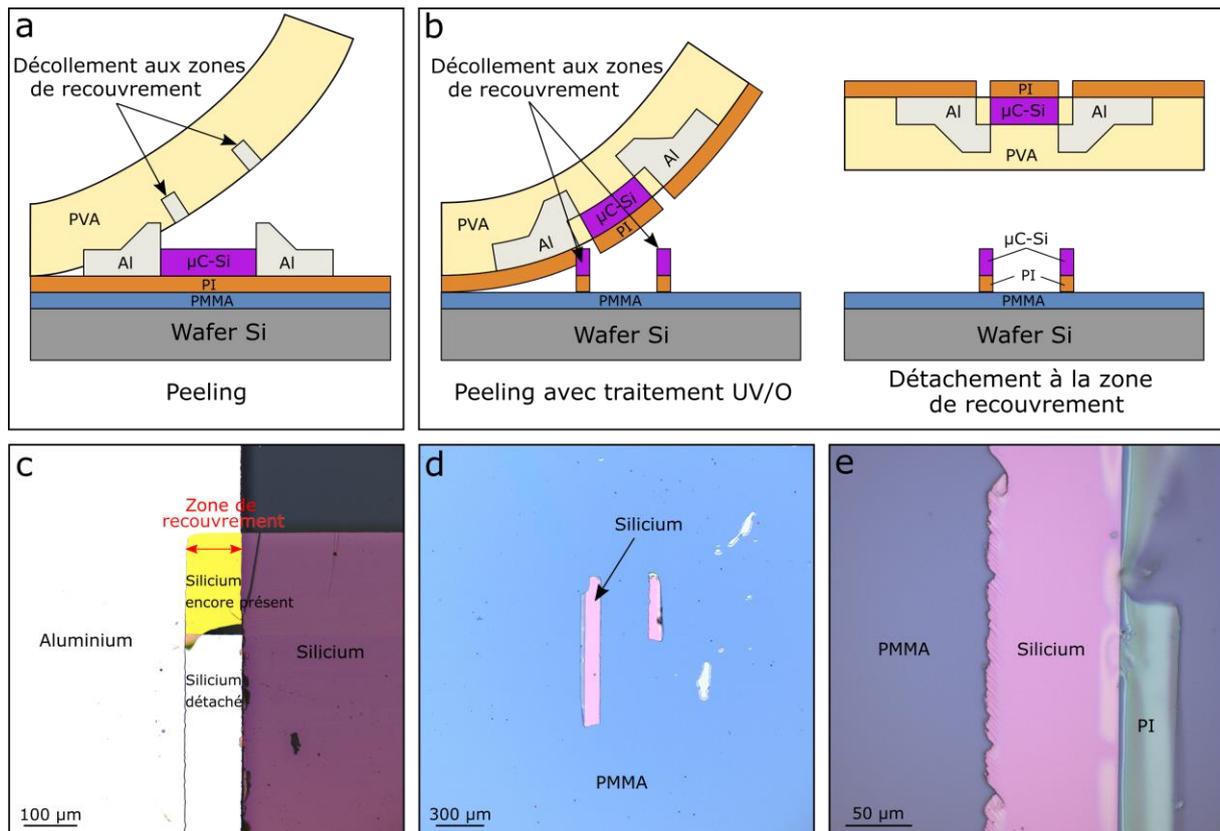


Figure 111 : Schémas représentant les essais de *transfer printing* des jauges de contraintes réalisées sur un substrat donneur avec des couches de PMMA et de PI : a) sans traitement de surface, la partie des électrodes en aluminium en contact avec l'aluminium a été transférée sur le film de PVA, b) avec un traitement UV-Ozone de la couche de PI, la partie du silicium en contact avec les électrodes en aluminium est restée sur le substrat donneur. Images au microscope confocal de la problématique de détachement de la zone de recouvrement entre la couche de silicium et d'aluminium après le *transfer printing* : c) image de la zone de recouvrement sur le film de PVA montrant qu'une partie du silicium s'est détachée, d) image sur le substrat donneur montrant qu'une partie du silicium sous la couche d'aluminium à la zone de recouvrement est restée accrochée au substrat donneur, e) zoom sur la zone de recouvrement sur le substrat donneur montrant qu'une partie du PI présent sous l'aluminium était aussi restée partiellement accrochée.

Bien que les jauges aient été endommagées, des caractérisations ont pu être effectuées, et des voies d'amélioration seront présentées par la suite.

4. b. III. Résultats

Le TP par peeling a permis d'obtenir un film de PVA non dégradé dont la couche de PI restante sur la structure a été gravée par plasma RIE d'oxygène jusqu'à la détection de la fin de la gravure par interférométrie. La figure 112.a présente les jauges de contraintes sur le film de PVA après gravure de la couche de PI, tandis que la figure 112.b présente les jauges transférées sur un objet 3D par WTP. La figure 112.c présente quant à elle les résultats des caractérisations par mesures $I=f(V)$ d'une jauge tout au long du procédé de fabrication, soit : (1) après la fabrication sur le substrat donneur, (2) après une étape de recuit en présence d'azote à 200°C pendant 2 heures (cette étape servant à améliorer la conductivité des jauges sera présentée dans la prochaine section), (3) après le *transfer printing* par *peeling* et la gravure RIE par plasma d'oxygène de la couche de polyimide, et (4) après le WTP sur un objet 3D.

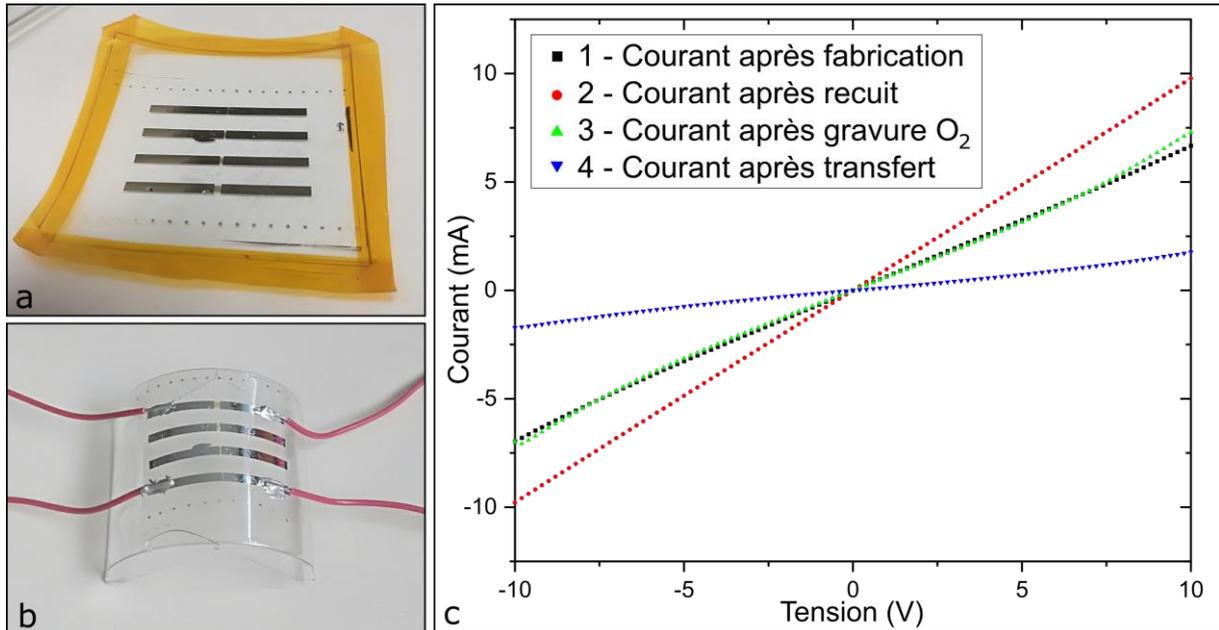


Figure 112 : a) Image du film de PVA et ses dispositifs après peeling et gravure PI, b) Image de jauges de contrainte en $\mu\text{C-Si}$ après WTP sur un objet 3D, et ajout de fils d'interconnexions, c) caractérisation $I=f(V)$ d'une jauge en $\mu\text{C-Si}$ dopé N à différentes étapes du procédé de transfert.

Le graphique permet de montrer qu'après fabrication, la résistance de la jauge était de 1600 ohm, et met en avant la hausse du courant traversant la jauge après le recuit, soit une plus faible résistance totale de la jauge. Cette augmentation du courant est souvent associée à une amélioration des résistances de contacts entre le silicium et les électrodes métalliques ; cependant dans notre cas, cette baisse de résistance totale de la jauge est due en partie à une réduction de la résistivité du silicium microcristallin.

Ceci a pu être montré en employant la méthode TLM (Transmission Line Measurement), permettant de déterminer la résistance de contact entre un semi-conducteur et deux contacts métalliques en mesurant les résistances totales à différentes longueurs L , puis en traçant une régression linéaire associée (cf. figure 113.a). La résistivité du semi-conducteur est déduite de la pente de cette courbe.

La résistance totale (R_{tot}) des structures peut s'écrire de la façon suivante :

$$R_{tot} = R_{sc} + 2R_{contact} + R_{m\acute{e}tal}$$

Puis en négligeant la résistance du métal car $\rho_{M\acute{e}t} \ll \rho_{sc}$ et en définissant la largeur des résistances W identiques sur une même épaisseur d de matériau, la résistance totale s'écrit :

$$R_{tot} \approx \frac{\rho}{dW} + 2R_{contact}$$

La figure 113.b présente le graphique des mesures TLM d'un dispositif ayant pour mêmes matériaux ceux des jauges de contraintes présentées. On observe une baisse de la résistance de contact après

recuit de 980 Ω à 680 Ω , et la pente des régressions linéaires diminue, traduisant une réduction de la résistivité du silicium microcristallin, de 0,382 $\Omega\cdot\text{cm}$ à 0,211 $\Omega\cdot\text{cm}$.

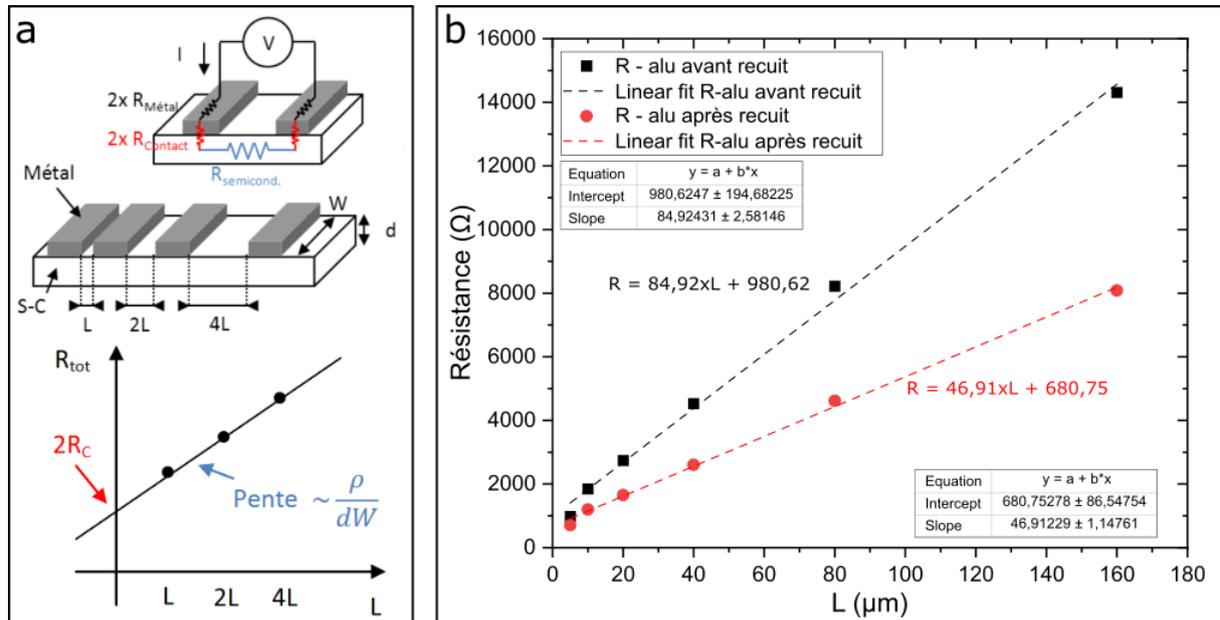


Figure 113 : a) Schéma explicatif de la méthode TLM, b) graphique du résultat des tests TLM d'un dispositif ayant du silicium microcristallin pour semi-conducteur et des électrodes en aluminium comme contacts métalliques.

Après *transfer printing* puis gravure de la couche de durimide, on observe une baisse du courant qui est la conséquence de la dégradation de la jauge au niveau des zones de recouvrements des électrodes et du silicium. Seule une petite partie du silicium est restée en contact avec les électrodes, réduisant grandement le courant traversant la jauge.

Après WTP on observe de nouveau une diminution du courant, caractérisant aussi une dégradation de la jauge, probablement due à une détérioration pendant l'impression. Nous émettrons des hypothèses concernant cette dégradation dans la prochaine section.

Même si les premières mesures du fonctionnement des jauges révèlent des dégradations au cours du procédé, notamment lors des transferts et de la gravure, leur fonctionnement sous déformation mécanique a pu être observé à l'aide d'un ohmmètre relié aux électrodes. De plus, la problématique de la gravure d'une feuille de kapton en réduisant l'épaisseur a permis de rendre le PVA utilisable pour le WTP, ouvrant ainsi la voie à de nouvelles idées en termes de substrats donneurs et de couches de transfert. Ces résultats, bien qu'insatisfaisants, montrent la faisabilité de transférer un dispositif électronique par WTP sur un objet 3D.

La suite de ce chapitre traitera des perspectives et des voies d'amélioration investiguées afin d'améliorer le transfert et de réduire l'endommagement des dispositifs, notamment en renforçant l'adhérence entre les couches électroniques des dispositifs ou en travaillant sur de nouveaux substrats donneurs.

4. c. Voies d'amélioration et études prospectives

Dans cette section seront décrites les voies investiguées pour permettre l'amélioration de l'étape de *transfer printing* dans le but d'atténuer la dégradation des jauges de contraintes en silicium. Une voie nous a conduits vers une étude du renfort de l'adhérence à l'interface entre les électrodes en aluminium et le semi-conducteur tandis qu'une autre a cherché à remplacer le substrat donneur.

4. c. I. Etude de renforcement à l'interface métal/semi-conducteur

Etant donné que la zone d'interface entre les couches électroniques du dispositif était endommagée lors du TP, nous nous sommes intéressés à une manière d'augmenter l'adhérence entre ces couches. Nous avons utilisé la propriété d'adhérence connue du titane pour réaliser une couche d'accroche de 30 nm déposée avant la couche d'aluminium de 120 nm, servant ainsi toutes deux d'électrodes métalliques aux jauges de contrainte.

Le titane a été déposé par évaporation par canon à électron et a été gravé par plasma de chlore par ICP-RIE après que l'aluminium ait été gravé par acide orthophosphorique.

Les premiers tests de transfert de jauge de contraintes se sont montrés concluants comme peut le mettre en avant la figure 114, où aucun problème au niveau des zones de recouvrement n'a été observé. Toutefois, bien que la structure semble optiquement fonctionnelle, les mesures électriques $I=f(V)$ ont montrés des résultats incohérents avec ce que l'on devait obtenir. Le courant traversant la jauge était extrêmement faible comparé aux précédents tests. Ceci est en fait dû à une réduction de l'épaisseur de la couche de silicium à cause de la gravure par plasma de chlorure ; ce type de gravure met notamment en œuvre du bombardement ionique.

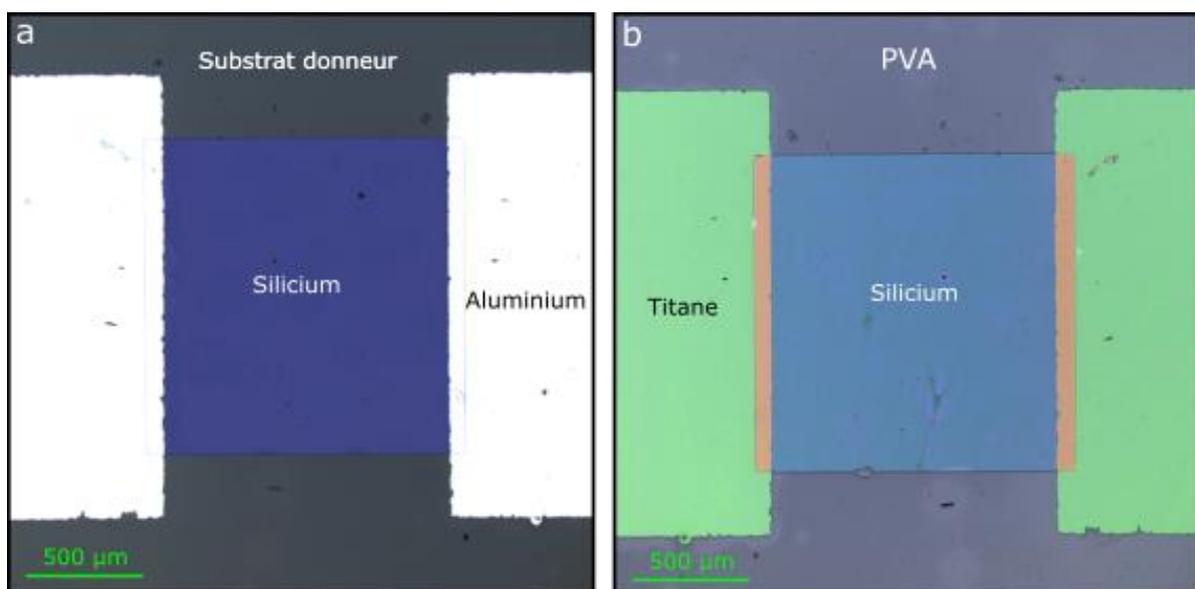


Figure 114 : Images au microscope confocal d'une jauge de contrainte μ C-Si avec des électrodes en Ti/Al : a) sur le substrat donneur, b) sur le substrat receveur (film de PVA).

Un ajustement du procédé de gravure a permis de réduire cet impact mais a tout de même engendré des problématiques de gravure des électrodes sous la résine photosensible, observable aux figures 115.a et b, mais ont quand même permis de faire des transferts sur PVA et des tests TLM.

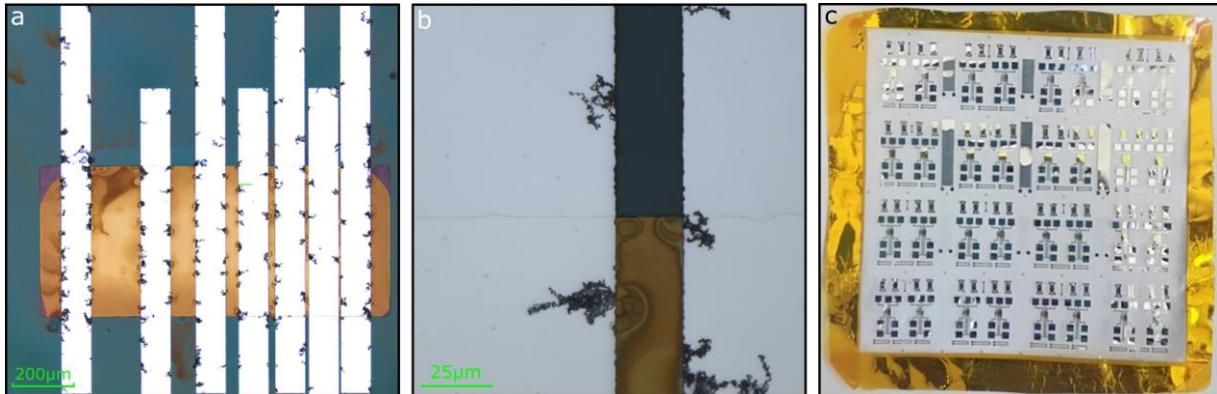


Figure 115 : a) Image au microscope confocal de structure TLM montrant la problématique de gravure sous la couche de résine de photolithographie des électrodes métalliques, b) zoom sur les zones endommagées, c) image de structures TLM après transfert sur film de PVA.

En complément, nous avons réalisé des tests TLM de ces nouvelles électrodes afin de déterminer si une amélioration était observable au niveau des résistances de contact, et voir si un lien était possible entre ces dernières et l'adhérence entre les matériaux. La figure 116.a présente les résultats avant et après recuit des tests TLM pour des contacts métalliques en Ti/Al. On constate qu'après recuit la résistance de contact a diminué légèrement (-16,5%) et que la résistivité du silicium aussi (-26,8%). Lorsque l'on compare après recuit avec les tests TLM pour des électrodes seulement en aluminium à la figure 116.b, on observe que les résistivités des dispositifs sont similaires mais que l'ajout de titane aux contacts métalliques a permis de fortement diminuer la résistance de contact, en soit une différence de 4 fois la résistance de contact.

Il est à noter que l'écart des résistivités entre les différents dispositifs avant recuit est dû à la non-stabilité du dépôt PECVD de $\mu\text{C-Si}$ au moment où ces derniers étaient réalisés, mais que l'on dénote tout de même une similitude après recuit.

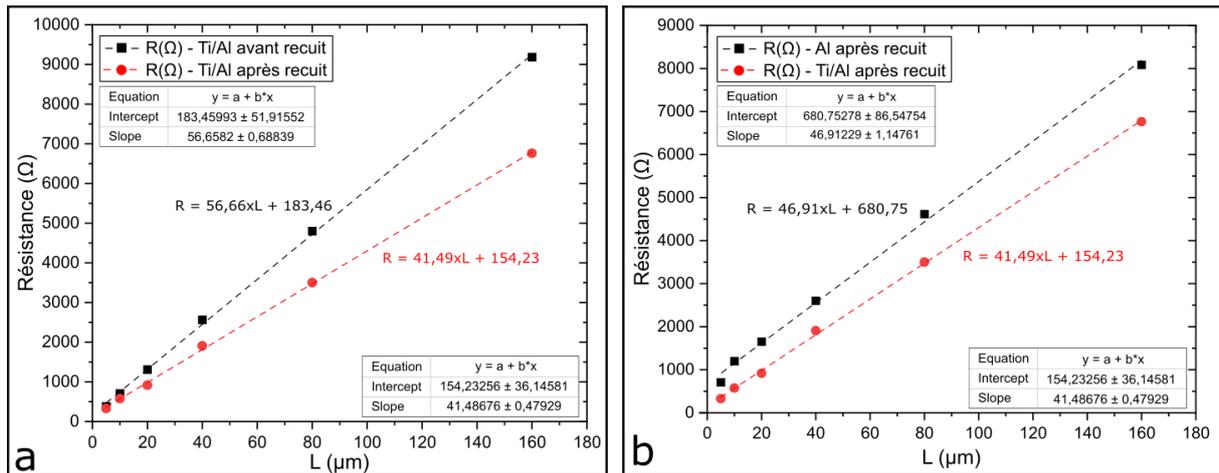


Figure 116 : a) Graphique du résultat des tests TLM pour des contacts métalliques Ti/Al, b) graphique de comparaison des tests TLM pour des contacts Al et Ti/Al après recuit.

Ces résultats préliminaires ont montré un fort intérêt à utiliser les propriétés du titane afin d'améliorer l'adhérence entre le silicium microcristallin et les électrodes pour les méthodes de *transfer printing*. Une étude est en cours utilisant un lift-off ou une gravure humide dans le but de réduire les problématiques d'endommagement des électrodes.

4. c. II. Changement de substrat donneur

Une autre façon de permettre le transfert de dispositifs sur un film de PVA est de repenser entièrement le substrat donneur, en recherchant notamment des matériaux et des surfaces sur lesquelles le dépôt de silicium par PECVD serait possible. Nous avons entre autres essayé le développement de jauges sur une couche d'or, étant donné que c'est un matériau connu pour sa faible adhérence. La figure 117.a présente le substrat donneur après *transfer printing*, où l'on observe que le silicium n'est plus présent car il a été transféré sur le film de PVA, mais où les électrodes en aluminium sont restées sur l'or. Il est à noter que cette expérience a été répétée avec les deux types de dépôt d'aluminium par évaporation présents au sein du laboratoire.

Ce premier échec et cette envie d'utiliser d'autres matériaux en tant que couche de transfert nous a fait réfléchir aux matériaux et aux procédés à disposition au sein de notre unité. Nous avons entre autres alors eu l'idée d'effectuer le dépôt d'une couche de polytétrafluoroéthylène par ICP-CVD sur un wafer de silicium (paramètres de dépôts présentés au chapitre 3.2.e). Ce matériau connu notamment pour ses propriétés hydrophobes et anti-adhérentes, est aussi chimiquement inerte aux produits de photolithographie.

La fabrication de structures métalliques monocouches par lithographie ayant abouti, les premiers *transfer printing* vers un film de PVA ont été réalisés comme le montre la figure 117.b. La figure 117.c résume le procédé en quelques étapes.

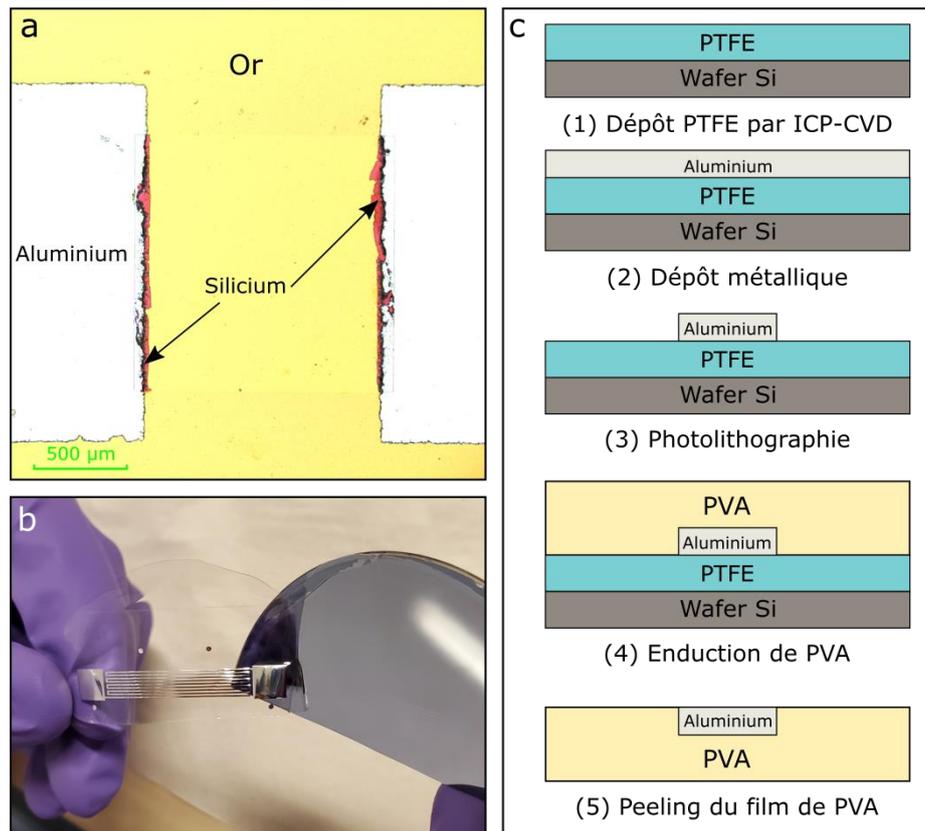


Figure 117 : a) Image au microscope confocal d'un substrat donneur en or après TP où le silicium a été transféré sur le film de PVA mais les électrodes en aluminium y sont restées, b) image de *transfer printing* d'une structure métallique sur film de PVA depuis un substrat donneur avec une couche de PTFE en surface, c) schéma représentatif des étapes de transfert printing de pistes métalliques suivant le substrat donneur avec une couche de PTFE sur wafer de silicium.

Cette utilisation du PTFE offre donc la possibilité de la fabrication par photolithographie de structures métalliques (aujourd'hui jusqu'à 25μm d'espace inter-électrodes comme présenté au chapitre 3) déposées par évaporation, notamment l'aluminium et un alliage nickel et cuivre, et la possibilité de transférer ces dernières vers un film de PVA.

On peut noter que l'emploi du PTFE est aussi possible pour la sérigraphie et a l'avantage de permettre l'étape de recuit des encres fonctionnelles à la température recommandée par le fabricant des encres, comparé au PVA qui est bien plus limité en température. Il est toutefois nécessaire d'effectuer un traitement UV/O₃ du PTFE avant sérigraphie car les propriétés rhéologiques des encres vis à vis des propriétés de mouillage de ce fluoropolymère ne permettent pas le dépôt direct d'un film continu d'encre.

Le dépôt de silicium microcristallin par PECVD directement sur la couche de PTFE n'est cependant pas possible et fait l'objet d'une étude afin d'utiliser une couche d'amorce/accroche isolante ou un traitement de surface avant son dépôt.

Cette idée d'utilisation de substrat peu adhérent pour la fabrication de dispositifs électroniques par *transfer printing* est aujourd'hui une nouvelle thématique de l'équipe OASiS de l'IETR, et génère une

activité de recherche motivée notamment par un récent contrat pré-maturation CNRS et un nouveau sujet de thèse dans la continuité des travaux réalisés.

4. c. III. Bilan sur l'emploi du silicium dans le WTP

Comme on a pu le voir au travers de ce chapitre, l'emploi du silicium dans le procédé de *water transfer printing* engendre bon nombre de complications technologiques liées à sa fragilité, sa complexité de fabrication et de manipulation. A chaque étape, il est nécessaire d'évaluer son intégrité et d'adapter les procédés en conséquence. Par exemple, la forte dégradation en courant observée après le WTP est due à une accentuation de la dégradation de la zone de recouvrement (silicium/électrodes) en cours de transfert, réduisant de surcroît le contact entre les électrodes et le silicium.

Il était parfois possible d'observer à l'œil nu que le silicium présentait des fissures après peeling, conséquence d'un angle de détachement trop grand appliqué pour retirer le film de PVA sur substrat donneur. Ce dernier était également dégradé après gravure sèche de la couche de PI, pour des raisons de non-homogénéité due à la création de bulles d'air entre le film de PVA et le substrat de maintien en PDMS.

La figure 118.a montre que le WTP sur des objets à forte rugosité lorsque le silicium est déjà dégradé peut engendrer dans des cas extrêmes des craquelures suivant les formes de l'objet cible. La figure 118.b met en avant que lors de tests mécaniques en flexion, on observe rapidement des microfissures se présentant dans le sens perpendiculaire à la déformation appliquée. Bien que ces microfissures puissent réduire la conductivité totale de la jauge, elles peuvent présenter un avantage en termes de maximum d'élongation atteignable, comme il a été présenté au chapitre 1.

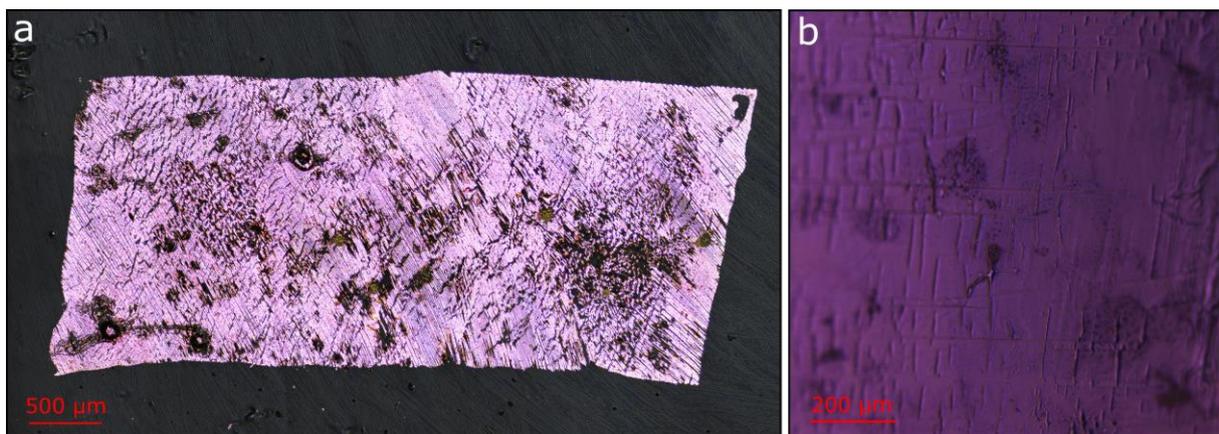


Figure 118 : Images au microscope confocal : a) de multiples ruptures d'un motif de silicium transféré par WTP suivant les formes de l'objet receveur, les microfissures déjà présentes avant le transfert se sont accentuées, b) de microfissures de la couche de silicium après plusieurs tests en flexion sur l'objet cible.

Une opportunité d'amélioration envisageable serait d'utiliser le phénomène de *buckling* observé lors des dépôts de silicium microcristallin sur les substrats donneur de PMMA/PI. Présenté dans le premier chapitre comme une manière de réduire les contraintes mécaniques dans une structure, l'apparition de *buckling* observé lorsque l'épaisseur de PMMA était grande pourrait être une solution. En effet, comme le montre la figure 119, en réduisant l'épaisseur de la couche de PMMA par le biais d'une dilution dans l'anisole, l'apparition du phénomène de buckling pendant le dépôt PECVD a été supprimée.

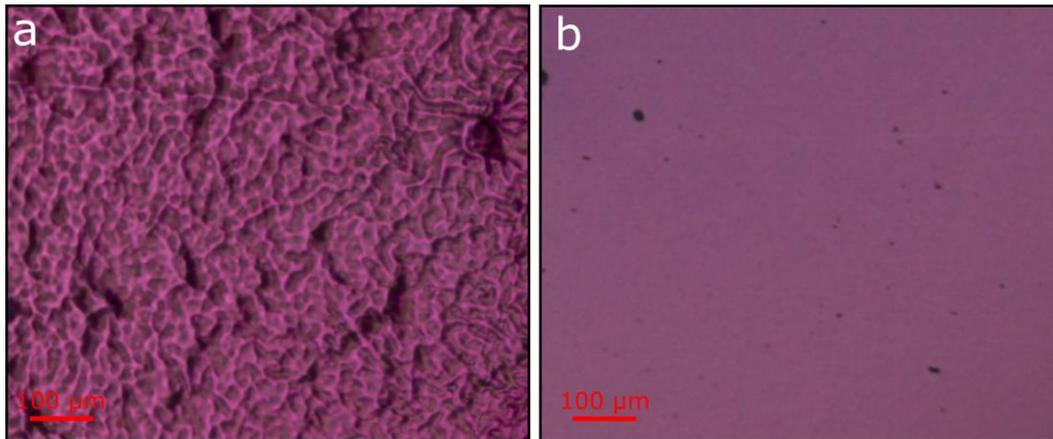


Figure 119 : Images au microscope confocal de silicium microcristallin dopé N déposé par PECVD sur substrat donneur PMMA/PI : a) avec effet de buckling et b) sans buckling après réduction de l'épaisseur de PMMA du substrat donneur.

Par toutes ces contraintes rencontrées au cours de nos travaux, il est en fait à présent question de la réelle possibilité de transférer du silicium par *water transfer printing*. C'est pour cela que en se heurtant aux problématiques de transfert, nous nous sommes tournés plus largement vers le *transfer printing*. Ces réflexions sur le passage d'électronique d'un substrat à un autre nous ont aussi dirigés vers d'autres substrats receveurs. Le PVA pouvant s'apparenter à une colle, nous nous sommes intéressés à des matières similaires, collantes et pouvant durcir, et c'est ainsi que nous avons étendu nos investigations à la résine époxy et son utilisation dans les matériaux fibres pour la fabrication de pièces composites.

5 - Bilan

Ce chapitre fait état des avancées techniques du water transfer printing et de l'emploi du PVA dans l'état de l'art. Il est aussi présenté les améliorations apportées par ce travail à la méthode de *transfer printing*, notamment par l'emploi de la sérigraphie d'encres fonctionnelles sur le PVA, par l'ajout de composants montés en surface aux pistes conductrices pour la réalisation de circuit 3D, par la possibilité d'effectuer des designs plus précis par photolithographie grâce à un *transfer printing*

depuis un substrat donneur avec une couche de PTFE, et plus globalement par l'optimisation du procédé et par la montée en maturité technologique, aussi appelée TRL (Technologie Readiness Level), en réalisant des démonstrateurs.

Nous avons investigué des pistes pour permettre le dépôt de matériaux complexes tels que le silicium, sur des films de PVA afin de réaliser un WTP. Cependant, la complexité de mise en œuvre et la fragilité du silicium reste un obstacle que nous n'avons pas été en mesure de contourner totalement. Ce travail met en lumière des pistes de travail pour y parvenir telles que l'insertion de couches minces plus adhérentes (le titane) ou l'ingénierie de surface du substrat donneur par la diminution de son énergie de surface (couche de PTFE par exemple).

Aujourd'hui et à ce stade de développement, lorsque l'on analyse le WTP d'un point de vue du transfert technologique, afin de le populariser au mieux, il est à notre sens nécessaire de faire en sorte de développer des applications ne faisant pas intervenir des matériaux trop sensibles, trop cassants ou difficiles à fabriquer directement sur le PVA. Pour permettre son développement, sa montée en TRL et son utilisation, il est primordial d'effectuer des études de tenue des matériaux reportés, de répétabilité de fabrication, de résistance à l'utilisation, à la chaleur, à l'humidité... en soit, de connaître les spécificités techniques du procédé dans le but de le promouvoir plus facilement (auprès d'industriels par exemple).

Ces travaux sur le *water transfer printing* ont permis de nous questionner plus globalement sur les phénomènes d'adhérences entre les substrats et les matériaux usuels déposés en microélectronique. Nos expériences montrent que ce paramètre est une des clefs de la réussite du transfert d'électronique multicouches et qu'il s'avèrera donc crucial de le maîtriser. Une collaboration avec des spécialistes du domaine pourrait permettre de lever efficacement ce verrou technologique dans de futures études.

D'autre part, en parallèle des études sur le silicium, les travaux effectués lors de ce travail de thèse cumulés à ceux connexes portant sur la fabrication additive d'électronique par WTP, ont montré la pertinence de ce procédé qui suscite aujourd'hui l'intérêt de la communauté scientifique ainsi que celui d'industriel soucieux d'innover dans l'électronique 3D.

Conclusion Générale

Ce travail porte sur l'investigation de la technologie de *transfer printing* (TP) pour l'intégration d'électronique multicouche à la surface et au cœur de matériaux complexes. Ici, la notion de complexité implique que le matériau est incompatible avec les technologies de fabrication usuelles en salle blanche, que ce soit pour des raisons de formes car ce dernier est non plan (en 3 dimensions), parce qu'il est constitué de matériaux fibreux comme les tissus ou les matériaux composites, qu'il est chimiquement dissous par les produits utilisés lors du procédé de fabrication ou altéré par les traitements thermiques, etc.

L'analyse de l'état de l'art présente un domaine en effervescence avec toujours plus d'études et de nouveaux concepts depuis l'avènement de l'électronique flexible pour pallier les limites de l'électronique conventionnelle. Ces travaux s'inscrivent dans la thématique du *transfer printing*, où l'idée est de fabriquer dans un premier temps les fonctions électroniques sur un substrat temporaire (le donneur), ayant pour qualité première d'être compatible avec les procédés de fabrication usuels de la microélectronique, avant de les transférer vers un substrat plus « exotique » à l'électronique. Cette voie technologique nous paraît être disruptive et à fort potentiel d'innovation et les brevets déposés au cours de cette thèse et d'autres études portant sur des travaux connexes du groupe de recherche en attestent.

Les travaux antérieurs à cette étude ont servi de point de départ à ce sujet de thèse, mais avaient seulement montré la faisabilité de reporter par *water transfert printing* (WTP), des dispositifs additivement fabriqués et monocouche (de simples pistes conductrices). Ce travail était donc beaucoup plus ambitieux, puisqu'il s'agissait d'adapter les procédés salle blanche au *transfer printing* pour élaborer des dispositifs en silicium bicouches (Silicium/Métal). L'application tournée vers la détection de contraintes dans les matériaux à l'aide de jauges de contrainte découle du savoir-faire du groupe OASIS, dans l'optique de réaliser des démonstrateurs.

Un premier axe a donc été d'investiguer sur les substrats donneurs adaptés à la fabrication de jauges de contrainte en silicium microcristallin, à des températures de procédé avoisinant les 165°C, permettant la fabrication et le transfert de ces dernières sur un film de PVA en vue d'un WTP. Ces recherches ont permis de relever des enjeux et des difficultés du *transfer printing* notamment au niveau de l'adhérence entre les différentes couches de la structure, et plus particulièrement à l'interface entre les couches électroniques des dispositifs.

Les perspectives et voies d'amélioration investiguées ont alors mis en avant les grandes difficultés à intégrer du silicium dopé à un procédé de WTP, mais ont toutefois permis de mettre au point un

nouveau substrat donneur à l'aide d'une couche de détachement en PTFE, sur laquelle la photolithographie de métal était possible pour la réalisation de dispositif monocouche.

Les écueils technologiques, les résultats partiels et les discussions ont orientés une partie de ces travaux vers un cas applicatif : la surveillance de l'intégrité de la structure des matériaux composites pour la prévention ou la collecte d'informations (thématique s'inscrivant dans le SHM : Structural Health Monitoring). Ces derniers sont un bon support illustrant l'avantage du *transfer printing* puisqu'ils sont constitués en partie de matériaux fibreux, que leur forme finale est majoritairement 3D, et qu'ils doivent être instrumentés à cœur par des technologies les moins intrusives possibles. Nous avons donc présenté et détaillé un procédé de *transfer printing* de jauges de contrainte aux matériaux fibreux à but d'intégration dans les matériaux composites pour le SHM.

En outre, nous avons mis en avant le fait que ce procédé permet de placer des dispositifs électroniques à différents niveaux des plis du futur composite, et ainsi, suivant la position retenue, d'accroître ou d'amoindrir les déformations mécaniques subies par les dispositifs électroniques. Dans le cadre des jauges de contrainte, cette possibilité s'est avérée être un avantage puisqu'il est possible de limiter le maximum de déformation que peuvent endurer les jauges de contraintes.

Nous avons caractérisé deux types de jauges transférés par *transfer printing* à des éprouvettes en matériau composite à matrice organique à renfort de fibres de verre : des jauges en silicium microcristallin dopé n et des jauges en alliage de cuivre et de nickel. D'une part, des caractérisations mécaniques en flexion ont permis de faire une étude de l'évolution de la résistance électrique des jauges en fonction de la déformation due au rayon de courbure appliquée, et ont mis en avant l'importance du placement des jauges par rapport au plan neutre pour un contrôle de la déformation. D'un autre côté, les caractérisations mécaniques sur banc de traction ont permis de rendre compte de la grande sensibilité des jauges en silicium avec un facteur de jauge $|GF| \approx 30$, alors que les jauges métalliques étaient au maximum de 2-3. Toutefois le maximum de déformation des jauges en silicium s'est révélé de seulement 1%, tandis que celui des jauges métalliques était nettement supérieur au maximum de déformation que pouvait subir les éprouvettes en composite de 2%.

Une étude prospective de caractérisation en température sur les dispositifs intégrés a aussi pu être réalisée, mettant en avant respectivement le caractère positif et négatif de l'évolution de la résistance électrique des jauges métalliques et en silicium dopé n en fonction de la température.

En somme, cette nouvelle méthode de *transfer printing*, en plus d'avoir permis le report de structures aux dimensions photolithographiques et complexes comme une centaine de peignes interdigités de 15 mm de long, 40 μm de large et espacés de 25 μm , n'a pas montré de signe de

défaillance plus significative que les méthodes actuelles d'intégration de fonctions dans les matériaux composites par l'intrusion de substrats flexibles.

Cette thèse fut l'un le premier sujet dans le groupe de recherche sur la thématique du *transfer printing*. Il a entre autres, permis de soulever bon nombre de problématiques qui aujourd'hui alimentent de nouveaux projets de recherche au sein de l'équipe. Un futur sujet de thèse portera spécifiquement sur la fabrication d'antennes conformes via les procédés mis en place, tandis qu'une thèse est en cours sur l'optimisation et l'emploi de la sérigraphie dans ces nouvelles méthodes de fabrication. En outre, cette thèse a aussi su susciter l'intérêt d'un organisme de valorisation et de maturation technologie à des fins de transfert technologique et a des projets plus précis portant sur l'intégration de jauges de contrainte dans le domaine du nautisme.

Bibliographie

1. Kim D-H, Lu N, Ma R, Kim Y-S, Kim R-H, Wang S, et al. Epidermal Electronics. *Science*. 2011;333(6044):838-43. doi:10.1126/science.1206157
2. Krishnan SR, Su C-J, Xie Z, Patel M, Madhvapathy SR, Xu Y, et al. Wireless, Battery-Free Epidermal Electronics for Continuous, Quantitative, Multimodal Thermal Characterization of Skin. *Small*. 2018;14(47):1803192. doi:10.1002/sml.201803192
3. Kim J, Gutruf P, Chiarelli AM, Heo SY, Cho K, Xie Z, et al. Miniaturized Battery-Free Wireless Systems for Wearable Pulse Oximetry. *Adv Funct Mater*. 2017;27(1):1604373. doi:10.1002/adfm.201604373
4. Someya T, Kato Y, Sekitani T, Iba S, Noguchi Y, Murase Y, et al. Conformable, flexible, large-area networks of pressure and thermal sensors with organic transistor active matrixes. *Proceedings of the National Academy of Sciences*. 2005;102(35):12321-5. doi:10.1073/pnas.0502392102
5. Komolafe A, Zaghari B, Torah R, Weddell AS, Khanbareh H, Tsikriteas ZM, et al. E-Textile Technology Review—From Materials to Application. *IEEE Access*. 2021;9:97152-79. doi:10.1109/ACCESS.2021.3094303
6. Rich SI, Jiang Z, Fukuda K, Someya T. Well-rounded devices: the fabrication of electronics on curved surfaces – a review. *Mater Horiz*. 2021;10.1039.D1MH00143D. doi:10.1039/D1MH00143D
7. Khan S, Lorenzelli L, Dahiya RS. Technologies for Printing Sensors and Electronics Over Large Flexible Substrates: A Review. *IEEE Sensors Journal*. 2015;15(6):3164-85. doi:10.1109/JSEN.2014.2375203
8. Brunetti C, Curtis RW. Printed-Circuit Techniques. *Proceedings of the IRE*. 1948;36(1):121-61. doi:10.1109/JRPROC.1948.231246
9. Jeong J-W, Yeo W-H, Akhtar A, Norton JJS, Kwack Y-J, Li S, et al. Materials and Optimized Designs for Human-Machine Interfaces Via Epidermal Electronics. *Advanced Materials*. 2013;25(47):6839-46. doi:10.1002/adma.201301921
10. Zhang K, Jung YH, Mikael S, Seo J-H, Kim M, Mi H, et al. Origami silicon optoelectronics for hemispherical electronic eye systems. *Nat Commun*. 2017;8(1):1782. doi:10.1038/s41467-017-01926-1
11. Russo A, Ahn BY, Adams JJ, Duoss EB, Bernhard JT, Lewis JA. Pen-on-Paper Flexible Electronics. *Advanced Materials*. 2011;23(30):3426-30. doi:10.1002/adma.201101328
12. Lee Y-K, Xi Z, Lee Y-J, Kim Y-H, Hao Y, Choi H, et al. Computational wrapping: A universal method to wrap 3D-curved surfaces with nonstretchable materials for conformal devices. *Sci Adv*. 2020;6(15):eaax6212. doi:10.1126/sciadv.aax6212
13. Konaković M, Crane K, Deng B, Bouaziz S, Piker D, Pauly M. Beyond developable: computational design and fabrication with auxetic materials. *ACM Trans Graph*. 2016;35(4):1-11. doi:10.1145/2897824.2925944

14. Larson C, Peele B, Li S, Robinson S, Totaro M, Beccai L, et al. Highly stretchable electroluminescent skin for optical signaling and tactile sensing. *Science*. 2016;351:1071. doi:10.1126/science.aac5082
15. Jeong SH, Zhang S, Hjort K, Hilborn J, Wu Z. PDMS-Based Elastomer Tuned Soft, Stretchable, and Sticky for Epidermal Electronics. *Advanced Materials*. 2016;28(28):5830-6. doi:10.1002/adma.201505372
16. Hu H, Zhu X, Wang C, Zhang L, Li X, Lee S, et al. Stretchable ultrasonic transducer arrays for three-dimensional imaging on complex surfaces. *Science Advances*. 2018;4(3):eaar3979. doi:10.1126/sciadv.aar3979
17. Ko HC, Shin G, Wang S, Stoykovich MP, Lee JW, Kim D-H, et al. Curvilinear Electronics Formed Using Silicon Membrane Circuits and Elastomeric Transfer Elements. *Small*. 2009;5(23):2703-9. doi:10.1002/smll.200900934
18. Beltrão M, Duarte FM, Viana JC, Paulo V. A review on in-mold electronics technology. *Polymer Engineering & Science*. 2022;62(4):967-90. doi:10.1002/pen.25918
19. Plovie B, Yang Y, Guillaume J, Dunphy S, Dhaenens K, Van Put S, et al. Arbitrarily Shaped 2.5D Circuits using Stretchable Interconnects Embedded in Thermoplastic Polymers. *Advanced Engineering Materials*. 2017;19(8):1700032. doi:10.1002/adem.201700032
20. Wimmer A, Reichel H, Schmidt K. New standards for 3D-userinterfaces-manufactured by a Film Insert Molding process. In: 2018 13th International Congress Molded Interconnect Devices (MID). 2018. p. 1-5. doi:10.1109/ICMID.2018.8526978
21. Siakeng R, Jawaid M, Ariffin H, Sapuan SM, Asim M, Saba N. Natural fiber reinforced polylactic acid composites: A review. *Polymer Composites*. 2019;40(2):446-63. doi:10.1002/pc.24747
22. Huang Q, Zhu Y. Printing Conductive Nanomaterials for Flexible and Stretchable Electronics: A Review of Materials, Processes, and Applications. *Advanced Materials Technologies*. 2019;4(5):1800546. doi:10.1002/admt.201800546
23. Claypole A, Claypole J, Kilduff L, Gethin D, Claypole T. Stretchable Carbon and Silver Inks for Wearable Applications. *Nanomaterials*. 2021;11(5):1200. doi:10.3390/nano11051200
24. Dickey MD. Stretchable and Soft Electronics using Liquid Metals. *Advanced Materials*. 2017;29(27):1606425. doi:10.1002/adma.201606425
25. Tang L, Mou L, Zhang W, Jiang X. Large-Scale Fabrication of Highly Elastic Conductors on a Broad Range of Surfaces. *ACS Appl Mater Interfaces*. 2019;11(7):7138-47. doi:10.1021/acsami.8b20460
26. Holling HE, Boland HC, Russ E. Investigation of arterial obstruction using a mercury-in-rubber strain gauge. *American Heart Journal*. 1961;62(2):194-205. doi:10.1016/0002-8703(61)90318-0
27. Lu N, Lu C, Yang S, Rogers J. Highly Sensitive Skin-Mountable Strain Gauges Based Entirely on Elastomers. *Advanced Functional Materials*. 2012;22(19):4044-50. doi:10.1002/adfm.201200498

28. Keplinger C, Sun J-Y, Foo CC, Rothmund P, Whitesides GM, Suo Z. Stretchable, Transparent, Ionic Conductors. *Science*. 2013;341(6149):984-7. doi:10.1126/science.1240228
29. Lanzara G, Salowitz N, Guo Z, Chang F-K. A Spider-Web-Like Highly Expandable Sensor Network for Multifunctional Materials. *Advanced Materials*. 2010;22(41):4643-8. doi:10.1002/adma.201000661
30. Gray DS, Tien J, Chen CS. High-Conductivity Elastomeric Electronics. *Advanced Materials*. 2004;16(5):393-7. doi:10.1002/adma.200306107
31. Huttunen O-H, Happonen T, Hiitola-Keinänen J, Korhonen P, Ollila J, Hiltunen J. Roll-To-Roll Screen-Printed Silver Conductors on a Polydimethyl Siloxane Substrate for Stretchable Electronics. *Ind Eng Chem Res*. 2019;58(43):19909-16. doi:10.1021/acs.iecr.9b03628
32. Ko HC, Stoykovich MP, Song J, Malyarchuk V, Choi WM, Yu C-J, et al. A hemispherical electronic eye camera based on compressible silicon optoelectronics. *Nature*. 2008;454(7205):748-53. doi:10.1038/nature07113
33. Rogers JA, Someya T, Huang Y. Materials and Mechanics for Stretchable Electronics. *Science*. 2010;327(5973):1603-7. doi:10.1126/science.1182383
34. Materials and noncoplanar mesh designs for integrated circuits with linear elastic responses to extreme mechanical deformations [Internet]. [cité 30 juin 2022]. doi:10.1073/pnas.0807476105
35. Drack M, Graz I, Sekitani T, Someya T, Kaltenbrunner M, Bauer S. An Imperceptible Plastic Electronic Wrap. *Advanced Materials*. 2015;27(1):34-40. doi:10.1002/adma.201403093
36. Bowden N, Brittain S, Evans AG, Hutchinson JW, Whitesides GM. Spontaneous formation of ordered structures in thin films of metals supported on an elastomeric polymer. *Nature*. 1998;393(6681):146-9. doi:10.1038/30193
37. Lacour SP, Wagner S, Huang Z, Suo Z. Stretchable gold conductors on elastomeric substrates. *Appl Phys Lett*. 2003;82(15):2404-6. doi:10.1063/1.1565683
38. Chen G, Matsuhisa N, Liu Z, Qi D, Cai P, Jiang Y, et al. Plasticizing Silk Protein for On-Skin Stretchable Electrodes. *Advanced Materials*. 2018;30(21):1800129. doi:10.1002/adma.201800129
39. Morikawa Y, Yamagiwa S, Sawahata H, Numano R, Koida K, Ishida M, et al. Ultrastretchable Kirigami Bioprobes. *Advanced Healthcare Materials*. 2018;7(3):1701100. doi:10.1002/adhm.201701100
40. Guo CF, Sun T, Liu Q, Suo Z, Ren Z. Highly stretchable and transparent nanomesh electrodes made by grain boundary lithography. *Nat Commun*. 2014;5(1):3121. doi:10.1038/ncomms4121
41. Chauvin A, Txia Cha Heu W, Buh J, Tessier P-Y, El Mel A-A. Vapor dealloying of ultra-thin films: a promising concept for the fabrication of highly flexible transparent conductive metal nanomesh electrodes. *npj Flex Electron*. 2019;3(1):5. doi:10.1038/s41528-019-0049-1
42. Wu H, Kong D, Ruan Z, Hsu P-C, Wang S, Yu Z, et al. A transparent electrode based on a metal nanotrough network. *Nature nanotechnology*. 2013;8. doi:10.1038/nnano.2013.84

43. Kim J, Park H, Jeong S-H. A kirigami concept for transparent and stretchable nanofiber networks-based conductors and UV photodetectors. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*. 2020;82:144-52. doi:10.1016/j.jiec.2019.10.006
44. Graudejus O, Görrn P, Wagner S. Controlling the Morphology of Gold Films on Poly(dimethylsiloxane). *ACS Appl Mater Interfaces*. 2010;2(7):1927-33. doi:10.1021/am1002537
45. Mandlik P, Lacour SP, Li JW, Chou SY, Wagner S. Fully elastic interconnects on nanopatterned elastomeric substrates. *IEEE Electron Device Letters*. 2006;27(8):650-2. doi:10.1109/LED.2006.879029
46. Graz IM, Cotton DPJ, Lacour SP. Extended cyclic uniaxial loading of stretchable gold thin-films on elastomeric substrates. *Appl Phys Lett*. 2009;94(7):071902. doi:10.1063/1.3076103
47. Lacour SP, Chan D, Wagner S, Li T, Suo Z. Mechanisms of reversible stretchability of thin metal films on elastomeric substrates. *Appl Phys Lett*. 2006;88(20):204103. doi:10.1063/1.2201874
48. Shin S, Ko B, So H. Structural effects of 3D printing resolution on the gauge factor of microcrack-based strain gauges for health care monitoring. *Microsyst Nanoeng*. 2022;8(1):1-10. doi:10.1038/s41378-021-00347-x
49. Jung H, Park C, Lee H, Hong S, Kim H, Cho SJ. Nano-Cracked Strain Sensor with High Sensitivity and Linearity by Controlling the Crack Arrangement. *Sensors*. 2019;19(12):2834. doi:10.3390/s19122834
50. Kim Y-H, Lee E, Um JG, Mativenga M, Jang J. Highly Robust Neutral Plane Oxide TFTs Withstanding 0.25 mm Bending Radius for Stretchable Electronics. *Sci Rep*. 2016;6(1):25734. doi:10.1038/srep25734
51. Sheng J, Jeong H-J, Han K-L, Hong T, Park J-S. Review of recent advances in flexible oxide semiconductor thin-film transistors. *Journal of Information Display*. 2017;18(4):159-72. doi:10.1080/15980316.2017.1385544
52. Hwang B, Lim S, Park M, Han S. Neutral plane control by using polymer/graphene flake composites for flexible displays. *RSC Advances*. 2017;7(14):8186-91. doi:10.1039/C6RA26312G
53. Jo W, Lee H, Lee Y, Bae B-S, Kim T-S. Controlling Neutral Plane of Flexible Substrates by Asymmetric Impregnation of Glass Fabric for Protecting Brittle Films on Foldable Electronics. *Advanced Engineering Materials*. 2021;23(6):2001280. doi:10.1002/adem.202001280
54. Kim W, Lee I, Yoon Kim D, Yu Y-Y, Jung H-Y, Kwon S, et al. Controlled multiple neutral planes by low elastic modulus adhesive for flexible organic photovoltaics. *Nanotechnology*. 2017;28(19):194002. doi:10.1088/1361-6528/aa6a44
55. Huang Y, Wu H, Xiao L, Duan Y, Zhu H, Bian J, et al. Assembly and Application of 3D Conformal Electronics on Curvilinear Surface. :51.
56. Onses MS, Sutanto E, Ferreira PM, Alleyne AG, Rogers JA. Mechanisms, Capabilities, and Applications of High-Resolution Electrohydrodynamic Jet Printing. *Small*. 2015;11(34):4237-66. doi:10.1002/smll.201500593
57. Udofia EN, Zhou W. Microextrusion Based 3D Printing—A Review. :28.

58. Adams JJ, Duoss EB, Malkowski TF, Motala MJ, Ahn BY, Nuzzo RG, et al. Conformal Printing of Electrically Small Antennas on Three-Dimensional Surfaces. *Adv Mater.* 2011;23(11):1335-40. doi:10.1002/adma.201003734
59. Macdonald E, Salas R, Espalin D, Perez M, Aguilera E, Muse D, et al. 3D Printing for the Rapid Prototyping of Structural Electronics. *IEEE Access.* 2014;2:234-42. doi:10.1109/ACCESS.2014.2311810
60. Paulsen JA, Renn M, Christenson K, Plourde R. Printing conformal electronics on 3D structures with Aerosol Jet technology. In: 2012 Future of Instrumentation International Workshop (FIIW) Proceedings. 2012. p. 1-4. doi:10.1109/FIIW.2012.6378343
61. Yoon Y, Kim S, Kim D, Kauh SK, Lee J. Four Degrees-of-Freedom Direct Writing of Liquid Metal Patterns on Uneven Surfaces. *Advanced Materials Technologies.* 2019;4(2):1800379. doi:10.1002/admt.201800379
62. Borghetti M, Serpelloni M, Sardini E. Printed Strain Gauge on 3D and Low-Melting Point Plastic Surface by Aerosol Jet Printing and Photonic Curing. *Sensors.* 2019;19(19):4220. doi:10.3390/s19194220
63. Wang J, Cai G, Li S, Gao D, Xiong J, Lee PS. Printable Superelastic Conductors with Extreme Stretchability and Robust Cycling Endurance Enabled by Liquid-Metal Particles. *Advanced Materials.* 2018;30(16):1706157. doi:10.1002/adma.201706157
64. Schmitz M, Khalilbeigi M, Balwierz M, Lissermann R, Mühlhäuser M, Steimle J. Capricate: A Fabrication Pipeline to Design and 3D Print Capacitive Touch Sensors for Interactive Objects. In: Proceedings of the 28th Annual ACM Symposium on User Interface Software & Technology [Internet]. Charlotte NC USA: ACM; 2015 [cité 13 juill 2022]. p. 253-8. doi:10.1145/2807442.2807503
65. Zhou N, Liu C, Lewis JA, Ham D. Gigahertz Electromagnetic Structures via Direct Ink Writing for Radio-Frequency Oscillator and Transmitter Applications. *Advanced Materials.* 2017;29(15):1605198. doi:10.1002/adma.201605198
66. Bachy B, Süß-Wolf R, Wang L, Fu Z, Travitzky N, Greil P, et al. Novel Ceramic-Based Material for the Applications of Molded Interconnect Devices (3D-MID) Based on Laser Direct Structuring. *Advanced Engineering Materials.* 2018;20(7):1700824. doi:10.1002/adem.201700824
67. Artner G, Langwieser R, Mecklenbräuker CF. A MID dipole antenna in LDS technology. In: 2016 24th Telecommunications Forum (TELFOR). 2016. p. 1-4. doi:10.1109/TELFOR.2016.7818832
68. Kim JG, Takama N, Kim BJ, Fujita H. Optical-softlithographic technology for patterning on curved surfaces. *J Micromech Microeng.* 2009;19(5):055017. doi:10.1088/0960-1317/19/5/055017
69. Paul K e., Prentiss M, Whitesides G m. Patterning Spherical Surfaces at the Two-Hundred-Nanometer Scale Using Soft Lithography. *Advanced Functional Materials.* 2003;13(4):259-63. doi:10.1002/adfm.200304255
70. Bowen AM, Nuzzo RG. Fabrication of Flexible Binary Amplitude Masks for Patterning on Highly Curved Surfaces. *Advanced Functional Materials.* 2009;19(20):3243-53. doi:10.1002/adfm.200900978

71. Radtke D, Zeitner UD. Laser-lithography on non-planar surfaces. *Opt Express*. 2007;15(3):1167. doi:10.1364/OE.15.001167
72. Purvis A. Photolithographic patterning of bihelical tracks onto conical substrates. *J Micro/Nanolith MEMS MOEMS*. 2007;6(4):043015. doi:10.1117/1.2824377
73. Meitl MA, Zhu Z-T, Kumar V, Lee KJ, Feng X, Huang YY, et al. Transfer printing by kinetic control of adhesion to an elastomeric stamp. *Nature Mater*. 2006;5(1):33-8. doi:10.1038/nmat1532
74. Kim S, Wu J, Carlson A, Jin SH, Kovalsky A, Glass P, et al. Microstructured elastomeric surfaces with reversible adhesion and examples of their use in deterministic assembly by transfer printing. *Proc Natl Acad Sci USA*. 2010;107(40):17095-100. doi:10.1073/pnas.1005828107
75. Kim T-H, Carlson A, Ahn J-H, Won SM, Wang S, Huang Y, et al. Kinetically controlled, adhesiveless transfer printing using microstructured stamps. *Appl Phys Lett*. 2009;94(11):113502. doi:10.1063/1.3099052
76. Carlson A, Kim-Lee H-J, Wu J, Elvikis P, Cheng H, Kovalsky A, et al. Shear-enhanced adhesiveless transfer printing for use in deterministic materials assembly. *Appl Phys Lett*. 2011;98(26):264104. doi:10.1063/1.3605558
77. Le Borgne B, Jacques E, Harnois M. The Use of a Water Soluble Flexible Substrate to Embed Electronics in Additively Manufactured Objects: From Tattoo to Water Transfer Printed Electronics. *Micromachines*. 2018;9(9):474. doi:10.3390/mi9090474
78. Le Borgne B, De Sagazan O, Crand S, Jacques E, Harnois M. Conformal Electronics Wrapped Around Daily Life Objects Using an Original Method: Water Transfer Printing. *ACS Appl Mater Interfaces*. 2017;9(35):29424-9. doi:10.1021/acsami.7b07327
79. Lopes PA, Paisana H, De Almeida AT, Majidi C, Tavakoli M. Hydroprinted Electronics: Ultrathin Stretchable Ag–In–Ga E-Skin for Bioelectronics and Human–Machine Interaction. *ACS Appl Mater Interfaces*. 2018;10(45):38760-8. doi:10.1021/acsami.8b13257
80. Ng LWT, Zhu X, Hu G, Macadam N, Um D, Wu T-C, et al. Conformal printing of graphene for single and multi-layered devices on to arbitrarily shaped 3D surfaces. *Adv Funct Mater*. 2019;29(36):1807933. doi:10.1002/adfm.201807933
81. Tavakoli M, Malakooti MH, Paisana H, Ohm Y, Green Marques D, Alhais Lopes P, et al. EGaln-Assisted Room-Temperature Sintering of Silver Nanoparticles for Stretchable, Inkjet-Printed, Thin-Film Electronics. *Adv Mater*. 2018;30(29):1801852. doi:10.1002/adma.201801852
82. Zhang Y, Gui Y, Meng F, Li L, Gao C, Zhu H, et al. Graphene water transfer printing for 3D surface. In: 2016 IEEE 29th International Conference on Micro Electro Mechanical Systems (MEMS) [Internet]. Shanghai, China: IEEE; 2016 [cité 6 oct 2020]. p. 13-6. doi:10.1109/MEMSYS.2016.7421545
83. Signorelli RA. METAL MATRIX COMPOSITES FOR AIRCRAFT PROPULSION SYSTEMS. :24.
84. Ferreira L-M-P, Bayraktar E, Miskioglu I, Robert M-H. New magnetic aluminum matrix composites (Al-Zn-Si) reinforced with nano magnetic Fe₃O₄ for aeronautical applications. *Advances in Materials and Processing Technologies*. 2018;4(3):358-69. doi:10.1080/2374068X.2018.1432940

85. Rawal S. Metal-matrix composites for space applications. *JOM*. 2001;53:14-7. doi:10.1007/s11837-001-0139-z
86. Stojanović B. Application of aluminium hybrid composites in automotive industry. *Teh vjesn*. 2015;22(1):247-51. doi:10.17559/TV-20130905094303
87. Ye H, Liu XY, Hong H. Fabrication of metal matrix composites by metal injection molding—A review. *Journal of Materials Processing Technology*. 2008;200(1):12-24. doi:10.1016/j.jmatprotec.2007.10.066
88. Bains PS, Sidhu SS, Payal HS. Fabrication and Machining of Metal Matrix Composites: A Review. *Materials and Manufacturing Processes*. 2016;31(5):553-73. doi:10.1080/10426914.2015.1025976
89. Krenkel W. *Ceramic Matrix Composites: Fiber Reinforced Ceramics and their Applications*. John Wiley & Sons; 2008. 448 p.
90. Binner J, Porter M, Baker B, Zou J, Venkatachalam V, Diaz VR, et al. Selection, processing, properties and applications of ultra-high temperature ceramic matrix composites, UHTCMCs – a review. *International Materials Reviews*. 2020;65(7):389-444. doi:10.1080/09506608.2019.1652006
91. Fan S, Yang C, He L, Du Y, Krenkel W, Greil P, et al. PROGRESS OF CERAMIC MATRIX COMPOSITES BRAKE MATERIALS FOR AIRCRAFT APPLICATION. :13.
92. Kaya H. The application of ceramic-matrix composites to the automotive ceramic gas turbine. *Composites Science and Technology*. 1999;59(6):861-72. doi:10.1016/S0266-3538(99)00016-0
93. Sauder C. *Ceramic Matrix Composites: Nuclear Applications*. In: Bansal NP, Lamon J, éditeurs. *Ceramic Matrix Composites* [Internet]. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, Inc.; 2014 [cité 1 sept 2022]. p. 609-46. doi:10.1002/9781118832998.ch22
94. Speeding RTM with heat-flux sensors [Internet]. 2021 [cité 31 janv 2023]. Disponible sur: <https://www.compositesworld.com/articles/speeding-rtm-with-heat-flux-sensors>
95. Li X, Zhao C, Lin J, Yuan S. The internal strain of three-dimensional braided composites with co-braided FBG sensors. *Optics and Lasers in Engineering*. 2007;45(7):819-26. doi:10.1016/j.optlaseng.2006.12.003
96. Torres-Luque M, Bastidas-Arteaga E, Schoefs F, Sánchez-Silva M, Osma JF. Non-destructive methods for measuring chloride ingress into concrete: State-of-the-art and future challenges. *Construction and Building Materials*. 2014;68:68-81. doi:10.1016/j.conbuildmat.2014.06.009
97. Schoefs F, Bakhtiari A, Ameryoun H. Evaluation of Hydrodynamic Force Coefficients in Presence of Biofouling on Marine/Offshore Structures, a Review and New Approach. *JMSE*. 2022;10(5):558. doi:10.3390/jmse10050558
98. Optic sensors | Testing the resistance to radiation [Internet]. ITER. [cité 31 janv 2023]. Disponible sur: <http://www.iter.org/newsline/-/3062>
99. Zhong CH, Croxford AJ, Wilcox PD. Remote inspection system for impact damage in large composite structure. *Proceedings of the Royal Society A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*. 2015;471(2173):20140631. doi:10.1098/rspa.2014.0631

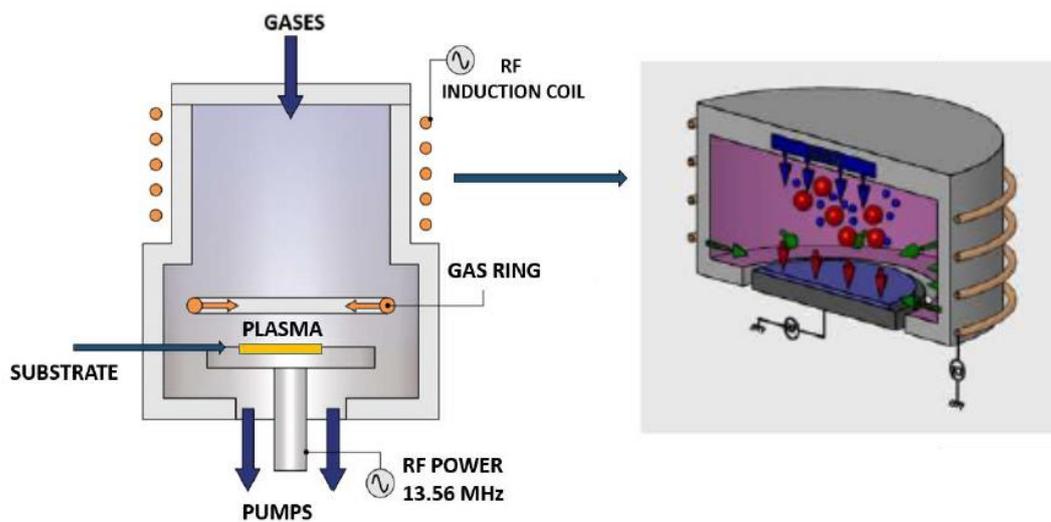
100. Garcia-Castro F. Deformation microsensors on flexible substrate for health applications. :128.
101. Kervran Y, De Sagazan O, Crand S, Coulon N, Mohammed-Brahim T, Brel O. Microcrystalline silicon: Strain gauge and sensor arrays on flexible substrate for the measurement of high deformations. *Sensors and Actuators A: Physical*. 2015;236:273-80. doi:10.1016/j.sna.2015.08.001
102. Garcia Castro F, de Sagazan O, Coulon N, Simon C, Le Bihan F. ICP-CVD μ -Si Layers Optimization for Strain Gauges on Flexible Substrates. *Sensors and Actuators A: Physical*. 2020;315:112261. doi:10.1016/j.sna.2020.112261
103. Germain P. *Mécanique. Ellipses*. 448 p.
104. Coirier J, Nadot-Martin C. *Mécanique des milieux continus*. Dunod. 2020.
105. Maya M. *Mécanique des Milieux Continus*. 2013.
106. Smith CS. Piezoresistance Effect in Germanium and Silicon. *Phys Rev*. 1954;94(1):42-9. doi:10.1103/PhysRev.94.42
107. French PJ, Evans AGR. Piezoresistance in polysilicon and its applications to strain gauges. *Solid-State Electronics*. 1989;32(1):1-10. doi:10.1016/0038-1101(89)90041-5
108. Kanda Y. Piezoresistance effect of silicon. *Sensors and Actuators A: Physical*. 1991;28(2):83-91. doi:10.1016/0924-4247(91)85017-I
109. Yamada T, Hayamizu Y, Yamamoto Y, Yomogida Y, Izadi A, Futaba D, et al. A Stretchable Carbon Nanotube Strain Sensor for Human-motion Detection. *Nature nanotechnology*. 2011;6:296-301. doi:10.1038/nnano.2011.36
110. Zhang W, Liu Q, Chen P. Flexible Strain Sensor Based on Carbon Black/Silver Nanoparticles Composite for Human Motion Detection. *Materials*. 2018;11(10):1836. doi:10.3390/ma11101836
111. Stassi S, Cauda V, Canavese G, Pirri C. Flexible Tactile Sensing Based on Piezoresistive Composites: A Review. *Sensors*. 2014;14(3):5296-332. doi:10.3390/s140305296
112. Liu Y, Zhang D, Wang K, Liu Y, Shang Y. A novel strain sensor based on graphene composite films with layered structure. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*. 2016;80:95-103. doi:10.1016/j.compositesa.2015.10.010
113. Rogel R, Borgne BL, Mohammed-Brahim T, Jacques E, Harnois M. Spontaneous Buckling of Multiaxially Flexible and Stretchable Interconnects Using PDMS/Fibrous Composite Substrates. *Advanced Materials Interfaces*. 2017;4(3):1600946. doi:10.1002/admi.201600946
114. Puyoo E, Brottet S, Rafael R, Malhaire C. Ultrahigh Sensitivity to Strain of Cracked Thin Films Based on Metallic Nanoparticles in a Dielectric Matrix. *IEEE Sens Lett*. 2018;2(3):1-4. doi:10.1109/LENS.2018.2865883
115. Li H, Luo CX, Ji H, Ouyang Q, Chen Y. Micro-pressure sensor made of conductive PDMS for microfluidic applications. *Microelectronic Engineering*. 2010;87(5):1266-9. doi:10.1016/j.mee.2009.11.005

116. Stassi S, Canavese G, Cauda V, Marasso SL, Pirri CF. Evaluation of different conductive nanostructured particles as filler in smart piezoresistive composites. *Nanoscale Research Letters*. 2012;7(1):327. doi:10.1186/1556-276X-7-327
117. Li J, Orrego S, Pan J, He P, Hoon Kang S. Ultrasensitive, flexible, and low-cost nanoporous piezoresistive composites for tactile pressure sensing. *Nanoscale*. 2019;11(6):2779-86. doi:10.1039/C8NR09959F
118. Zhang D, Zhang J, Wu Y, Xiong X, Yang J, Dickey MD. Liquid Metal Interdigitated Capacitive Strain Sensor with Normal Stress Insensitivity. *Advanced Intelligent Systems*. 2022;4(4):2100201. doi:10.1002/aisy.202100201
119. Yamashita T, Takamatsu S, Okada H, Itoh T, Kobayashi T. Ultra-Thin Piezoelectric Strain Sensor Array Integrated on a Flexible Printed Circuit Involving Transfer Printing Methods. *IEEE Sensors Journal*. 2016;16(24):8840-6. doi:10.1109/JSEN.2016.2578936
120. Sirohi J, Chopra I. Fundamental Understanding of Piezoelectric Strain Sensors. *Journal of Intelligent Material Systems and Structures*. 2000;11(4):246-57. doi:10.1106/8BFB-GC8P-XQ47-YCQ0
121. Gullapalli H, Vemuru VSM, Kumar A, Botello-Mendez A, Vajtai R, Terrones M, et al. Flexible Piezoelectric ZnO–Paper Nanocomposite Strain Sensor. *Small*. 2010;6(15):1641-6. doi:10.1002/sml.201000254
122. Huo L, Li X, Chen D, Li H-N. Structural health monitoring using piezoceramic transducers as strain gauges and acoustic emission sensors simultaneously. *Computers and Concrete*. 2017;20:595-603. doi:10.12989/cac.2017.20.5.595
123. Wang X, Yue O, Liu X, Hou M, Zheng M. A novel bio-inspired multi-functional collagen aggregate based flexible sensor with multi-layer and internal 3D network structure. *Chemical Engineering Journal*. 2020;392:123672. doi:10.1016/j.cej.2019.123672
124. Thomas B, Raj MC, B AK, H RM, Joy J, Moores A, et al. Nanocellulose, a Versatile Green Platform: From Biosources to Materials and Their Applications. *Chem Rev*. 2018;118(24):11575-625. doi:10.1021/acs.chemrev.7b00627
125. Article: Comment fonctionne une jauge de contrainte optique [Internet]. HBM. 2020 [cité 31 janv 2023]. Disponible sur: https://www.hbm.com/fr/6827/article-comment-fonctionne-une-jauge-de-contrainte-optique/?product_type_no=Article:%20Comment%20fonctionne%20une%20jauge%20de%20contrainte%20optique
126. Mohammed-Brahim T, Kandoussi K, Coulon N, Simon C. Issues in Microcrystalline Silicon TFTs Processed at T<200oC. *ECS Trans*. 2008;16(9):57-66. doi:10.1149/1.2980531
127. Janfaoui S, Simon C, Coulon N, Mohammed-Brahim T. Behavior of the parameters of microcrystalline silicon TFTs under mechanical strain. *Solid-State Electronics*. 2014;93:1-7. doi:10.1016/j.sse.2013.12.001
128. Dong H, Kervran Y, Coulon N, De Sagazan O, Jacques E, Mohammed-Brahim T. Highly Flexible Microcrystalline Silicon n-Type TFT on PEN Bent to a Curvature Radius of 0.75 mm. *IEEE Transactions on Electron Devices*. 2015;62(10):3278-84. doi:10.1109/TED.2015.2460264

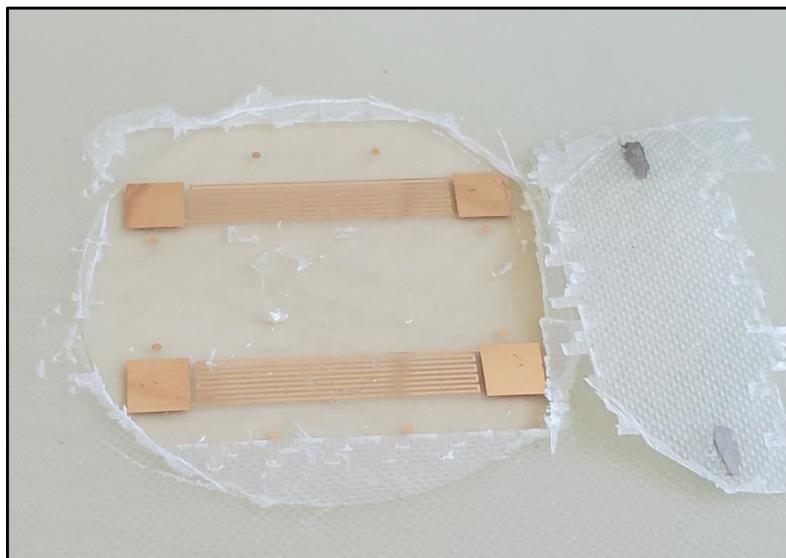
129. Rahman F, Carbaugh DJ, Wright JT, Rajan P, Pandya SG, Kaya S. A review of polymethyl methacrylate (PMMA) as a versatile lithographic resist – With emphasis on UV exposure. *Microelectronic Engineering*. 2020;224:111238. doi:10.1016/j.mee.2020.111238
130. Webb RC. FLEXIBLE, STRETCHABLE, BIOINTEGRATED ARRAYS OF ELECTRONIC THERMAL SENSORS AND ACTUATORS FOR ADVANCEMENTS IN CLINICAL MEDICINE. :240.
131. Kervran Y. *Cartographie d'un champ de pression induit par l'occlusion dentaire*. Rennes; 2016. 189 p.
132. Kapton® Summary of Properties. :20.
133. Salvatore GA, Münzenrieder N, Kinkeldei T, Petti L, Zysset C, Strebel I, et al. Wafer-scale design of lightweight and transparent electronics that wraps around hairs. *Nat Commun*. 2014;5(1):2982. doi:10.1038/ncomms3982
134. Van Ngoc H, Qian Y, Han SK, Kang DJ. PMMA-Etching-Free Transfer of Wafer-scale Chemical Vapor Deposition Two-dimensional Atomic Crystal by a Water Soluble Polyvinyl Alcohol Polymer Method. *Sci Rep*. 2016;6(1):33096. doi:10.1038/srep33096
135. Saada G, Layani M, Chernevousky A, Magdassi S. Hydroprinting Conductive Patterns onto 3D Structures. *Adv Mater Technol*. 2017;2(5):1600289. doi:10.1002/admt.201600289
136. Ng LWT, Zhu X, Hu G, Macadam N, Um D, Wu T-C, et al. Conformal Printing of Graphene for Single- and Multilayered Devices onto Arbitrarily Shaped 3D Surfaces. *Advanced Functional Materials*. 2019;29(36):1807933. doi:10.1002/adfm.201807933
137. Jiang J, Zhang S, Wang B, Ding H, Wu Z. Hydroprinted Liquid-Alloy-Based Morphing Electronics for Fast-Growing/Tender Plants: From Physiology Monitoring to Habit Manipulation. *Small*. 2020;16(39):2003833. doi:10.1002/sml.202003833
138. Gurusekaran A, Ahmad M, Ciocca M, Avancini E, Lugli P, Petti L. Analysis of Dispense and Water Transfer Printing as Fabrication Methods for UHF Antennas on 3D Printed Substrates. In: *2022 6th IEEE Electron Devices Technology & Manufacturing Conference (EDTM)*. 2022. p. 110-2. doi:10.1109/EDTM53872.2022.9797997
139. Harnois M, Himdi M, Yong WY, Rahim SKA, Tekkouk K, Cheval N. An Improved Fabrication Technique for the 3-D Frequency Selective Surface based on Water Transfer Printing Technology. *Sci Rep*. 2020;10(1):1714. doi:10.1038/s41598-020-58657-5
140. Huttunen O-H, Behfar MH, Hiitola-Keinänen J, Hiltunen J. Electronic Tattoo with Transferable Printed Electrodes and Interconnects for Wireless Electrophysiology Monitoring. *Advanced Materials Technologies*. 2022;7(8):2101496. doi:10.1002/admt.202101496
141. Taek Hong C, Yoo Y, Hun Kang Y, Ryu J, Yun Cho S, Jang K-S. Effect of film thickness and crystallinity on the thermoelectric properties of doped P3HT films. *RSC Advances*. 2015;5(15):11385-91. doi:10.1039/C4RA15681A
142. Panozzo D, Diamanti O, Paris S, Tarini M, Sorkine E, Sorkine-Hornung O. Texture Mapping Real-World Objects with Hydrographics. *Computer Graphics Forum*. 2015;34(5):65-75. doi:10.1111/cgf.12697

143. Harnois M, Garcia-Castro F, Herry G, De Sagazan O, Le Bihan F. Eco-designed Conformable Inorganic Electronics to Improve the End of Life of Smart Objects: Sensor Processing and Applications. *ACS Appl Electron Mater.* 2020;2(2):563-70. doi:10.1021/acsaelm.9b00807

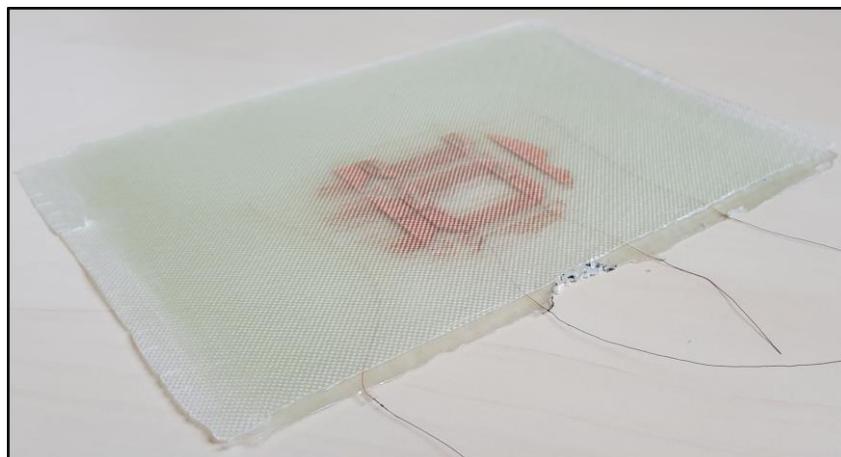
Annexes



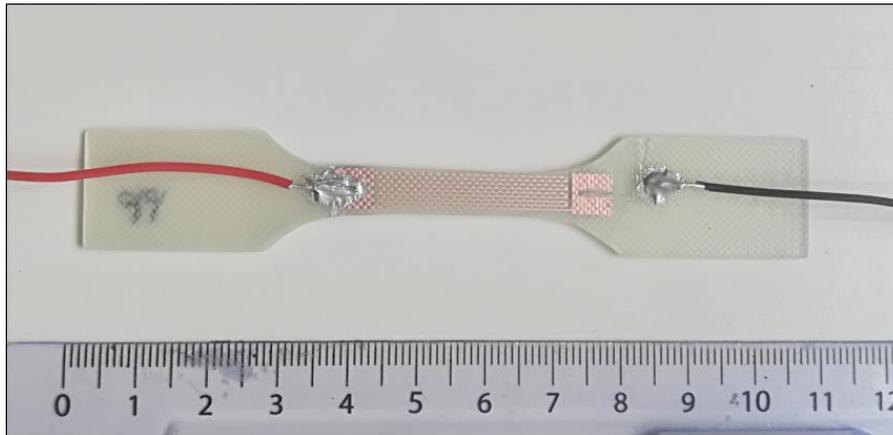
Annexe 1 : Schéma du principe de fonctionnement d'un dépôt ICP-CVD employé au sein de l'IETR.



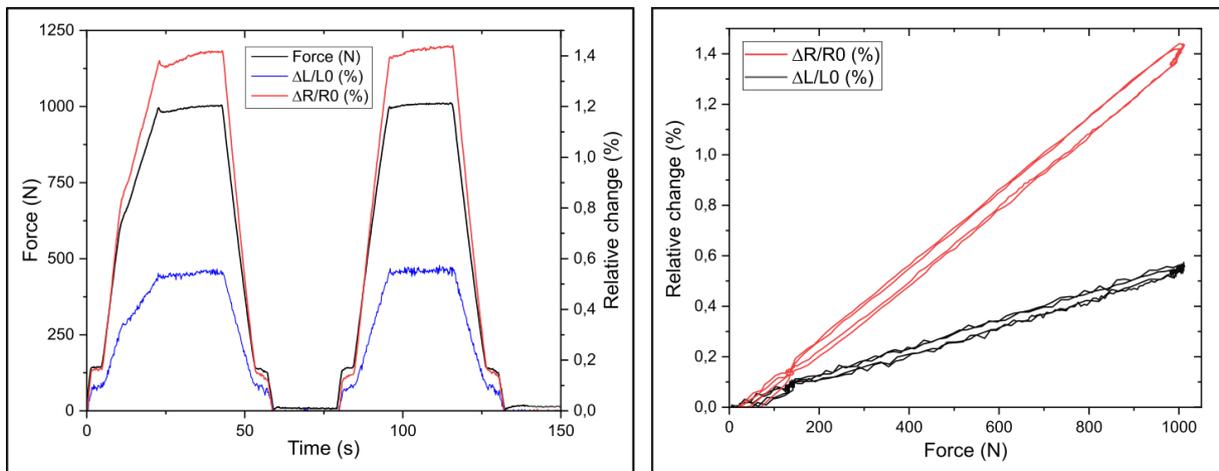
Annexe 2 : Délamination au niveau de la zone d'interface avec le pli fonctionnalisé à cause d'une présence de la couche de C_4F_8 .



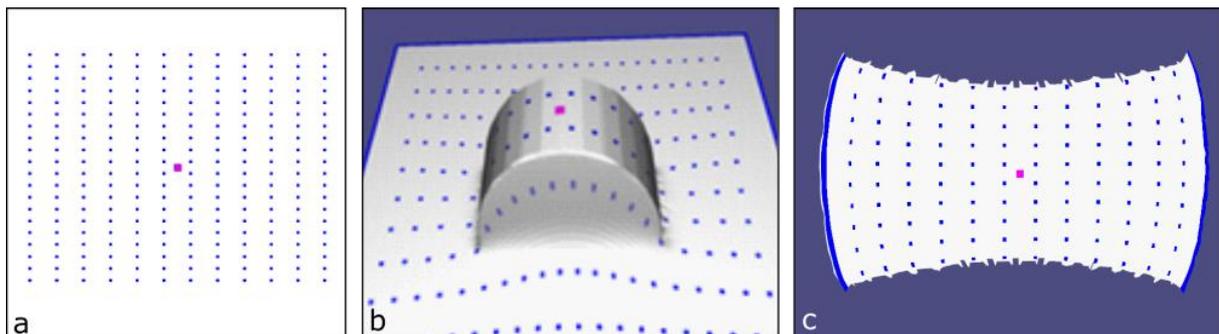
Annexe 3 : Image montrant les sorties de fils d'interconnexions sur les côtés.



Annexe 4 : Image d'une éprouvette découpée par laser intégrant une jauge métallique.



Annexe 5 : a) Graphiques de l'évolution au cours du temps lors de 2 cycles de traction de 0 à 1000 N à une vitesse de 2 mm.s^{-1} , de la déformation, de la variation relative de la résistance et de la force appliquée par le banc de traction sur une éprouvette composite instrumentée d'une jauge métallique sur substrat kapton, b) $\Delta L/L_0$ et $\Delta R/R_0$ fonction de la force appliquée.



Annexe 6 : Logiciel de compensation de déformation : a) fichier texture, b) visualisation du transfert à travers un objet demi-cylindrique, c) visualisation de compensation des contraintes du fichier texture pour l'objet sélectionné.

Titre : Etudes et développements de procédés de « transfer printing » pour l'intégration de jauges de contrainte au sein et à la surface de matériaux complexes.

Mots clés : impression par transfert, transfert hydrographique, jauges de contrainte silicium, électronique 3D, matériaux composites

Résumé : Ce travail de thèse porte sur l'étude et le développement d'un procédé d'intégration de jauges de contrainte sur et dans les matériaux de forme et de nature complexes, basé sur l'impression par transfert, aussi appelé « Transfer Printing ». La première partie de ce travail a consisté à définir l'environnement dans lequel le sujet s'inscrit afin de comprendre les enjeux qui poussent à développer de nouveaux procédés de fabrication non-conventionnels d'électronique. Dans un deuxième temps, des jauges de contrainte piézorésistives en silicium microcristallin dopé n ont été réalisées sur un premier substrat adapté à leur fabrication, pour être ensuite transférées sur de la fibre de verre dans le but d'être utilisée en tant que renfort d'une future pièce composite.

Afin de présenter le procédé dans une démarche applicative, nous nous sommes intéressés à la surveillance de l'intégrité des structures ; le SHM (Structural Health Monitoring), notamment pour la mesure de déformation dans les matériaux composites. La pièce composite instrumentée et ses capteurs ont été caractérisés sous des tests en flexion, en traction et en température.

Dans une dernière partie nous présentons une étude prospective sur l'impression hydrographique d'électronique ; aussi appelé « Water Transfer Printing », où des questions plus générales sur le domaine de l'électronique transférées ont pu être soulevées.

Title: Studies and development of transfer printing processes for integration of strain gauges within and on the surface of complex materials.

Keywords : transfer printing, water transfer printing, silicon strain gauge, 3D electronics, composite materials

Abstract : This thesis presents the study and development of a new process based on transfer printing for integrating strain gauges on and within materials of complex shape and nature. The first part of this work identifies and investigates the context of the subject, in order to understand the challenges that drive the development of new processes of nonconventional manufacturing of electronics. Secondly, piezoresistive strain gauges made of n-doped microcrystalline silicon have been deposited on a suitable substrate and then transferred on fiberglass used as a reinforcement of a future composite. In order to

present the process in an applicative approach, we were interested in SHM (Structural Health Monitoring), in particular for measuring the deformation in composite materials. The instrumented composite part and its sensors have been characterised under bending, tensile and temperature tests.

In a last part, we present a prospective study on water transfer printing of electronics, and discuss general questions and approaches in the field of transferred electronics.