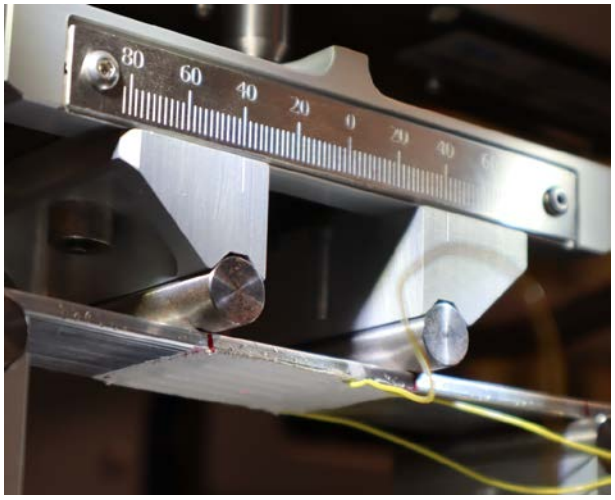
Thèse
de doctorat
de l'UTT

**Nicolas DELAVAULT**

# Fonctionnalisation électronique d'objets industriels par fabrication additive inorganique




**Champ disciplinaire :**
Sciences pour l'Ingénieur

**2025TROY0006** **Année 2025**

utt
UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE
TROYES

# THESE

*pour l'obtention du grade de*

## DOCTEUR
## de l'UNIVERSITE DE TECHNOLOGIE DE TROYES

## en SCIENCES POUR L'INGENIEUR

**Spécialité : MATERIAUX, MECANIQUE, OPTIQUE ET NANOTECHNOLOGIE**

*présentée et soutenue par*

**Nicolas DELAVAULT**

*le 12 février 2025*

# Fonctionnalisation électronique d'objets industriels par fabrication additive inorganique

## JURY

| | | |
|---|---|---|
| M. Laurent GREMILLARD | DIRECTEUR DE RECHERCHE INSA | Président |
| M. Alain BILLARD | PROFESSEUR DES UNIVERSITES | Rapporteur |
| M. Sébastien MERCIER | PROFESSEUR DES UNIVERSITES | Rapporteur |
| Mme Julie BOURRET | MAITRE DE CONFERENCES | Examinatrice |
| M. Tanguy LACONDEMINE | DOCTEUR | Examinateur |
| M. Jean-Christophe SANGLEBOEUF | PROFESSEUR DES UNIVERSITES | Examinateur |
| M. Manuel FENDLER | DIRECTEUR DE RECHERCHE CEA | Directeur de thèse |
| M. Frédéric SANCHETTE | PROFESSEUR DES UNIVERSITES | Directeur de thèse |

# REMERCIEMENTS

La vie est faite de trains qui passent. À nous de monter dedans ou de les ignorer. Parfois, au moment du choix, on connaît leur direction, parfois non. C'est dans ce dernier cas que peuvent apparaître les belles surprises.

C'est alors qu'à partir d'une punition parce qu'on refuse de travailler à l'école il est possible de se retrouver jusqu'au bac entouré et accompagné de la meilleure manière pour aller au bout de ses études supérieures.

C'est alors qu'en s'arrêtant sur un parking pour la fête des sports on finit par prendre une licence de tir à l'arc. Toutes ces années sur les pas de tir m'ont permis de rencontrer des personnes extraordinaires, des amis qui vous soutiennent et qui vous encouragent. Des années parfois de doutes et de souffrances qui m'ont permis de vivre des instants de bonheur et de joie intense, gravés à jamais dans ma mémoire.

C'est alors qu'à partir d'un choix un peu par défaut, on se retrouve à étudier le génie mécanique, entouré d'une bande de fous pensant qu'il est possible de faire avancer une voiture avec un moteur de débroussailleuse. Et le pire dans tout ça, c'est qu'on a fini par y arriver et gagner avec cette sacrée équipe.

C'est alors qu'avec la certitude que même le plus grand concepteur n'est rien sans connaissances des propriétés des matériaux on enchaine avec trois ans d'étude en génie des matériaux. Trois ans qui m'ont permis d'emmagasiner de nombreuses connaissances et de démarrer ma vie professionnelle avec les meilleures armes.

C'est alors qu'en postulant à un stage en pensant n'avoir aucune chance on se retrouve à passer 11 mois au Ripault. J'ai pu rencontrer des personnes formidables, qui ont grandement contribué à forger ma manière de travailler et qui resteront parmi mes plus belles rencontres professionnelles.

C'est alors qu'en pensant postuler à Grenoble, on atterrit à Metz à essayer pendant trois ans d'imprimer des jauges avec du ciment. Une idée un peu folle mais qui aura été rendu possible au bout de trois ans de travail, accompagné par toute une super équipe. Une idée qui m'aura permis de vivre des expériences incroyables, d'échanger avec des homologues dans des endroits où je n'aurai jamais imaginé aller. Alors je souhaite remercier toutes les personnes qui auront contribué de près ou de loin à cette thèse. Merci également à ceux qui prendront le temps de lire ces pages résumant ces années de travail.

Au-delà de toutes ces expériences, je tiens à remercier ma famille, ceux qui sont présents mais également ceux qui seraient fiers de voir le chemin que j'ai parcouru. Merci pour leur soutien sans faille, merci pour avoir fait de moi qui je suis aujourd'hui. Jamais je n'aurai pensé à un tel dénouement à cette expérience. Jamais je n'aurai imaginé fonder à mon tour une famille ici en Moselle, une famille qui remplit tous les jours ma vie de bonheur.

Alors oui, j'ai sans doute commis des erreurs. J'en ferai très certainement beaucoup d'autres. Mais une chose est certaine, jamais je ne regretterai mes choix et je continuerai de les assumer. La vie est faite de trains qui passent. On choisit de monter ou non, mais une fois à l'intérieur, on termine le voyage malgré les aléas de la voie.

# RESUME

L'objectif de cette thèse est d'apporter de nouvelles fonctions aux objets industriels. Dans l'industrie 5.0, les objets sont plus "intelligents", permettant une compréhension en temps réel de leur environnement. On parle alors d'intelligence des objets industriels (I-IoT). Afin de rendre cette transition adaptée aux nouveaux procédés de fabrication, une nouvelle voie de fonctionnalisation a émergé : l'électronique structurelle. Il s'agit alors de s'appuyer sur des procédés de fabrication additive pour intégrer l'électronique de manière optimale, au cœur des objets. Les conditions opérationnelles des procédés industriels sont également de plus en plus exigeantes. Il est donc nécessaire de coupler à l'exploration de nouveaux procédés l'utilisation de matériaux innovants. Pour cela, après une étape de sélection de matériaux, l'étude de leurs propriétés rhéologiques a permis le dépôt optimisé d'une piste conductrice sur un substrat métallique, présentant trois couches distinctes. La première couche "underclad" permet l'isolation électrique du composant et assure l'accroche sur le substrat métallique. La seconde couche apporte les propriétés conductrices à la jauge, ainsi que la capacité de mesure de déformation. Enfin, l'ultime couche permet une protection globale du composant des agressions externes. L'utilisation d'un composite conducteur à base cimentaire permet l'obtention de propriétés piézorésistives, entrainant la capacité du composant de lier une déformation mécanique à une variation de résistance électrique, ce qui a été vérifié lors d'essais de flexion 4 points.

Mots clés : Électronique imprimée / Jauges de contrainte / Impression 3D / Composites à matrice céramique

# ABSTRACT

The purpose of this thesis is to bring new functions to industrial objects. In this vision of Industry 5.0, objects are more “intelligent”, enabling real-time understanding of their environment. This is known as the industrial internet of things (I-IoT). To make this transition sustainable, fast and adapted to new manufacturing processes, a new functionalization approach has emerged: structural electronics. This involves using additive manufacturing processes to optimally integrate electronics into the very heart of objects. The operating conditions of industrial processes are also increasingly harsh. It is therefore necessary to combine the exploration of new processes with the use of innovative materials. To this end, after a material selection phase, the study of their extrusion properties enabled the optimized deposition of a conductive gauge on a metal substrate. This component has three distinct layers. The first layer, called “underclad”, insulates the component electrically and ensures its adhesion onto the metallic substrate. The second layer provides the gauge's conductive properties, as well as the ability to measure deformation. Finally, the last layer provides overall insulation to protect the component from external aggression. In this study, the use of a cementitious conductive composite enabled piezoresistive properties to be obtained, resulting in the component's ability to link a mechanical deformation to a variation in electrical resistance. This behavior was verified under both single and multiple cycle loading.

Keywords: Printed electronics / Strain gages / Three-dimensional printing / Ceramic-matrix composites

# TABLE DES MATIERES

**REMERCIEMENTS** ..... **- 2 -**

**RESUME** ..... **- 5 -**

**ABSTRACT** ..... **- 6 -**

**TABLE DES MATIERES** ..... **- 8 -**

**LISTE DES FIGURES** ..... **- 10 -**

**LISTE DES TABLEAUX** ..... **- 13 -**

**GLOSSAIRE** ..... **- 14 -**

**INTRODUCTION GENERALE** ..... **- 16 -**

**PARTIE 1. CAPTEURS PHYSIQUES, MESURE DE LA DEFORMATION EN CONDITIONS SEVERES ET OPPORTUNITES DE LA FABRICATION ADDITIVE D'ELECTRONIQUE** ..... **- 20 -**

**INTRODUCTION** ..... **- 21 -**

**1 - 1 ROLE ET FONCTIONNEMENT DES CAPTEURS PHYSIQUES** ..... **- 21 -**

1 - 1.1 LE CAPTEUR : COMPOSANT ESSENTIEL DE LA COLLECTE D'INFORMATIONS ..... - 21 -

1 - 1.2 FONCTIONNEMENT DES CAPTEURS INDIRECTS EXTENSOMETRIQUES ..... - 23 -

1 - 1.3 EXEMPLE D'APPLICATION D'UN CAPTEUR EXTENSOMETRIQUE ..... - 30 -

**1 - 2 PROBLEMATIQUE DE LA MESURE DE DEFORMATION EN CONDITIONS SEVERES** ..... **- 32 -**

1 - 2.1 LIMITES DES JAUGES D'EXTENSOMETRIE A HAUTES TEMPERATURES ..... - 32 -

1 - 2.2 SYSTEMES DE MESURE DE DEFORMATION A HAUTES TEMPERATURES ..... - 33 -

**1 - 3 OPPORTUNITE DE LA FABRICATION ADDITIVE POUR L'ELECTRONIQUE** ..... **- 38 -**

1 - 3.1 ÉVOLUTION DE L'ELECTRONIQUE : DU PCB, A L'ELECTRONIQUE IMPRIMEE EN 3D ..... - 38 -

1 - 3.2 LA FABRICATION ADDITIVE, UNE OPPORTUNITE D'INTEGRATION ET DE PACKAGING DES COMPOSANTS ELECTRONIQUES ..... - 40 -

**CONCLUSION** ..... **- 49 -**

**RÉFÉRENCES** ..... **- 51 -**

**PARTIE 2. DEPOT OPTIMISE D'ADHESIFS INORGANIQUES POUR LA FONCTIONNALISATION ELECTRONIQUE ..... - 59 -**

**INTRODUCTION ..... - 60 -**
**2 - 1 MISE EN PLACE DU PROCEDE DE DEPOT DIRECT DE PATE ..... - 60 -**
2 - 1.1 CHOIX DES MATERIAUX ..... - 60 -
2 - 1.2 PRESENTATION GLOBALE DU PROCEDE ..... - 64 -
2 - 1.3 COMPATIBILITE RHEOLOGIQUE DE L'ADHESIF CONDUCTEUR AVEC LES PROCEDES D'EXTRUSION ..... - 68 -
**2 - 2 MISE EN ŒUVRE DE LA COUCHE UNDERCLAD POUR LE COMPOSANT ..... - 70 -**
2 - 2.1 METHODE DE DEPOT DE LA COUCHE ISOLANTE ..... - 70 -
2 - 2.2 ADHERENCE DE LA COUCHE SUR SUBSTRAT METALLIQUE ..... - 72 -
2 - 2.3 INFLUENCE DE LA COUCHE D'UNDERCLAD SUR LA MESURE DE DEFORMATION ..... - 75 -
**2 - 3 IMPRESSION D'UNE PISTE INORGANIQUE REGULIERE ..... - 77 -**
2 - 3.1 EXTRUSION DE PATE INORGANIQUE CONDUCTRICE ..... - 77 -
2 - 3.2 OPTIMISATION DE LA PHASE DE DEPOT ..... - 85 -
2 - 3.3 VERIFICATION DE LA REGULARITE DE LA PISTE APRES OPTIMISATION ..... - 90 -
**CONCLUSION ..... - 93 -**
**RÉFÉRENCES ..... - 95 -**

**PARTIE 3. ÉTUDE DES PROPRIETES PIEZORESISTIVES DU COMPOSANT ..... - 97 -**

**INTRODUCTION ..... - 98 -**
**3 - 1 CARACTERISATION STRUCTURALE DE LA PISTE SENSIBLE ET PROPRIETES DE CONDUCTION ..... - 98 -**
3 - 1.1 ANALYSE DE LA STRUCTURE ET CORRESPONDANCE AVEC LES COMPOSITES A BASE CIMENTAIRE ..... - 98 -
3 - 1.2 ANALYSE DES MECANISMES DE CONDUCTION MIS EN JEUX DANS LE DEPOT ..... - 102 -
**3 - 2 PROPRIETES ELECTRIQUES DU COMPOSANT ..... - 104 -**
3 - 2.1 PROPRIETES DE CONDUCTION ..... - 104 -
3 - 2.2 DENSITE DE PUISSANCE ADMISSIBLE DU COMPOSANT ..... - 109 -
**3 - 3 PROPRIETES PIEZORESISTIVES DU COMPOSANT POUR LA MESURE DE DEFORMATION ..... - 112 -**
3 - 3.1 VARIATION DE LA RESISTANCE SOUS SOLLICITATION MECANIQUE ..... - 112 -
3 - 3.2 ANALYSE DE LA REPETABILITE DU COMPORTEMENT SOUS CYCLAGE MECANIQUE ..... - 117 -
**CONCLUSION ..... - 120 -**
**RÉFÉRENCES ..... - 122 -**

**CONCLUSION ET PERSPECTIVES ..... - 127 -**

# LISTE DES FIGURES

FIGURE 1 : ÉTAPES DE L'EVOLUTION DE L'INDUSTRIE DANS L'HISTOIRE ..... - 22 -
FIGURE 2 : SCHEMA DE MONTAGE D'UNE JAUGE SUR SUBSTRAT METALLIQUE (VUE DE DESSUS ET COUPE) - 23 -
FIGURE 3 :GEOMETRIE DE LA PISTE SENSIBLE D'UNE JAUGE[7]..... - 24 -
FIGURE 4 : ALLURE SIMPLIFIEE D'UNE COURBE CONTRAINTE / DEFORMATION EN TRACTION ..... - 24 -
FIGURE 5 : SCHEMA DE DEFORMATIONS D'UN CYLINDRE EN TRACTION ..... - 25 -
FIGURE 6 : DIRECTIONS DES CONTRAINTES PRINCIPALES (EN BLEU), AXES DE DEFORMATIONS ET AXES DES JAUGES DANS UNE ROSETTE ..... - 27 -
FIGURE 7 : SCHEMA DE MONTAGE EN PONT DE WHEATSTONE [9] ..... - 29 -
FIGURE 8 : EXEMPLE DE DISPOSITION DE JAUGES SUR UNE MANIVELLE DE VELO[10] ..... - 31 -
FIGURE 9 : ÉVOLUTION DE LA TENSION DE DESEQUILIBRE DANS UN PONT DE WHEATSTONE EN FONCTION DE LA FORCE APPLIQUEE [10] ..... - 31 -
FIGURE 10 : VARIATION DE DEFORMATION APPARENTE DE JAUGES SUR ACIER EN CONSTANTAN (I) ET EN KARMA (II) EN FONCTION DE LA TEMPERATURE [8] ..... - 32 -
FIGURE 11 : SCHEMA DE PRINCIPE D'UN MONTAGE DE PRISE DE VUE POUR CORRELATION D'IMAGES [20] .- 34 -
FIGURE 12 : PRINCIPE DU DUAL LIGHT PATH POUR LA MESURE DE DEFORMATION [21] ..... - 34 -
FIGURE 13 : JAUGE SOUDABLE [25]..... - 36 -
FIGURE 14 : SCHEMA DE PRINCIPE DE LA JAUGE DE COMPENSATION [8]..... - 36 -
FIGURE 15 : PHOTO D'ILLUSTRATION D'UN PCB AVEC LES DIFFERENTS COMPOSANTS ELECTRONIQUES ET LEURS INTERCONNEXIONS..... - 38 -
FIGURE 16 : PRINCIPE DE FABRICATION D'ELECTRONIQUES 3D PAR FABRICATION ADDITIVE POLYMERE ET INJECTION DE METAL LIQUIDE [31] ..... - 40 -
FIGURE 17 : PRINCIPE DE L'ACTIVATION ALCALINE [36] ..... - 42 -
FIGURE 18 : STRUCTURES TYPES D'ACTIVATEURS ALCALINS [39] ..... - 42 -
FIGURE 19 : MECANISMES DE CONDUCTION ELECTRIQUE DANS LES MATERIAUX A PERCOLATION ..... - 44 -
FIGURE 20 : SCHEMATISATION DU PHENOMENE DE PERCOLATION ET BAISSE DE LA RESISTIVITE ASSOCIEE AU SEUIL DE PERCOLATION [47]..... - 44 -
FIGURE 21 : EXEMPLES DE VARIATION DE RESISTANCE DE JAUGES PIEZORESISTIVES AU COURS DU TEMPS SOUS SOLLICITATION MECANIQUE CYCLIQUES. NATURE DES CHARGES : NANOTUBES DE CARBONE DANS UNE MATRICE A) CAOUTCHOUC OU B) SILICONE [50 - 51] ..... - 45 -
FIGURE 22 : PHENOMENES DE PICS A LA DECHARGE. NATURE DES CHARGES : NANOTUBES DE CARBONE DANS UNE MATRICE A) CAOUTCHOUC OU B) TPU [50], [52] ..... - 46 -
FIGURE 23 : INFLUENCE DU MELANGE DE PARTICULES (NANOTUBES DE CARBONE A), NOIR DE CARBONE B) OU MELANGES DE CHARGES C)) SUR LE COMPORTEMENT DES JAUGES [50], [53]..... - 46 -
FIGURE 24 : VARIATION D'ALLURE DE COURBES RESISTANCE DEFORMATION SUIVANT L'ORIENTATION DES CHARGES PAR UN CHAMP MAGNETIQUE (MF) [48]..... - 47 -
FIGURE 25 : RELATION D'AUGMENTATION DU FACTEUR DE JAUGE AVEC L'AUGMENTATION DE RESISTANCE INITIALE DE LA JAUGE, [54 - 55]..... - 48 -
FIGURE 26 : FORMULES CHIMIQUES DES COMPOSANTS DES ADHESIFS, A) ALUMINO-SILICATE, B) POTASSIUM POLYSILICATE), C) LITHIUM POLYSILICATE..... - 63 -

FIGURE 27 : IDENTIFICATION DES COMPOSANTS DES PARTICULES SOLIDES DES ADHESIFS A PARTIR DES SPECTRES DRX DU A) CONDUCTEUR ET DE B) L'ISOLANT. - 64 -
FIGURE 28 : SCHEMATISATION (EN COUPE) DE LA SUPERPOSITION DE COUCHES RECHERCHEE - 65 -
FIGURE 29 : ÉTAPES DE TRAITEMENTS THERMIQUES DU PROCEDE DE MISE EN ŒUVRE DES MATERIAUX ISOLANTS ET CONDUCTEURS - 65 -
FIGURE 30 : INFLUENCE DE LA VITESSE DE MONTEE EN TEMPERATURE SUR LA CONTINUITE DES PISTES DEPOSES (ADHESIF CONDUCTEUR) - 66 -
FIGURE 31 : TRAITEMENTS THERMIQUES DE SOLIDIFICATION POUR LES ADHESIFS CONDUCTEUR ET ISOLANT - 66 -
FIGURE 32 : A) PRINCIPE DE DEPOT AU PINCEAU ET B) EXEMPLE DE PINCEAUX UTILISES - 67 -
FIGURE 33 : SCHEMAS DE PRINCIPE DES DEPOTS PAR EXTRUSION DE PATE A) PAR PISTON ET B) PAR VIS SANS FIN - 67 -
FIGURE 34 : IMPRIMANTE 3D MULTI-TETES ZMOPRH ET TETE D'EXTRUSION DE PATE - 68 -
FIGURE 35 : SCHEMA DE PRINCIPE DES TESTS RHEOLOGIQUES EN A) OSCILLATION ET B) ROTATION - 69 -
FIGURE 36 : COURBE TYPE D'ECOULEMENT DE L'ADHESIF CONDUCTEUR - 69 -
FIGURE 37 : ÉVOLUTION TYPE DE G' ET G'' EN FONCTION DE $\gamma$ - 70 -
FIGURE 38 : ÉTATS DES DEPOTS SELON LES TECHNIQUES DE MISE EN ŒUVRE A) PAR EXTRUSION ET B) PAR DEPOT AU PINCEAU - 71 -
FIGURE 39 : A) COLLAGE D'UN PION POUR LES ESSAIS DE PULL TEST, B) SOLLICITATION DU PION LORS DU PULL TEST ET C) ILLUSTRATION DE L'APPAREIL DE TEST AUTOMATIQUE (B ET C TIRES DE LA NORME ASTM D4541-22) - 73 -
FIGURE 40 : DESOLIDARISATION DU PION SELON A) RUPTURE COHESIVE B) RUPTURE ADHESIVE ET C) DEFAUT DE COLLE - 74 -
FIGURE 41 : REPRESENTATION DE LA CONTRAINTE MAXIMALE A L'ARRACHEMENT $\sigma A$ - 74 -
FIGURE 42 : RUPTURE ADHESIVE A L'INTERFACE SUBSTRAT / UNDERCLAD - 74 -
FIGURE 43 : VUES EN COUPE AU MICROSCOPE OPTIQUE D'UN DEPOT A) UNDERCLAD / COUCHE CONDUCTRICE ET B) DU COMPOSANT COMPLET AVEC SON OVERCLAD - 75 -
FIGURE 44 : MESURES OPTIQUES D'EPAISSEUR DE L'UNDERCLAD - 76 -
FIGURE 45 : ÉVOLUTION A) DES MESURES ET B) DE LA MOYENNE DES MESURES EN FONCTION DES COUPES OBSERVEES - 76 -
FIGURE 46 : PARAMETRES D'IMPRESSION POUR EXTRUSION PAR PISTON - 77 -
FIGURE 47 : VARIATION DE DEBIT EN FONCTION DE LA CONSISTANCE DE PATE - 78 -
FIGURE 48 : ÉVOLUTION DE LA LARGEUR ET DE L'EPAISSEUR DE DEPOT EN FONCTION DU PARAMETRE $Vsv$ (IMPRESSION PAR PISTON) - 81 -
FIGURE 49 : COMPOSITION DE LA TETE VIPROHEAD® - 82 -
FIGURE 50 : COMPOSITION GCODE POUR IMPRESSION 3D - 83 -
FIGURE 51 : PARAMETRE D'IMPRESSION POUR EXTRUSION PAR VIS SANS FIN - 86 -
FIGURE 52 : ÉVOLUTION DES COURBES D'ECOULEMENT AVEC LA DILUTION DE LA PATE CONDUCTRICE - 86 -
FIGURE 53 : VALEURS D'ETUDE DE LA QUALITE DE DEPOT SUR LA LARGEUR OBTENUE - 88 -
FIGURE 54 : PRINCIPE DE MESURE DE LARGEUR DE PISTE PAR ANALYSE D'IMAGES - 88 -
FIGURE 55 : ÉVOLUTION DE $\Delta Wav$ EN FONCTION DES NIVEAUX DE CHAQUE FACTEUR - 89 -
FIGURE 56 : ÉVOLUTION DE LA SECTION DE CONDUCTEUR PAR JAUGE, A DIFFERENT NIVEAU DE DILUTION. - 91 -
FIGURE 57 : ÉVOLUTION DE LA LARGEUR DE CONDUCTEUR SELON LA JAUGE - 92 -
FIGURE 58 : ÉCART ENTRE LA VALEUR DE LONGUEUR THEORIQUE ET LA VALEUR DE LONGUEUR MESUREE. - 93 -
FIGURE 59 : ÉVOLUTION DE LA LONGUEUR DE CONDUCTEUR SELON LA JAUGE - 93 -

FIGURE 60 : IMAGE MEB D'UNE COUPE TRANSVERSALE ET ANALYSE CHIMIQUE EDS DU DEPOT CONDUCTEUR ..- 99 -
FIGURE 61 : IMAGE MEB D'UNE COUPE TRANSVERSE ET CARTOGRAPHIES CHIMIQUES EDS A L'INTERFACE ISOLANT / CONDUCTEUR DU A) SILICIUM, B) OXYGENE ET C) SILICIUM / OXYGENE .....- 99 -
FIGURE 62 : IMAGE MEB ET CARTOGRAPHIE EDS DU NICKEL DANS LE DEPOT CONDUCTEUR.....- 100 -
FIGURE 63 : IMAGE MEB ET CARTOGRAPHIES EDS A) DU SILICIUM, B) DE L'OXYGENE ET C) DU COUPLE SILICIUM / OXYGENE DANS LE DEPOT CONDUCTEUR.....- 100 -
FIGURE 64 : SCHEMA D'ALCALI-REACTION EN DEUX ETAPES (A ET B) SELON LE MODELE DE POWERS ET STEINOUR, [5] .....- 101 -
FIGURE 65 : REPRESENTATION SCHEMATIQUE DE L'AGENCEMENT DES PARTICULES DANS LE DEPOT CONDUCTEUR .....- 101 -
FIGURE 66 : MOUVEMENT THEORIQUE DES IONS DANS UN MATERIAU GENERIQUE A ACTIVATION ALCALINE [12].....- 104 -
FIGURE 67 : A) PRINCIPE DE LA MESURE KELVIN ET B) MESURE PAR POINTES DE PRECISION .....- 105 -
FIGURE 68 : ÉVOLUTION DE LA RESISTIVITE DES PISTES SELON LES COUPES.....- 106 -
FIGURE 69 : ÉVOLUTION DE LA RESISTIVITE DES PISTES SELON LES JAUGES .....- 107 -
FIGURE 70 : ÉVOLUTION DE LA RESISTIVITE DES PISTES AVEC LE TAUX DE DILUTION.....- 109 -
FIGURE 71 : A) DIMENSIONS (MM) DE LA PISTE CONDUCTRICE B) DEPOSEE ET ISOLEE SUR SUBSTRAT INOX - 110 -
FIGURE 72 : MONTAGE DE MESURE DE TEMPERATURE .....- 111 -
FIGURE 73 : ÉVOLUTION DE LA TEMPERATURE D'ECHAUFFEMENT EN FONCTION DE LA PUISSANCE ELECTRIQUE APPLIQUEE.....- 112 -
FIGURE 74 : MONTAGE EN QUART DE PONT AVEC CONDITIONS D'APPARITION D'UNE TENSION DE DESEQUILIBRE.....- 113 -
FIGURE 75 : SCHEMA DE MONTAGE 3 FILS ET POINTS DE MESURE DE POTENTIEL.....- 113 -
FIGURE 76 : A) SCHEMA DU MONTAGE ELECTRONIQUE D'ANALYSE ET B) ILLUSTRATION DU DISPOSITIF SUR PLATINE DE DEVELOPPEMENT.....- 114 -
FIGURE 77 : MONTAGE DE LA JAUGE SELON LE TEST DE FLEXION 4 POINTS.....- 114 -
FIGURE 78 : DIMENSIONS ADOPTEES DANS LES TESTS DE FLEXION 4 POINTS .....- 115 -
FIGURE 79 : ÉVOLUTION DE LA REPONSE ELECTRIQUE DU COMPOSANT ET DU CHARGEMENT EN FONCTION DU TEMPS DE L'ESSAI .....- 115 -
FIGURE 80 : VARIATION DE LA RESISTANCE DE LA JAUGE EN FONCTION DE LA DEFORMATION DU SUBSTRAT LORS D'UN CYCLE DE CHARGEMENT/DECHARGEMENT MECANIQUE.....- 116 -
FIGURE 81 : ÉVOLUTION DU COMPORTEMENT ELECTRIQUE DE LA JAUGE LORS DE 10 CYCLES DE SOLLICITATION A 0.1 % DE DEFORMATION .....- 117 -
FIGURE 82 : VARIATION DE TENSION DE DESEQUILIBRE DU PONT A LA SUITE DU PHENOMENE DE PERCOLATION DANS LA JAUGE (SANS SOLLICITATION MECANIQUE) .....- 118 -
FIGURE 83 : ÉVOLUTION DU COMPORTEMENT ELECTRIQUE LORS DE LA JAUGE LORS DE 4 CYCLES DE FLEXION A 0,4 % DE DEFORMATION .....- 119 -
FIGURE 84 : ÉVOLUTION DE LA TENSION DE DESEQUILIBRE DU PONT ALIMENTE EN COURANT ALTERNATIF 50 HZ (SANS SOLLICITATION MECANIQUE) .....- 120 -

# LISTE DES TABLEAUX

TABLEAU 1 : EXEMPLES COURANT DE CORPS D'EPREUVE SELON LA SOLLICITATION [9] ..... - 30 -
TABLEAU 2 : TEMPERATURE DE PYROLYSE DES MATERIAUX USUELS DE COUCHE ISOLANTE [11 - 14]..... - 33 -
TABLEAU 3 : PROPRIETES DES ADHESIFS ISOLANTS HAUTE TEMPERATURE ..... - 62 -
TABLEAU 4 : PROPRIETES DES ADHESIFS CONDUCTEURS HAUTE TEMPERATURE ..... - 62 -
TABLEAU 5 : COMPOSITIONS THEORIQUES DES ADHESIFS SELON LES FICHES DE SECURITE ..... - 63 -
TABLEAU 6 : DETAILS DES MESURES D'EPAISSEUR DE L'UNDERCLAD ..... - 76 -
TABLEAU 7 : VALEURS ASSIGNEES AUX NIVEAUX DE CHAQUE FACTEUR POUR L'IMPRESSION PAR PISTON ... - 79 -
TABLEAU 8 : COMBINAISONS DE PARAMETRES TESTEES ET DEBITS CORRESPONDANTS POUR L'IMPRESSION PAR PISTON ..... - 79 -
TABLEAU 9 : NIVEAUX DES PARAMETRES D'IMPRESSION PAR VIS SANS FIN ET VALEURS CORRESPONDANTES - 89 -
TABLEAU 10 : PERMUTATIONS DES PARAMETRES ET VALEURS DE $\Delta Wav$ CORRESPONDANTES..... - 89 -
TABLEAU 11 : VALEURS DE PARAMETRES D'IMPRESSION CHOISIES POUR UN DEPOT REGULIER PAR VIS SANS FIN ..... - 90 -
TABLEAU 12 : MESURES MORPHOLOGIQUES, LONGUEUR, LARGEUR, SECTION, DES JAUGES..... - 91 -
TABLEAU 13 : MESURES DE PROPRIETES ELECTRIQUES DES PISTES CONDUCTRICES INORGANIQUES..... - 106 -
TABLEAU 14 : MESURES DE RESISTIVITE DES PISTES CONDUCTRICES, A PLUSIEURS TAUX DE DILUTION ..... - 108 -
TABLEAU 15 : RELEVE DE TEMPERATURES POUR CHAQUE TENSION APPLIQUEE SUR LA PISTE ..... - 111 -

# GLOSSAIRE

- ◊ (I-)IOT : "(Industrial) Internet of Things", Internet des objets (industriels)
- ◊ EDS : "Energy Dispersive Spectroscopy", Spectroscopie par dispersion d'énergie
- ◊ ECCC :"Electrically Conductive Cementitious Composite", Composite conducteur à base cimentaire
- ◊ DRX : Diffraction des Rayons X
- ◊ PCB : "Printed Circuit Board", Circuit imprimé
- ◊ AAM : "Alkali Activated Material", Matériau à activation alcaline
- ◊ $\sigma$ : Écart-type (statistique), Conductivité (électricité), Contrainte (mécanique)
- ◊ $\frac{\Delta x}{x}$ : Variation relative d'une valeur $x$
- ◊ $K$ : Facteur de jauge-
- ◊ $U_S$ : Tension de sortie du pont de jauge
- ◊ $U_E$ : Tension d'entrée du pont de jauge
- ◊ $R$ : Résistance électrique
- ◊ $\rho$ : Résistivité
- ◊ $\varepsilon$ : Déformation
- ◊ $\nu$ : Coefficient de Poisson
- ◊ $E$ : Module d'Young
- ◊ $Ig_z$ : Moment quadratique
- ◊ $Mf_z$ : Moment de flexion
- ◊ $\gamma$ : Déformation (rhéologie)
- ◊ $\dot{\gamma}$ : Taux de déformation (rhéologie)
- ◊ $\eta$ : Viscosité
- ◊ $G'$ : Module de conservation (rhéologie)
- ◊ $G''$ : Module de perte (rhéologie)
- ◊ $\tau$ : Cisaillement (rhéologie)
- ◊ $\varnothing$ : Diamètre de buse
- ◊ $V_S$ : Vitesse de la pâte en sortie de buse
- ◊ $Q$ : Débit en sortie de buse
- ◊ $V_E$ : Vitesse de rotation du moteur d'extrusion
- ◊ $v$ : Vitesse d'avance de la tête d'impression

# INTRODUCTION GENERALE

Au fil des révolutions successives, l'industrie s'est adaptée pour gagner en productivité, qualité, etc. Après être passée progressivement de l'industrie 1.0 avec la machine à vapeur à l'industrie 4.0 avec le numérique, l'usine du futur évolue vers l'industrie 5.0. Pour cela, elle s'appuie sur 3 piliers majeurs ; une industrie humano-centrée, durable et adaptable. L'humain est alors replacé au cœur même de la prise de décision afin de s'adapter rapidement aux diverses évolutions et garantir une vision orientée vers un développement durable.

Il est nécessaire de s'appuyer sur une vision en temps réel de l'environnement industriel. Celle-ci a été fortement améliorée à la suite de l'arrivée de l'I-IoT ("Industrial Internet of Thing", ou internet des objets industriels) lors de la précédente révolution industrielle. La démocratisation de cette solution est issue d'une fabrication d'une grande quantité de capteurs avec l'avènement des appareils mobiles communicants. Le coût économique de la fabrication de composants électroniques ayant diminué avec l'usage massif et la mondialisation, la production asiatique de cartes électroniques classiques (PCB) n'a cessé d'augmenter. Le coût écologique d'une telle situation n'est malheureusement pas négligeable. Vers l'objectif d'un développement plus durable de l'industrie, il est donc nécessaire de diminuer drastiquement cette production massivement délocalisée afin de revenir vers une production à la demande, au plus près du lieu d'utilisation, en limitant l'exploitation des matériaux en tension et en polluant moins.

Dans ce but, les efforts de recherche se sont progressivement orientés vers l'impression de fonctions électroniques directement sur les objets fabriqués. Ainsi, en s'affranchissant de l'étape d'intégration d'une carte électronique complète, c'est l'objet lui-même qui devient le support du circuit électronique. Différents moyens existent actuellement pour obtenir ce type d'objets :

- "In Mold Electronics" : Une feuille de plastronique est thermoformée afin de devenir l'enveloppe extérieure de l'objet souhaité. Les fonctions électroniques sont alors apportées directement en surface de l'objet. Cette technique est particulièrement utilisée pour la fabrication d'interfaces homme-machine.
- "Electronics on 3D" : Dans ce cas, on retrouve des fonctions électroniques apportées directement sur la surface de l'objet à instrumenter. La technique privilégiée est l'extrusion de pâte afin d'obtenir des interconnexions entre les composants. Ceux-ci sont généralement apposés en surface par "pick and place". Certaines techniques comme le "Laser Direct Structuring" (LDS) permettent la création de pistes conductrices en surface des objets par voie électrolytique. Des particules métalliques contenues dans le matériau

polymère de l'objet sont mises à nues par le passage d'un laser puis recouvertes d'une couche de cuivre.

- "Fully 3D" : L'électronique souhaitée est co-réalisée avec l'objet, permettant une intégration complète des interconnexions dans le volume de l'objet. C'est la voie de développement privilégiée actuellement pour une intégration optimisée des capteurs dans les objets industriels.

L'utilisation de ces nouvelles méthodes de fabrication repose majoritairement sur l'usage de matériaux organiques. Ceux-ci, généralement sous forme de pâtes conductrices, permettent une interconnexion et un maintien efficace (électriquement et mécaniquement) des composants jusqu'à des températures excédant rarement les 300 °C. Il est alors difficile d'envisager une intégration de composants dans des objets dont les conditions de fonctionnement sont de plus en plus poussées à l'extrême, notamment à hautes températures.

L'objectif de cette étude est donc de travailler sur des matériaux adaptés aux conditions opérationnelles. Afin d'être en accord avec l'utilisation des objets dans des environnements de plus en plus contraints, en termes de température notamment, cette fonctionnalisation s'effectuera à l'aide de matériaux entièrement inorganiques.

Un premier chapitre (Partie 1) vise à apporter des clés de compréhension sur le fonctionnement des capteurs physiques actuels. Ceux-ci étant généralement basés sur une traduction des phénomènes à mesurer en déformation via l'usage d'un corps d'épreuve, un second focus concernera les méthodes de mesure de déformation. Notre étude visant à adresser des conditions opérationnelles sévères, les spécificités de mesure dans ce cas ainsi que leurs limites sont également explorées. Afin de pallier ces limites, des techniques de fabrication additive ont été explorées, notamment certaines compatibles avec l'utilisation de matériaux conducteurs inorganiques. Les modes de conduction électrique dans ceux-ci ont été étudiés afin de vérifier une potentielle compatibilité avec la mesure de déformation.

Le second chapitre (Partie 2) de ce travail est axé sur la mise en œuvre du procédé de dépôt direct de pâte inorganique sur des substrats métalliques. Après une première étape de choix des matériaux sur la base des caractéristiques techniques et rhéologiques, le procédé complet est présenté. Ce procédé, scindé en trois étapes principales, permet l'obtention d'un composant conducteur en surface d'un objet métallique. Un focus a été réalisé sur deux des trois couches constituant le composant. Tout d'abord, une méthode de dépôt optimale a été déterminée pour élaborer la couche isolante. Les propriétés d'adhérence et l'influence de cette couche sur la mesure de déformation du substrat ont également été évaluées. Ensuite, l'étape critique d'obtention du dépôt de la piste conductrice a été étudiée. Deux variantes des méthodes d'extrusion de pâte ont été testées afin d'identifier celle donnant les résultats optimaux. Ainsi, nous avons montré que nous étions capables, à partir de matériaux détournés de leur usage, de déposer un composant inorganique sur une surface.

Le dernier chapitre (Partie 3) traite des propriétés fonctionnelles du composant pour l'application jauge de déformation. Pour cela, on se compare notamment aux structures de matériaux issus du domaine des composites conducteurs à base cimentaire. Ainsi, il est possible d'établir des hypothèses concernant les modes de conduction dans la piste active et de vérifier qu'ils sont compatibles avec l'obtention de propriétés piézorésistives. Afin d'établir les règles de conception et les modes opératoires pour l'utilisation de notre composant, les propriétés électriques des constituants ont été déterminées. Les propriétés de conduction permettent de concevoir la jauge afin de viser une résistance donnée tandis que la détermination de la densité de puissance admissible permet de garantir une absence d'échauffement d'origine électrique. Enfin, le composant, soumis à une sollicitation mécanique, montre une variation de sa résistance qui peut être attribuée à un phénomène piézorésistif. Ce comportement est observé aussi bien sur un cycle que sur une multiplication de ceux-ci.

# Partie 1. CAPTEURS PHYSIQUES, MESURE DE LA DEFORMATION EN CONDITIONS SEVERES ET OPPORTUNITES DE LA FABRICATION ADDITIVE D'ELECTRONIQUE

## Table des matières


**INTRODUCTION ..... - 21 -**

**1 - 1 ROLE ET FONCTIONNEMENT DES CAPTEURS PHYSIQUES ..... - 21 -**

1 - 1.1 LE CAPTEUR : COMPOSANT ESSENTIEL DE LA COLLECTE D'INFORMATIONS ..... - 21 -

1 - 1.2 FONCTIONNEMENT DES CAPTEURS INDIRECTS EXTENSOMETRIQUES ..... - 23 -

1 - 1.2.1 La jauge d'extensométrie, élément essentiel de la mesure ..... - 23 -

1 - 1.2.2 De la jauge au capteur, le rôle du corps d'épreuve ..... - 29 -

1 - 1.3 EXEMPLE D'APPLICATION D'UN CAPTEUR EXTENSOMETRIQUE ..... - 30 -

**1 - 2 PROBLEMATIQUE DE LA MESURE DE DEFORMATION EN CONDITIONS SEVERES ..... - 32 -**

1 - 2.1 LIMITES DES JAUGES D'EXTENSOMETRIE A HAUTES TEMPERATURES ..... - 32 -

1 - 2.2 SYSTEMES DE MESURE DE DEFORMATION A HAUTES TEMPERATURES ..... - 33 -

1 - 2.2.1 Mode sans contact ..... - 33 -

1 - 2.2.2 Mode avec contact ..... - 34 -

**1 - 3 OPPORTUNITE DE LA FABRICATION ADDITIVE POUR L'ELECTRONIQUE ..... - 38 -**

1 - 3.1 ÉVOLUTION DE L'ELECTRONIQUE : DU PCB, A L'ELECTRONIQUE IMPRIMEE EN 3D ..... - 38 -

1 - 3.2 LA FABRICATION ADDITIVE, UNE OPPORTUNITE D'INTEGRATION ET DE PACKAGING DES COMPOSANTS ELECTRONIQUES ..... - 40 -

1 - 3.2.1 Le défi des conditions extrêmes : exemple des hautes températures ..... - 40 -

1 - 3.2.2 Procédé robocasting pour le dépôt de pâtes inorganiques ..... - 42 -

**CONCLUSION ..... - 49 -**

**RÉFÉRENCES ..... - 51 -**

# Introduction

Cette première partie pose les bases de l'étude. Dans le domaine de l'industrie 4.0, le capteur revêt un rôle central dans la chaine de valeur des objets industriels en permettant la collecte des données. Une des familles de capteurs repose sur l'utilisation de l'extensométrie afin de traduire, via l'intermédiaire d'un corps d'épreuve, une donnée physique en signal électrique exploitable. On parle alors de capteurs physiques. Cependant, ce type de capteur présente des limites pour leur utilisation en conditions sévères (hautes températures par exemple). Celles-ci peuvent aussi bien se situer au niveau du matériau que du comportement électrique. Différentes méthodes de mesures peuvent alors se substituer à l'extensométrie classique pour des applications industrielles sévères. Elles peuvent être de différents types (avec ou sans contact) mais présentent également certaines limites d'utilisation. L'utilisation de la fabrication additive dans le milieu de l'électronique est récemment apparue comme une solution permettant une intégration facilitée des capteurs. La principale limite de cette famille des techniques est cependant l'utilisation majoritaire de matériaux organiques pour la mise en œuvre des pistes conductrices. Pour nous permettre de mettre au point une jauge de déformation inorganique, compatible avec les hautes températures, on s'inspirera alors des propriétés des matériaux à activation alcaline. Ceux-ci, chargés avec des particules conductrices et mis en œuvre par extrusion, doivent permettre une fonctionnalisation électronique inorganique d'objets métalliques.

## 1 - 1 Rôle et fonctionnement des capteurs physiques

### 1 - 1.1 Le capteur : composant essentiel de la collecte d'informations

Au cours du temps, l'industrie est passée par différentes étapes, permettant l'amélioration des rendements ainsi que la qualité des pièces produites. Après être passée par 3 révolutions majeures, on parle maintenant de l'industrie 4.0 (Figure 1). Cette nouvelle révolution industrielle s'appuie sur une brique technologique essentielle, l'internet des objets industriels (I-IoT), [1]. On parle alors d'un système complet, comprenant des objets intelligents, des systèmes cyber-physiques et les technologies d'informations, tous connectés ensemble au travers d'un réseau, dématérialisé ou non.

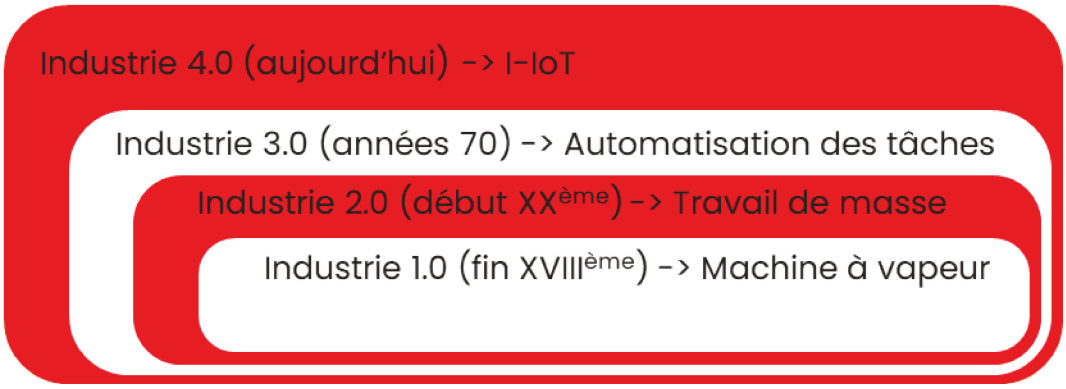



*Figure 1 : Étapes de l'évolution de l'industrie dans l'histoire*

L'I-IoT est un concept qui permet, au sein d'un environnement industriel, d'optimiser la production de valeur en s'appuyant sur un accès intelligent, direct et autonome à toute la chaine de collecte, d'analyse et de transmission de données issues des produits et des procédés, [2]. Ce concept repose ainsi sur quatre briques élémentaires [3] :

- La collecte : capacité à capturer des données relatives au fonctionnement de la pièce ou de l'outil et à son environnement
- Le transfert : Capacité à communiquer avec des sous-ensembles adjacents
- La fusion : Capacité à analyser et stocker les données acquises
- La visualisation : Capacité à réagir aux sollicitations grâce à l'analyse des données

La première de ces briques est très importante. La collecte de données s'effectue par l'intermédiaire d'une chaîne de mesures, composée de plusieurs éléments (capteur, transducteur, transmetteur, etc.) [4]. Parmi tous ces éléments, le capteur est à la source de la prise d'informations, en réponse à la grandeur à mesurer. Il est ensuite chargé de transmettre la mesure au reste de la chaîne. On a alors deux types de transmission possibles :

- La variation physique à mesurer est directement traduisible en variable électrique. On parle alors de transmission directe. Certaines sondes de mesure de pH fonctionnent par transmission directe par exemple.
- La variation physique à mesurer nécessite une transformation préalable à la traduction en grandeur électrique. Par opposition au premier type de transmission, on a alors une transmission indirecte. Ce type de transmission peut être illustré par un capteur de force à jauge d'extensométrie. Le capteur se compose de deux éléments distincts : le corps d'épreuve qui, sous l'action de la force à mesurer va se déformer, et la jauge d'extensométrie qui va transformer la déformation détectée en signal électrique [4].

Parmi les différentes catégories de capteurs, on a notamment ceux qui fonctionnent par variation de résistance [4 - 6]. Il en existe différents types en fonction de l'application :

- Les capteurs potentiométriques : un potentiomètre mesure une tension $V_S$ entre un curseur mobile (indiquant le déplacement) et l'extrémité d'une résistance d'impédance fixée.
- Les capteurs extensométriques : l'élément résistif est une jauge d'extensométrie montée en pont de Wheatstone. La variation relative de résistance $\frac{\Delta R}{R}$ de la jauge avec sa longueur permet de remonter à l'allongement $\frac{\Delta l}{l}$ du corps d'épreuve, grâce au facteur de jauge.
- Les capteurs à jauge piézorésistives : les propriétés piézoélectriques des matériaux constituant la jauge entrainent une variation de la résistance avec la déformation.

Dans la suite de notre étude, on se concentrera sur les capteurs indirects extensométriques, très répandus dans le contrôle et l'asservissement des procédés industriels. Ces capteurs sont composés de deux éléments principaux : l'élément sensible (une ou plusieurs jauges d'extensométrie) et le corps d'épreuve (élément subissant le phénomène à mesurer).

## 1 - 1.2 Fonctionnement des capteurs indirects extensométriques

### *1 - 1.2.1 La jauge d'extensométrie, élément essentiel de la mesure*

Dans un capteur extensométrique, l'élément clé est la jauge d'extensométrie. Elle se compose de deux parties distinctes : une piste conductrice et une couche isolante de couplage mécanique avec le substrat. Cet ensemble est généralement collé à la surface de l'objet dont les déformations sont à mesurer (Figure 2). Afin de minimiser les erreurs de mesure, la piste conductrice doit être suffisamment proche du substrat et la liaison jauge/substrat doit être forte pour que cette dernière se déforme conformément au substrat.

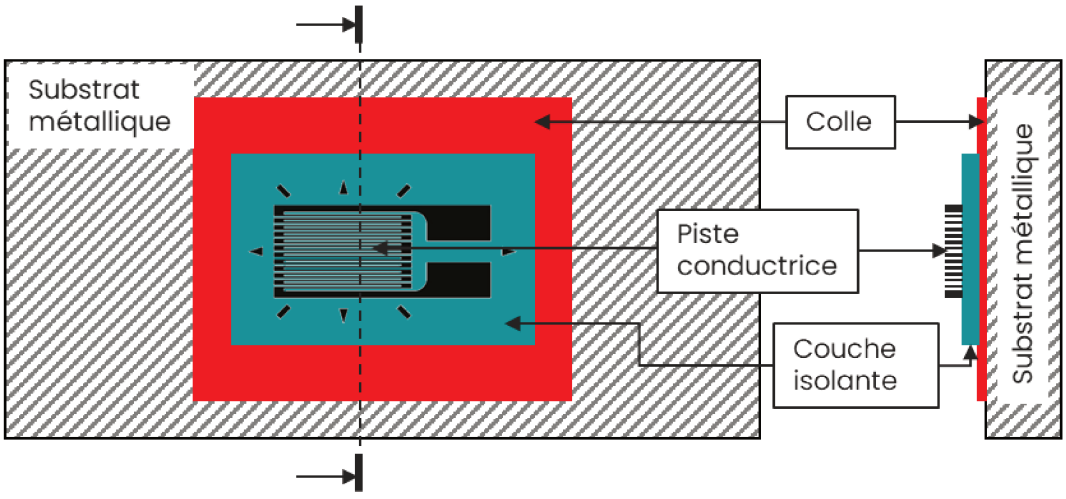



*Figure 2 : Schéma de montage d'une jauge sur substrat métallique (vue de dessus et coupe)*

La piste conductrice est généralement constituée d'un fil (0.03 à 0.05 mm de diamètre) d'alliage métallique. Les plus utilisés sont les suivants : Constantan (Cu/Ni), alliage Iso-Élastique (Fe/Ni/Cr/Mn), Karma (Ni/Cr/Al/Fe), alliage à base de Platine. La géométrie de cette piste se compose de spires alignées dans la direction de la déformation (Figure 3).

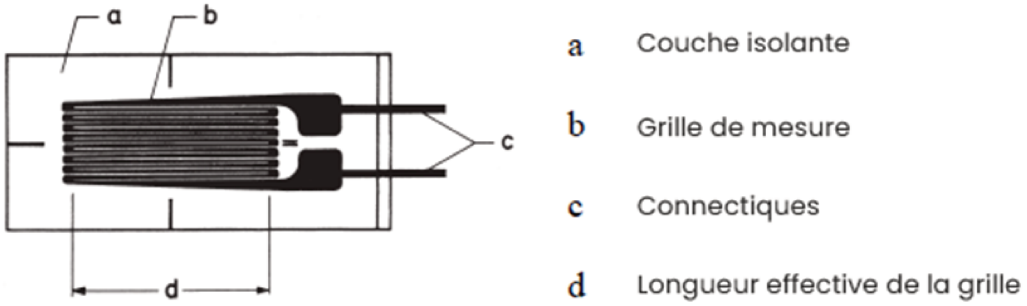



*Figure 3 :Géométrie de la piste sensible d'une jauge[7]*

La couche isolante a quant à elle un double rôle : isoler électriquement la piste conductrice du substrat (souvent métallique) et assurer le couplage mécanique de la piste sensible. La piste étant très fine, il serait de plus, délicat de la manipuler sans la présence de cette couche "support". Les matériaux utilisés usuellement pour la couche isolante sont à base de polymères. Les plus répandus sont les suivants : Polyimide, Epoxy, Epoxy/Fibre de verre. La limite majeure à l'utilisation de ces matériaux est leur faible tenue à hautes températures (< 250°C).

L'extensométrie est définie comme *l'ensemble des techniques permettant la mesure de déformations, sans impliquer à priori aucune condition particulière quant à la nature du corps étudié* [8]. Ainsi, grâce à une jauge d'extensométrie, il est possible de remonter aux contraintes subies par le système, sans influence quant à la nature du corps d'épreuve sur lequel elle est disposée. Cette possibilité ne reste cependant vrai que lorsque les contraintes se situent dans les limites du domaine élastique des matériaux (Figure 4).

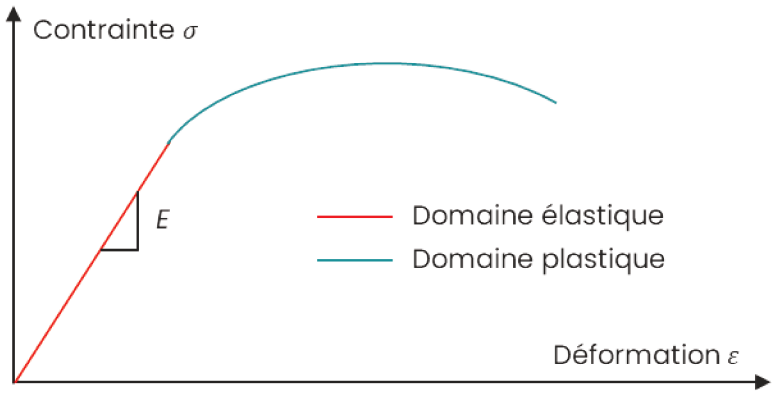



*Figure 4 : Allure simplifiée d'une courbe contrainte / déformation en traction*

Le principe de la mesure repose sur la capacité d'une jauge à traduire une déformation en variation de résistance. Pour cela, différentes hypothèses doivent être établies (Figure 5) :

- La jauge peut être assimilée à un fil continu, de longueur *l* et de diamètre *d*
- La jauge est sollicitée en traction pure dans son domaine élastique, entrainant un allongement réversible $\varepsilon_x$ dans l'axe de la sollicitation, et une variation de diamètre $\varepsilon_d$

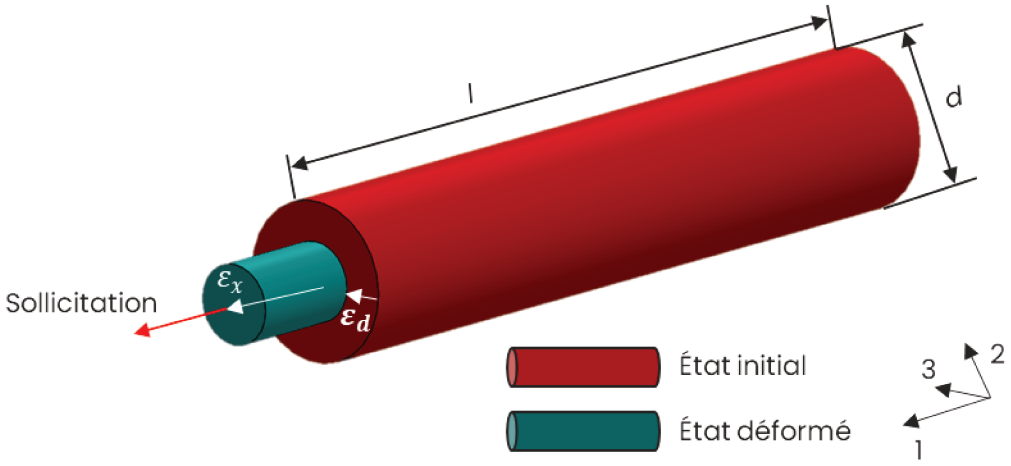



*Figure 5 : Schéma de déformations d'un cylindre en traction*

Selon la théorie de l'élasticité, il existe un coefficient dit de Poisson $\nu$, liant la variation de diamètre $\varepsilon_d$ (aussi notée $\Delta d/d$) à la variation de longueur $\varepsilon_x$ (aussi notée $\Delta l/l$) par la relation (1).

$$\nu = -\frac{\varepsilon_d}{\varepsilon_x} \qquad (1)$$

La jauge étant assimilée à un fil de section *s* ($mm^2$), de longueur *l* (mm) et de résistivité $\rho$ ($\Omega.mm^{-1}$) connues, il est alors possible de calculer sa résistance électrique *R* ($\Omega$) (2).

$$R = \rho\frac{l}{s} \qquad (2)$$

Ainsi, en confondant les faibles variations de grandeurs physiques avec les différentielles mathématiques, la variation de résistance $\frac{\Delta R}{R}$ de la jauge peut être déterminée en fonction des variations de longueur $\frac{\Delta l}{l}$, de section $\frac{\Delta s}{s}$ et de résistivité $\frac{\Delta \rho}{\rho}$ (3).

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{\Delta \rho}{\rho} + \frac{\Delta l}{l} - \frac{\Delta s}{s} \qquad (3)$$

Selon la même approximation, et en utilisant la relation (1), il est possible de relier la variation de section $\frac{\Delta s}{s}$ à la variation de longueur $\varepsilon_x$ (4).

$$\frac{\Delta s}{s} = 2\varepsilon_d = -2\nu\varepsilon_x \tag{4}$$

Par réécriture de la relation (3), et en supposant que la variation de résistivité est nulle en fonction de la déformation et à condition de températures fixes, on peut calculer la variation de résistance, liée à l'allongement $\varepsilon_x$ et au coefficient de Poisson $\nu$ (5).

$$\frac{\Delta R}{R} = \varepsilon_x(1 + 2\nu) \tag{5}$$

Afin de simplifier l'exploitation des résultats, un facteur *K* propre à chaque jauge est défini. La variation de résistance d'une jauge peut donc être calculée par une relation liant son facteur *K* (ou facteur de jauge) à son allongement $\varepsilon_x$ (6).

$$\frac{\Delta R}{R} = K\varepsilon_x \tag{6}$$

La jauge est capable de traduire une déformation en variation de résistance dans le domaine élastique. Il est également possible de remonter aux contraintes principales dans l'objet étudié. Pour cela, il convient de définir quelques notions d'élasticité.

Dans un repère orthonormé xyz, la loi de Hooke généralisée (7) permet de relier le tenseur des contraintes $\bar{\bar{\sigma}}$ (matrice 3x3 symétrique) au tenseur des déformations $\bar{\bar{\varepsilon}}$ (matrice 3x3 symétrique), où $\bar{\bar{\bar{\bar{C}}}}$ est le tenseur d'élasticité. Afin de simplifier les calculs, on peut supposer le matériau isotrope. Le tenseur d'élasticité ne prend alors en compte que deux coefficients : le module d'Young *E* et le coefficient de Poisson $\nu$.

$$\bar{\bar{\sigma}} = \bar{\bar{\bar{\bar{C}}}} \cdot \bar{\bar{\varepsilon}} \text{ ou } \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & \sigma_{xz} \\ & \sigma_{yy} & \sigma_{yz} \\ & & \sigma_{zz} \end{pmatrix} = \bar{\bar{\bar{\bar{C}}}} \cdot \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{xz} \\ & \varepsilon_{yy} & \varepsilon_{yz} \\ & & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} \tag{7}$$

Il est alors possible de remonter aux contraintes générales par une version de la loi de Hooke (8), ne faisant intervenir que les coefficients élastiques *E* (MPa) et $\nu$, avec $\varepsilon_{kk}$ la trace du tenseur des déformations et $\delta_{ij}$ le symbole de Kronecker.

$$\sigma_{ij} = \frac{E}{1+\nu}\left[\varepsilon_{ij} + \frac{\nu}{1-2\nu}\varepsilon_{kk}\delta_{ij}\right] \quad (8)$$

Toujours en se basant sur l'hypothèse d'un matériau isotrope, il est possible de remonter aux contraintes principales subies par une pièce en utilisant un système de "rosette" de déformation. Il s'agit d'une combinaison de trois jauges de déformations (a, b, c), orientées selon des angles différents ($\theta_a$, $\theta_b$, $\theta_c$) par rapport à un axe x (Figure 6).

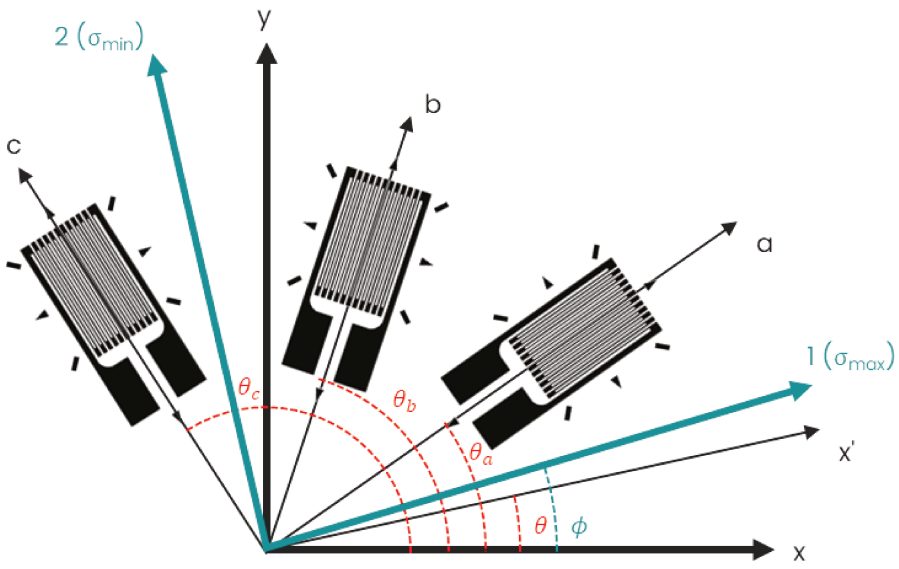



*Figure 6 : Directions des contraintes principales (en bleu), axes de déformations et axes des jauges dans une rosette*

Dans le cas où on a une déformation selon un axe x', désaxé par rapport à un axe x selon un angle $\theta$, il est possible de remonter aux déformations $\varepsilon_x$ et $\varepsilon_y$, (9).

$$\varepsilon_{x'} = \varepsilon_x \cdot \cos^2\theta + \varepsilon_y \cdot \sin^2\theta + \gamma_{xy}\sin\theta\cos\theta \quad (9)$$

En utilisant la relation précédente, on détermine un système de trois équations reliant les déformations des trois jauges aux déformations selon l'axe x et l'axe y (10). Par la résolution de ce dernier on obtient les déformations $\varepsilon_x$ et $\varepsilon_y$ ainsi que l'angle de glissement $\gamma_{xy}$.

$$\begin{cases} \varepsilon_a = \varepsilon_x \cdot \cos^2\theta_a + \varepsilon_y \cdot \sin^2\theta_a + \gamma_{xy}\sin\theta_a\cos\theta_a \\ \varepsilon_b = \varepsilon_x \cdot \cos^2\theta_b + \varepsilon_y \cdot \sin^2\theta_b + \gamma_{xy}\sin\theta_b\cos\theta_b \\ \varepsilon_c = \varepsilon_x \cdot \cos^2\theta_c + \varepsilon_y \cdot \sin^2\theta_c + \gamma_{xy}\sin\theta_c\cos\theta_c \end{cases} \quad (10)$$

C'est alors par l'exploitation des valeurs $\varepsilon_x$, $\varepsilon_y$ et $\gamma_{xy}$ qu'il est possible de remonter aux déformations selon les directions principales $\varepsilon_1$ et $\varepsilon_2$ (11), où $\phi$ est l'angle entre la direction principale 1 et l'axe des x.

$$\varepsilon_1 = \frac{1}{2}(\varepsilon_x + \varepsilon_y) + \frac{1}{2}\sqrt{(\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + {\gamma_{xy}}^2}$$
$$\varepsilon_2 = \frac{1}{2}(\varepsilon_x + \varepsilon_y) - \frac{1}{2}\sqrt{(\varepsilon_x - \varepsilon_y)^2 + {\gamma_{xy}}^2} \qquad (11)$$
$$\tan 2\phi = \frac{\gamma_{xy}}{\varepsilon_x - \varepsilon_y}$$

C'est enfin l'utilisation des déformations principales $\varepsilon_1$ et $\varepsilon_2$ dans la relation (8), reprenant la loi de Hooke généralisée, qui permettra le calcul des contraintes dans les directions principales de l'objet, i.e. les directions où les contraintes ont respectivement leurs valeurs maximale et minimale (12), ou dans une version simplifiée (13).

$$\sigma_1 = \frac{E}{1+\nu}\left[\varepsilon_1 + \frac{\nu}{1-2\nu}(\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3)\right]$$
$$\sigma_2 = \frac{E}{1+\nu}\left[\varepsilon_2 + \frac{\nu}{1-2\nu}(\varepsilon_1 + \varepsilon_2 + \varepsilon_3)\right] \qquad (12)$$

$$\sigma_1 = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)}[(1-\nu)\varepsilon_1 + \nu(\varepsilon_2 + \varepsilon_3)]$$
$$\sigma_2 = \frac{E}{(1+\nu)(1-2\nu)}[(1-\nu)\varepsilon_2 + \nu(\varepsilon_1 + \varepsilon_3)] \qquad (13)$$

Les variations de résistance étant relativement faibles, on utilise un montage spécifique appelé pont de Wheatstone (Figure 7). Un pont est composé de quatre résistances dont les produits sont égaux deux par deux. Ainsi, lorsqu'il est alimenté par une source de courant (avec une tension $U_E$ $(V)$) aux points A et C, on obtient un pont équilibré, i.e. une absence de tension entre les points B et D. Si une des valeurs de résistance varie, l'équilibre du pont est rompu et une tension de déséquilibre $U_S$ (V) apparaît, exprimée par la relation (14). Dans notre cas, une ou plusieurs jauges peuvent être substituées aux résistances et intégrées à un pont de Wheatstone afin de remonter à leur variation de résistance.

$$U_S = \frac{U_E}{4}\left(\frac{\Delta R_1}{R_1} - \frac{\Delta R_2}{R_2} + \frac{\Delta R_3}{R_3} - \frac{\Delta R_4}{R_4}\right) \qquad (14)$$

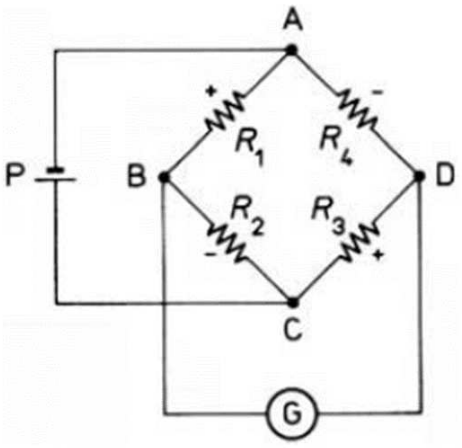



*Figure 7 : Schéma de montage en pont de Wheatstone [9]*

On aura ainsi différents montages possibles :

- Montage en quart de pont : Une seule jauge est substituée dans le pont de Wheatstone, généralement à la place de $R_3$. Montage utilisé pour un seul point de mesure.
- Montage en demi pont : Deux jauges, de résistances égales, sont substituées dans le pont, généralement en $R_3$ et $R_4$. Montage utilisé pour amplifier une déformation ou pour une compensation en température.
- Montage en pont complet : Quatre jauges sont substituées dans le pont. Montage utilisé pour la mesure de déformations complexes, dans différentes directions.

*1 - 1.2.2 De la jauge au capteur, le rôle du corps d'épreuve*

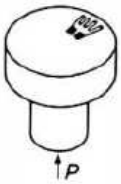
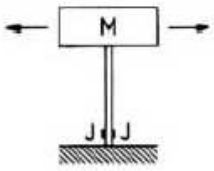
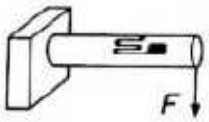
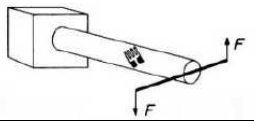
Pour la mise en œuvre d'un capteur, un second élément est nécessaire : le corps d'épreuve. C'est cette pièce qui va subir les déformations induites par les variations physiques à mesurer. Celles-ci seront ensuite traduites par les variations de résistance de la (ou des) jauge(s) collée(s) sur le corps d'épreuve. Certaines règles régissent la conception des corps d'épreuve [9] :

- La sollicitation du corps d'épreuve doit rester inférieure à $1/10^{ème}$ de sa limite élastique à 0.2%. Cette limite permet d'éviter des ruptures, des déformations permanentes, des pertes de linéarité, etc.
- Le coefficient de dilatation du matériau du corps d'épreuve, bien qu'il faille le prendre en compte, importe peu tant qu'il est homogène dans toute la pièce.
- Un traitement thermique de relaxation du corps d'épreuve est recommandé pour restaurer les caractéristiques mécaniques du matériau initial.

Les corps d'épreuve sont généralement en métal avec une limite élastique la plus élevée possible. Ainsi, en respectant la première règle énoncée ci-dessus, on peut observer des déformations de valeurs plus importantes. La géométrie des corps d'épreuve est à adapter suivant la propriété physique à mesurer, permettant ainsi de détecter de manière précise les

phénomènes souhaités. Suivant le type de sollicitation, on retrouvera certaines géométries caractéristiques [9].

*Tableau 1 : Exemples courant de corps d'épreuve selon la sollicitation [9]*

| Sollicitation | Type de corps d'épreuve | Schéma |
|---|---|---|
| Déplacements | Lame fléchie |  |
| Pression | Membrane ou plaque sous pression |  |
| Vibrations, accélérations | Lame fléchie avec masse M |  |
| Force, poids | Poutre circulaire fléchie |  |
| Torsion, couple | Arbre circulaire en torsion |  |

La liberté de conception permise par la fabrication additive pour optimiser topologiquement le corps d'épreuve pour les phénomènes à mesurer, est un levier d'innovation majeur, au-delà des gains en masse et l'obtention de structures hyper élastiques (nids d'abeilles, gyroïdes, etc.). Dans le cas des objets intelligents, ceux-ci peuvent eux-mêmes constituer le corps d'épreuve. Les capteurs se positionnent alors à différents emplacements, en surface ou en volume, sur des parties internes ou externes. On parlera alors d'électronique structurelle.

### 1 - 1.3 Exemple d'application d'un capteur extensométrique

La démarche de mise en œuvre d'un capteur extensométrique peut être illustrée par un travail réalisé pour mettre au point un capteur de puissance pour vélos de cyclisme sur piste [10].

L'intérêt de ces travaux est d'utiliser une approche structurelle en collant des jauges d'extensométrie sur la manivelle d'un vélo (Figure 8). L'avantage de cette solution est de réduire la masse du système, qui est critique dans cette application. Dans ce cas les éléments sensibles du capteur sont les 4 jauges d'extensométrie rapportées sur le corps d'épreuve, constitué par la manivelle. Ici, l'objectif final de l'étude n'est pas de déterminer les contraintes

dans la manivelle grâce aux jauges mais bien de remonter à des données stratégiques pour un cycliste telle que la puissance développée. La démarche utilisée de collecte de données grâce à un système optimisé couplé à une analyse postérieure illustre parfaitement les possibilités offertes par les progrès de l'IoT.

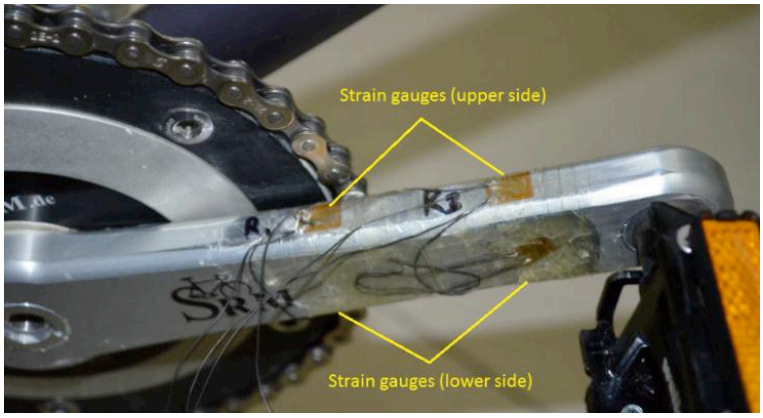



*Figure 8 : Exemple de disposition de jauges sur une manivelle de vélo[10]*

Ces 4 jauges de déformation sont reliées à un pont de Wheatstone, en pont complet, afin de mesurer une tension de déséquilibre induite par la variation de résistance des jauges lorsqu'un effort est appliqué sur la manivelle.

La première étape consiste à calibrer le capteur (élément sensible + corps d'épreuve). Pour cela, une force contrôlée est appliquée en statique au bout de la manivelle, et la tension de déséquilibre du pont est ensuite mesurée par un multimètre. En combinant la force statique appliquée à la tension de déséquilibre mesurée, il est possible de déterminer la loi de comportement du capteur obtenu (Figure 9).

On voit que la tension ("voltage", en volt) évolue de manière linéaire en fonction de la force appliquée (en N). Cette variation linéaire traduit le fait que la sollicitation du corps d'épreuve reste bien dans son domaine élastique, ce qui est une règle essentielle dans l'élaboration de capteurs pour garantir une répétabilité de la mesure.

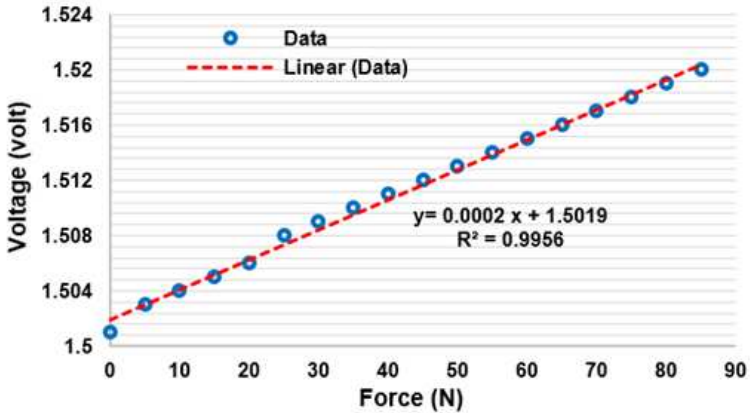



*Figure 9 : Évolution de la tension de déséquilibre dans un pont de Wheatstone en fonction de la force appliquée [10]*

Ainsi, à l'aide de cette courbe de calibration, une simple mesure de tension de déséquilibre du pont permet de remonter à force appliquée par le cycliste en bout de manivelle et au couple engendré sur la manivelle. Celui-ci, combiné à la cadence de pédalage du cycliste, permettra de remonter à la puissance développée par le cycliste.

## 1 - 2 Problématique de la mesure de déformation en conditions sévères

### 1 - 2.1 Limites des jauges d'extensométrie à hautes températures

Avec l'instrumentation des objets industriels (I-IoT), il devient nécessaire de prendre des mesures de déformations au plus près des zones de travail des outils, au cœur même des procédés. Ces mesures doivent donc pouvoir s'effectuer dans des conditions de plus en plus sévères. Parmi celles-ci, on note le cas des hautes températures (supérieures à 400 °C). Dans ces conditions, la mesure avec des jauges d'extensométrie conventionnelles, plastroniques, commence à atteindre ses limites.

Pour rappel, une jauge est constituée d'un élément conducteur rapporté sur une couche isolante polymère. La partie conductrice métallique va être impactée dans son comportement lorsque les températures augmentent, via deux facteurs : la dilatation thermique et le changement de résistivité. Il est alors possible d'observer des changements au niveau de la résistance apparente de la jauge, malgré l'absence de sollicitation mécanique (Figure 10).

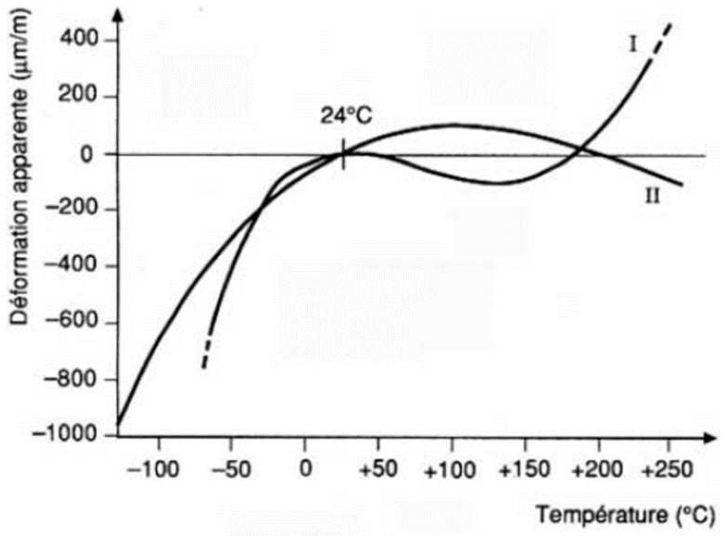



*Figure 10 : Variation de déformation apparente de jauges sur acier en constantan (I) et en Karma (II) en fonction de la température [8]*

Au-delà de la variation de comportement de la partie conductrice de la jauge qui peut être compensée, se pose la limite même des matériaux utilisés. Elle réside dans la nature des matériaux constituant la jauge et tout particulièrement la partie isolante. Celle-ci est généralement constituée de matériaux polymères, les plus couramment utilisés sont des résines époxy ou des polyimides. Afin de garantir un comportement stable, deux températures sont

essentielles à connaitre : la température de transition vitreuse ainsi que la température de pyrolyse. La première limite est fixée à partir de la température à laquelle les propriétés mécaniques du matériau commencent à se dégrader, au point de commencer à rendre la jauge inutilisable, i.e. la température de transition vitreuse. La seconde température caractérise la température de décomposition du matériau sous l'effet de la température (Tableau 2). On restera systématiquement en dessous de celle-ci afin d'éviter tout risque de destruction de la jauge.

*Tableau 2 : Température de pyrolyse des matériaux usuels de couche isolante [11 - 14]*

| **Matériau isolant** | Polyimide | Epoxy |
|---|---|---|
| **Température de transition vitreuse** | 360 – 410 °C | 130 °C |
| **Température de pyrolyse** | 480 – 600 °C | 300 – 450 °C |

## 1 - 2.2 Systèmes de mesure de déformation à hautes températures

Afin de s'affranchir des limites des jauges de déformation, que ce soit en termes de comportement ou d'intégrité des composants, d'autres méthodes de mesure ont été étudiées pour permettre une utilisation à haute température. Quelques-unes seront listées et classées selon leur mode de mesure. On parlera soit de mode sans contact (le moyen de mesure ne touche à aucun moment la pièce) soit de mode avec contact (le moyen de mesure touche la pièce).

### *1 - 2.2.1 Mode sans contact*

Différentes techniques de mesure de déformation sans contact existent. Leur principal intérêt est de pouvoir éloigner l'élément de mesure de la zone à environnement sévère afin de le protéger des agressions. Parmi les différentes technologies utilisées, on trouve les mesures de déformation par système optique.

Dans cette catégorie, on retrouve les techniques de mesures par corrélation d'images. Ainsi, différentes images sont comparées à une image de référence afin de retracer les déformations subies. Les images peuvent être constituées d'interférences crées par l'action d'un laser sur les rugosités de surface [15 - 17] ou bien par imagerie classique [18 - 20].

Ces techniques sont cependant complexes à mettre en œuvre. Afin de pouvoir comparer les images entre elles, un repère doit obligatoirement être présent sur la pièce [20]. De plus, l'utilisation de ces techniques à hautes températures peut engendrer des phénomènes de radiation thermique, perturbant la mesure au-delà de 900 °C [18]. Des systèmes d'éclairage en lumière bleue (Figure 11) peuvent pallier ce problème mais complexifient encore le système de mesure.

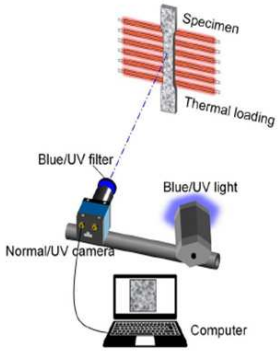



*Figure 11 : Schéma de principe d'un montage de prise de vue pour corrélation d'images [20]*

La mesure sans contact est parfaitement adaptée aux déformations dans le plan mais devient plus fastidieuse dans le cas de déformations plus complexes dans l'espace. Certains montages peuvent alors être adaptés (Figure 12), mettant en œuvre plusieurs outils optiques (miroirs, séparateur de faisceau) afin de séparer le faisceau incident. Ainsi, un premier faisceau permettra la mesure de déformation dans le plan (utilisation des détecteurs PSD1 et PSD2) tandis qu'un second permettra de déterminer l'inclinaison de l'objet (par un décalage des points R et C).

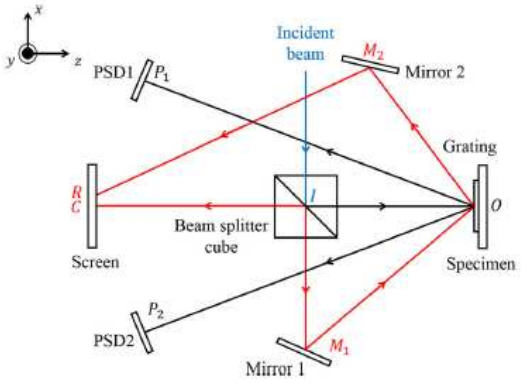



*Figure 12 : Principe du dual light path pour la mesure de déformation [21]*

Du fait de leur capacité à s'éloigner de la zone chaude, les méthodes de mesure de déformation sans contact présentent une alternative intéressante. Grâce à cet éloignement, l'électronique permettant l'acquisition et la transmission du signal est préservée de toute agression. Bien que ces méthodes soient relativement précises et présentent plusieurs avantages, elles ont également leurs inconvénients. Un des principaux est la nécessité d'avoir un accès direct à la zone à mesurer. Les systèmes sont aussi généralement complexes à mettre en œuvre, les rendant parfois délicats à intégrer à des installations industrielles.

### *1 - 2.2.2 Mode avec contact*

A la différence de la mesure sans contact, ici l'élément sensible touche la pièce dont la déformation est à mesurer. Les matériaux utilisés pour les capteurs doivent avoir la capacité à résister aux agressions du milieu, notamment des températures pouvant être élevées.

Actuellement, les méthodes de mesure hautes températures reposent essentiellement sur l'utilisation de fibres optiques. L'emploi de ce type de composant en silice permet au capteur d'avoir une bonne tenue à hautes températures (fusion et oxydation) ainsi qu'une résistance aux perturbations électromagnétiques. La mesure jusqu'à 800 °C [22], voir 1000 °C [23] est possible. Dans cette plage de températures, les capteurs à fibres optiques permettent d'effectuer à la fois des mesures de température et de déformations. Différentes techniques existent, parmi lesquelles l'utilisation de la diffusion Brillouin [22], l'interférométrie Fabry-Perot [23], ou bien les réseaux de Bragg [24].

Dans le cas de la diffusion Brillouin ou des fibres à réseaux de Bragg, la mesure peut être effectuée tout au long de la fibre, présentant ainsi l'avantage d'obtenir une mesure totalement distribuée. Il a ainsi été montré qu'une mesure par fibre permettait l'observation de fissures apparaissant en surface alors que les mesures par jauges de déformation n'assuraient pas un maillage spatial suffisant pour les détecter [22], [24]. Cependant, en cas d'apparition de fissures trop importantes, la mesure sera alors perturbée par la ruine de la fibre.

Dans le cas des capteurs à diffusion Brillouin, une perte de sensibilité peut parfois être observée et mise à profit. En effet, la mesure peut être influencée par la température à la suite de la dilatation de la fibre. Pour améliorer la précision, des solutions existent, en passant notamment par l'utilisation de l'interférométrie Fabry-Perot [23]. Afin d'obtenir une mesure simultanée de la température et de la déformation, une combinaison de cavités internes et externes est utilisée au sein du même capteur. Cette solution, bien que permettant une mesure relativement précise, est particulièrement onéreuse à mettre en œuvre.

Une fibre monomode (type fibre télécom) peut également être exploitée dans un montage de mesure par diffusion Brillouin. Cependant, l'étape de mise en œuvre de la fibre sur l'élément déformé ne sera pas forcément simplifiée. Cette étape passe généralement par un collage de la fibre en surface de la pièce, l'intégration de la fibre au sein de la pièce étant relativement compliquée à effectuer sans entraîner la ruine de la fibre ou compromettre l'intégrité de la pièce. L'utilisation de cette fibre requiert également un alignement parfait dans l'unité de traitement du signal afin d'avoir une efficacité suffisante.

En cas d'absence de perturbations électromagnétiques, l'utilisation de capteurs métalliques peut être envisagée. Dans ce cas, différentes possibilités existent. Tout d'abord, certaines jauges de déformation par extensométrie ont été conçues afin de tenir les conditions de hautes températures. Elles sont généralement composées d'une piste en alliage platine/tungstène afin de leur apporter de bonnes propriétés en termes de température de fusion, résistance électrique et résistance à l'oxydation. Comme exemple de produits commercialisés, on retrouve les jauges fabriquées par Hitec, [25 - 26]. Ces jauges peuvent être de deux types : collable ou soudable. Dans le cas du collage, il faudra identifier un adhésif suffisamment résistant à la température pour assurer le maintien de la jauge sur la surface de l'objet. Dans le cas de la jauge soudable (Figure 13), elle ne pourra être appliquée que sur des objets métalliques pour assurer la

soudabilité. Afin d'obtenir une isolation entre la partie conductrice et le support soudable de la jauge, une couche céramique est déposée entre ces deux parties.

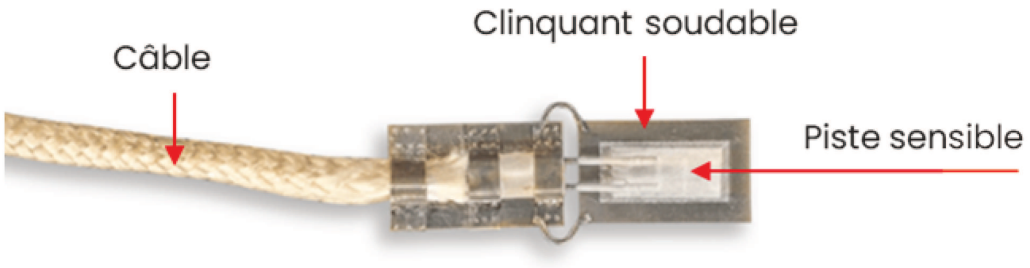



*Figure 13 : Jauge soudable [25]*

Pour l'utilisation des techniques d'extensométrie à hautes températures, il faut garder à l'esprit que la température va influencer le comportement de la jauge. Pour remédier à cela, deux dispositifs existent dans la littérature [8] :

- Principe de la jauge de compensation : Une première jauge va mesurer la déformation totale (combinaison de déformations liées à la température et à la sollicitation du corps d'épreuve) tandis qu'une seconde jauge est apposée sur la structure et subit les mêmes variations de température mais ne verra aucune déformation (Figure 14). Cette seconde jauge, montée en demi pont sur une branche adjacente du circuit, va alors compenser les variations de comportement liées aux changements de température. La déformation apparente en sortie de pont sera alors seulement celle due à la déformation de la zone d'étude. Il présente en revanche quelques limites au niveau de la précision. La seconde jauge ayant le rôle de "thermomètre", on peut imaginer utiliser un capteur de température afin d'analyser l'environnement et, en connaissant la courbe résistance en fonction de la température, rectifier la valeur de déformation mesurée. Cette méthode, bien que très précise, est plus complexe à mettre en œuvre d'un point de vue traitement du signal.

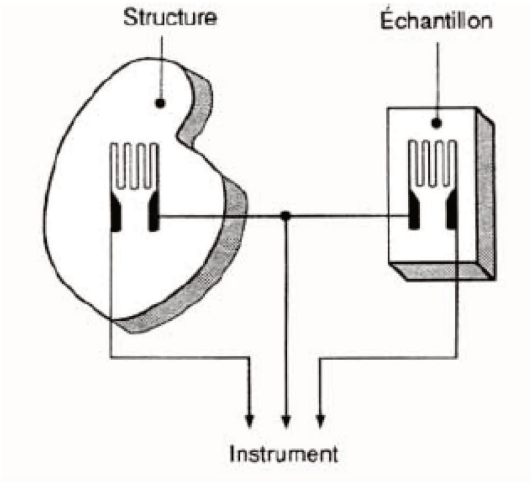



*Figure 14 : Schéma de principe de la jauge de compensation [8]*

- Principe de la jauge auto-compensée : La jauge utilisée présente une courbe résistance en fonction de la température quasi horizontale. La variation de température n'a donc que très peu d'effet sur le comportement de sa résistance. En revanche, il faut garder à l'esprit que le facteur $K$, établi à température ambiante pour la jauge, varie à une température d'essai différente. On aura donc appliqué la relation (15) afin d'obtenir la déformation mesurée vraie $\varepsilon_2$, avec $\varepsilon_1$ la déformation mesurée, $K_1$ le facteur de jauge à l'ambiante et $K_2$ le facteur de jauge à la température de test.

$$\varepsilon_2 = \varepsilon_1 \times \frac{K_1}{K_2} \qquad (15)$$

D'autres technologies de capteurs à coller en surface des objets existent. Parmi celles-ci, on trouve les capteurs SAW (Surface Acoustic Waves). Ces derniers présentent l'avantage majeur de pouvoir être interrogés à distance. Dans ce cas précis, la jauge (composée d'une piste sensible déposée sur un substrat isolant) va renvoyer un signal radio distordu, influencé par le phénomène physique à mesurer [27]. Ce type de capteur est extrêmement utile dans le cas où une connexion filaire entre le capteur et l'unité de traitement est impossible, bien que l'utilisation de capteurs radio passifs rend le traitement de signal souvent plus complexe.

Le mode de fonctionnement de ces capteurs leur permet de mesurer des températures, déformations ou vibrations dans des conditions difficiles telles que des champs magnétiques, électriques, ionisants ou bien des environnements chimiques agressifs. Les températures d'utilisation peuvent également dépasser 1000 °C [28].

Bien que présentant de nombreux avantages, l'utilisation de ces capteurs est à considérer dans leur ensemble, de la fabrication à l'usage en passant par l'installation. Les matériaux utilisés rendent souvent indispensable l'emploi de techniques de fabrication poussées, par exemple des dépôts de couches minces successives, à la manière d'un circuit imprimé classique [29]. De plus, lors de l'étape d'assemblage de la jauge sur l'objet à analyser, des difficultés supplémentaires apparaissent. On peut noter par exemple le peu de références d'adhésifs compatibles avec des hautes températures mais également la difficulté de déposer la juste quantité d'adhésif entre la jauge et la surface. En effet, cette quantité est un élément essentiel dans la précision de la mesure [30].

Les techniques permettant de mesurer des déformations à hautes températures sont donc nombreuses, chacune présentant des avantages et des inconvénients. Si on cite les méthodes listées ci-dessus de manière non exhaustive, on a montré que les méthodes sans contact pouvaient être rapides à mettre en place et permettaient de sortir les unités de traitement de la zone chaude, mais il est en revanche nécessaire de conserver un accès direct à la zone subissant la déformation. Dans le cas des méthodes de mesure avec contact, les matériaux utilisés permettent d'atteindre des températures élevées mais sont souvent onéreux à mettre en œuvre.

De plus, la difficulté à les utiliser réside souvent dans la capacité à les faire adhérer sur les surfaces.

Afin de s'affranchir de ces freins, l'objectif est de développer de nouveaux procédés en s'appuyant sur des matériaux compatibles avec une utilisation à haute température mais également aisés à mettre en œuvre afin de réduire les coûts et les rendre industrialisables. Différentes perspectives sont actuellement envisageables, notamment l'usage de l'ajout de matière de façon additive, de plus en plus répandue dans tous les domaines, dont la fabrication électronique.

## 1 - 3 Opportunité de la fabrication additive pour l'électronique

### 1 - 3.1 Évolution de l'électronique : du PCB, à l'électronique imprimée en 3D

Avant l'invention des PCB (Printed Circuit Board), les différents composants d'un circuit électronique étaient reliés ensemble par des câbles de manière individuelle, puis étaient placés dans leur contenant. L'apparition du premier circuit imprimé (ou PCB), inventé par le Dr P. Eisler et dont le premier modèle a été fabriqué en 1942, a alors révolutionné l'industrie de l'électronique. Les circuits imprimés ont connu une forte évolution dans les années 1950-1960 et restent toujours une solution privilégiée pour la conception de circuits électroniques de nos jours. En effet, selon une analyse effectuée par IDTechEx® sur l'évolution de l'électronique, les PCB présentent plusieurs avantages [31] :

- Les méthodes de conception et de fabrication sont maitrisées [32], permettant d'avoir des coûts relativement faibles pour des quantités de PCB élevées.
- Les PCB apportent une meilleure fiabilité en conditions sévères qu'un amas de composants reliés entre eux dans un boîtier.



*Figure 15 : Photo d'illustration d'un PCB avec les différents composants électroniques et leurs interconnexions*

Malgré ces avantages, les circuits imprimés présentent également quelques faiblesses, listées dans l'analyse de IDTechEx® :

- Environ 90 % des PCB sont issus d'usines en Asie Pacifique (aucune indication concernant la date de ces données dans le rapport), rendant le prototypage local plus onéreux.
- La conductivité thermique des substrats utilisés dans les PCB étant relativement faible, l'évacuation de la chaleur dégagée par les composants est difficile.
- L'utilisation de produits chimiques lors de la fabrication des PCB pose un certain nombre de problèmes pour l'environnement et la santé des opérateurs.
- L'interconnexion entre PCB peut être difficile et peu fiable.

Pour pallier ces problèmes, des technologies sont apparues telles que les circuits souples, les circuits imprimés à partir d'encres conductrices ou de pâtes, ainsi que l'électronique imprimée en 3D. Ces nouvelles technologies permettent aussi de positionner l'électronique et les composants aux endroits souhaités et ainsi épouser la morphologie, parfois complexe, des pièces conçues. On parle alors d'électronique structurelle (2.5D ou 3D).

Lorsque l'électronique est déposée en surface d'un objet, sans intégration au volume, on parle alors d'électronique 2.5D. Lorsque les pistes conductrices ou les composants sont intégrés au volume, en plus de la surface, on parle d'électronique 3D [31] . Parmi les technologies d'impression, certaines sont listées dans le rapport d'IDTechEX ®. De manière non exhaustive, ci-dessous certaines d'entre elles :

- Aerosol Jet™ : Technique d'impression 2.5D développée industriellement par la société Optomec®. Des nanoparticules sont mélangées à un solvant sous forme de gouttes de 2 à 5 µm. Elles sont ensuite pulvérisées sur la surface 3D à fonctionnaliser, par l'intermédiaire d'un gaz vecteur, pour obtenir une piste conductrice.
- Laser Direct Structuring (LDS) : Technique d'impression 2.5D. Ce procédé fonctionne sur des pièces mises en forme à partir d'un thermoplastique chargé par des particules métalliques. Un laser va ensuite parcourir le tracé de la piste à obtenir et dégrader la partie polymère en surface pour exposer les particules métalliques. La pièce est ensuite métallisée dans un bain de cuivre pour revêtir les parties mises à nu par le passage du laser.
- Inkjet Printing : Technique d'impression 2.5D. Une encre chargée de particules conductrices est imprimée en suivant le tracé de la piste conductrice à obtenir grâce à un robot ou une machine d'impression multi-axes.
- Extrusion de pâtes conductrices : Technique d'impression 2.5D. Le principe est le même que pour le procédé précédent, mais le matériau extrudé a une viscosité plus élevée. On parle alors de pâte et non plus d'encre.
- Extrusion de matériaux de brasage : Technique d'impression 2.5D ou 3D. Le matériau de brasage (du même type que l'étain utilisé en électronique) est extrudé au travers une

buse. Grâce à l'utilisation de matériaux à température de fusion plus faible, ce procédé peut être couplé à une buse d'extrusion FDM pour obtenir une co-fabrication et ainsi une intégration 3D de la piste conductrice dans la pièce imprimée.

- Injection d'une encre conductrice (Figure 16) : Technique d'impression 3D. Une pièce est imprimée en 3D en formant des canaux (a), débouchant en surface (b). Ceux-ci sont ensuite remplis par une encre conductrice afin de créer des interconnections dans la pièce (c). Des zones de report d'électronique peuvent être prévues en surface (d).

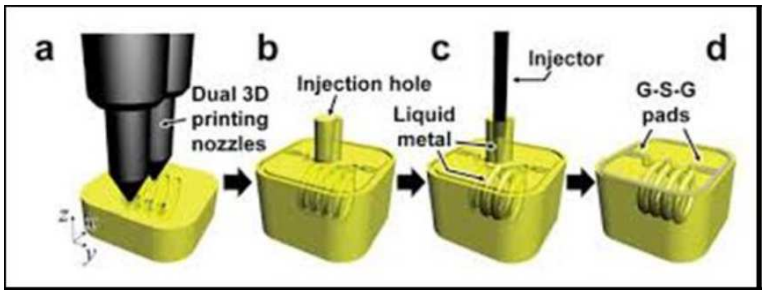



*Figure 16 : Principe de fabrication d'électroniques 3D par fabrication additive polymère et injection de métal liquide [31]*

## 1 - 3.2 La fabrication additive, une opportunité d'intégration et de packaging des composants électroniques

L'optimisation topologique permise par la fabrication additive facilite l'intégration des composants électroniques aux meilleurs endroits, et favorise le packaging des composants pour d'avantage de robustesse.

### *1 - 3.2.1 Le défi des conditions extrêmes : exemple des hautes températures*

Les matériaux usuellement utilisés dans la conception de jauges d'extensométrie (et plus généralement dans les capteurs associés) sont difficilement utilisables dans des conditions de fonctionnement sévères (températures élevées supérieures à 400°C). De plus, les technologies de fabrication additive décrites précédemment reposent sur un usage majoritaire de matériaux organiques, ce qui rend l'utilisation des pièces produites inenvisageable en conditions opérationnelles sévères. Il faut alors mettre au point un procédé combinant le placement topologiquement optimisé de l'électronique à l'impression de matériaux pouvant supporter des conditions sévères de fonctionnement.

L'utilisation de matériaux organiques, comme il est d'usage pour la couche isolante, est donc proscrite dans notre cas. Les matériaux inorganiques sont alors à privilégier. Pour les remplacer, il faut également utiliser des matériaux possédant des propriétés mécaniques suffisantes pour le couplage mécanique de la partie conductrice avec le substrat à mesurer, et de bonnes propriétés diélectriques pour l'isolation entre la partie conductrice et la surface de la pièce à fonctionnaliser.

La piste conductrice doit quant à elle en plus présenter une résistance contrôlée, sans variation importante avec la température.

Les verrous technologiques sont les suivants :

- Les interfaces conducteur/isolant/substrat doivent résister lors de la déformation de l'objet sur lequel sont positionnés les composants.
- Les coefficients de dilatation doivent être suffisamment proches pour éviter de générer des contraintes à l'interface entre les différentes parties lors d'un fonctionnement à hautes températures.
- La variation de conductivité par rapport à la température ne doit pas être trop importante pour permettre l'utilisation du dispositif sur une large gamme de température.
- Les températures de mise en forme doivent être compatibles entre elles pour permettre de conserver la géométrie de la pièce souhaitée. Une céramique peut par exemple se mettre en forme à température ambiante mais on obtiendra seulement la pièce finale qu'après des traitements thermiques de frittage, souvent à des températures supérieures à 1500°C. A cette température, la plupart des métaux sont dégradés.
- La jauge doit présenter une élasticité suffisante pour accommoder les déformations à mesurer.

Afin de répondre à ce cahier des charges, il est possible de s'orienter vers des matériaux inorganiques, pour lesquels il est possible de s'affranchir des étapes de frittage. Parmi les alternatives existantes, on trouve les matériaux à activation alcaline ("Alkali-Activated Materials", AAM) [33], aussi nommés liants à activation alcaline [34]. Ces matériaux se solidifient par une réaction entre un précurseur (une poudre minérale amorphe par exemple) et un activateur alcalin en solution aqueuse. La solidification (Figure 17) se produit en plusieurs étapes de dissolution du précurseur par rupture de liaisons pour obtenir des particules d'alumine et de silice. Celles-ci, par réorganisation des chaines atomiques, formeront une nouvelle structure solide. Chaque étape s'accompagne généralement par un dégagement d'eau [35 - 36]

Les liaisons à rompre ne nécessitant que peu d'énergie, les températures de traitement thermiques de solidification ne sont que de l'ordre de 80 °C [37], voire même 40 °C [38]. Ces faibles températures de traitement rendent ces matériaux parfaitement compatibles pour être utilisés sans dégradation du substrat.

Les précurseurs peuvent être de différents types, déterminés par leur teneur en Calcium [33]. Parmi ceux à faible teneur en Calcium, on retrouve souvent le métakaolin, obtenu par traitement thermique du kaolin. L'utilisation de ce matériau précurseur présente cependant une plus forte rétractation au séchage, compte tenu d'une plus forte teneur en alumine. Ils se dissolvent plus rapidement que la silice et provoquent ainsi l'apparition de fissures. D'autres types de matériaux peuvent être utilisés en tant que précurseurs, tels que les cendres volantes ou les laitiers de hauts fourneaux.

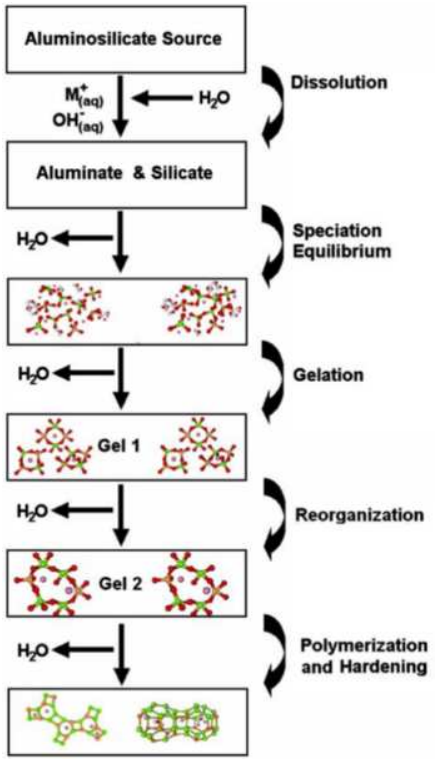



*Figure 17 : Principe de l'activation alcaline [36]*

A l'instar des précurseurs, les activateurs peuvent être de différentes natures. Parmi eux, on retrouve par exemple le silicate de sodium (aussi appelé "waterglass") [35], [37] mais également le silicate de lithium, [38], [39] (Figure 18).

Afin d'éviter les étapes parfois complexes d'élaboration de matériaux à activation alcaline, on peut s'orienter vers des matériaux commerciaux. La société américaine AREMCO© propose par exemple une gamme d'adhésifs hautes températures basés sur ces matériaux [40]. Ces pâtes se déposent à température ambiante et nécessitent un temps de séchage à des températures inférieures à 180 °C. Elles peuvent également être chargées ou non en particules métalliques, permettant suivant l'application d'obtenir respectivement une couche conductrice électrique ou isolante, utiles à notre application.

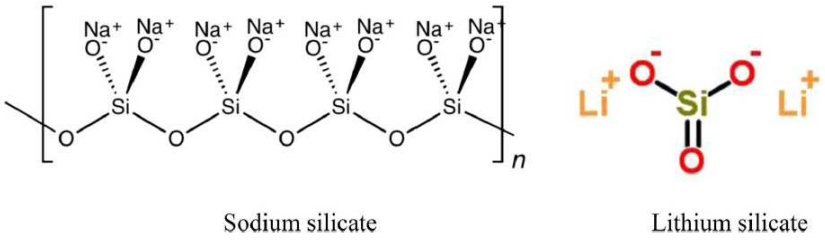



*Figure 18 : Structures types d'activateurs alcalins [39]*

### *1 - 3.2.2 Procédé robocasting pour le dépôt de pâtes inorganiques*

Parmi les différentes techniques de fabrication additive citées précédemment, une en particulier semble adaptée au dépôt de matériaux à activation alcaline : l'extrusion de pâte, aussi appelée robocasting. Dans ce procédé, sous l'action d'un piston ou d'une vis sans fin, une pâte est extrudée à travers une buse, et déposée sur un substrat.

Une variante de ce procédé existe en modifiant la taille du système d'extrusion. Lorsque le diamètre de la buse d'extrusion est de l'ordre de quelques centaines de micromètres, on parle de micro-extrusion (µ-Ex), permettant ainsi l'obtention de dépôts de faibles dimensions.

Cette technique est utilisée pour la mise en œuvre de céramiques [41 - 44]. Cependant, afin d'obtenir un dépôt inorganique dense, il est généralement nécessaire de passer par des étapes de déliantage (afin d'éliminer le liant entre les particules) et de frittage (afin de densifier les particules). Une pâte chargée en particules céramiques va se fritter à des températures avoisinant les 1500-1600°C [42]. Ces températures élevées de traitement thermique peuvent poser des problèmes de compatibilité avec la mise en œuvre d'autres matériaux.

L'utilisation des matériaux à activation alcaline dans le cadre de l'impression 3D par extrusion de pâte a également été étudiée [45]. Dans ce cas, le matériau extrudé était une suspension de kaolin dans une solution de silicate de sodium. Afin de déterminer si le matériau possède les propriétés compatibles avec son extrusion, différents tests de rhéologie ont été effectués. Certains articles de revue listent des caractérisations à effectuer afin de déterminer la compatibilité d'une matière avec les procédés d'extrusion [46]. On y retrouve différents tests rhéologiques : un premier test en rotation, permettant de tracer la courbe d'écoulement (évolution de la viscosité en fonction du taux de déformation) et un second en oscillation pour déterminer le comportement viscoélastique d'une pâte (évolution du module de conservation G' et du module de perte G'' en fonction de la déformation). Chaque test caractérise respectivement la capacité de la pâte à s'écouler au travers d'une aiguille et ensuite de maintenir sa forme une fois déposée. Une viscosité faible va faciliter l'écoulement de la matière dans la buse d'extrusion mais la matière déposée va difficilement conserver sa forme après son extrusion. A l'inverse, une forte viscosité permet un bon contrôle de la forme imprimée mais l'extrusion est plus complexe. Différents éléments peuvent être ajoutés dans la pâte lors de l'étape de formulation afin d'en modifier la viscosité [44]. D'autres paramètres peuvent influer sur la viscosité d'une pâte tels que la taille des particules solides, la température de mise en œuvre, etc.

La capacité à déposer un cordon selon une trajectoire définie ouvre alors la possibilité d'utiliser cette technique de fabrication additive pour le dépôt d'une piste conductrice pour l'obtention d'une jauge piézorésistive à percolation. Le phénomène de percolation est largement étudié dans le milieu des adhésifs conducteurs [47]. Il permet à un matériau, à la base isolant, d'acquérir des propriétés de conduction électrique par l'ajout de charges conductrices. A la manière d'un composite, le matériau sera alors constitué d'une matrice permettant sa mise en œuvre et de charges apportant les propriétés spécifiques de conduction.

Cette conduction électrique entre les charges (Figure 19), est régie par différents mécanismes [48] :

- La conduction directe par contact entre les particules. La morphologie (facteur de forme, taille) de ces dernières, ainsi que leur concentration, auront un effet direct sur la création de réseaux de conduction entre charges. La résistivité intrinsèque des charges aura également un effet sur la résistance du matériau une fois mis en œuvre.

- La conduction indirecte par effet tunnel. Les paramètres cités précédemment vont également plus ou moins favoriser la conduction indirecte, notamment en jouant sur l'éloignement entre particules. La nature de la matrice va cependant également influencer ce mécanisme de conduction. Une matrice faiblement diélectrique va alors favoriser un effet tunnel sur des distances plus importantes qu'une matrice fortement diélectrique. C'est ce mécanisme de conduction qui donne également un caractère capacitif aux jauges à percolation [49].

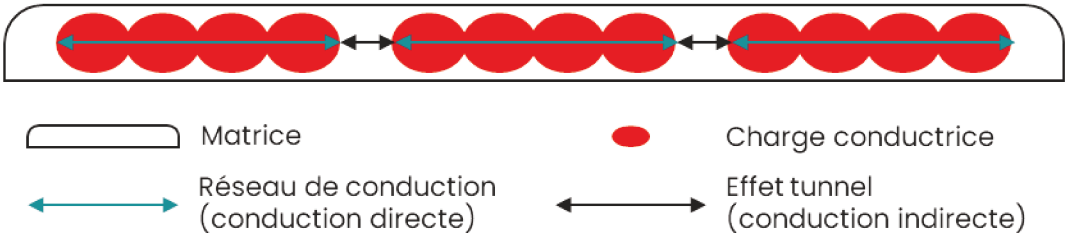



*Figure 19 : Mécanismes de conduction électrique dans les matériaux à percolation*

Afin de pouvoir obtenir une conductivité par percolation, il est nécessaire d'atteindre une concentration de charges conductrices supérieure à un "seuil de percolation". Le passage de ce seuil s'accompagne d'une chute brutale de la résistivité de la pâte lorsque sa concentration en particules conductrices dépasse la concentration de percolation (Pc Figure 20). Les seuils de percolation peuvent varier selon la nature des charges (matériau, géométrie, taille) en allant de moins de 1 % jusque parfois plus de 40 % volumique.

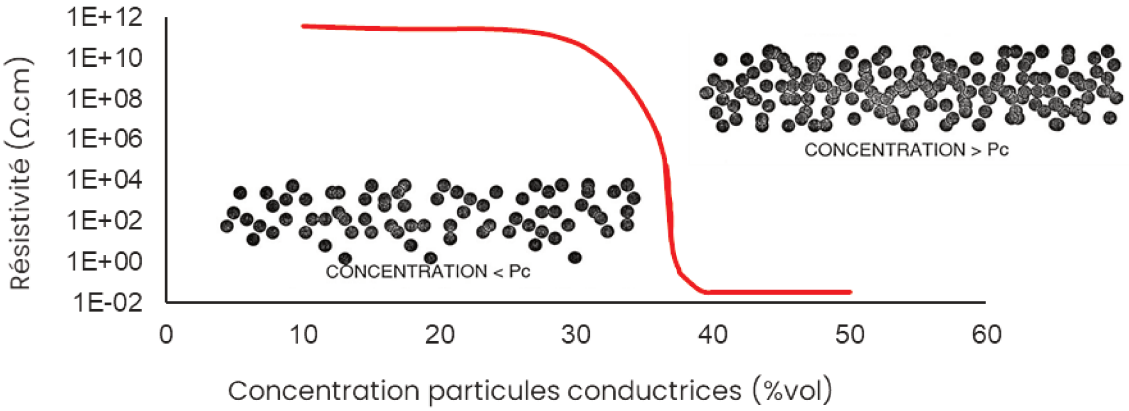



*Figure 20 : Schématisation du phénomène de percolation et baisse de la résistivité associée au seuil de percolation [47]*

Du fait de leurs mécanismes de conduction particuliers, les matériaux à percolation peuvent voir leur résistance varier avec la déformation, comparativement à ce qui peut être observé dans le domaine des jauges d'extensométrie. Contrairement à ce qu'on peut retrouver dans l'extensométrie classique, cette variation peut être due à différents mécanismes :

- Modification des chemins de conduction établis. Des charges conductrices qui étaient en contact et permettaient la conduction directe vont, à la suite d'une élongation par exemple, perdre contact. La résistance de la jauge va alors augmenter. A l'opposé, la

création de nouveaux contacts, à la suite d'une compression, va alors avoir l'effet de diminuer la résistance de la jauge.

- Modification de l'effet tunnel. De manière similaire au point précédent, l'écart entre les charges, à la suite d'une déformation, va varier, facilitant plus ou moins le phénomène d'effet tunnel.

Compte tenu des mécanismes complexes de conduction, la variation de résistance est beaucoup moins linéaire vis-à-vis de la déformation qu'avec des jauges plus classiques. Sous des sollicitations mécaniques répétées, les valeurs extrêmes peuvent varier (Figure 21). On peut remarquer une augmentation des maximums de variation au cours du temps (Figure 21 a), synonyme d'une augmentation de la valeur de résistance de la jauge. A l'inverse, il est possible parfois d'observer une diminution (Figure 21 b), traduisant cette fois ci une baisse de la résistance de la jauge. De telles modifications dans les valeurs extrêmes de variations de résistance sont synonymes de changements dans les réseaux de conduction du matériau. Ces changements sont parfois réversibles (cas d'un retour de la valeur à celle d'origine) mais peuvent aussi être irréversibles. Les courbes présentent dans ce cas un phénomène d'hystérésis avec une dérive de la valeur minimale au cours des déformations (Figure 21 a). Certaines charges sont plus sensibles à ce phénomène de dérive que d'autres. La nature de la matrice peut également influer sur le comportement de la jauge (matrice caoutchouc Figure 21 a et matrice silicone Figure 21 b).

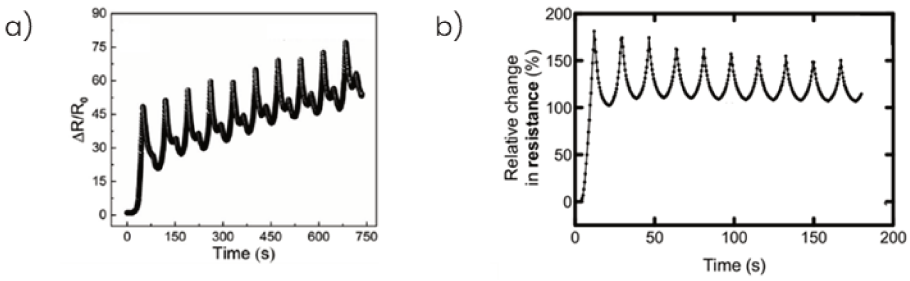



*Figure 21 : Exemples de variation de résistance de jauges piézorésistives au cours du temps sous sollicitation mécanique cycliques. Nature des charges : nanotubes de carbone dans une matrice a) caoutchouc ou b) silicone [50 - 51]*

D'autres phénomènes liés à la complexité des réseaux de conductions peuvent être observés, notamment au déchargement. Lors de cette phase, une compétition se joue entre la destruction d'anciens réseaux de conduction et la création de nouveaux réseaux. A ce moment, des pics ("shouder peaks") peuvent apparaître (cercles rouges Figure 22). Ce phénomène peut apparaître quelle que soit la nature de la matrice (matrice caoutchouc Figure 22 a ou matrice TPU Figure 22 b).

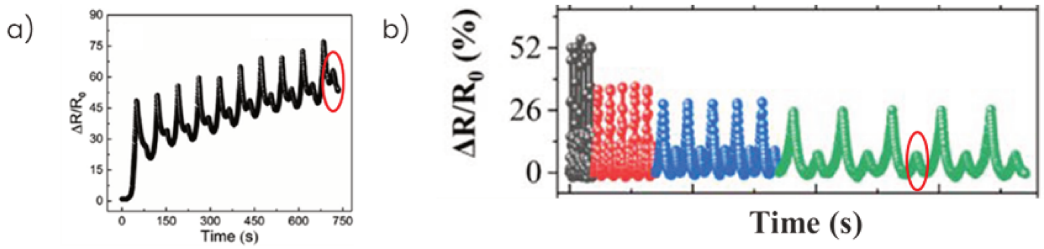



*Figure 22 : Phénomènes de pics à la décharge. Nature des charges : nanotubes de carbone dans une matrice a) caoutchouc ou b) TPU [50], [52]*

Bien qu'étant complexe, le comportement des jauges à percolation peut être adapté par différentes méthodes. Une des premières est de modifier la taille et/ou la morphologie des charges dans le matériau. Par exemple, le passage de nanotubes de carbones (Figure 23 a) à du noir de carbone (Figure 23 b) entraine une baisse de la variation de résistance (aussi appelé C.C.R pour "Fractional Change in Resistance") avec le nombre de sollicitations et une suppression de la dérive des valeurs minimales. Il est également possible de combiner plusieurs types de charges conductrices dans un matériau (Figure 23 c). On peut alors observer une hausse du coefficient directeur des droites et donc du facteur de jauge (courbes jauge, bleue et verte) en comparaison avec des jauges avec un seul type de charge (courbes noires).

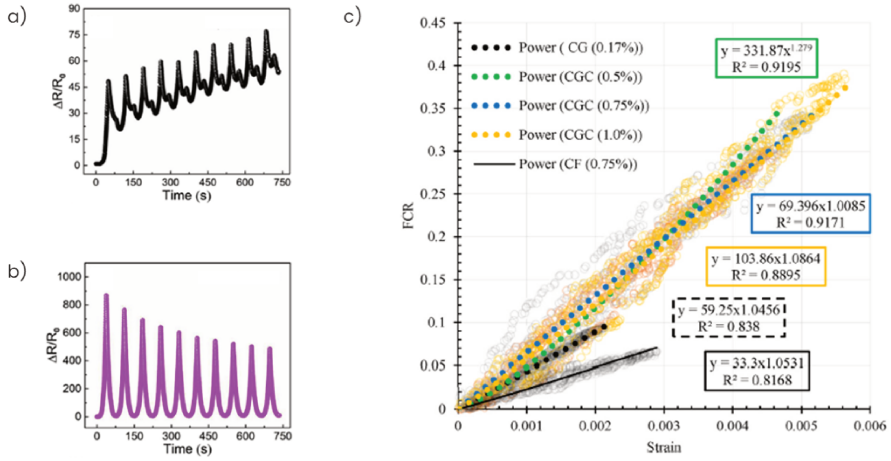



*Figure 23 : Influence du mélange de particules (nanotubes de carbone a), noir de carbone b) ou mélanges de charges c)) sur le comportement des jauges [50], [53]*

L'orientation des charges peut également jouer un rôle dans le comportement de la jauge sous déformation. En Figure 24, suivant l'orientation des charges, la jauge étudiée va avoir un comportement différent. Dans ce cas, les charges ont été orientées par application d'un champ magnétique (MF dans la légende des graphes ci-contre) lors de la mise en œuvre.

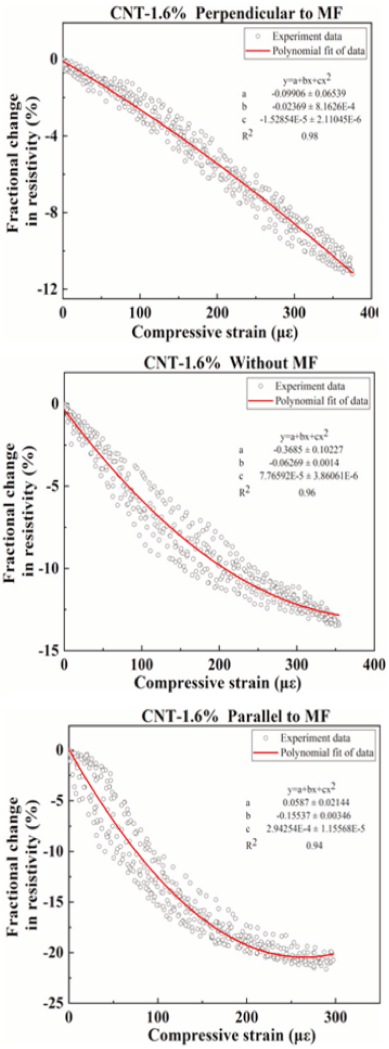



*Figure 24 : Variation d'allure de courbes résistance déformation suivant l'orientation des charges par un champ magnétique (MF) [48]*

Différents travaux ont également montré la relation entre résistance initiale de la jauge et facteur de jauge [54 - 55]. Des jauges ont été soumises à une déformation après une mesure de résistance initiale. Les courbes résistance déformation présentent une allure linéaire, mais le facteur de jauge (coefficient directeur) augmente avec la résistance. Cette augmentation est d'autant plus visible lorsque le facteur de jauge est tracé en fonction de la résistance initiale en Figure 25. La relation entre facteur de jauge et résistance suit une loi puissance (linéaire lorsque les axes sont représentés avec une échelle logarithmique).

En raison de son rôle majeur dans la conception de capteurs physiques, les jauges d'extensométrie constituent un levier essentiel dans l'instrumentation des outils industriels grâce à l'I-IoT.

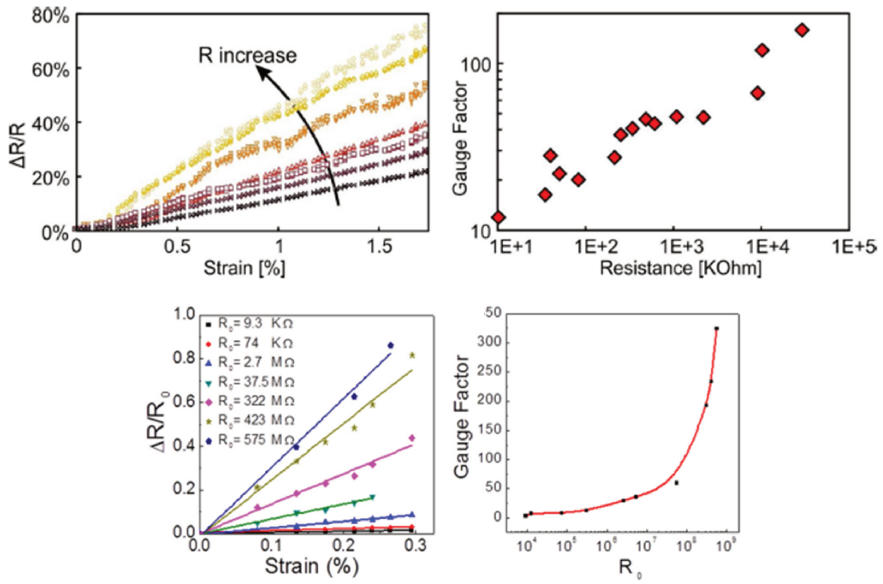



*Figure 25 : Relation d'augmentation du facteur de jauge avec l'augmentation de résistance initiale de la jauge, [54 - 55]*

Actuellement, les jauges de déformation classiques présentent des difficultés inhérentes à leur constitution pour une utilisation au-delà de 400 °C. La capacité à collecter des informations au-delà de cette température sur les outils est un enjeu majeur. Des méthodes permettent actuellement des mesures de déformation en milieu opérationnel sévère mais restent complexes à mettre en œuvre. Le développement de nouveaux procédés de mise en œuvre de jauges de déformations permettant de dépasser les limites de fonctionnement actuelles présente alors un fort potentiel.

Deux axes de travail peuvent alors se combiner. Le premier consiste à utiliser la liberté permise par l'emploi de techniques de fabrication additive d'intégrer au plus près de la zone de sollicitation l'élément sensible. L'emploi de ces techniques d'apport de matière peut ainsi être envisagée avec des matériaux permettant d'atteindre des températures opérationnelles inaccessibles pour l'électronique classique, tout en respectant l'intégrité de l'objet sur lequel ils sont déposés. Les matériaux à activation alcaline, en alliant des températures d'utilisation élevées et des températures de mise en œuvre inférieures à 200 °C correspondent parfaitement à de telles exigences.

Il devient alors parfaitement envisageable de déposer des matériaux à activation alcaline de manière additive pour l'intégration de jauges compatibles hautes températures. Ces matériaux présentent l'intérêt de pouvoir être chargés avec des particules électriquement conductrices pour astucieusement déposer une couche isolante et une couche conductrice. On obtiendrait alors des composants au fonctionnement régi par la percolation qui par des mécanismes de conduction particuliers, permettent d'obtenir une variation de résistance avec la déformation.

## Conclusion

Après avoir connu plusieurs révolutions successives, l'industrie 4.0 s'est appuyée sur une utilisation majeure de l'I-IoT pour décrire et comprendre plus finement son environnement en temps réel. Cette nouvelle vision s'appuie sur un composant de base qui est le capteur. Son rôle essentiel se justifie par sa capacité à collecter la donnée souhaitée. Ainsi, il est placé au premier rang de la chaine de mesure. Différentes catégories de capteurs existent et parmi elles, les capteurs physiques. Ils peuvent se décomposer en plusieurs parties, dont le corps d'épreuve et un élément sensible. C'est le corps d'épreuve qui va permettre la traduction d'un phénomène physique à étudier en une grandeur mesurable par l'élément sensible. Dans la majorité des configurations, l'élément sensible utilisé est une ou plusieurs jauges de déformations. On utilise alors la théorie de l'extensométrie afin de transformer les déformations du corps d'épreuve en un signal électrique exploitable. Usuellement, on observe une variation de résistance électrique relative et avec une loi dépendant d'un facteur de jauge, il est possible de remonter à la déformation du corps d'épreuve. Ces composants présentent deux limites majeures : leur incompatibilité avec les hautes températures et leur dépôt de manière manuelle. Deux voies d'amélioration ont été présentées afin de répondre à chacune des limites.

On observe généralement un impact de la température sur le comportement électrique des jauges. L'autre impact se situe au niveau des matériaux utilisés. Ces derniers, souvent organiques, ne sont pas compatibles avec des températures d'utilisation supérieures à 400 °C. Pour résoudre ces problèmes, différentes techniques ont été développées. Elles sont scindées en deux catégories, différenciées par la proximité du capteur avec la déformation à mesurer. On distingue donc la mesure sans contact (où l'élément sensible n'est pas en contact direct avec la pièce) de la mesure avec contact (où le capteur est posé sur la pièce). Compte tenu des matériaux utilisés ou des montages spécifiques à mettre en place, l'utilisation des différentes méthodes de mesure à hautes températures représentent souvent un défi d'intégration. Il est donc nécessaire de développer une nouvelle génération de capteurs permettant de s'affranchir de ces limites.

Afin de simplifier la mise en œuvre des capteurs, il est possible de s'orienter vers l'utilisation de méthodes de fabrication additive. De plus en plus répandues dans le domaine électronique, elles constituent un atout majeur d'intégration au sein des objets. Il convient alors de distinguer différentes familles suivant le niveau d'intégration des interconnexions et des composants. Par exemple, pour un dépôt d'interconnexions en surface d'un objet, on parlera d'électronique 2,5D. Il faut une intégration complète de l'électronique dans le volume de l'objet pour caractériser l'électronique 3D. Ces nouvelles méthodes de fabrication peuvent être couplées à des matériaux innovants. Il est par exemple possible d'envisager l'utilisation de matériaux à activation alcaline, dont les températures de mise en œuvre permettent de préserver le support. Leurs températures maximales d'utilisation sont également compatibles avec les environnements sévères envisagés. Afin de leur apporter les propriétés souhaitées, il est possible de les fonctionnaliser avec des particules conductrices. On observera alors, à condition

que les concentrations soient suffisantes, l'apparition d'une conduction électrique. Ce phénomène, appelé conduction par percolation, permet d'apporter des propriétés de piézorésistivité aux matériaux élaborés. Ainsi, il est possible d'envisager une mesure de déformation par une variation de la résistance d'une jauge déposée par fabrication additive, à partir de matériaux entièrement inorganiques.

## Références


[1] D. Lukač

"The fourth ICT-based industrial revolution 'Industry 4.0' — HMI and the case of CAE/CAD innovation with EPLAN P8,"

in *2015 23rd Telecommunications Forum Telfor (TELFOR)*, Nov. 2015, pp. 835–838. doi: 10.1109/TELFOR.2015.7377595.

[2] H. Boyes, B. Hallaq, J. Cunningham, and T. Watson

"The industrial internet of things (IIoT): An analysis framework,"

*Computers in Industry*, vol. 101, pp. 1–12, Oct. 2018, doi: 10.1016/j.compind.2018.04.015.

[3] S. Bosse, D. Lehmhus, W. Lang, and M. Busse

Eds., *Material-integrated intelligent systems: technology and applications*. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2018.

[4] Y. Parmantier and F. Kratz

"Capteurs - Définitions, principes de détection,"

p. 16, 2009.

[5] B. Baker

"Temperature Sensing Technologies,"

p. 13, 1998.

[6] B. Arman Kuzubasoglu and S. Kursun Bahadir

"Flexible temperature sensors: A review,"

*Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 315, p. 112282, Nov. 2020, doi: 10.1016/j.sna.2020.112282.

[7] K. Hoffmann

*An introduction to stress analysis and transducer design using strain gauges*.

[8] J.-L. L. Goër and J. Avril

"Extensométrie,"

p. 20, 1992.

[9] J.-L. L. Goër and J. Avril

"Capteurs à jauges extensométriques,"

p. 31, 1992.

[10] S. Kamel Gharghan, R. Nordin, and M. Ismail

"DEVELOPMENT AND VALIDATION OF A TRACK BICYCLE INSTRUMENT FOR TORQUE MEASUREMENT USING THE ZIGBEE WIRELESS SENSOR NETWORK,"

*International Journal on Smart Sensing and Intelligent Systems*, vol. 10, no. 1, pp. 124–145, 2017, doi: 10.21307/ijssis-2017-206.

[11] L. W. McKeen

"Polyimides,"

in *The Effect of Long Term Thermal Exposure on Plastics and Elastomers*, Elsevier, 2014, pp. 117–137. doi: 10.1016/B978-0-323-22108-5.00006-0.

[12] C. Akinyi, J. Longun, S. Chen, and J. O. Iroh,

"Decomposition and Flammability of Polyimide Graphene Composites,"

*Minerals*, vol. 11, no. 2, Art. no. 2, Feb. 2021, doi: 10.3390/min11020168.

[13] S. Chen, T. Wang, and Q. Wang

"Thermal Properties of Epoxy/Rubber Blends,"

in *Handbook of Epoxy Blends*, J. Parameswaranpillai, N. Hameed, J. Pionteck, and E. M. Woo, Eds., Cham: Springer International Publishing, 2017, pp. 249–277. doi: 10.1007/978-3-319-40043-3_10.

[14] F. Torres-Herrador, A. Eschenbacher, J. Blondeau, T. E. Magin, and K. M. V. Geem

"Study of the degradation of epoxy resins used in spacecraft components by thermogravimetry and fast pyrolysis,"

*Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, vol. 161, p. 105397, Jan. 2022, doi: 10.1016/j.jaap.2021.105397.

[15] M. Anwander, B. G. Zagar, B. Weiss, and H. Weiss

"Noncontacting strain measurements at high temperatures by the digital laser speckle technique,"

*Experimental Mechanics*, vol. 40, no. 1, pp. 98–105, Mar. 2000, doi: 10.1007/BF02327556.

[16] C. Pradille, M. Bellet, and Y. Chastel

"A Laser Speckle Method for Measuring Displacement Field. Application to Resistance Heating Tensile Test on Steel,"

*AMM*, vol. 24–25, pp. 135–140, Jun. 2010, doi: 10.4028/www.scientific.net/AMM.24-25.135.

[17] I. Yamaguchi

"A laser-speckle strain gauge,"

May 1981, [Online]. Available: https://api.istex.fr/document/E50E543C19618929BD11D0C68D5117F3A8FC83E1/fulltext/pdf?sid=clickandread

[18] Y. Tang, J. Zhang, M. Yue, X. Zhu, X. Fang, and X. Feng

"High-frequency flashing of light source for synchronous measurement of temperature and deformation at elevated temperature,"

*OPTICS AND LASERS IN ENGINEERING*, vol. 137. Feb. 2021. doi: 10.1016/j.optlaseng.2020.106361.

[19] D. Wu, L. Lin, H. Ren, F. Zhu, and H. Wang

"High-temperature deformation measurement of the heated front surface of hypersonic aircraft component at 1200 degrees C using digital image correlation,"

*OPTICS AND LASERS IN ENGINEERING*, vol. 122. pp. 184–194, Nov. 2019. doi: 10.1016/j.optlaseng.2019.06.006.

[20] L. Yu and B. Pan

"Overview of High-temperature Deformation Measurement Using Digital Image Correlation,"

*Exp Mech*, vol. 61, no. 7, pp. 1121–1142, Sep. 2021, doi: 10.1007/s11340-021-00723-8.

[21] B. Fan, X. Dai, H. Xie, B. Zhao, and B. Guo

"Dual-Light-Path Optical Strain Gauge Using Diffraction Grating and Position-Sensitive Detectors for Deformation Measurement,"

*EXPERIMENTAL MECHANICS*, vol. 57, no. 8. pp. 1275–1287, Oct. 2017. doi: 10.1007/s11340-017-0284-0.

[22] Y. Bao and G. Chen

"Fully-distributed Fiber Optic Sensor for Strain Measurement at High Temperature,"

in *Structural Health Monitoring 2015*, Destech Publications, 2015. doi: 10.12783/SHM2015/358.

[23] P. Xia, Y. Tan, C. Yang, Z. Zhou, and K. Yun

"A Composite Fabry-Perot Interferometric Sensor with the Dual-Cavity Structure for Simultaneous Measurement of High Temperature and Strain,"

*Sensors*, vol. 21, no. 15, Art. no. 15, Jan. 2021, doi: 10.3390/s21154989.

[24] F. Grzymski, T. Trapko, and M. Musial

"Practical use of distributed fibre optic sensors in research on FRCM composites,"

*XXII INTERNATIONAL SCIENTIFIC CONFERENCE: CONSTRUCTION THE FORMATION OF LIVING ENVIRONMENT (FORM-2019)*, vol. 97. in E3S Web of Conferences, vol. 97. 2019. doi: 10.1051/e3sconf/20199702019.

[25] "High Temperature Weldable Strain Gages | HPI Strain Gages,"

*Hitec Products, Inc.* https://hitecprod.com/products/high-temperature-weldable/ (accessed Jul. 26, 2022).

[26] "Wire Round Strain Gages | HPI Strain Gages,"

*Hitec Products, Inc.* https://hitecprod.com/products/high-temperature-bondable/ (accessed Jul. 26, 2022).

[27] A. Pohl

"A review of wireless SAW sensors,"

*IEEE Transactions on Ultrasonics, Ferroelectrics, and Frequency Control*, vol. 47, no. 2, pp. 317–332, Mar. 2000, doi: 10.1109/58.827416.

[28] S. A. Zhgoon, A. S. Shvetsov, S. A. Sakharov, and O. Elmazria

"High-Temperature SAW Resonator Sensors: Electrode Design Specifics,"

*IEEE TRANSACTIONS ON ULTRASONICS FERROELECTRICS AND FREQUENCY CONTROL*, vol. 65, no. 4. pp. 657–664, Apr. 2018. doi: 10.1109/TUFFC.2018.2797093.

[29] L. Li, B. Peng, J. Zhu, Z. He, Y. Yang, and W. Zhang

"Strain Measurements With Langasite SAW Resonators at High Temperature,"

*IEEE Sensors Journal*, vol. 21, no. 4, pp. 4688–4695, Feb. 2021, doi: 10.1109/JSEN.2020.3032477.

[30] S. F. Jilani, D. Leff, A. Maskay, R. J. Lad, and M. P. da Cunha

"Static Strain Modelling, Calibration, and Measurements for High-Temperature Wireless SAW Resonator Operation,"

in *2020 IEEE International Ultrasonics Symposium (IUS)*, Sep. 2020, pp. 1–4. doi: 10.1109/IUS46767.2020.9251613.

[31] D. M. Dyson, D. R. Collins, and D. K. Ghaffarzadeh

"3D Electronics: 2020-2030."

[32] E. Cadalen

"Conception et fabrication des circuits imprimés rigides,"

p. 29, 2013.

[33] M. T. Marvila, A. R. G. de Azevedo, and C. M. F. Vieira

"Reaction mechanisms of alkali-activated materials,"

*Rev. IBRACON Estrut. Mater.*, vol. 14, no. 3, p. e14309, 2021, doi: 10.1590/s1983-41952021000300009.

[34] J. L. Provis

"Alkali-activated materials,"

*Cement and Concrete Research*, vol. 114, pp. 40–48, Dec. 2018, doi: 10.1016/j.cemconres.2017.02.009.

[35] J. Y. Kim

"A Study on the Preparation Method of Geopolymeric Concrete using Specifically Modified Silicate and Inorganic Binding Materials and Its Compressive Strength Characteristics,"

*J. Korean Ceram. Soc*, vol. 52, no. 2, pp. 150–153, Mar. 2015, doi: 10.4191/kcers.2015.52.2.150.

[36] P. Duxson, A. Fernández-Jiménez, J. L. Provis, G. C. Lukey, A. Palomo, and J. S. J. van Deventer

"Geopolymer technology: the current state of the art,"

*J Mater Sci*, vol. 42, no. 9, pp. 2917–2933, May 2007, doi: 10.1007/s10853-006-0637-z.

[37] O. Biel, P. Rożek, P. Florek, W. Mozgawa, and M. Król

"Alkaline Activation of Kaolin Group Minerals,"

*Crystals*, vol. 10, no. 4, Art. no. 4, Apr. 2020, doi: 10.3390/cryst10040268.

[38] S. J. O'Connor and K. J. D. MacKenzie

"Synthesis, characterisation and thermal behaviour of lithium aluminosilicate inorganic polymers,"

*J Mater Sci*, vol. 45, no. 14, pp. 3707–3713, Jul. 2010, doi: 10.1007/s10853-010-4383-x.

[39] M. Kumar, S. K. Saxena, and N. B. Singh

"Influence of some additives on the properties of fly ash based geopolymer cement mortars,"

*SN Appl. Sci.*, vol. 1, no. 5, p. 481, May 2019, doi: 10.1007/s42452-019-0506-4.

[40] "A_2020_Catalog-NP.pdf."

Accessed: Dec. 22, 2020. [Online]. Available: http://www.cotronics.com/vo/cotr/pdf/A_2020_Catalog-NP.pdf

[41] X. Lu, Y. Lee, S. Yang, Y. Hao, J. R. G. Evans, and C. G. Parini

"Solvent-based paste extrusion solid freeforming,"

*Journal of the European Ceramic Society*, vol. 30, no. 1, pp. 1–10, Jan. 2010, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2009.07.019.

[42] A. Ghazanfari, W. Li, M. C. Leu, and G. E. Hilmas

"A novel freeform extrusion fabrication process for producing solid ceramic components with uniform layered radiation drying,"

*Additive Manufacturing*, vol. 15, pp. 102–112, May 2017, doi: 10.1016/j.addma.2017.04.001.

[43] E. Ordoñez, J. M. Gallego, and H. A. Colorado

"3D printing via the direct ink writing technique of ceramic pastes from typical formulations used in traditional ceramics industry,"

*Applied Clay Science*, vol. 182, p. 105285, Dec. 2019, doi: 10.1016/j.clay.2019.105285.

[44] B. Finke *et al.*

"Influence of formulation parameters on the freeform extrusion process of ceramic pastes and resulting product properties,"

*Additive Manufacturing*, vol. 32, p. 101005, Mar. 2020, doi: 10.1016/j.addma.2019.101005.

[45] Q. Sun, Z. Yang, H. Cheng, Y. Peng, Y. Huang, and M. Chen

"Creation of three-dimensional structures by direct ink writing with kaolin suspensions,"

*J. Mater. Chem. C*, vol. 6, no. 42, pp. 11392–11400, 2018, doi: 10.1039/C8TC03152E.

[46] L. del-Mazo-Barbara and M.-P. Ginebra

"Rheological characterisation of ceramic inks for 3D direct ink writing: A review,"

*Journal of the European Ceramic Society*, vol. 41, no. 16, pp. 18–33, Dec. 2021, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2021.08.031.

[47] A. Pizzi and K. L. Mittal, Eds.

*Handbook of adhesive technology*

2nd ed., rev.Expanded. New York: M. Dekker, 2003.

[48] L. Liu, J. Xu, T. Yin, Y. Wang, and H. Chu

"Improved conductivity and piezoresistive properties of Ni-CNTs cement-based composites under magnetic field,"

*Cement and Concrete Composites*, vol. 121, p. 104089, Aug. 2021, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2021.104089.

[49] A. D'Alessandro, M. Rallini, F. Ubertini, A. L. Materazzi, and J. M. Kenny

"Investigations on scalable fabrication procedures for self-sensing carbon nanotube cement-matrix composites for SHM applications,"

*Cement and Concrete Composites*, vol. 65, pp. 200–213, Jan. 2016, doi: 10.1016/j.cemconcomp.2015.11.001.

[50] J. Chen *et al.*

"Strain sensing behaviors of stretchable conductive polymer composites loaded with different dimensional conductive fillers,"

*Composites Science and Technology*, vol. 168, pp. 388–396, Nov. 2018, doi: 10.1016/j.compscitech.2018.10.025.

[51] D. J. Cohen, D. Mitra, K. Peterson, and M. M. Maharbiz

"A Highly Elastic, Capacitive Strain Gauge Based on Percolating Nanotube Networks,"

*Nano Lett.*, vol. 12, no. 4, pp. 1821–1825, Apr. 2012, doi: 10.1021/nl204052z.

[52] D. Xiang *et al.*

"Highly Sensitive Flexible Strain Sensor Based on a Double-percolation Structured Elastic Fiber of Carbon Nanotube (CNT)/Styrene Butadiene Styrene (SBS) @ Thermoplastic Polyurethane (TPU) for Human Motion and Tactile Recognition,"

*Appl Compos Mater*, vol. 30, no. 1, pp. 307–322, Feb. 2023, doi: 10.1007/s10443-022-10084-7.

[53] M. Abedi, R. Fangueiro, and A. G. Correia

"Effects of multiscale carbon-based conductive fillers on the performances of a self-sensing cementitious geocomposite,"

*Journal of Building Engineering*, vol. 43, p. 103171, Nov. 2021, doi: 10.1016/j.jobe.2021.103171.

[54] M. Hempel, D. Nezich, J. Kong, and M. Hofmann

"A Novel Class of Strain Gauges Based on Layered Percolative Films of 2D Materials,"

*Nano Lett.*, vol. 12, no. 11, pp. 5714–5718, Nov. 2012, doi: 10.1021/nl302959a.

[55] J. Zhao *et al.*

"Ultra-sensitive strain sensors based on piezoresistive nanographene films,"

*Appl. Phys. Lett.*, vol. 101, no. 6, p. 063112, Aug. 2012, doi: 10.1063/1.4742331.

# Partie 2. DEPOT OPTIMISE D'ADHESIFS INORGANIQUES POUR LA FONCTIONNALISATION ELECTRONIQUE

## Table des matières


**INTRODUCTION ..... - 60 -**

**2 - 1 MISE EN PLACE DU PROCEDE DE DEPOT DIRECT DE PATE ..... - 60 -**

2 - 1.1 CHOIX DES MATERIAUX ..... - 60 -

2 - 1.2 PRESENTATION GLOBALE DU PROCEDE ..... - 64 -

2 - 1.3 COMPATIBILITE RHEOLOGIQUE DE L'ADHESIF CONDUCTEUR AVEC LES PROCEDES D'EXTRUSION ..... - 68 -

**2 - 2 MISE EN ŒUVRE DE LA COUCHE UNDERCLAD POUR LE COMPOSANT ..... - 70 -**

2 - 2.1 METHODE DE DEPOT DE LA COUCHE ISOLANTE ..... - 70 -

2 - 2.2 ADHERENCE DE LA COUCHE SUR SUBSTRAT METALLIQUE ..... - 72 -

2 - 2.3 INFLUENCE DE LA COUCHE D'UNDERCLAD SUR LA MESURE DE DEFORMATION ..... - 75 -

**2 - 3 IMPRESSION D'UNE PISTE INORGANIQUE REGULIERE ..... - 77 -**

2 - 3.1 EXTRUSION DE PATE INORGANIQUE CONDUCTRICE ..... - 77 -

2 - 3.2 OPTIMISATION DE LA PHASE DE DEPOT ..... - 85 -

2 - 3.3 VERIFICATION DE LA REGULARITE DE LA PISTE APRES OPTIMISATION ..... - 90 -

**CONCLUSION ..... - 93 -**

**RÉFÉRENCES ..... - 95 -**

## Introduction

Après avoir posé le contexte de l'étude, l'objectif est désormais de mettre au point le procédé qui doit permettre de déposer un composant inorganique sur un substrat métallique. L'intérêt des matériaux à activation alcaline ayant été démontré plus haut, la première étape a été de choisir, parmi une gamme de matériaux commerciaux, deux matériaux présentant les caractéristiques souhaitées. Ces matériaux sont ensuite mis en œuvre à l'aide d'un procédé reposant sur trois étapes majeures, correspondant chacune au dépôt d'une couche distincte du composant. Pour cela, deux techniques sont envisagées : le dépôt manuel d'une fine couche au pinceau et le dépôt par extrusion de pâte (aussi appelé robocasting). Afin de vérifier si les matériaux sélectionnés sont compatibles avec les techniques identifiées, des tests de comportement rhéologique sont effectués. Dans le but de garantir la qualité du composant, la couche isolante a été étudiée. La méthode de dépôt optimale a été déterminée afin d'éviter l'apparition de fissures lors du séchage de la couche. Il a également été vérifié que l'épaisseur de dépôt avait un impact négligeable sur la mesure de déformation à réaliser. L'étape critique de la fabrication du composant étant l'impression de la piste sensible, cette étape a été particulièrement étudiée afin de permettre le dépôt d'un cordon le plus régulier possible. Cette optimisation a été effectuée aussi bien au niveau du matériau que des paramètres d'impression afin de limiter les bouchages de buses d'extrusion ainsi que les variations de largeur du cordon.

## 2 - 1 Mise en place du procédé de dépôt direct de pâte

### 2 - 1.1 Choix des matériaux

Il a été montré précédemment que les matériaux à activation alcaline pouvaient être une excellente alternative aux matériaux inorganiques usuels en s'affranchissant de traitements thermiques de consolidation à température élevée. L'objectif de l'étude étant de déterminer la faisabilité de mise en œuvre d'une jauge de déformation à partir de ces matériaux, le choix est de privilégier l'usage de solutions commerciales afin de s'affranchir des étapes de formulation de la pâte.

Deux types de matières sont nécessaires pour le dépôt d'une piste conductrice sur métal. Il faut donc identifier dans la gamme des adhésifs inorganiques isolants (Tableau 3) et conducteurs (Tableau 4) électriques. Ceux-ci doivent correspondre au cahier des charges en prenant en compte les propriétés suivantes :

- Température maximale d'utilisation
- Viscosité
- Cycle thermique de solidification
- Propriétés électriques (isolation ou conductivité)

Pour des raisons économiques et de disponibilité des produits, et sachant qu'ils présentent les propriétés recherchées pour l'application, les matériaux suivants ont été choisis :

- Isolant : #8
- Conducteur :  #11

*Tableau 3 : Propriétés des adhésifs isolants haute température*

| **Référence** | #1 | #2 | #3 | #4 | #5 | #6 | #7 | #8 | #9 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Charge Inorganique** | Al2O3 | | | | | | | Al2O3-SiO2 | |
| **Température maximale d'utilisation, °C** | 1650 | 1650 | 1650 | 1650 | 1760 | 1650 | 1650 | 1650 | 1371 |
| **Viscosité, Pa.s** | 50 – 90 | 53 – 73 | Pâte | 2,5 – 5 | 40 – 80 | 30 – 40 | 40 – 80 | 5 – 15 | 40 – 80 |
| **Cycle thermique de solidification** | 1h @25 °C<br>2h @93 °C<br>2h @260 °C<br>2h @371 °C | 1-4h @25 °C<br>2h @93 °C<br>2h @260 °C | 1-4h @25 °C<br>2h @93 °C | 1-4h @25 °C<br>2h @93 °C | 1-4h @25 °C<br>2h @93 °C | 1-4h @25 °C<br>2h @93 °C | 1-4h @25 °C<br>2h @93 °C<br>2h @177 °C<br>2h @260 °C | 1-4h @25 °C<br>2h @93 °C<br>2h @177 °C | 1-4h @25 °C<br>2h @93 °C |
| **Rigidité diélectrique, kV/mm** | 6,73 | 6,81 | 5,43 | 5,59 | 7,17 | 6,42 | 7,95 | 7,99 | 4,65 |

*Tableau 4 : Propriétés des adhésifs conducteurs haute température*

| **Référence** | #10 | #11 |
|---|---|---|
| **Charge Métallique** | Flocons d'argent | Flocons de nickel |
| **Température maximale d'utilisation, °C** | 927 | 538 |
| **Viscosité, Pa.s** | Pâte | 20 – 25 |
| **Cycle thermique de solidification** | 2h @25 °C<br>2h @93 °C | 2h @25 °C<br>2h @93 °C |
| **Résistivité, Ω.cm** | 0,0002 | 0,005 |

Les matériaux utilisés étant des adhésifs détournés de leur utilisation principale, il est nécessaire de vérifier que leur utilisation permet d'obtenir une jauge piézorésistive. Après une extraction des données présentes dans les fiches de sécurité, les composants des adhésifs ont pu être identifiés (Tableau 5).

*Tableau 5 : Compositions théoriques des adhésifs selon les fiches de sécurité*

| Matériau | Composant | Numéro CAS | Proportion |
|---|---|---|---|
| Isolant #8 | Aluminosilicate | 1332-58-7 | 60-80 wt% |
| | Lithium Polysilicate | 12627-14-4 | 10-20 wt% |
| | Eau | 7732-18-5 | 10-20 wt% |
| Conducteur #11 | Nickel | 7440-02-0 | 50-70 wt% |
| | Potassium Polysilicate | 1312-76-1 | 10-20 wt% |
| | Eau | 7732-18-5 | 20-30 wt% |

Chaque composant étant lié à sa classification CAS, il est possible d'obtenir les formules chimiques des composés complexes présents dans les différents matériaux (Figure 26).

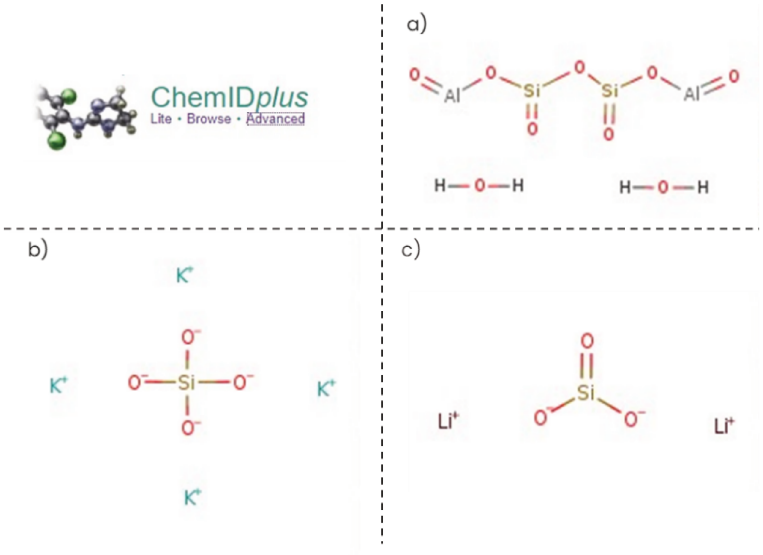



*Figure 26 : Formules chimiques des composants des adhésifs, a) Alumino-Silicate, b) Potassium Polysilicate), c) Lithium Polysilicate*

Dans notre cas, on distingue 3 constituants majeurs :

- Une partie solide. Suivant le type de propriété électrique recherché, elle peut être conductrice ou isolante électriquement. Pour l'isolant, on utilisera une charge aluminosilicate, tandis que pour le conducteur, une charge à base de Nickel est utilisée.
- Une partie activatrice. Composée de silicates mis en solution avec des ions alcalins, c'est cette partie qui permet la solidification du matériau lors d'un traitement thermique.
- Une base aqueuse, permettant la dilution des différents éléments ensemble.

Afin de caractériser la nature des phases solides en présence, des analyses par diffraction des rayons X (DRX) ont été menées. La matière testée a été obtenue par l'évaporation des composants liquides des adhésifs afin de ne conserver que la partie solide des matériaux. Le procédé consiste en une succession de plusieurs étapes. De l'eau est ajoutée à l'adhésif afin d'augmenter la dilution des particules solides. La solution obtenue est ensuite évaporée naturellement avant d'obtenir un dépôt solide ne contenant que les particules solides.

L'analyse DRX des charges conductrices (Figure 27 a) confirme la présence de nickel, de structure cubique et de groupe d'espace Fm-3m (225) (fiche pdf correspondante : 01-071-4655). Le diffractogramme (Figure 27 b) s'indexe dans le système orthorhombique de la Mullite (fiches pdf correspondantes 00-006-0258 et 00-015-0776), une phase particulière des aluminosilicates, de groupe d'espace Pbam (55).

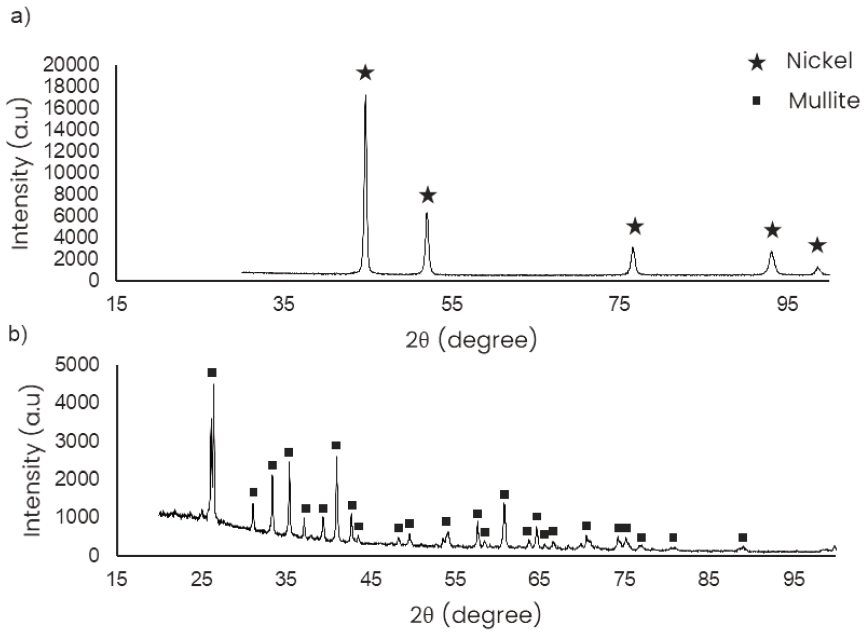



*Figure 27 : Identification des composants des particules solides des adhésifs à partir des spectres DRX du a) conducteur et de b) l'isolant.*

Les composés présents dans les matériaux étudiés sont donc cohérents avec ce dont nous avons besoin pour la fabrication de composants électroniques hautes températures. La variation dans la nature des charges solides permet de viser à façon des propriétés d'isolation ou de conduction électrique. La présence de solutions alcalines dans les adhésifs devrait permettre une solidification du dépôt à des températures suffisamment faibles, permettant la conservation de l'intégrité du substrat métallique.

### 2 - 1.2 Présentation globale du procédé

Après avoir identifié des matériaux compatibles avec notre objectif de fabrication de jauges piézorésistives, on cherche à développer un procédé qui permettra le dépôt direct de

composants. Pour cela, on vise une superposition de 3 couches distinctes, chacune assurant un rôle spécifique (Figure 28) :

- La première couche isolante, ou "underclad". Cette première couche permet le couplage mécanique du composant sur le support (rôle de la colle et du substrat polymère en extensométrie standard) tout en apportant une isolation électrique par sa nature diélectrique (rôle de la couche isolante).
- La couche conductrice. Elle permet par ses propriétés de conduction électrique l'obtention d'une résistance et donc la mesure du phénomène étudié.
- La seconde couche isolante, ou "overclad". Cette dernière couche permet une protection de la piste conductrice contre les diverses agressions de l'environnement opérationnel (chocs, courts-circuits, etc.).

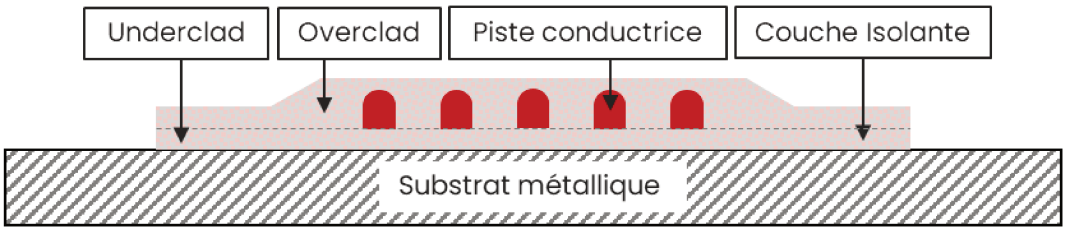



*Figure 28 : Schématisation (en coupe) de la superposition de couches recherchée*

La nature des matériaux imposant un traitement thermique de solidification, le dépôt de l'ensemble des couches se fera en trois étapes successives (Figure 29).

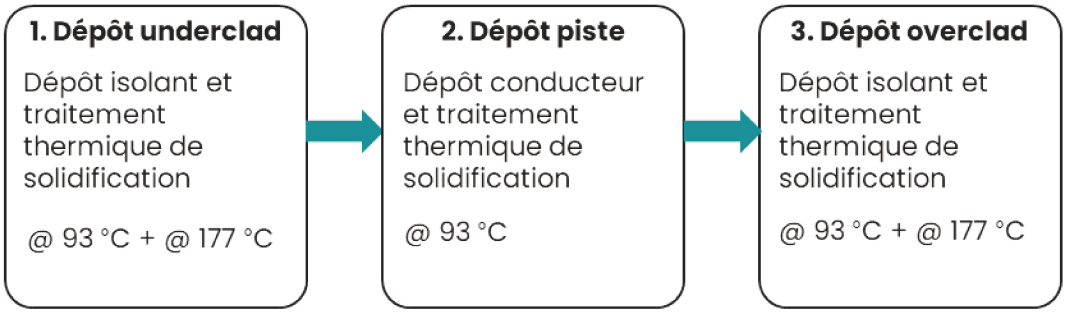



*Figure 29 : Étapes de traitements thermiques du procédé de mise en œuvre des matériaux isolants et conducteurs*

Chacune de ces étapes se décompose de manière identique. Une première action consiste à déposer le matériau brut. Celui-ci est ensuite solidifié par un traitement thermique, en suivant les indications de température du fournisseur pour chaque matériau. Compte tenu des faibles températures de solidification imposées, un traitement à l'étuve est privilégié.

Le fournisseur ne donne en revanche aucune indication sur les profils des recuits (vitesses de montée ou de descente en température) pour le traitement thermique de solidification. Des tests ont été menés afin de vérifier l'influence de ces paramètres sur le résultat final (Figure 30). Les tests de vitesses, en chauffe et en refroidissement, ont montré qu'une vitesse rapide (5°C/min) entraîne l'apparition de fissures, engendrant des pertes de continuité dans la piste. A

l'inverse, une vitesse plus lente (0,5°C/min) permet une conservation de la morphologie du dépôt après séchage.

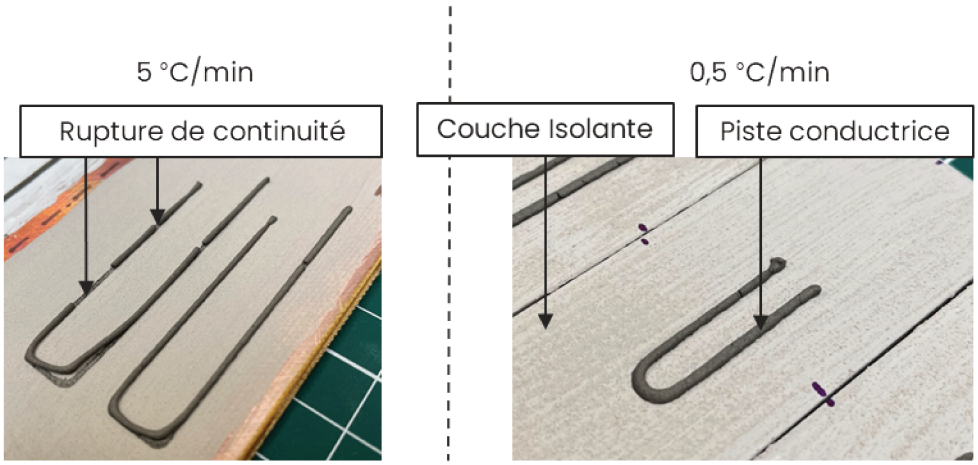



*Figure 30 : Influence de la vitesse de montée en température sur la continuité des pistes déposés (adhésif conducteur)*

Une vitesse faible de 0,5 °C/min a donc été choisie pour les étapes de transition entre deux plateaux lors du traitement thermique afin de limiter les risques de ruine du composant. Des profils de traitement thermiques peuvent alors être établis pour la solidification (Figure 31).

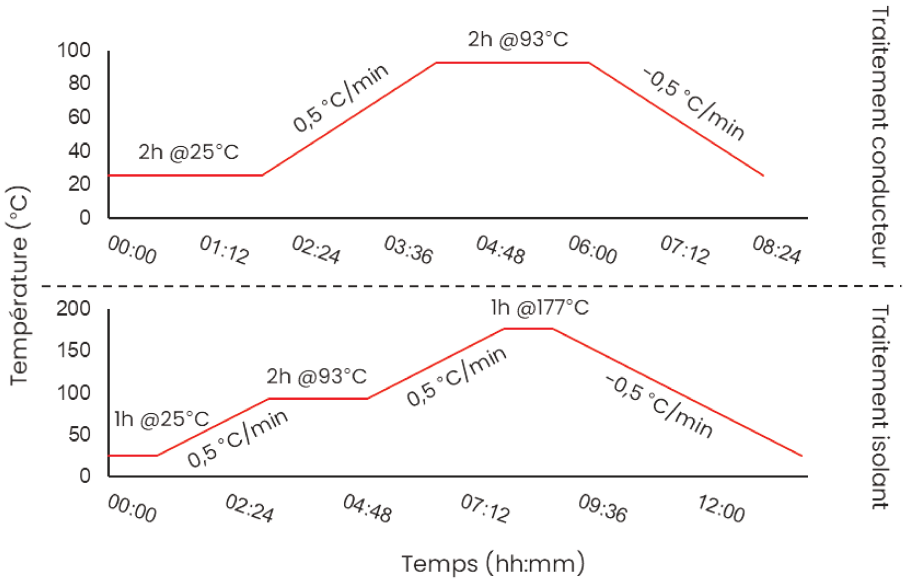



*Figure 31 : Traitements thermiques de solidification pour les adhésifs conducteur et isolant*

Tous les dépôts seront désormais réalisés en suivant la démarche établie Figure 29. Les seules variations entre les dépôts seront liées à des modifications des techniques ou des paramètres d'impression.

Dans la mise en œuvre du procédé, trois différentes voies de dépôt seront explorées. Parmi elles, une sera mise en œuvre manuellement tandis que les deux autres techniques sont entièrement automatisées. La première repose sur l'utilisation d'un pinceau afin de déposer une

fine couche d'adhésif, (Figure 32 a). L'utilisation d'un pinceau avec un embout en mousse (Figure 32 b), permet l'application d'une fine couche de pâte tout en évitant l'apparition de traces caractéristiques d'un pinceau à poils.

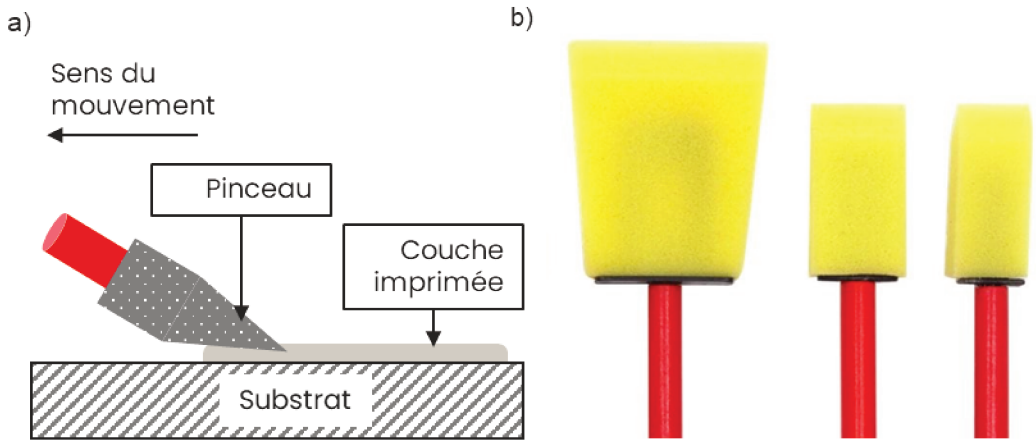



*Figure 32 : a) Principe de dépôt au pinceau et b) exemple de pinceaux utilisés*

En complément du dépôt au pinceau, deux techniques d'extrusion de pâte ont été identifiées, basées sur deux méthodes de mise en mouvement de la pâte dans la tête d'impression. La première technique (Figure 33 a), s'appuie sur l'action d'un piston afin de mettre en pression la pâte. La seconde (Figure 33 b), repose quant à elle sur la rotation d'une vis sans fin, afin de pousser la pâte dans la tête d'impression, de manière similaire à ce qui se retrouve avec les vis d'Archimède.

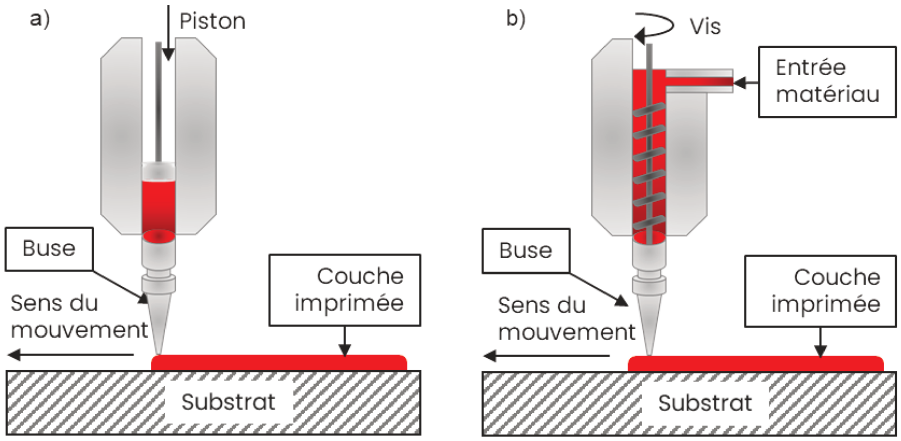



*Figure 33 : Schémas de principe des dépôts par extrusion de pâte a) par piston et b) par vis sans fin*

Afin de mettre en mouvement la tête d'impression selon les trois directions de l'espace, on utilise une machine cartésienne à 3 axes. Il s'agit d'une imprimante 3D multi-têtes (Figure 34) fabriquée par la société Zmorph contenant un support permettant le déplacement de l'outil d'extrusion.

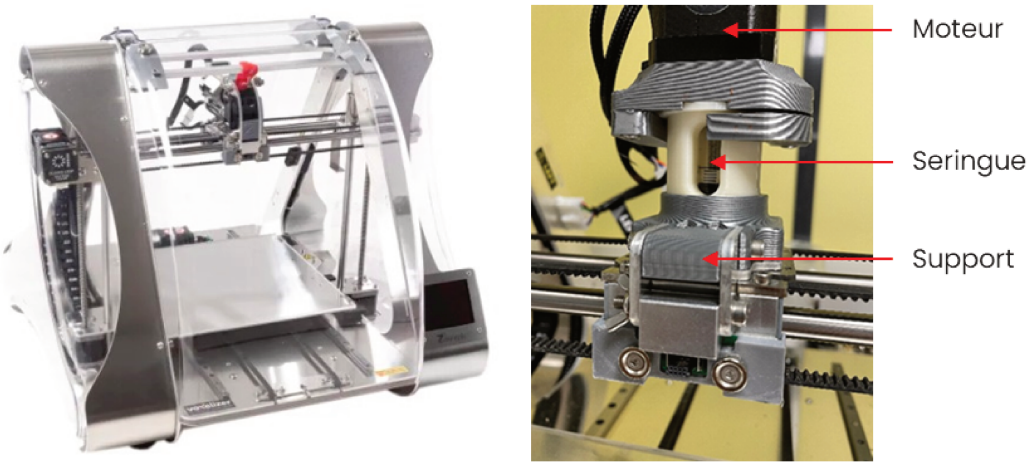



*Figure 34 : Imprimante 3D multi-têtes ZMoprh et tête d'extrusion de pâte*

Le pilotage de l'imprimante s'effectue via des fichiers Gcode. Ce format de fichier est standard pour le pilotage de machines-outils (centre d'usinage à commande numérique, imprimantes 3D). Afin de créer ces fichiers, on utilise un "slicer", permettant de convertir un objet numérique (3D au format STL ou 2D au format DXF) en différentes strates qui permettront, par superposition de celles-ci, la reconstruction de l'objet. Dans la première partie de l'étude, le slicer fourni par le fabricant de l'imprimante (Voxelizer™) a été utilisé pour le pilotage.

### 2 - 1.3 Compatibilité rhéologique de l'adhésif conducteur avec les procédés d'extrusion

Il est essentiel de caractériser la capacité de nos matériaux à être mis en œuvre par des techniques d'extrusion de pâte. La mise en œuvre du matériau conducteur étant l'élément critique dans l'obtention des propriétés de notre composant, les efforts de caractérisation rhéologique se concentreront sur l'adhésif #11.

L'étude des propriétés d'un fluide s'effectue grâce à des tests de rhéologie, en oscillation (Figure 35 a) et en rotation (Figure 35 b), [1]. Dans un premier temps, il est essentiel de vérifier la capacité d'écoulement de la pâte aux parois de l'aiguille. Cette capacité se manifeste notamment par une baisse de la viscosité $\eta$ de la pâte avec l'augmentation du taux de déformation $\dot{\gamma}$. Pour cela, on trace la courbe d'écoulement de la pâte à l'aide d'un test en rotation. Lors de ce test, la pâte est positionnée entre deux géométries planes, dont une est mobile et l'autre fixe. La plaque mobile va alors se mettre en rotation, à des vitesses de plus en plus élevées afin d'augmenter le taux de déformation de la pâte.

Le second prérequis concernant le maintien de l'allure du dépôt après l'extrusion est quant à lui assuré par un comportement viscoélastique de la pâte, caractérisé par la présence des domaines "*Solid like*" et "*Liquid like*". Pour mettre en lumière la coexistence de ces deux domaines, on effectue un test en oscillation afin de tracer l'évolution du module de perte $G'$ et du module de conservation $G''$ en fonction de la déformation $\gamma$. Contrairement à un essai en rotation, la plaque mobile supérieure va alors alterner des mouvements de va et vient, en

augmentant de plus en plus l'amplitude d'oscillation. A l'aide de la courbe obtenue, il est alors possible de déterminer deux cas de figure distincts :

- Le domaine "*Solid like*", lorsque $G' > G''$. Le comportement élastique, caractérisé par le module de conservation, l'emporte sur le comportement visqueux. Ainsi, le matériau adopte le comportement d'un solide.
- Le domaine "*Liquid like*", lorsque $G'' > G'$. Le comportement visqueux, caractérisé par le module de perte, l'emporte sur le comportement élastique. Ainsi, le matériau adopte le comportement d'un liquide

Le passage d'un domaine à l'autre est symbolisé par une inversion des modules de conservation et de perte. L'apparition de cette frontière au croisement des courbes permet alors de valider ou non le comportement viscoélastique d'une pâte.

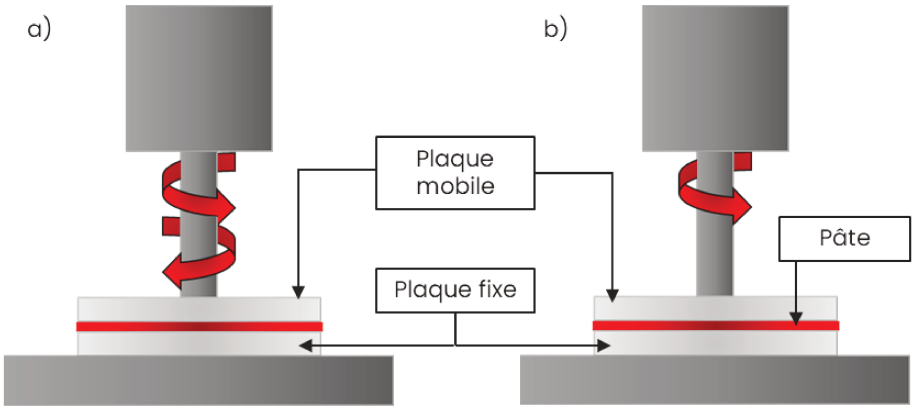



*Figure 35 : Schéma de principe des tests rhéologiques en a) oscillation et b) rotation*

Dans le but de caractériser l'adhésif conducteur utilisé, les deux tests décrits ont été réalisés. La capacité d'écoulement au travers la buse a été vérifiée par l'allure décroissante de la courbe d'écoulement issue du test en rotation et tracée en échelle logarithmique (Figure 36).

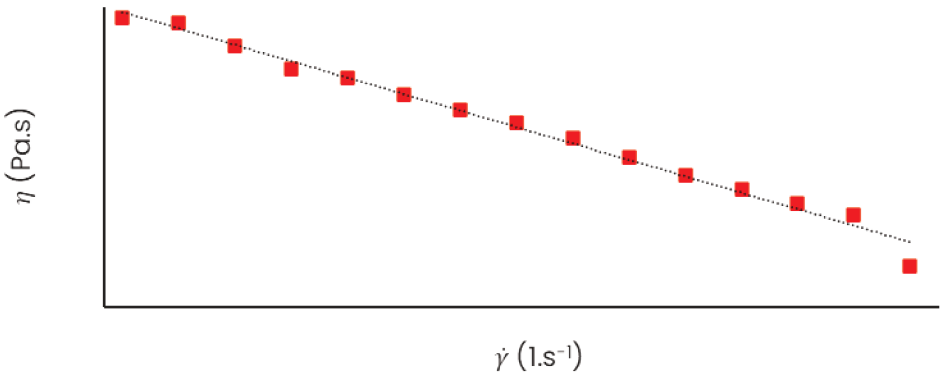



*Figure 36 : Courbe type d'écoulement de l'adhésif conducteur*

En complément de la validation du premier prérequis sur la courbe d'écoulement de la pâte, un test en oscillation a été réalisé (Figure 37). Avec le croisement des courbes d''évolution de

*G'* et *G''*, il est possible de déduire que les deux domaines de comportement des matériaux viscoélastiques cohabitent et permettent de valider le second prérequis des pâtes extrudables.

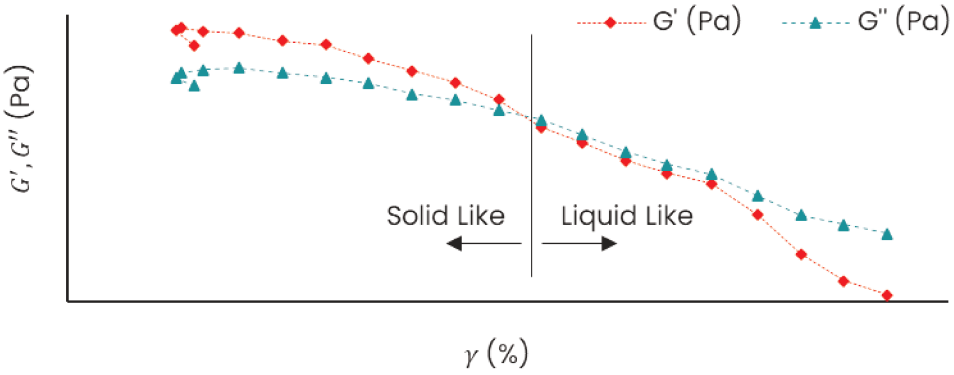



*Figure 37 : Évolution type de G' et G'' en fonction de γ*

Les deux courbes tracées ci-dessus ne présentent pas d'échelles pour les axes horizontaux et verticaux. Ce choix a été fait suite à l'absence de prise en compte de facteurs correctifs dépendant de la géométrie planaire utilisée. Les valeurs numériques sont donc erronées mais les allures des courbes sont conservées. Afin de ne pas générer de fausses analyses, nous nous intéresserons donc seulement à l'allure générale de ces courbes dans le reste de cette analyse.

Le matériau adhésif conducteur identifié répond donc aux besoins rhéologiques pour une mise en œuvre par extrusion. Une utilisation détournée de l'application initiale de l'adhésif est donc possible. Dans la suite de l'étude, le matériau sera alors considéré comme une pâte conductrice.

## 2 - 2 Mise en œuvre de la couche underclad pour le composant

### 2 - 2.1 Méthode de dépôt de la couche isolante

Compte-tenu du rôle multiple de couplage mécanique et d'isolation de la couche underclad, on définit plusieurs critères permettant d'évaluer la qualité de dépôt :

- Faible épaisseur de la couche déposée, afin d'avoir une piste conductrice la plus proche du support et le meilleur couplage mécanique possible. Ainsi, les erreurs de mesures potentielles induites par un éloignement entre la piste et le substrat sont réduites.
- Adhérence de la couche sur le substrat. Dans le cas où l'adhérence serait limitée, des phénomènes de décohésion entre la jauge et le substrat peuvent apparaître, engendrant des erreurs dans la mesure de déformation avec une jauge qui ne suit pas pleinement la déformation du substrat.

- Propriété diélectrique de la couche. Cette première couche, en plus de son rôle mécanique, doit permettre d'éviter l'apparition de fuites de courant dans le substrat et ainsi protéger la piste contre l'apparition de courts-circuits.

Une attention particulière a donc été portée sur la manière dont est déposée la couche underclad. On distingue deux méthodes d'apport de matière différentes : un dépôt par extrusion de pâte et un dépôt manuel par l'intermédiaire d'un pinceau. L'objectif ici est de recouvrir une surface suffisamment grande pour accueillir la piste à déposer. En effet, le procédé développé repose sur une succession d'étapes et entraine le déplacement de l'échantillon d'une zone de traitement à l'autre. Ainsi, le choix de déposer une surface isolante permet de s'affranchir d'éventuelles erreurs de positionnement de la piste et permet de garantir son isolation avec le substrat.

La technique d'extrusion de pâte est, dans un premier temps, envisagée. La matière, extrudée par l'action d'un piston, est ainsi déposée sur le substrat métallique en suivant une trajectoire constituée d'allers-retours rapprochés. L'utilisation de cette trajectoire permet de recouvrir une surface en superposant des lignes côte à côte. La deuxième voie de dépôt envisagée repose sur l'utilisation d'un pinceau.

Afin de déterminer quelle méthode est la plus adaptée à notre cas, chacune des deux techniques a été utilisée afin de déposer une couche isolante, puis celle-ci a été solidifiée en suivant le traitement thermique précédemment établi. Après ce traitement, de nombreuses fissures apparaissent sur la surface déposée par extrusion (Figure 38 a), permettant la relaxation des contraintes internes apparaissant au séchage. Dans le cas où un pinceau est utilisé pour le dépôt, la couche obtenue est suffisamment fine pour faciliter le séchage et ainsi éviter l'apparition de contraintes internes dues au phénomène de rétractation (Figure 38 b).

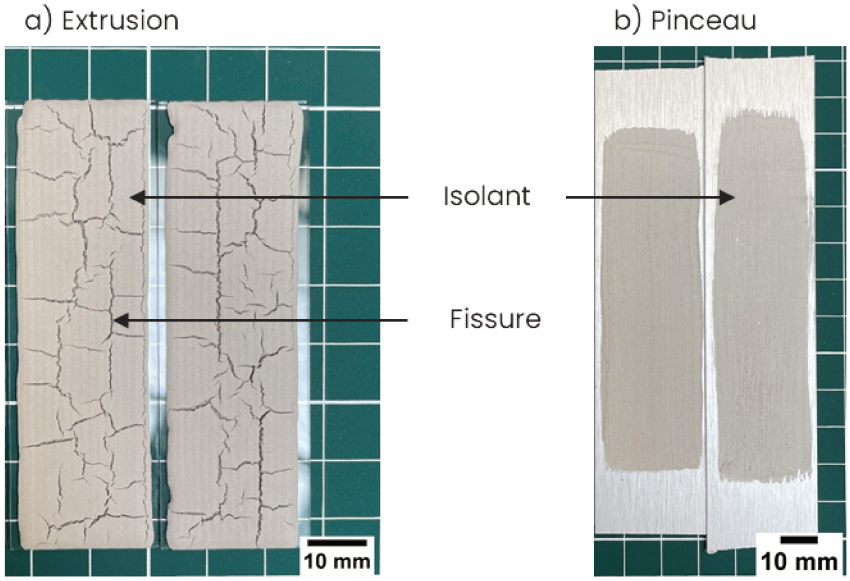



*Figure 38 : États des dépôts selon les techniques de mise en œuvre a) par extrusion et b) par dépôt au pinceau*

L’apparition de fissures est un phénomène impactant fortement la qualité de la jauge, pouvant amener des fuites de courant avec le substrat, une perte de couplage mécanique, et constituer une amorce de dégradation du composant. Un dépôt d’épaisseur réduite sera donc privilégié. Pour cela, on utilisera dans la suite de l’étude un pinceau afin de déposer les différentes couches d’isolation. La mise en œuvre est alors simplifiée. De plus, l’objectif étant de recouvrir une grande surface sous le motif conducteur, le contrôle précis des dimensions du dépôt n’est pas essentiel. C’est le contrôle du dépôt conducteur qui apporte la sensibilité nécessaire à la future jauge.

### 2 - 2.2 Adhérence de la couche sur substrat métallique

Pour que le composant déposé par le procédé développé soit utilisable en tant que jauge d’extensométrie, la déformation subie par le substrat doit être transmise intégralement aux couches supérieures. Ceci ne peut être le cas que lorsque l’adhérence entre le substrat métallique et la couche underclad est suffisamment importante. Cette capacité d’adhérence peut être caractérisée par la contrainte maximale à l’arrachement $\sigma_A$. Afin de déterminer cela, on utilise la méthode de "pull test", réalisée à l’aide d’un testeur portatif et encadrée par la norme ASTM D4541-22. Dans ce cas, un pion métallique est collé à la couche underclad par l’intermédiaire d’une colle à résistance connue (Figure 39 a). Un dispositif de traction est ensuite attaché au pion. Ce dispositif possède un anneau à billes et permet une correction du désalignement du pion (Figure 39 b), de sorte que la sollicitation en traction soit normale à la surface de test. L’essai se termine lorsque l’appareil détecte une chute brutale de résistance à la traction, signifiant une rupture de la liaison entre le pion et l’élément testé. La valeur de la charge maximale appliquée est alors indiquée sur l’écran de l’appareil (Figure 39 c).

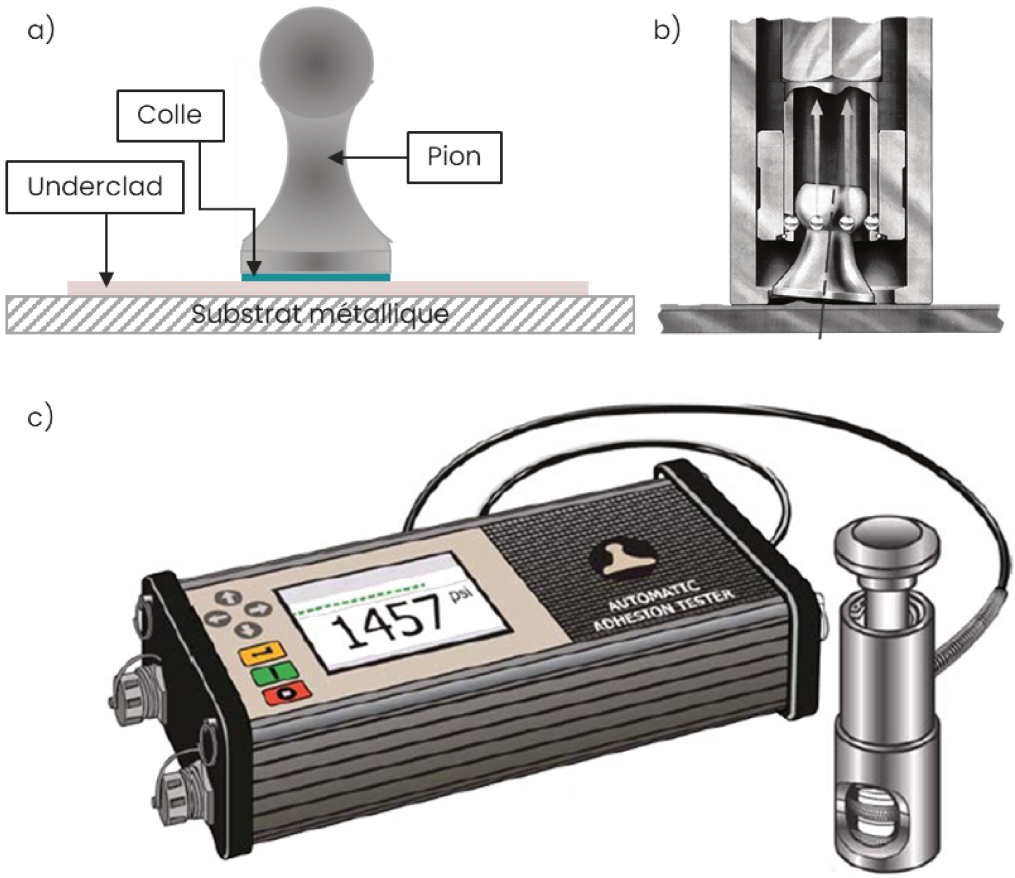



*Figure 39 : a) collage d'un pion pour les essais de pull test, b) sollicitation du pion lors du pull test et c) illustration de l'appareil de test automatique (b et c tirés de la norme ASTM D4541-22)*

Lors de la dissociation entre le pion et son support, différents cas de figures peuvent être observés, permettant l'analyse des valeurs obtenues :

- Rupture cohésive (Figure 40 a). Il s'agit d'une rupture au sein même de la couche. Une partie de la couche étudiée reste sur le pion tandis qu'une autre reste sur le support. Il convient alors de déterminer le pourcentage restant de la couche sur chaque partie et le noter lors de résultats.
- Rupture adhésive (Figure 40 b). Rupture à l'interface entre deux couches. La valeur obtenue de contrainte caractérise alors précisément la contrainte d'adhérence de la couche sur son substrat.
- Défaut de colle (Figure 40 c). Le pion se désolidarise de la colle ou la colle casse. Dans le premier cas, l'adhérence entre le pion et la colle n'est pas suffisante. Il est alors nécessaire de dépolir le pion pour augmenter l'adhérence. Dans le second cas, la résistance de la colle est trop faible pour la contrainte appliquée. Il convient alors de changer de colle pour une plus résistante. Pour éviter ce type de défaut, il est possible d'identifier une colle dont la valeur de résistance est supérieure ou égale à la contrainte maximale applicable par l'appareil de test. Dans notre cas, la contrainte maximale applicable par l'appareil est de 20 MPa. Les essais ont donc été réalisés en utilisant une colle époxy (Araldite® 2014-2), dont la résistance moyenne est de 20 MPa.

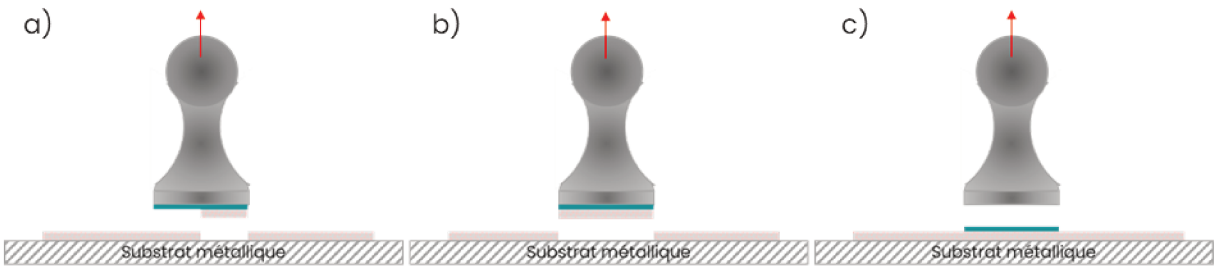



*Figure 40 : Désolidarisation du pion selon a) rupture cohésive b) rupture adhésive et c) défaut de colle*

L'adhérence de la couche underclad a été testée sur 13 dépôts, réalisés sur substrat aluminium et déposés selon le procédé établi précédemment. Avant chaque étape de dépôt, le substrat a été dégraissé à l'éthanol. En représentant graphiquement les résultats obtenus à l'écart type, Figure 41, on remarque que la contrainte à l'arrachement de l'underclad est de 2,67 MPa. Usuellement, les valeurs de contraintes maximales sont comprises entre 2 et 10 MPa dans le domaine de l'électronique imprimée, [2 - 6]. La valeur moyenne obtenue se situe donc dans la plage inférieure des propriétés d'adhérence.

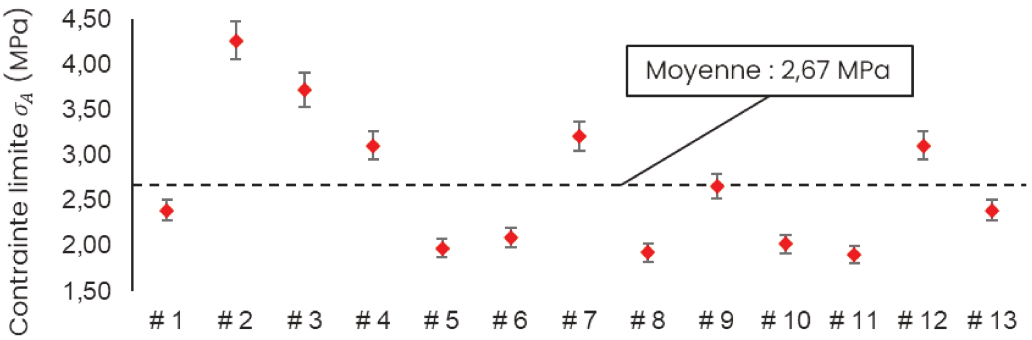



*Figure 41 : Représentation de la contrainte maximale à l'arrachement $\sigma_A$*

La chute brutale de résistance du pion à la traction fait suite à la rupture à l'interface entre le substrat et l'underclad (Figure 42). Un léger défaut de colle est observé au niveau des bordures des pions, mais représente une surface minime comparée à la surface totale du pion. Il peut donc être négligé. La désolidarisation entre le pion et le support est donc due à une rupture adhésive à l'interface substrat / underclad et la contrainte limite à l'arrachement obtenue est bien caractéristique de l'adhérence de la couche isolante au substrat.

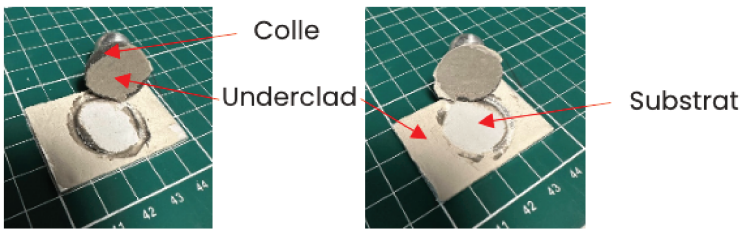



*Figure 42 : Rupture adhésive à l'interface substrat / underclad*

Grâce à cette bonne adhérence entre l'underclad et le substrat, la déformation à étudier sera donc transmise au composant sans effets de glissement et de délamination. Ainsi, une première source d'erreur de mesure est éliminée. En revanche, la forte variation des mesures réalisées peut être expliquée par la simplicité de la préparation de la surface avant dépôt (simple dégraissage). Une adhérence plus forte et plus régulière pourrait alors être obtenue par une préparation plus poussée (abrasion de la surface, dégraissage électro-chimique, etc.).

### 2 - 2.3 Influence de la couche d'underclad sur la mesure de déformation

Dans le but d'étudier l'influence de l'underclad sur la qualité de la mesure, quatre dépôts ont été réalisés sur lame de verre puis observés en coupe au microscope optique. Deux types de dépôts sont observés : un dépôt constitué d'un underclad et d'une couche conductrice (Figure 43 a) puis du composant complet avec la superposition des trois couches (Figure 43 b). L'utilisation d'une lame de verre en tant que substrat permet de faciliter la réalisation de la micro-section. Les matériaux déposés étant fragiles et sensibles à l'utilisation d'eau, la découpe par l'intermédiaire d'un outil rotatif (type disqueuse) est impossible sans dégradation du composant. Ainsi, en utilisant une pointe diamant, il est possible d'amorcer une fissure dans le substrat et de provoquer la rupture fragile de l'élément sans dégradation.

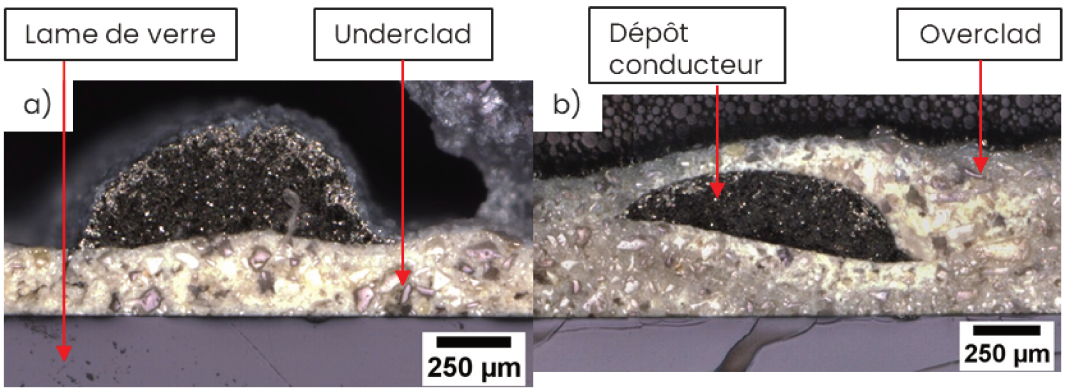



*Figure 43 : Vues en coupe au microscope optique d'un dépôt a) underclad / couche conductrice et b) du composant complet avec son overclad*

Après acquisition des images, elles sont analysées à l'aide d'ImageJ afin de mesurer l'épaisseur de l'underclad en 5 points différents (Figure 44). Deux séries de mesures sont effectuées par dépôt. Les moyennes des épaisseurs pour chaque coupe ainsi que les écarts-types sont alors calculés (Tableau 6).

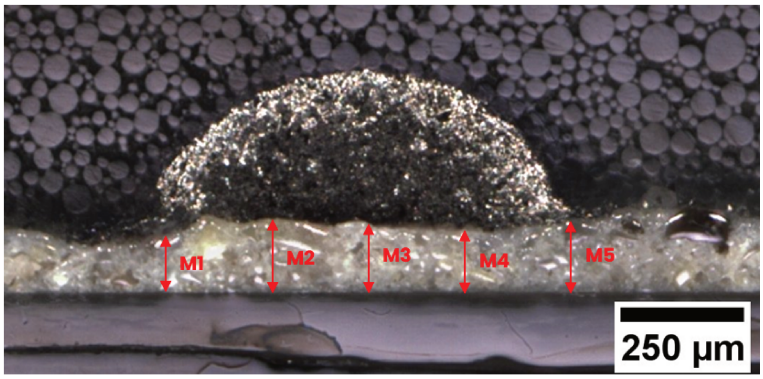



*Figure 44 : Mesures optiques d'épaisseur de l'underclad*

*Tableau 6 : Détails des mesures d'épaisseur de l'underclad*

| Mesure | # Coupe | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| (µm) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
| **M1** | 228,6 | 141,2 | 173,4 | 200,4 | 217,7 | 372,7 | 247,2 | 226,9 |
| **M2** | 101,8 | 150,0 | 145,8 | 182,0 | 263,8 | 325,8 | 319,2 | 241,7 |
| **M3** | 72,3 | 139,7 | 155,0 | 205,9 | 262,0 | 273,4 | 304,5 | 269,4 |
| **M4** | 112,1 | 127,9 | 173,4 | 237,1 | 295,2 | 224,7 | 293,4 | 262,0 |
| **M5** | 79,6 | 155,9 | 169,7 | 257,4 | 341,3 | 200,4 | 258,3 | 245,4 |
| **Moyenne** | 118,9 | 142,9 | 163,5 | 216,5 | 276,0 | 279,4 | 284,5 | 249,1 |
| **Écart type** | 63,4 | 10,7 | 12,5 | 30,2 | 45,8 | 70,9 | 30,6 | 16,9 |

Les données permettent de présenter l'évolution des mesures d'épaisseur ainsi que celle de leurs moyennes en fonction des coupes observées (Figure 45). Nous pouvons remarquer que selon la coupe observée, la dispersion des mesures est plus ou moins importante (Figure 45 a). L'analyse des moyennes d'épaisseur des coupes (Figure 45 b) montre quant à elle une forte dispersion des valeurs. On a une épaisseur moyenne sur les 8 coupes de 216,4 micromètres, avec un intervalle de confiance à ±σ entre 149,9 et 282,8 micromètres.

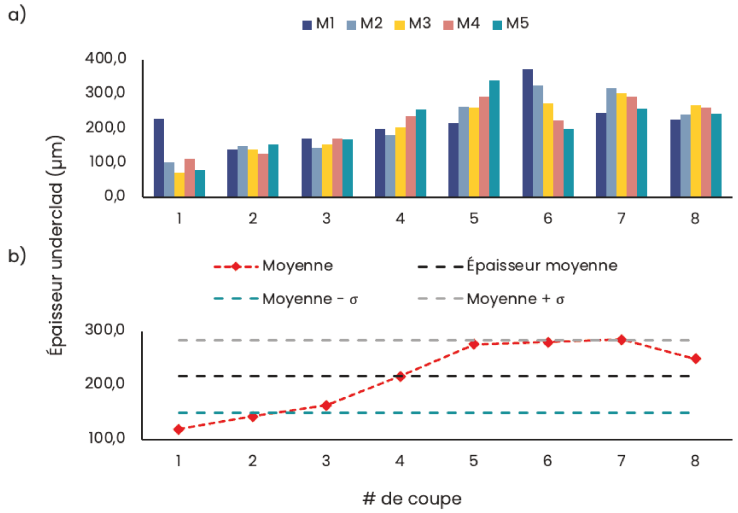



*Figure 45 : Évolution a) des mesures et b) de la moyenne des mesures en fonction des coupes observées*

Il est donc raisonnable de prendre en compte une épaisseur d'underclad comprise entre 100 et 300 micromètres lors du design d'une jauge. Cette épaisseur, plus importante que celle des

couches isolantes des composants plastroniques, ainsi que l'irrégularité dans les valeurs d'épaisseur de l'underclad s'expliquent par le caractère manuel du dépôt au pinceau.

L'étude visuelle montre que la couche isolante est environ 2 à 3 fois inférieure à celle de la couche conductrice. On a alors un composant qui sera de l'ordre du millimètre d'épaisseur au total, c'est-à-dire relativement faible par rapport au corps d'épreuve. On peut alors considérer que la présence du composant n'entraîne pas de variations significatives dans le comportement du corps d'épreuve et que la mesure de déformation n'est pas biaisée.

## 2 - 3 Impression d'une piste inorganique régulière

### 2 - 3.1 Extrusion de pâte inorganique conductrice

Afin de générer le fichier Gcode de pilotage des opérations d'extrusion, plusieurs éléments sont nécessaires à entrer dans le logiciel. Un fichier au format DXF va permettre de définir le trajet de la tête d'impression tandis que les vitesses de déplacement (de la tête ainsi que du piston) seront données à l'aide de 4 paramètres majeurs (Figure 46), à définir :

- La consistance de la pâte (*"Paste consistency"*), définie dans la suite par $\eta\%$. Ce paramètre s'exprime en pourcentage (entre 0 et 100 %) et correspond à une pâte plus ou moins visqueuse. Plus la pâte sera visqueuse, plus $\eta\%$ sera élevé.
- La largeur de dépôt (*"Path width"*), définie dans la suite par $w$. Ce paramètre correspond à la largeur théorique déposée (en mm).
- La hauteur de couche (*"Layer height"*), définie dans la suite par $e$. Ce paramètre correspond à l'écart (en mm) entre la buse et le substrat. Il ne correspond en revanche pas à l'épaisseur finale du dépôt.
- La vitesse d'impression (*"Print speed"*), définie dans la suite par $v$. Ce paramètre correspond à la vitesse de déplacement (en mm/s) de la buse lors de la phase de dépôt.

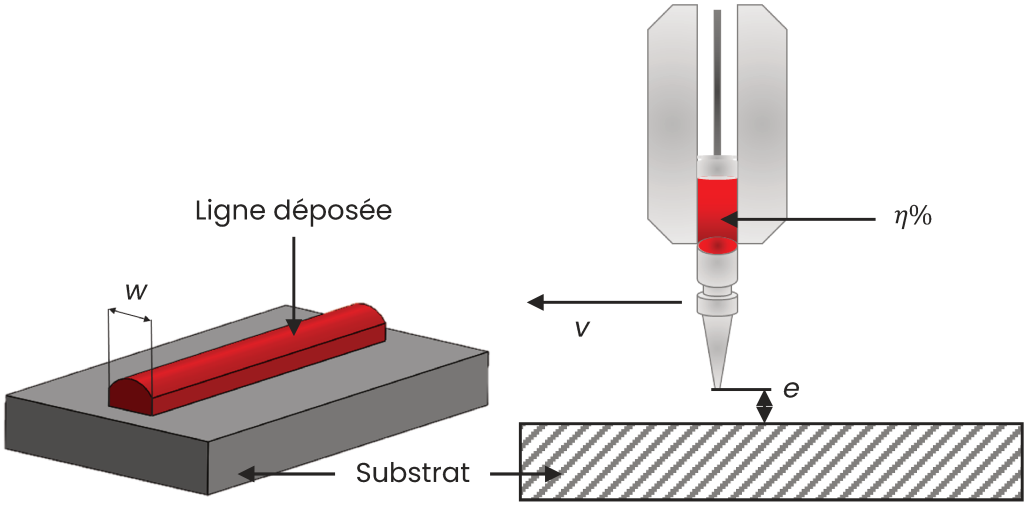



*Figure 46 : Paramètres d'impression pour extrusion par piston*

Il est essentiel de noter que dans ce cas d'application, les paramètres donnés ne sont utilisés que dans un objectif de paramétrage de l'impression et ne correspondent pas nécessairement à des valeurs physiques souhaitées.

Ainsi, en modifiant les paramètres ci-dessus, il est possible d'agir sur la vitesse de descente du piston dans la seringue et par conséquent, la vitesse de la pâte à la sortie de l'aiguille. Cette vitesse, notée $V_s$ (mm.s$^{-1}$) peut être liée au débit de matière $Q$ (mL.s$^{-1}$) et au diamètre d'aiguille ø (mm) par la relation (16).

$$V_S = \frac{Q}{\pi \times \frac{\emptyset^2}{4}} \tag{16}$$

La valeur de diamètre d'aiguille étant fixée, les paramètres d'impression vont exercer une influence sur le débit de matière. Le logiciel utilisé étant développé par le fournisseur d'imprimante, la manière de régler le débit par rapport aux paramètres définis n'est pas connue. Afin de mieux maitriser le logiciel de commande, il a fallu étudier l'influence des paramètres sur le débit.

Les seringues d'extrusion étant graduées tous les 0,2 mL, le débit a été mesuré grâce au temps $t$ (s) mis par le piston pour parcourir un nombre de graduations, représentant un volume $V$ (mL) donné. Ainsi on obtient un débit $Q$, donné par la relation (17).

$$Q = \frac{V}{t} \tag{17}$$

Selon des premières observations, le paramètre majoritairement influant sur le débit serait $\eta\%$. Il a donc été choisi de faire varier ce paramètre entre 10 et 80 % en fixant les valeurs des autres paramètres ($e = 2$ mm ; $w = 0{,}5$ mm ; $v = 5$ mm/s). On obtient alors la courbe de variation de débit $Q$ en fonction de la valeur de $\eta\%$ (Figure 47)).

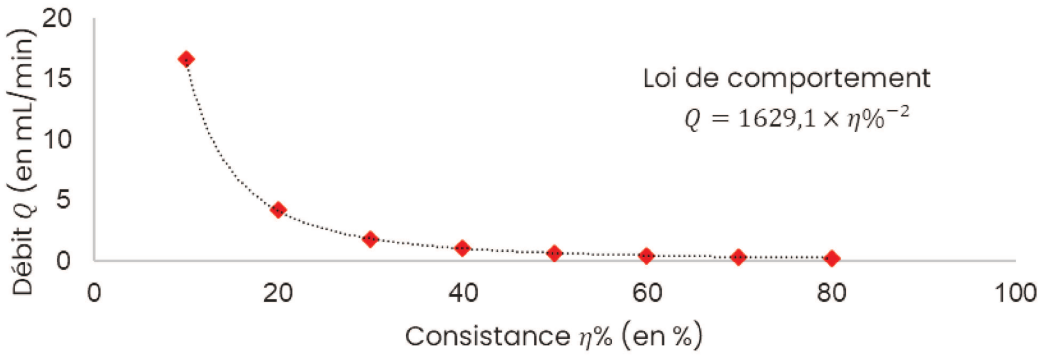



*Figure 47 : Variation de débit en fonction de la consistance de pâte*

Par régression, une loi de comportement est obtenue afin de relier le débit $Q$ à la consistance de pâte $\eta\%$ (18).

$$Q = 1629{,}1 \times \eta\%^{-2} \qquad (18)$$

Cette loi étant valable seulement avec les valeurs de $e$, $w$ et $v$ utilisées pour l'établir, il est essentiel de l'affiner avec l'influence de chacun des paramètres. Pour cela, un plan d'expériences a été établi, dans lequel les facteurs $\eta\%$ et $w$ prendront 3 niveaux tandis que $e$ et $v$ prendront 2 niveaux, Tableau 7.

*Tableau 7 : Valeurs assignées aux niveaux de chaque facteur pour l'impression par piston*

| Facteurs | Niveau | Valeur |
|---|---|---|
| $\eta\%$ | 1 | 40 % |
| | 2 | 50 % |
| | 3 | 60 % |
| $w$ | 1 | 0.5 mm |
| | 2 | 1 mm |
| | 3 | 2 mm |
| $e$ | 1 | 1 mm |
| | 2 | 2 mm |
| $v$ | 1 | 5 mm/s |
| | 2 | 10 mm/s |

Différentes combinaisons de ces paramètres ont alors été testées et les débits correspondants ont ensuite été mesurés, Tableau 8.

*Tableau 8 : Combinaisons de paramètres testées et débits correspondants pour l'impression par piston*

| | Niveau du paramètre | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| **Test** | **$\eta\%$** | **$w$** | **$e$** | **$v$** | **$Q$ moyen (en mL/min)** |
| 1 | 1 | 1 | 2 | 1 | 1.04 |
| 2 | 1 | 2 | 2 | 1 | 2.08 |
| 3 | 1 | 2 | 2 | 2 | 4.17 |
| 4 | 1 | 3 | 2 | 1 | 4.17 |
| 5 | 2 | 1 | 2 | 1 | 0.66 |
| 6 | 2 | 2 | 2 | 1 | 1.33 |
| 7 | 2 | 3 | 2 | 1 | 2.63 |
| 8 | 2 | 3 | 2 | 2 | 5.26 |
| 9 | 3 | 1 | 2 | 1 | 0.47 |
| 10 | 3 | 1 | 1 | 1 | 0.23 |
| 11 | 3 | 2 | 2 | 1 | 0.91 |
| 12 | 3 | 3 | 2 | 1 | 1.82 |

On remarque que les paramètres $w$, $e$ et $v$ influent directement sur la valeur de débit. En effet, un doublement d'un de ces paramètres va entrainer un doublement du débit. Il est donc nécessaire de corriger les effets de ces paramètres sur la loi de comportement en tenant compte de leur valeur lors du test initial. On obtient ainsi une loi (19) plus précise.

$$Q = 1629{,}1 \times \eta\%^{-2} \times \frac{w}{0{,}5} \times \frac{e}{2} \times \frac{v}{5} \qquad (19)$$

Afin de comparer les différents dépôts entre eux, indépendamment des paramètres réglés, un paramètre d'étude $V_s/v$ a été défini. Il est donné par le rapport entre la vitesse de pâte en sortie d'aiguille $V_s$ et la vitesse d'impression $v$.

Il est alors possible de faire l'hypothèse de trois cas différents concernant les valeurs de $V_s/v$, chacune exerçant une influence théorique sur l'aspect du dépôt :

- Le rapport $V_s/v \ll 1$ : La vitesse d'impression est trop importante par rapport à la vitesse de sortie de la pâte. Une sous-extrusion peut alors être constatée (manque de matière sur le cordon).
- Le rapport $V_s/v \gg 1$ : La vitesse de sortie de la pâte est trop importante par rapport à la vitesse d'impression. Une sur-extrusion peut alors être constatée (surplus de matière sur le cordon)
- Le rapport $V_s/v \approx 1$ : Les vitesses de sortie de la pâte et d'impression sont équilibrées, entrainant le dépôt d'un cordon continu.

Ainsi, en combinant la loi de comportement (19) au calcul de la vitesse de matière en sortie d'aiguille (16), il est possible d'obtenir un calcul (20) de paramètre $V_s/v$ en fonction des 4 paramètres réglés ainsi que de la taille d'aiguille ø.

$$\frac{V_S}{v} = \frac{8145{,}5 \times \eta\%^{-2} \times 10w \times 2{,}5e}{\pi \times \emptyset^2 \times v} \qquad (20)$$

L'influence de ce rapport sur la quantité de matière déposée peut être vérifiée en déposant un motif et en faisant varier le rapport $V_s/v$. Pour chaque valeur testée, des mesures de largeur et d'épaisseur de dépôt ont été effectuées. Ainsi, on obtient l'évolution des caractéristiques géométriques du dépôt en fonction du facteur $V_s/v$ (Figure 48). Les mesures d'épaisseur et de largeur augmentent avec le rapport $V_s/v$, traduisant une hausse de la quantité de matière déposée.

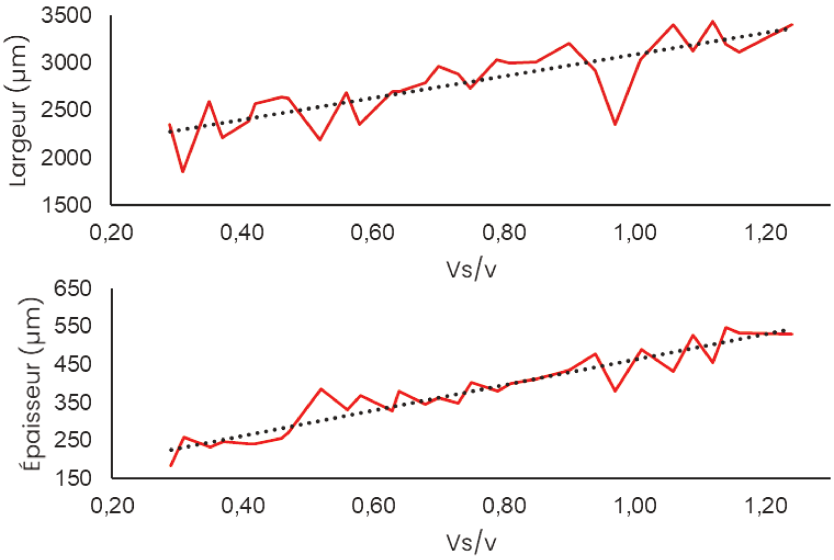



*Figure 48 : Évolution de la largeur et de l'épaisseur de dépôt en fonction du paramètre $V_s/v$ (impression par piston)*

L'augmentation de la quantité de matière déposée avec le rapport $V_s/v$ permet de valider les hypothèses établies précédemment sur l'influence du rapport sur le dépôt. L'objectif est donc de se rapprocher d'un rapport de 1 pour les extrusions au piston.

Comme montré en préambule de cette partie, une variante de la technique d'extrusion au piston existe où l'extrusion de la matière dans la tête est actionnée par la rotation d'une vis sans fin. Ainsi, à chaque rotation, un volume fixé par la géométrie de la vis est extrudé. Cette architecture de tête permet alors un meilleur contrôle de la quantité de matière déposée.

Afin de mettre en place alternativement cette technologie de dépôt, le choix a été fait de s'orienter vers une tête d'impression proposée par la société ViscoTec®. Le modèle choisi est la tête ViproHead 5. Elle permet, par une connexion à l'imprimante de manière similaire à une tête d'impression classique, de piloter l'extrusion à l'aide d'un fichier Gcode.

Cette tête d'impression (Figure 49) se décompose en deux parties. Le premier étage est constitué d'un moteur pas à pas et de sa connectique. Par un couplage mécanique, la rotation du moteur entraine ensuite la vis sans fin. La seconde partie est le corps d'impression. Il est important de distinguer deux éléments essentiels dans cette partie : le rotor (la vis sans fin) et le stator. La pâte à extruder est mise en mouvement par des phénomènes de cavitations engendrées par la rotation du rotor tandis que le stator reste fixe. Pour le modèle de tête d'impression utilisé, une rotation de la vis entraine 0,05 mL de matière.

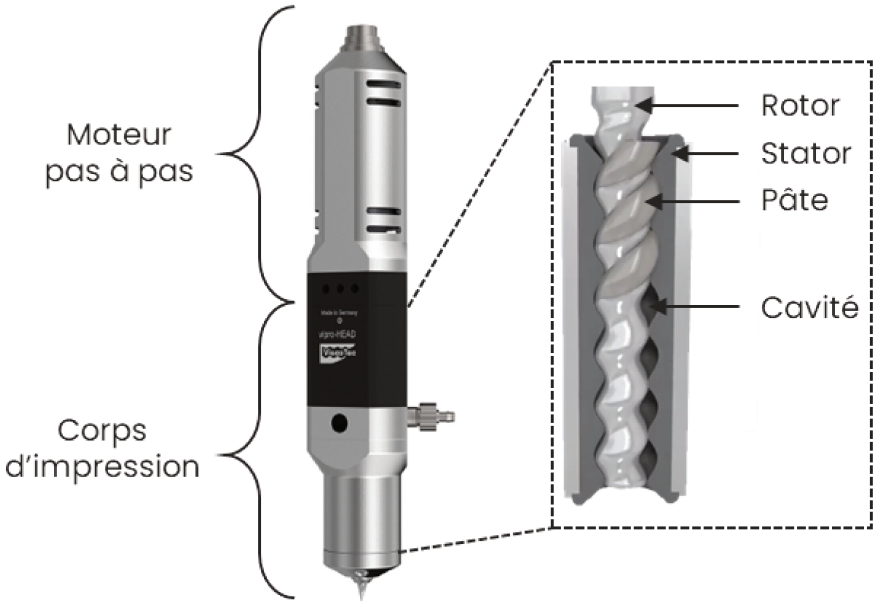



*Figure 49 : Composition de la tête ViproHead®*

L'adaptation de la tête d'extrusion sur l'imprimante 3D nécessite cependant quelques réglages, afin de piloter l'extrusion en détournant les outils propres à l'impression par fil fondu (FDM). Pour cela, il est en premier lieu nécessaire de comprendre comment fonctionne une impression FDM pilotée par Gcode. Afin d'illustrer la morphologie d'une ligne de programme d'impression, on prendra pour exemple une impression entre un point A de coordonnées (0,0) et un point B de coordonnées (X, Y). Le Gcode d'impression sera alors composé de 5 parties distinctes (Figure 50) :

1. G1 : code caractéristique d'une étape d'impression en ligne droite. Il existe différents codes caractéristiques d'autres mouvements (G0 avance rapide, G2 avance en courbe, etc.). C'est cette dénomination qui donne son nom au ficher Gcode (code G)
2. F? : donne la valeur de vitesse d'impression, en mm/min. Il s'agit de la vitesse à laquelle la tête d'impression va parcourir le trajet entre les points A et B.
3. X? Y? : coordonnées du point d'arrivée de la trajectoire, en mm.
4. Z? : hauteur de la tête d'impression, en mm. Dans le cas d'une impression 3D, les coordonnées en Z sont fixes et correspondent à l'écart entre la tête d'impression et le substrat. Si un mouvement dans les 3 axes en simultané est souhaité, cette valeur correspond à la coordonnée en Z du point d'arrivée.
5. E? : longueur de filament extrudé, en mm. En fonction de la quantité de matière à déposer, plus ou moins de filament sera extrudé pendant l'opération.

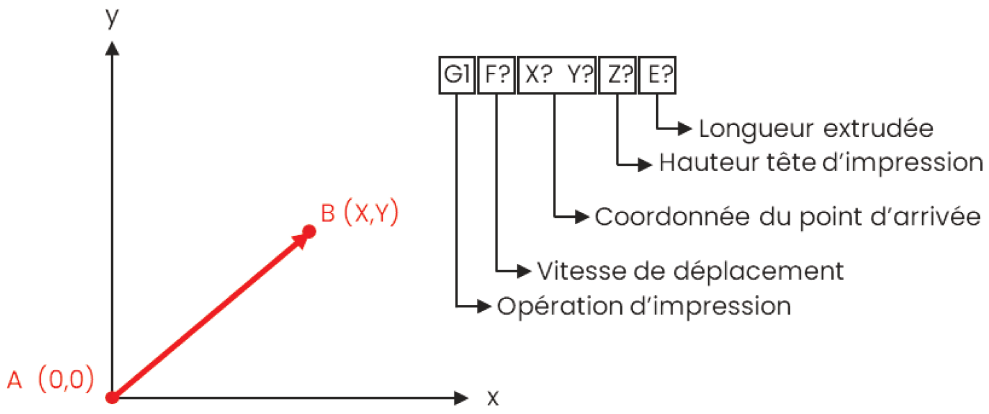



*Figure 50 : Composition Gcode pour impression 3D*

Dans une imprimante 3D, les moteurs de pilotage des différents mouvements (selon les axes X, Y, Z et l'extrusion E) sont des moteurs pas à pas. Afin de les piloter, il est nécessaire de connaitre la valeur du déplacement engendré pour chaque pas du moteur. On parle alors de steps par millimètre (steps.mm$^{-1}$). Cette valeur peut être différente pour chacun des moteurs de l'imprimante. Pour déterminer la quantité de matière précise à extruder au niveau de chaque opération de dépôt, il est essentiel de connaitre la valeur de steps.mm$^{-1}$ à assigner au moteur de l'axe E.

Par analogie à l'impression FDM, où la matière d'apport se présente sous la forme d'un filament, le volume extrudé $V$ (mm$^3$) est calculé à partir d'une portion de cylindre, de longueur $l$ (mm) et de diamètre $d$ (mm) (21).

$$V = l \times \frac{\pi \times d^2}{4} \qquad (21)$$

Sachant qu'une rotation de vis permet l'extrusion d'un volume de 0,05 mL (50 mm$^3$), il est possible de définir la longueur $l$ à extruder en mm en fonction du diamètre équivalent de filament $d$ pour une rotation (22).

$$l = \frac{4 \times V}{\pi \times d^2} = \frac{4 \times 50}{\pi} \times d^2 \approx \frac{63.69}{d^2} \qquad (22)$$

Afin de définir la valeur de steps par millimètres en fonction du diamètre équivalent de filament $d$, il convient de déterminer le nombre exact de pas pour une rotation de la vis. La documentation technique du moteur utilisé nous donne une valeur angulaire pour un pas de 1,8°. Il faut alors 200 pas pour une rotation. Le montage mécanique de la tête impose un rapport de réduction de 12 : 1 entre le moteur et la vis. Après application de la réduction, une rotation nécessite 2400 pas. Le pilotage du moteur se faisant selon un mode ¼ de step, chaque pas du

moteur est divisé en 4 nouveaux pas. La valeur finale de pas pour une rotation est donc de 9600 pas.

En reliant le nombre de pas nécessaires à une rotation avec la relation (22), il est possible d'établir une relation (23) liant la valeur de steps.mm$^{-1}$ à paramétrer en fonction du diamètre $d$ de filament fictif choisi.

$$\frac{Steps}{mm} = \frac{9600}{l} = \frac{9600}{\frac{63{,}69}{d^2}} = 150.79 \times d^2 \qquad (23)$$

Afin de piloter la tête d'impression avec n'importe quel éditeur de Gcode, il a été décidé de définir un diamètre de filament fictif de 1,75 mm. Ce diamètre est le standard pour bon nombre d'imprimantes 3D, dont la ZMorph VX. La valeur définie pour régler l'imprimante est donc de 461,79 steps.mm$^{-1}$.

Afin de caractériser le dépôt d'une piste, il est également possible de déterminer un rapport $V_s/v$ comme précédemment. Les données techniques de la tête d'impression ainsi que la relation (23) permettent de relier le débit de matière $Q$ (mL.s$^{-1}$) à la vitesse de rotation du moteur d'extrusion $V_E$ (mm.min$^{-1}$) par la relation (24).

$$Q = \frac{V_E \times 150{,}79 \times d^2 \times 50}{9600} = 0{,}79 \times V_E \times d^2 \qquad (24)$$

En ajoutant la relation (24) au calcul de vitesse de pâte en sortie de buse $V_S$ (16), on obtient une nouvelle relation, avec ø, le diamètre de l'aiguille (mm), (25).

$$V_S = \frac{0{,}79 \times V_E \times d^2}{\frac{\pi}{4} \times \emptyset^2} = \frac{0{,}79}{\frac{\pi}{4}} \times \frac{V_E \times d^2}{\emptyset^2} \approx \frac{V_E \times d^2}{\emptyset^2} \qquad (25)$$

En utilisant la relation ci-dessus, il est alors possible d'établir une nouvelle relation permettant le calcul du rapport $V_s/v$ dans le cadre de l'extrusion par vis sans fin (26).

$$\frac{V_S}{v} = \frac{V_E \times d^2}{\emptyset^2 \times v} \qquad (26)$$

En utilisant un dispositif d'extrusion par vis sans fin, le rapport $V_s/v$ est alors calculé en fonction des vitesses $V_E$ et $v$, les valeurs de diamètre de filament fictif et de diamètre de buse étant fixées.

Deux technologies d'extrusion peuvent donc être adaptées sur l'imprimante choisie. Il est possible de comparer les différents dépôts entre eux en appliquant un rapport $V_s/v$ reliant la vitesse de pâte en sortie de buse et la vitesse d'avancée de la tête d'impression. Ce rapport est calculé pour chaque technique utilisée. Dans le cas où la pâte est extrudée par un piston, le rapport est dépendant des paramètres d'impression définis dans le logiciel de génération de codes de pilotage. En revanche, dans le cas où la pâte est extrudée par une vis sans fin, il est plus aisé de relier ce rapport à la vitesse de rotation du moteur de la vis sans fin et à la vitesse d'avancée de la tête d'impression.

Dans la suite de l'étude, les deux techniques d'impression seront utilisées alternativement en fonction des phénomènes à étudier. Pour un meilleur contrôle de la morphologie du motif, on privilégiera la technologie d'extrusion par vis sans fin.

### 2 - 3.2 Optimisation de la phase de dépôt

L'objectif de l'emploi de la méthode d'extrusion par vis sans fin est d'apporter un meilleur contrôle sur le dépôt d'une piste conductrice. Avec une meilleure précision de dépôt, il sera possible de contrôler les caractéristiques électriques de l'élément sensible et d'adresser des géométries de substrats complexes, avec par exemple des dépôts dans les trois directions de l'espace.

Afin de rendre possible une programmation d'impressions avec des mouvements en trois dimensions, il est nécessaire de s'affranchir de l'utilisation du "slicer" d'impression 3D. En effet, ce type de logiciel permet l'impression de pièces complexes par une superposition de motifs plans. Il est donc impossible à l'aide de ces outils de programmer des mouvements complexes dans trois directions simultanément.

Ainsi, pour permettre la programmation de mouvements en 3D, il a été choisi d'utiliser une alternative à l'utilisation de "slicer" pour la génération de Gcode, développée par une équipe de recherche britannique. Cet outil, nommé FullControl Gcode Designer, repose sur un fichier Excel dans lequel l'utilisateur programme les trajectoires d'impression ainsi que tous les paramètres d'impression. Par un enchainement de différentes "macros", un fichier gcode est généré en utilisant les trajectoires et les paramètres déterminés.

Afin de calculer la quantité de matière à extruder, il est nécessaire de définir 4 paramètres d'impression (Figure 51) :

- La largeur théorique de la ligne déposée *w* (mm). Consigne à différencier par la suite de la largeur réelle du cordon imprimé.
- L'épaisseur théorique de la ligne déposée *t* (mm). De même, à différencier de l'épaisseur réelle du dépôt.

- La hauteur de buse *h* (mm). Elle correspond à la distance entre l'aiguille et le substrat recevant le dépôt. Ce paramètre est donné selon un pourcentage du diamètre d'aiguille. Il sera donc défini par la suite en pourcent et non en millimètres.
- La vitesse d'impression *v* (mm.min$^{-1}$). Elle correspond à la vitesse de déplacement de la buse lors de la phase de dépôt.

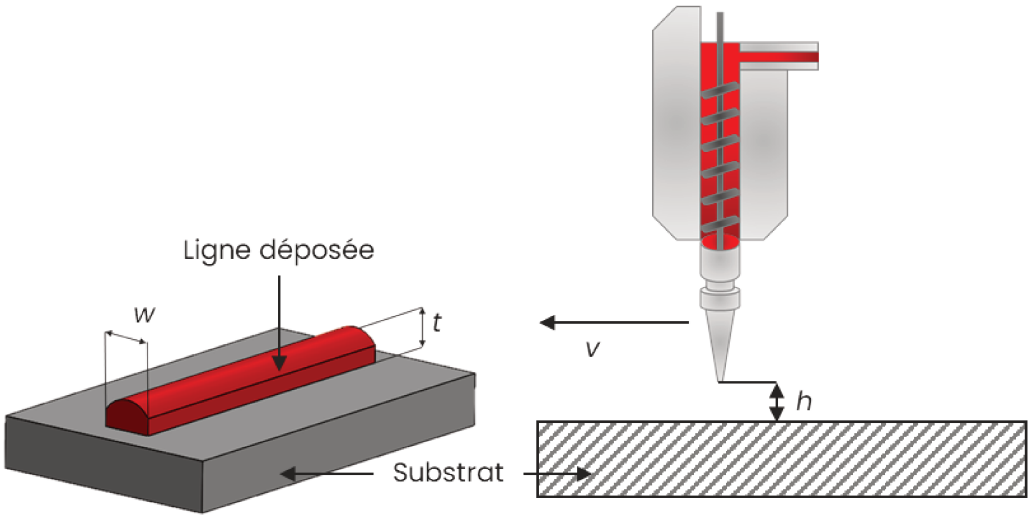



*Figure 51 : Paramètre d'impression pour extrusion par vis sans fin*

Bien que permettant un dépôt plus précis qu'une extrusion par piston, la technologie d'extrusion par vis est très sensible aux phénomènes de bouchage dans la tête d'impression. Une des solutions envisagées pour limiter ce phénomène est d'abaisser la viscosité de la pâte et ainsi favoriser l'écoulement dans la tête.

La pâte conductrice étant mise en solution dans une base aqueuse, il a été choisi d'augmenter la part d'eau afin de diminuer la concentration des charges solides. Pour vérifier l'influence de l'ajout d'eau sur la viscosité de la pâte, un volume d'eau a été ajouté à un volume de pâte conductrice et des essais de rhéologie ont été effectués afin de tracer les courbes d'écoulement (Figure 52). Le volume d'eau ajouté a été calculé selon un pourcentage de volume de matériau conducteur initial.

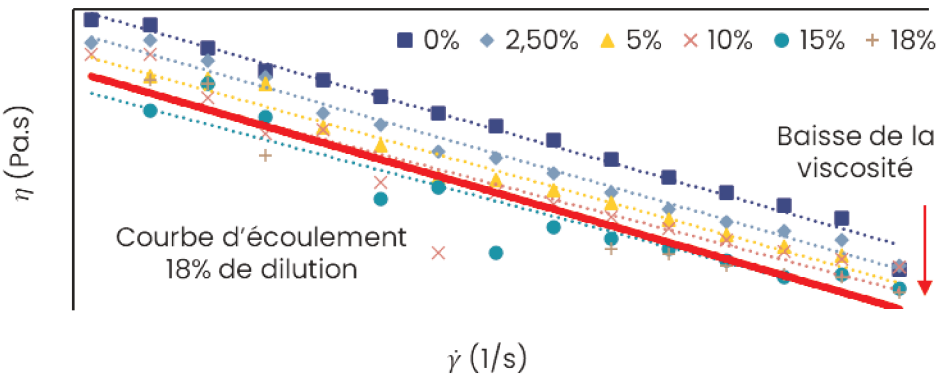



*Figure 52 : Évolution des courbes d'écoulement avec la dilution de la pâte conductrice*

L'évolution des courbes d'écoulement avec l'augmentation de la dilution de la pâte montre une baisse de la viscosité globale lorsque le pourcentage d'eau dans le matériau augmente. Afin de limiter les risques de bouchage de la tête d'impression, il a été choisi de diluer la pâte conductrice avec 18 % de son volume initial d'eau et d'imprimer les lignes à l'aide d'une aiguille de 838 µm de diamètre. Tous les essais sont effectués avec cette valeur de dilution et ce diamètre d'aiguille.

Une impression régulière de la piste est essentielle pour assurer le contrôle des propriétés électriques. Il est donc nécessaire de déterminer une combinaison de paramètres d'impression permettant de s'assurer du dépôt d'un cordon conducteur le plus régulier possible.

Avant de déterminer un critère d'optimisation de l'impression, il convient de se pencher sur les paramètres régissant la résistance d'une piste conductrice.

$$R = \rho \times \frac{l}{S} \tag{27}$$

Dans notre cas, c'est la régularité de la largeur de piste que l'on a cherché à optimiser. En effet, la hauteur de l'aiguille étant fixée lors de l'impression, l'optimisation de la hauteur de dépôt n'a que peu d'influence sur la qualité de la piste.

Ainsi, le but de cette étude est de déterminer la combinaison de paramètres d'impression permettant de minimiser la valeur du paramètre $\Delta W_{av}$, définie par la relation (28), où $\Delta W_i$ est la largeur du dépôt en un seul point du cordon et $\overline{\Delta W}$ est l'écart moyen entre les bordures du dépôt (Figure 53).

$$\Delta W_{av} = \frac{1}{n}\sum_{i=1}^{n}\left(\frac{\Delta W_i - \overline{\Delta W}}{\overline{\Delta W}}\right)^2 \tag{28}$$

L'étude du critère de régularité prenant en compte des écarts à une valeur moyenne, on utilisera la théorie des moindres carrés dans le calcul de la moyenne. Les valeurs négatives ne peuvent ainsi pas compenser les valeurs positives, permettant alors de mettre en lumière la réelle régularité du dépôt.

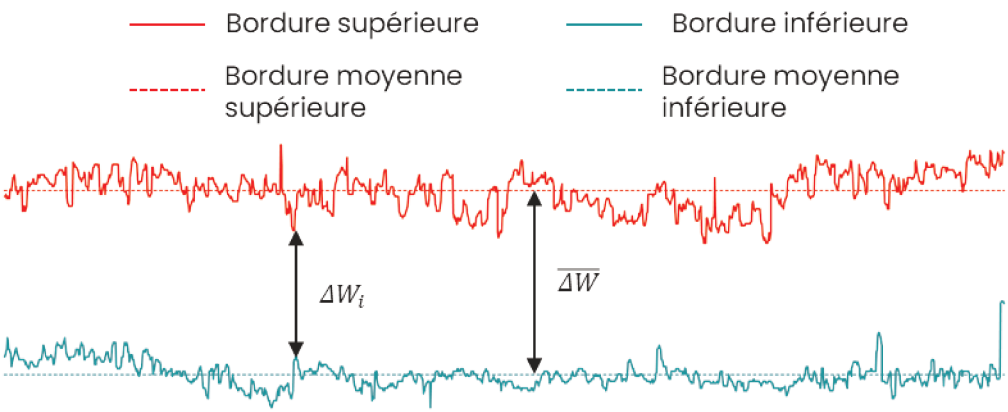



*Figure 53 : Valeurs d'étude de la qualité de dépôt sur la largeur obtenue*

Afin d'automatiser le processus de prise de mesures et de limiter les erreurs, l'extraction des données permettant le calcul de la régularité du dépôt a été réalisée par analyse d'images.

Ainsi, après dépôt et traitement thermique des pistes déposées sur substrat plat en aluminium, une image par piste a été acquise à l'aide d'un microscope optique (Figure 54 a). Chaque prise d'image a été réalisée à grossissement égal. A l'aide d'un exécutable LabView® Vision, développé en interne, les coordonnées de chaque point de bordure du dépôt ont été extraites sous forme d'un fichier CSV (Figure 54 b), pour le traitement à posteriori des données dans un environnement Excel (Figure 54 c).

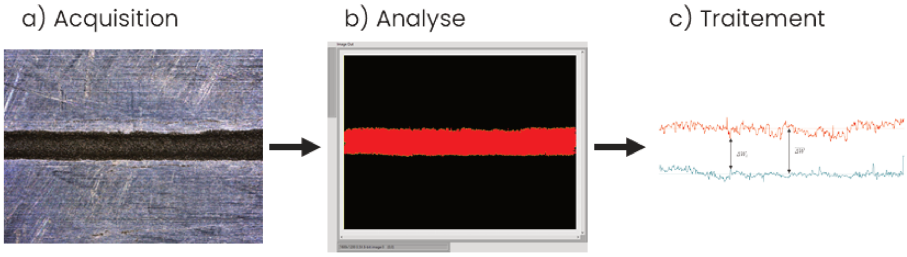



*Figure 54 : Principe de mesure de largeur de piste par analyse d'images*

Afin de minimiser le nombre d'essais à effectuer, un plan d'expériences a été défini sur les quatre paramètres d'impression à tester. La première étape a été d'assigner à chaque paramètre 5 niveaux, chacun correspondant à une valeur (Tableau 9).

*Tableau 9 : Niveaux des paramètres d'impression par vis sans fin et valeurs correspondantes*

| | Paramètre | | | |
|---|---|---|---|---|
| **Niveau** | ***w* (mm)** | ***t* (mm)** | ***h* (%)** | ***v* (mm/min)** |
| 1 | 1,6 | 0,75 | 60 | 700 |
| **2** | 1,8 | 0,8 | 65 | 750 |
| **3** | 2 | 0,85 | 70 | 800 |
| **4** | 2,2 | 0,9 | 75 | 850 |
| **5** | 2,4 | 0,95 | 80 | 900 |

Une table de Taguchi L25 a été utilisée afin d'établir les différentes permutations de niveaux des paramètres d'impression. A chacune de ces permutations correspond une valeur de $\Delta W_{av}$. Les données sont résumées dans le Tableau 10. Afin de simplifier l'étude, les potentielles interactions entres paramètres ont été ignorées.

Il est enfin possible de déterminer l'évolution des $\Delta W_{av}$ en fonction des niveaux de chaque facteur étudié (Figure 55). L'objectif est ensuite de déterminer pour quel niveau la valeur de $\Delta W_{av}$ est la plus proche de 0. Une telle valeur signifierait que la largeur en chaque point de calcul correspond à la largeur moyenne de la piste, traduisant ainsi une régularité parfaite de la piste. Chaque point tracé sur l'évolution ci-dessous correspond à la moyenne des $\Delta W_{av}$ lorsqu'un facteur est à un niveau. Par exemple, le $\Delta W_{av}$ pour le facteur *w* au niveau 1 correspond à la moyenne des réponses aux essais 1, 6, 11, 16 et 21 du Tableau 10.

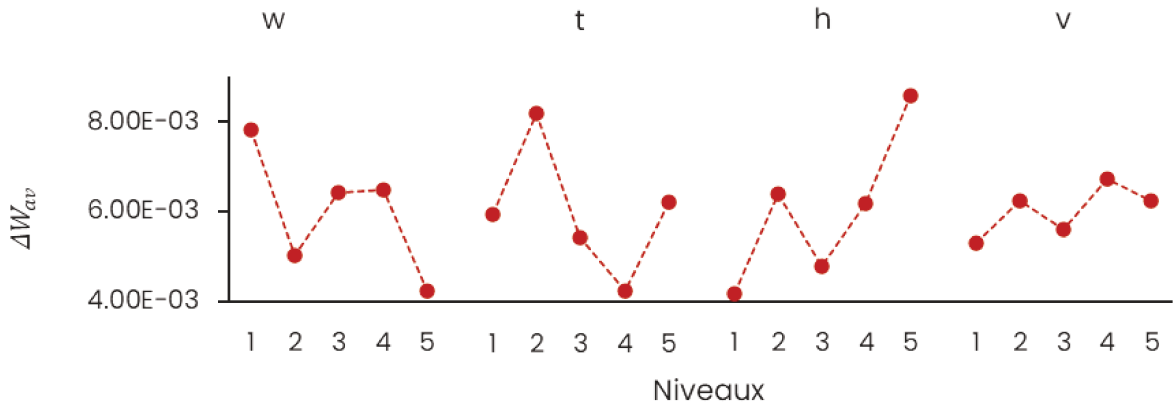



*Figure 55 : Évolution de $\Delta W_{av}$ en fonction des niveaux de chaque facteur*

*Tableau 10 : Permutations des paramètres et valeurs de $\Delta W_{av}$ correspondantes*

| | Paramètre | | | | $\Delta W_{av}$ |
|---|---|---|---|---|---|
| | ***w*** | ***t*** | ***h*** | ***v*** | |
| **1** | 1 | 1 | 1 | 1 | 4.25E-03 |
| **2** | 2 | 2 | 1 | 2 | 4.15E-03 |
| **3** | 3 | 3 | 1 | 3 | 3.27E-03 |
| **4** | 4 | 4 | 1 | 4 | 5.17E-03 |
| **5** | 5 | 5 | 1 | 5 | 3.98E-03 |
| **6** | 1 | 2 | 2 | 3 | 1.48E-02 |
| **7** | 2 | 3 | 2 | 4 | 3.32E-03 |
| **8** | 3 | 4 | 2 | 5 | 5.59E-03 |
| **9** | 4 | 5 | 2 | 1 | 3.40E-03 |

| | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|
| **10** | 5 | 1 | 2 | 2 | 4.72E-03 |
| **11** | 1 | 3 | 3 | 5 | 3.62E-03 |
| **12** | 2 | 4 | 3 | 1 | 4.62E-03 |
| **13** | 3 | 5 | 3 | 2 | 7.18E-03 |
| **14** | 4 | 1 | 3 | 3 | 3.83E-03 |
| **15** | 5 | 2 | 3 | 4 | 4.65E-03 |
| **16** | 1 | 4 | 4 | 2 | 3.98E-03 |
| **17** | 2 | 5 | 4 | 3 | 4.03E-03 |
| **18** | 3 | 1 | 4 | 4 | 7.87E-03 |
| **19** | 4 | 2 | 4 | 5 | 8.98E-03 |
| **20** | 5 | 3 | 4 | 1 | 5.86E-03 |
| **21** | 1 | 5 | 5 | 4 | 1.25E-02 |
| **22** | 2 | 1 | 5 | 5 | 8.95E-03 |
| **23** | 3 | 2 | 5 | 1 | 8.23E-03 |
| **24** | 4 | 3 | 5 | 2 | 1.11E-02 |
| **25** | 5 | 4 | 5 | 3 | 1.95E-03 |

Sur l'évolution de $\Delta W_{av}$, Figure 55, on remarque que ce critère est relativement faible, traduisant une faible variation de la largeur, peu importe le niveau de paramètre testé. Dans la suite de l'étude, on choisira alors les paramètres d'impression de manière arbitraire, résumé dans le Tableau 11.

*Tableau 11 : Valeurs de paramètres d'impression choisies pour un dépôt régulier par vis sans fin*

| **Paramètre** | *w* (mm) | *t* (mm) | *h* (%) | *v* (mm/min) |
|---|---|---|---|---|
| **Valeur choisie** | 1,6 | 0,75 | 60 | 800 |

### 2 - 3.3 Vérification de la régularité de la piste après optimisation

Avant de passer aux étapes de validation de notre composant, on souhaite vérifier que le travail d'optimisation réalisé, autant sur l'aspect matériau que paramétrique, permet le dépôt d'une piste sans grandes variations au niveau de sa géométrie. Des mesures de largeur, section et longueur de pistes sont alors réalisées. Afin de correspondre à la structure finale souhaitée, les jauges sont déposées sur substrat aluminium. Les méthodes de mesures destructives sont proscrites dans ce cas. On s'appuie alors sur une série de mesure de longueur par analyse d'images en vue de dessus, ainsi que sur des analyses de profil par profilométrie confocale afin d'obtenir les longueurs, largeurs et sections. Toutes les mesures, Tableau 12, ont été réalisées sur pistes nues pour une meilleure précision. Les jauges ont été déposées avec les paramètres optimisés, avec un matériau conducteur dilué selon différents taux.

On cherche dans un premier temps à observer les données impactées directement par le processus d'optimisation. Un premier focus est donc réalisé sur les mesures de section de piste et de largeur. En représentant l'évolution des mesures réalisées, respectivement Figure 56 et Figure 57, on remarque une forte dispersion des données, notamment dans les premiers taux de dilution. Les résultats tendent alors à se resserrer au fur et à mesure des valeurs, jusqu'à atteindre une allure stable au taux de dilution optimisé, i.e. 18% (encadré en vert sur les courbes). On a donc une combinaison paramètres / matériau optimisée, permettant le dépôt maitrisé de pistes, en visant des valeurs données de section et de largeur.

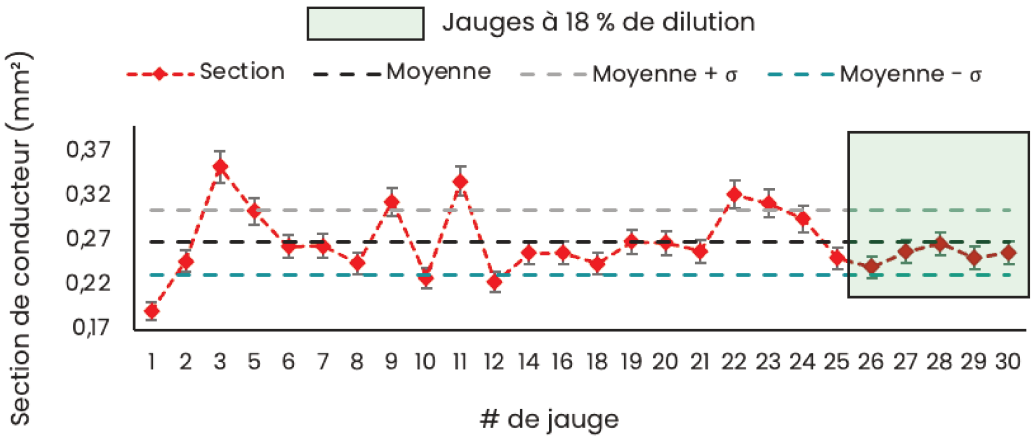



*Figure 56 : Évolution de la section de conducteur par jauge, à différent niveau de dilution*

*Tableau 12 : Mesures morphologiques, longueur, largeur, section, des jauges*

| **Dilution (%)** | **# Jauge** | **Longueur (mm)** | **Largeur (mm)** | **Section (mm²)** |
|---|---|---|---|---|
| 0 | 1 | 88,29 | 1,03 | 0,19 |
| | 2 | 87,11 | 0,94 | 0,25 |
| | 3 | 88,48 | 1,09 | 0,35 |
| | 4 | Rupture de continuité | | |
| | 5 | 89,37 | 1,58 | 0,30 |
| 2,5 | 6 | 90,98 | 1,14 | 0,26 |
| | 7 | 90,00 | 1,06 | 0,27 |
| | 8 | 90,62 | 1,05 | 0,25 |
| | 9 | 89,89 | 1,33 | 0,31 |
| | 10 | 87,11 | 1,13 | 0,23 |
| 5 | 11 | 87,55 | 1,34 | 0,34 |
| | 12 | 90,57 | 1,17 | 0,22 |
| | 13 | Rupture de continuité | | |
| | 14 | 92,98 | 1,30 | 0,26 |
| | 15 | Rupture de continuité | | |
| 10 | 16 | 90,26 | 1,10 | 0,26 |
| | 17 | Rupture de continuité | | |
| | 18 | 91,23 | 1,18 | 0,25 |
| | 19 | 90,17 | 0,98 | 0,27 |
| | 20 | 91,24 | 1,16 | 0,27 |
| 15 | 21 | 91,61 | 1,23 | 0,26 |
| | 22 | 88,36 | 1,51 | 0,32 |
| | 23 | 93,79 | 1,40 | 0,31 |
| | 24 | 91,87 | 1,31 | 0,30 |
| | 25 | 90,46 | 1,31 | 0,25 |
| 18 | 26 | 90,78 | 1,28 | 0,24 |
| | 27 | 90,61 | 1,24 | 0,26 |
| | 28 | 89,85 | 1,24 | 0,27 |
| | 29 | 92,20 | 1,30 | 0,25 |
| | 30 | 91,72 | 1,27 | 0,26 |
| | Moyenne | 90,27 | 1,22 | 0,27 |
| | Écart-type | 1,70 | 0,15 | 0,04 |

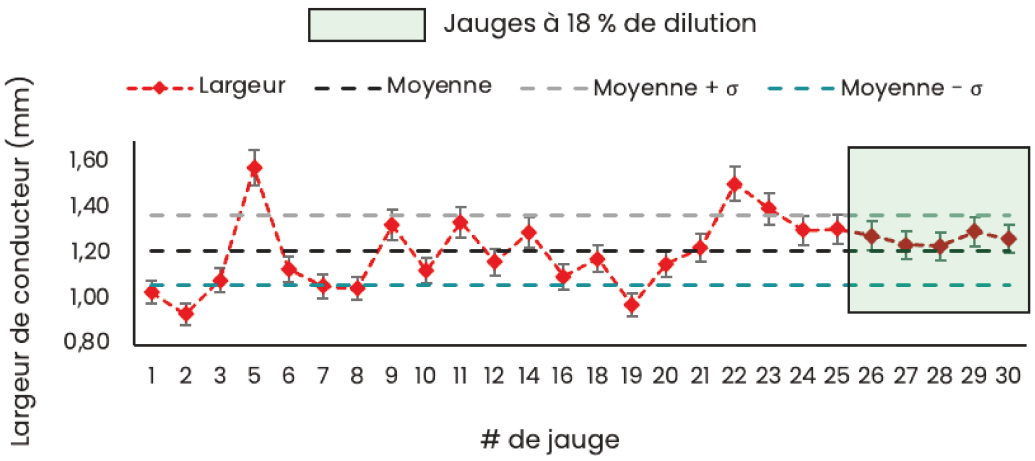



*Figure 57 : Évolution de la largeur de conducteur selon la jauge*

La répétabilité du dépôt dépend des paramètres de dépôt optimisés. Il est en revanche possible de chercher à miniaturiser le dépôt réalisé. Pour cela, il est nécessaire de réaliser un travail de réduction du diamètre d'aiguille de distribution. Ce travail s'accompagnera forcément d'une optimisation de la composition du matériau afin de le rendre facilement extrudable dans des diamètres plus faibles.

À la suite de cette première vérification, la longueur de piste conductrice déposée est à contrôler. Dans ce cas, c'est précisément la comparaison avec la longueur paramétrée qui est cruciale, Figure 58. Après analyse, on remarque que la longueur moyenne mesurée est de 90,3 mm, pour une longueur de dépôt programmée de 91,6 mm. De plus, on remarque une faible variation de la longueur déposée entre les différents échantillons, Figure 59. En calculant l'intervalle de tolérance, on remarque que l'écart entre la longueur programmée et la longueur réelle est inférieur à l'écart-type des mesures. On peut donc conclure que lors de l'étape de design, il est raisonnable de prendre la valeur souhaitée comme base de calcul de la valeur de la résistance de la piste.

Dans notre procédé, c'est le déplacement de la tête d'impression qui pilote la longueur déposée. La bonne répétabilité de cette donnée ainsi que le faible écart par rapport à la valeur cible est donc un résultat issu de la qualité de la machine utilisée. Si on souhaite viser une meilleure répétabilité, une des seules voies d'amélioration est d'envisager une machine dont les déplacements sont plus précis.

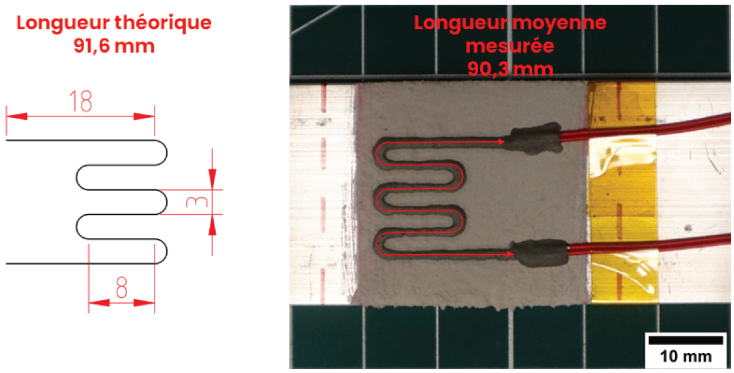



*Figure 58 : Écart entre la valeur de longueur théorique et la valeur de longueur mesurée*

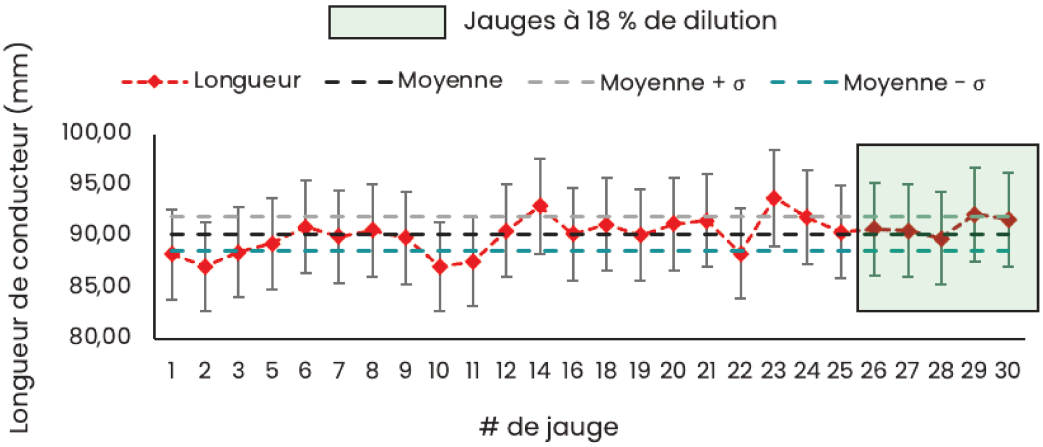



*Figure 59 : Évolution de la longueur de conducteur selon la jauge*

## Conclusion

L'objectif de cette partie était de démontrer qu'il est possible de fonctionnaliser électroniquement une pièce métallique à l'aide de matériaux inorganiques. Pour cela, un procédé complet de dépôt de pâtes a été développé. Il repose sur l'utilisation de deux matériaux à activation alcaline : un isolant à base d'aluminosilicate (ion activateur lithium) et un conducteur chargé avec des particules de nickel (ion activateur potassium). Ils ont été choisis pour leurs propriétés afin d'associer une mise en œuvre facilitée à température ambiante et une utilisation potentielle à hautes températures. Les différences de propriétés des matériaux choisis permettent de différencier chacune des couches du composant. Dans la première couche, appelée "underclad", le matériau isolant facilite l'accroche du composant et isole électriquement la piste conductrice du substrat métallique. La seconde couche est l'élément critique du composant, à savoir la piste sensible conductrice. C'est la déformation de celle-ci qui apporte la capacité au composant de mesurer les futures déformations. La dernière couche est quant à elle constituée de manière identique à la première et assure la protection de la piste contre les agressions mécaniques, électriques ou thermiques. Afin d'assurer de bonnes propriétés de mise en œuvre à la piste sensible, les propriétés rhéologiques du matériau conducteur ont fait l'objet d'investigations. Deux comportements caractéristiques ont été

recherchés afin de garantir un écoulement facilité dans la buse d'extrusion ainsi qu'une conservation de la forme du cordon déposé après la mise en œuvre. Il est dans un premier temps nécessaire d'observer une diminution de la viscosité du matériau lorsqu'on augmente son taux de déformation. L'allure décroissante de la courbe issue d'un test d'écoulement est alors synonyme d'un écoulement facilité lorsque le taux de déformation du matériau extrudé est maximal aux parois de la buse. Le second caractère visé est le comportement viscoélastique de la pâte. Ainsi, on observe la coexistence de deux domaines : un aspect *"Liquid Like"* où l'écoulement de la pâte est également facilité par son allure telle un liquide et un aspect *"Solid Like"*, où cette fois la forme du cordon déposé se conserve telle qu'on pourrait l'attendre d'un solide. Le matériau conducteur #11 étudié, bien qu'ayant son usage détourné de son application d'adhésif haute température est donc compatible avec les procédés d'extrusion envisagés.

Le double rôle de la couche underclad en fait un élément important à étudier. Dans un premier temps, il a fallu étudier les différentes techniques de dépôt envisagées afin de déterminer celle qui permettait d'obtenir une couche sans fissures apparentes. En effet, chaque fissure constitue une zone où la matière conductrice peut entrer en contact avec le substrat métallique et créer une fuite de courant. Pour cela, la technique de dépôt au pinceau a été retenue afin de déposer une couche suffisamment fine et régulière, limitant l'apparition des fissures après séchage. Dans ce cas de figure, la facilité de mise en œuvre au pinceau ainsi que la qualité de la couche priment sur le manque de contrôle concernant la surface couverte. Le second rôle de la couche étant d'assurer l'accroche du composant sur le substrat, les propriétés d'adhérence ont été testées. Le pull test, réalisé selon la norme ASTM D4541-22, permet de déterminer la contrainte maximale nécessaire à l'arrachement de la couche du substrat métallique. La contrainte de 2,67 MPa obtenue correspond à ce qui est attendu dans le domaine de l'électronique imprimée. Avec une épaisseur de la couche underclad, comprise entre 100 et 300 micromètres, il a été prouvé qu'elle n'exerce qu'une influence négligeable sur la mesure de déformation réalisée.

L'objectif était ensuite de déposer une piste active la plus régulière possible. Pour cela, deux méthodes ont été envisagées, chacune reposant sur une méthode d'extrusion propre. La première utilise l'action d'un piston dans la tête d'extrusion tandis que la seconde repose sur la rotation d'une vis sans fin pour mettre en mouvement la pâte. Pour chaque méthode, un rapport $V_S/v$ a été défini. Les paramètres d'entrée étant propres à chaque technique, deux méthodes de calcul du rapport $V_S/v$ différentes ont été déterminées. L'impression par vis sans fin étant la plus précise, c'est cette méthode qui a été choisie afin de poursuivre l'optimisation de la phase de dépôt. Afin d'obtenir un dépôt régulier, une optimisation a été réalisée en deux étapes. Une première action a été d'abaisser la viscosité apparente de la pâte en ajoutant 18 % en volume d'eau. Ainsi, les phénomènes de bouchages ont été fortement réduits. Après vérification de ceux-ci sur la régularité de dépôt, des paramètres d'impression ont été choisis. Les mesures de morphologie réalisées montrent alors une bonne régularité de dépôt en largeur, longueur et section.

## Références


[1] L. del-Mazo-Barbara et M.-P. Ginebra

"Rheological characterisation of ceramic inks for 3D direct ink writing: A review"

J. Eur. Ceram. Soc., vol. 41, no 16, p. 18-33, déc. 2021, doi: 10.1016/j.jeurceramsoc.2021.08.031.

[2] J. Roudenko, J. Schirmer, M. Reichenberger, S. Neermann, et J. Franke

"Influence of convection sintering parameters on electrical conductivity and adhesion of inkjet-printed silver nanoparticle inks on flexible substrates"

in 2018 13th International Congress Molded Interconnect Devices (MID), Würzburg: IEEE, sept. 2018, p. 1-5. doi: 10.1109/ICMID.2018.8527048.

[3] U. Caglar, K. Kaija, et P. Mansikkamaki

"Analysis of mechanical performance of silver inkjet-printed structures"

in 2008 2nd IEEE International Nanoelectronics Conference, Shanghai, China: IEEE, 2008, p. 851-856. doi: 10.1109/INEC.2008.4585617.

[4] A. Sridhar, D. J. Van Dijk, et R. Akkerman

"Inkjet printing and adhesion characterisation of conductive tracks on a commercial printed circuit board material"

Thin Solid Films, vol. 517, no 16, p. 4633-4637, juin 2009, doi: 10.1016/j.tsf.2009.03.133.

[5] S. Brinkhues, A. Kanthamneni, A. Brose, S. Majcherek, et B. Schmidt

"Investigation of adhesion strength of metallization on thermoplastic and ceramic substrates"

in 2016 12th International Congress Molded Interconnect Devices (MID), Wuerzburg, Germany: IEEE, sept. 2016, p. 1-6. doi: 10.1109/ICMID.2016.7738935.

[6] M. Li, S. Zhai, J. Wang, et R. Wang

"The Mechanical Performance of 3D Printed Circuit Board"

in 2021 3rd International Conference on Artificial Intelligence and Advanced Manufacture (AIAM), Manchester, United Kingdom: IEEE, oct. 2021, p. 330-333. doi: 10.1109/AIAM54119.2021.00073.

# Partie 3. ÉTUDE DES PROPRIETES PIEZORESISTIVES DU COMPOSANT

## Table des matières


**INTRODUCTION ..... - 98 -**

**3 - 1 CARACTERISATION STRUCTURALE DE LA PISTE SENSIBLE ET PROPRIETES DE CONDUCTION ..... - 98 -**

3 - 1.1 ANALYSE DE LA STRUCTURE ET CORRESPONDANCE AVEC LES COMPOSITES A BASE CIMENTAIRE ..... - 98 -

3 - 1.2 ANALYSE DES MECANISMES DE CONDUCTION MIS EN JEUX DANS LE DEPOT ..... - 102 -

**3 - 2 PROPRIETES ELECTRIQUES DU COMPOSANT ..... - 104 -**

3 - 2.1 PROPRIETES DE CONDUCTION ..... - 104 -

3 - 2.2 DENSITE DE PUISSANCE ADMISSIBLE DU COMPOSANT ..... - 109 -

**3 - 3 PROPRIETES PIEZORESISTIVES DU COMPOSANT POUR LA MESURE DE DEFORMATION ..... - 112 -**

3 - 3.1 VARIATION DE LA RESISTANCE SOUS SOLLICITATION MECANIQUE ..... - 112 -

3 - 3.2 ANALYSE DE LA REPETABILITE DU COMPORTEMENT SOUS CYCLAGE MECANIQUE ..... - 117 -

**CONCLUSION ..... - 120 -**

**RÉFÉRENCES ..... - 122 -**

## Introduction

Il a précédemment été démontré qu'à partir d'une utilisation détournée d'adhésifs inorganiques (nommés ici #8 et #11), il était possible de déposer un composant sur un substrat métallique. En sachant que l'étude vise à déposer une jauge de déformation, l'objectif est désormais d'étudier les propriétés de piézorésistivité du composant mis en œuvre. La première étape est de vérifier que le matériau conducteur dans la piste active présente une structure compatible avec les propriétés de piézorésistivité visées. Pour cela, des analyses EDS sont effectuées afin d'établir des correspondances avec les matériaux composites conducteurs à base cimentaire (ECCC). À la suite de ces comparaisons, les données sont également utilisées afin de vérifier si la teneur en particules conductrices permet d'atteindre les taux de percolation usuels. Afin de préparer les derniers essais de mise en flexion du composant, les propriétés électriques de ce dernier ont été étudiées. Deux éléments ont été étudiés, la résistivité du matériau conducteur de la partie active ainsi que la densité de puissance électrique admissible. Une fois les propriétés critiques déterminées, des essais de mise en flexion ont été réalisés. La réponse électrique du composant a été étudiée dans différents cas de figure. La jauge a dans un premier temps été soumise à un seul cycle de flexion afin de mettre en valeur le caractère piézorésistif du matériau conducteur #11 utilisé. Afin d'étudier la répétabilité de la réponse électrique, le nombre de cycle de sollicitation a ensuite été augmenté. Les causes de dégradation de la réponse électrique ont alors pu être étudiées afin d'envisager des voies d'amélioration pour la suite des travaux.

## 3 - 1 Caractérisation structurale de la piste sensible et propriétés de conduction

### 3 - 1.1 Analyse de la structure et correspondance avec les composites à base cimentaire

Les matériaux "electrically conductive cementitious composite" (ECCC), sont constitués de deux composants majeurs : une matrice cimentaire ainsi qu'une charge conductrice, [1 - 3]. La matrice peut être constituée de différents matériaux cimentaires (mortier, béton, matériau à activation alcaline, etc.). Les particules conductrices peuvent également prendre différentes formes (fibre, nanotubes, flocons, etc.) et composition (carbone, métal). Dans notre cas, le matériau imprimé pour obtenir la piste sensible est, selon les données du constructeur, composé d'une solution de polysilicate de potassium (servant de précurseur à la formation de la matrice cimentaire) et de flocons de nickel (les particules conductrices), mis en solution aqueuse. La présence de ces éléments permettra donc de valider la comparaison avec les ECCC.

Une indexation EDS des éléments contenus dans le dépôt conducteur solidifié (encadré rouge Figure 60) permet d'identifier les différents éléments présents dans le matériau. Premièrement, l'identification du nickel permet de valider la présence d'un matériau métallique conducteur. La présence de silicium et d'oxygène peut quant à elle laisser penser à une formation de silice. Le pourcentage atomique du silicium étant deux fois plus faible que celui de l'oxygène, les données sont cohérentes avec la composition de la silice $SiO_2$.




Cut_1 1

| Elément | /.../ | Mass. norm. [%] | Atom. [%] | erreur abs. [%] (1 sigma) |
|---|---|---|---|---|
| C | /.../ | 8,40 | 23,28 | 1,22 |
| O | /.../ | 11,34 | 23,61 | 1,32 |
| Al | /.../ | 0,45 | 0,56 | 0,05 |
| Si | /.../ | 9,21 | 10,91 | 0,37 |
| K | /.../ | 1,61 | 1,37 | 0,08 |
| Ca | /.../ | 4,26 | 3,54 | 0,14 |
| Ni | /.../ | 64,74 | 36,73 | 1,75 |
| | | **100,00** | **100,00** | |

*Figure 60 : Image MEB d'une coupe transversale et Analyse chimique EDS du dépôt conducteur*

L'analyse quantitative des éléments légers tels que le silicium et l'oxygène étant relativement complexe en EDS, on complète cette observation par une cartographie afin de vérifier la répartition des éléments sur la surface analysée, Figure 61. La localisation aux mêmes sites des différents éléments permet alors de poser une première validation quant à la formation de silice dans le matériau conducteur.

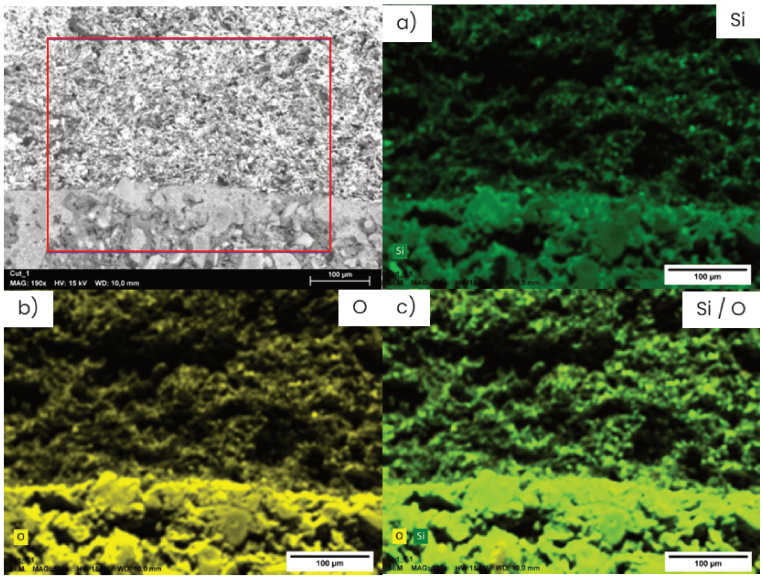



*Figure 61 : Image MEB d'une coupe transverse et cartographies chimiques EDS à l'interface isolant / conducteur du a) Silicium, b) Oxygène et c) Silicium / Oxygène*

Pour obtenir une idée plus précise du mécanisme de liaison des charges conductrices, des cartographies ont été réalisées à plus fort grossissement au cœur du dépôt. Une première cartographie du nickel (Figure 62) montre une très forte concentration des particules conductrices dans le cœur de la piste sensible.

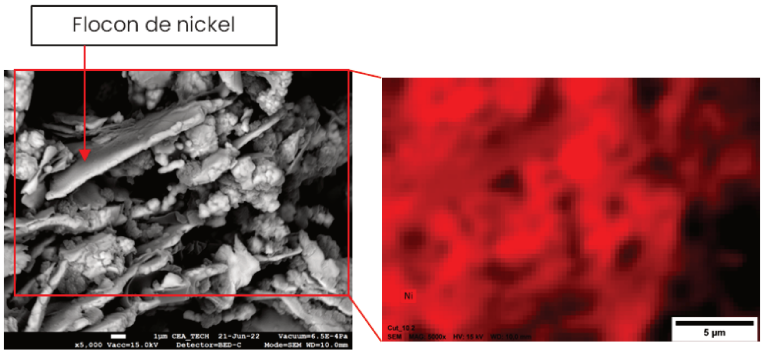



*Figure 62 : Image MEB et cartographie EDS du Nickel dans le dépôt conducteur*

Un second groupe de cartographies pour valider l'hypothèse d'un pontage de silice entre les particules de nickel a été réalisé, en identifiant le silicium (Figure 63 a), l'oxygène (Figure 63 b) ainsi que le couple silicium / oxygène (Figure 63 c). On remarque alors une concentration des éléments indexés sur les mêmes sites, aux interfaces entre les flocons de nickel (repérés Figure 63).

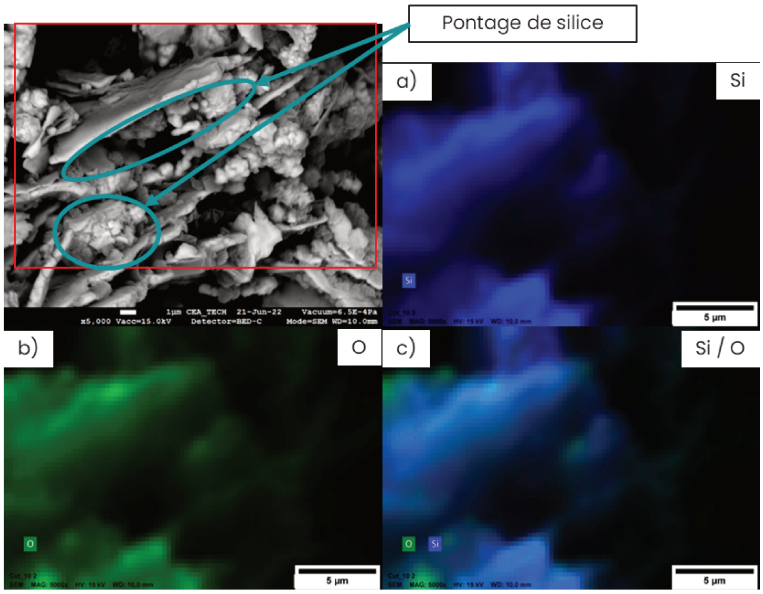



*Figure 63 : Image MEB et cartographies EDS a) du Silicium, b) de l'Oxygène et c) du couple Silicium / Oxygène dans le dépôt conducteur*

Compte tenu du fort grossissement des observations, les résultats issus des Figure 62 et Figure 63 restent à appréhender avec recul. En effet, les électrons rétrodiffusés utilisés lors des cartographies EDS peuvent interagir jusqu'à des profondeurs de 1 µm. Les informations représentées peuvent alors faire apparaître des éléments présents plus profondément et fausser la localisation.

Lors des analyses de composition effectuées par EDS (Figure 60), il est noté la présence de potassium dans le dépôt conducteur. Cette présence s'explique par l'analyse du mécanisme de formation des liaisons entre les particules conductrices. L'élément de base pour la formation de ces liaisons étant le potassium polysilicate, la théorie des réactions entre les silicates et les

alcalins [4 - 6] permet d'expliquer les mécanismes de solidification du matériau. Le modèle de Powers et Steinour [5] propose ainsi une réaction en deux étapes principales conduisant à la formation d'un gel de silice.

Trois composants principaux sont essentiels à la réaction : un silicate $Si_xO_y$, un ion alcalin (dans notre cas $K^+$) ainsi que des ions hydroxydes $OH^-$ issus de la base aqueuse de la solution. Dans une première étape (Figure 64 a), les liaisons siloxane (Si-O) du silicate sont attaquées par les ions hydroxydes et alcalins. L'acide silicique issu de cette première réaction va à son tour réagir dans une seconde étape (Figure 64 b) avec les ions présents afin de créer le réseau final. Chaque étape s'accompagne d'un dégagement d'eau.

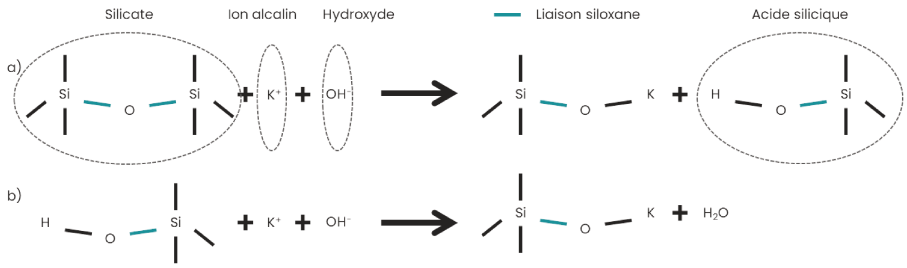



*Figure 64 : Schéma d'alcali-reaction en deux étapes (a et b) selon le modèle de Powers et Steinour, [5]*

Les cartographies EDS ont donc permis de montrer une forte concentration des particules conductrices dans la piste sensible. Des cartographies complémentaires ont permis de valider la présence sur les mêmes sites des éléments silicium et oxygène, dans des stœchiométries proches de celles attendues pour former des particules de silice. La présence d'ions potassium dans le dépôt est également cohérente avec les mécanismes de formation de la silice par réaction silicate / ion alcalin.

Grâce à ces observations, il est possible de déduire un agencement schématique des particules dans le matériau après séchage (Figure 65). Afin de simplifier la représentation, les charges conductrices sont assimilées à des sphères. Elles sont liées entre elles par des ponts de potassium silicate solidifiés. On est alors bien dans une composition similaire à ce qui se retrouve dans le domaine des ECCC.

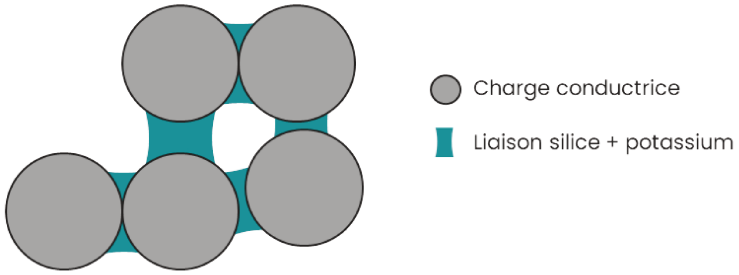



*Figure 65 : Représentation schématique de l'agencement des particules dans le dépôt conducteur*

3 - 1.2 Analyse des mécanismes de conduction mis en jeux dans le dépôt

Après avoir déterminé la structure de notre matériau, l'objectif est à présent de déterminer si cet agencement de particules permet l'obtention de propriétés de conduction par le concours de différents mécanismes. Premièrement, on cherche à analyser et vérifier que la concentration en particules conductrices dans le dépôt peut correspondre à ce qui est généralement attendu pour l'obtention d'une conduction électrique. On aurait alors un phénomène de conduction bien connu dans le domaine des ECCC, appelé conduction par percolation.

Dans les matériaux dits à percolation, il est nécessaire d'atteindre une valeur de concentration volumique suffisante afin d'avoir la création de contacts entre les particules, [7]. Pour les matériaux conducteurs à matrice cimentaire, le taux de particules conductrices est de l'ordre de 12-16 %vol, [8]. C'est à partir de cette valeur seuil, appelé taux de percolation, qu'il est possible d'observer une chute brutale de la résistivité du matériau, synonyme de l'apparition de propriétés de conduction électrique. L'objectif est alors de vérifier que la concentration volumique en Nickel est supérieure à ce seuil.

Afin de déterminer cette concentration volumique à partir de l'analyse EDS, il est indispensable de poser les hypothèses suivantes :

- Le matériau conducteur est assimilé à un composite.
- L'influence de la porosité sur la masse du matériau est négligée.
- Tous les atomes de silicium et d'oxygène sont utilisés pour former de la silice $SiO_2$.
- La masse totale de matériau est donnée par la somme de la masse de nickel et de silice, en négligeant l'apport de la masse des autres éléments.

On a alors la masse de nickel $M_{Ni}$ (g) et la masse de silice $M_{SiO_2}$ (g) dans le matériau qui peuvent être reliées à la masse volumique de chaque matériau, respectivement $\rho_{Ni}$ (g.m$^{-3}$) et $\rho_{SiO_2}$ (g.m$^{-3}$) et à leur volume $V_{Ni}$ (m$^3$) et $V_{SiO_2}$ (m$^3$), (29).

$$\begin{aligned} M_{Ni} &= \rho_{Ni} \times V_{Ni} \\ M_{SiO_2} &= \rho_{SiO_2} \times V_{SiO_2} \end{aligned} \qquad (29)$$

Il est alors possible de déterminer une relation pour le calcul du pourcentage massique de nickel $\%M_{Ni}$ dans le matériau, (30).

$$\%M_{Ni} = \frac{M_{Ni}}{M_{Ni} + M_{SiO_2}} \qquad (30)$$

En remplaçant les masses par leurs expressions données dans (29), on obtient une nouvelle forme de $\%M_{Ni}$, (31).

$$\%M_{Ni} = \frac{\rho_{Ni} \times V_{Ni}}{\rho_{Ni} \times V_{Ni} + \rho_{SiO_2} \times V_{SiO_2}}$$

$$\%M_{Ni} = \frac{\rho_{Ni} \times \%V_{Ni}}{\rho_{Ni} \times \%V_{Ni} + \rho_{SiO_2} \times \%V_{SiO_2}} \quad (31)$$

Il est alors possible de la simplifier afin d'obtenir un calcul de pourcentage massique sans prendre en compte le pourcentage volumique de silice, (32).

$$\%M_{Ni} = \frac{\%V_{Ni}}{\%V_{Ni} + \left(\frac{\rho_{SiO_2}}{\rho_{Ni}}\right) \times (1 - \%V_{Ni})} \quad (32)$$

En raisonnant de manière similaire, on retrouve une relation permettant d'obtenir le pourcentage volumique de nickel dans le matériau, (33).

$$\%V_{Ni} = \frac{\%M_{Ni}}{\%M_{Ni} + \left(\frac{\rho_{Ni}}{\rho_{SiO_2}}\right) \times (1 - \%M_{Ni})} \quad (33)$$

En utilisant cette méthode de calcul, les hypothèses de départ et en prenant la masse volumique du nickel à 9,05 g.cm$^{-3}$ et celle de la silice à 2,2 g.cm$^{-3}$, on obtient alors un pourcentage volumique de nickel dans le matériau $\%V_{Ni}$ de 30,86 %, largement supérieur aux valeurs visées entre 12-16 %vol, [8]. La création de contacts directs entre les différentes particules conductrices peut donc être assurée.

Dans la théorie de la conduction électrique par percolation, il est également possible de distinguer un second mode de conduction : la conduction indirecte. Pour cela, deux mécanismes différents sont possibles, variant selon la nature du porteur de charge. Dans un premier cas, le courant est transmis par mouvement d'électrons entre deux particules suffisamment proches, [9 - 10]. On est alors dans un phénomène comparable à l'effet tunnel. Dans le cas où la conduction s'effectue par un mouvement d'ions dans la matrice, on parle alors de conduction ionique, [11]. En raison de la forte teneur en ions des matrices à activation alcaline, c'est ce mécanisme qui gouverne principalement la conduction indirecte (Figure 66), [12]. Ainsi, sous l'action d'une force électromotrice, les ions contenus dans la matrice (dans notre cas les ions potassium) vont évoluer entre les sites libres et ainsi transmettre le courant à travers le matériau.

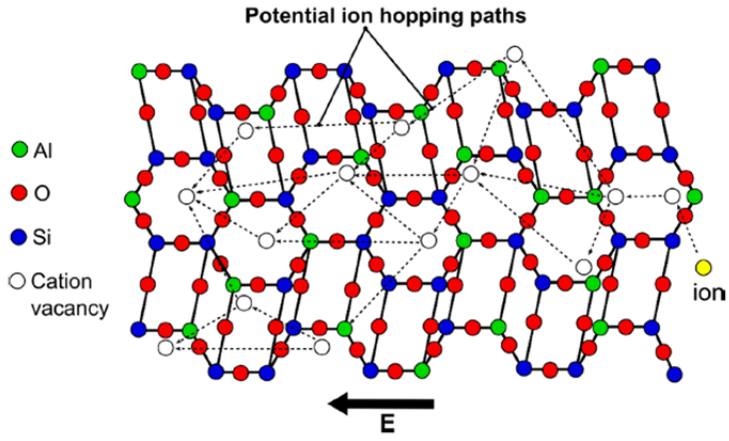



*Figure 66 : Mouvement théorique des ions dans un matériau générique à activation alcaline [12]*

Ce mécanisme peut parfois être suffisant pour permettre à un matériau cimentaire seul de présenter des propriétés de piézorésistivité. Alors, l'application d'une sollicitation mécanique externe entraine une modification dans l'agencement cristallin et agit ainsi sur la distance entre les différents sites d'accueil des ions dans la matrice, [11 - 12]. Un éloignement des différents sites d'accueil va par conséquent augmenter la difficulté qu'ont les ions à se déplacer et augmenter la valeur de résistivité du matériau.

La nature du matériau composite utilisé permet donc en théorie d'obtenir un comportement piézorésistif. Par une concentration en charges métalliques supérieure aux taux de percolation observés usuellement, la conduction électrique devrait être assurée. La structure du matériau devrait quant à elle permettre d'observer une variation de résistivité sous l'action d'une déformation par l'effet combiné de la variation de distance des particules ainsi que la variation de résistivité de la matrice à activation alcaline. La vérification de chacun de ces comportements fera l'objet des deux prochaines parties.

## 3 - 2 Propriétés électriques du composant

### 3 - 2.1 Propriétés de conduction

Après avoir montré que la structure du dépôt conducteur ainsi que la teneur en particules conductrices étaient compatibles avec l'obtention de propriétés de conduction électrique, il est désormais nécessaire de caractériser les propriétés électriques pour la piste obtenue. Pour cela, la grandeur à quantifier sera la résistivité. L'influence de la dilution à l'eau réalisée lors de l'optimisation du procédé sur cette dernière est également étudiée.

La résistance électrique $R$ d'une piste (en Ω) est reliée directement à la résistivité ρ (en Ω.mm) du matériau qui la constitue. Elle dépend également des caractéristiques géométriques qui sont la longueur $l$ (en mm) et la section $S$ (en mm²) de la piste (34).

$$R = \rho \times \frac{L}{S} \tag{34}$$

Il est alors possible de déterminer la résistivité de la piste en mesurant sa résistance électrique sur une longueur donnée et en la combinant avec une mesure de section (35).

$$\rho = R \times \frac{S}{L} \tag{35}$$

Afin d'obtenir une mesure de résistance précise, on utilisera la mesure Kelvin, également appelée mesure de résistance 4 fils (Figure 67 a). Comme son nom l'indique, le principe est de s'appuyer sur l'utilisation de 4 fils afin de mesurer la résistance de la piste, sans être faussée par la résistance des câbles utilisés. La mesure peut être réalisée par prise directe sur 4 fils intégrés au composant ou par utilisation de pointes de précision (Figure 67 b). Avec cette méthode, une intensité connue *I* (en A) est appliquée au circuit et une chute de potentiel *U* (en V), associée à la résistance *R* (en Ω) est mesurée aux bornes du composant. Dans ce cas, seule la chute de potentiel due à la résistance du composant est mesurée, sans tenir compte de la résistance résiduelle du circuit.

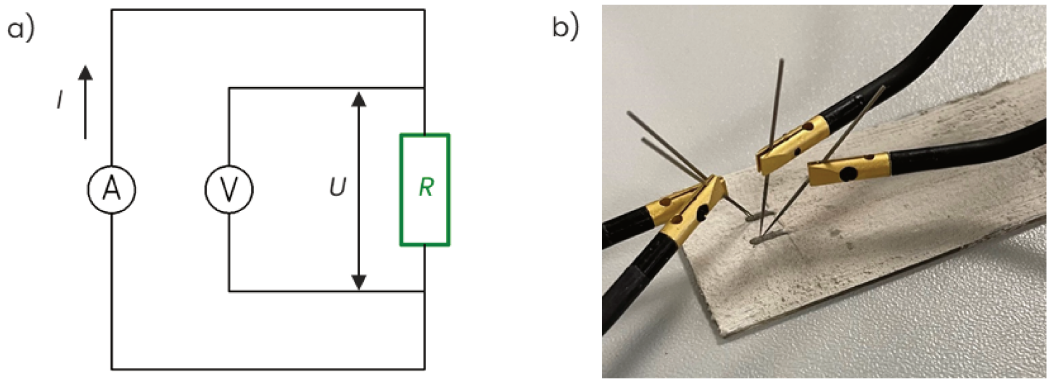



*Figure 67 : a) Principe de la mesure Kelvin et b) mesure par pointes de précision*

En tenant compte de l'intensité appliquée *I* ainsi que la différence de potentiel *U* aux bornes du composant, on obtient à l'aide de la loi d'Ohm la résistance du composant (36)

$$R = \frac{U}{I} \tag{36}$$

Afin de déterminer les propriétés électriques de notre matériau conducteur, des mesures de résistances par méthode Kelvin ont été réalisées sur 11 dépôts et sections micrographiques correspondantes. Les mesures de résistances obtenues sont alors reliées aux sections et aux longueurs afin de déterminer la résistivité de la piste (Tableau 13) par application de (35). Deux géométries différentes de pistes sont testées : des allers-retours de 69 mm de long et des lignes

de 30 mm de long. Les échantillons ont été fabriqués avec les paramètres optimisés et un taux de dilution à 18 %.

*Tableau 13 : Mesures de propriétés électriques des pistes conductrices inorganiques*

| # Coupe | Longueur (mm) | Résistance (Ω) | Section (mm²) | Section Moyenne (mm²) | Résistivité (Ω.cm) |
|---|---|---|---|---|---|
| **1** | 30,00 | 22,3 | 0,22 | 0,22 | 1,6 |
| **2** | 30,00 | 22,5 | 0,20 | 0,20 | 1,5 |
| **3** | 69,00 | 46,10 | 0,25 | 0,27 | 1,8 |
| **4** | | | 0,29 | | |
| **5** | 30,00 | 20,20 | 0,23 | 0,23 | 1,5 |
| **6** | 69,00 | 67,50 | 0,20 | 0,20 | 2,0 |
| **7** | | | 0,21 | | |
| **8** | 30,00 | 24,40 | 0,25 | 0,25 | 2,0 |
| **9** | 30,00 | 26,50 | 0,19 | 0,19 | 1,7 |
| **10** | 69,00 | 61,20 | 0,22 | 0,25 | 2,2 |
| **11** | | | 0,28 | | |

| | |
|---|---|
| Moyenne | 1,79 |
| Écart-type | 0,26 |

En traçant l'évolution de la résistivité des pistes en fonction de la coupe observée (Figure 68), on remarque une relative dispersion des valeurs, matérialisée par un écart-type élevé. Le calcul de résistivité s'effectuant en prenant en compte une mesure ponctuelle de section de piste, la variation de section dans la longueur de la piste n'est pas prise en compte.

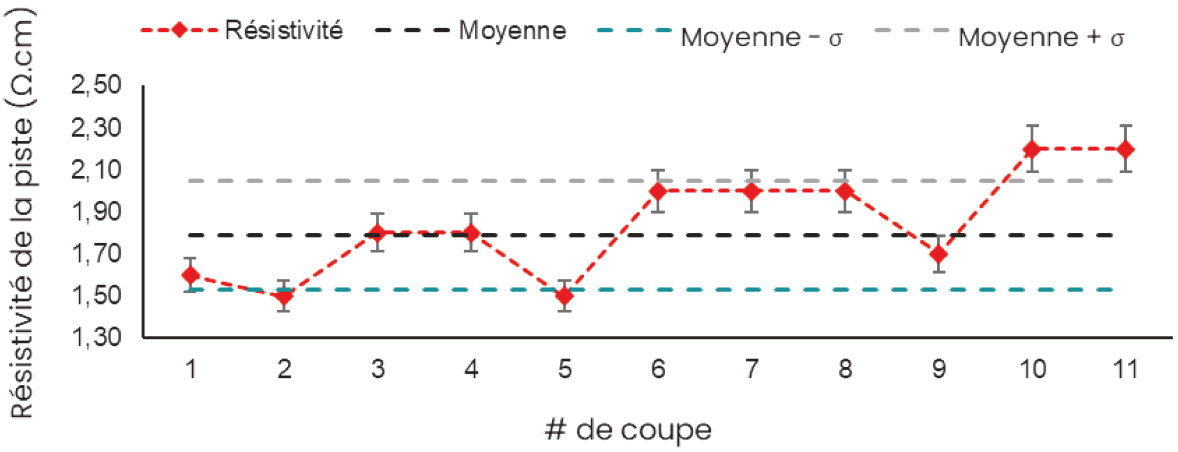



*Figure 68 : Évolution de la résistivité des pistes selon les coupes*

Dans le but de comparer des valeurs, il est usuel de prendre en compte la conductivité du matériau. Cette valeur, notée σ et exprimée en $\Omega^{-1}.cm^{-1}$, est définie par l'inverse de la résistivité (37) et traduit la capacité d'un matériau à conduire plus ou moins un courant électrique.

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \qquad (37)$$

En prenant en compte la valeur moyenne de résistivité, on estime alors la conductivité σ de la piste à environ 0,56 $\Omega^{-1}.cm^{-1}$. Cette valeur peut alors être comparée à la conductivité du Nickel brut, d'environ 1,56 x$10^{6}$ $\Omega^{-1}.cm^{-1}$, calculée à partir de la valeur de résistivité du Nickel pur (6,4 x$10^{-6}$ Ω.cm [13]). Un critère de performance du conducteur est établi en effectuant le rapport entre la conductivité de notre matériau et celle du matériau brut. Dans les cas des pistes conductrices, ce rapport de performance est évalué à environ 0,00036 %. Usuellement, les adhésifs conducteurs présentent une performance comprise entre 0,003 % et 20 % de la conductivité du matériau brut de la charge considérée [14]. La performance électrique de notre matériau étant inférieure à l'intervalle donné, nous ne pouvons pas le classer en l'état en tant que conducteur. Cependant, notre matériau étant destiné à être utilisé dans la fabrication de jauges de déformation, seule la variation de résistance initiale est importante. Une performance dégradée en termes de conductivité électrique est donc acceptable, à condition que la variation de comportement électrique soit exploitable.

Selon des premières hypothèses, la forte résistivité de notre matériau peut être due à une porosité importante dans le matériau conducteur. Un des leviers d'action afin de modifier cette porosité est de diluer plus ou moins le matériau conducteur à l'eau avant son dépôt. En augmentant le taux de dilution, la proportion d'eau dans le matériau extrudé augmente. Cette eau sera par la suite évaporée lors du traitement de solidification. Plus cette quantité évaporée sera élevée, plus le vide laissé par l'eau sera important.

Les mesures de résistance par méthode Kelvin s'effectuent sur une série de 30 jauges, dont la morphologie a été étudiée précédemment. Les mesures, résumées et représentées Figure 69, montrent une augmentation de la résistivité des pistes au fur et à mesure des jauges de plus en plus poreuses testées.

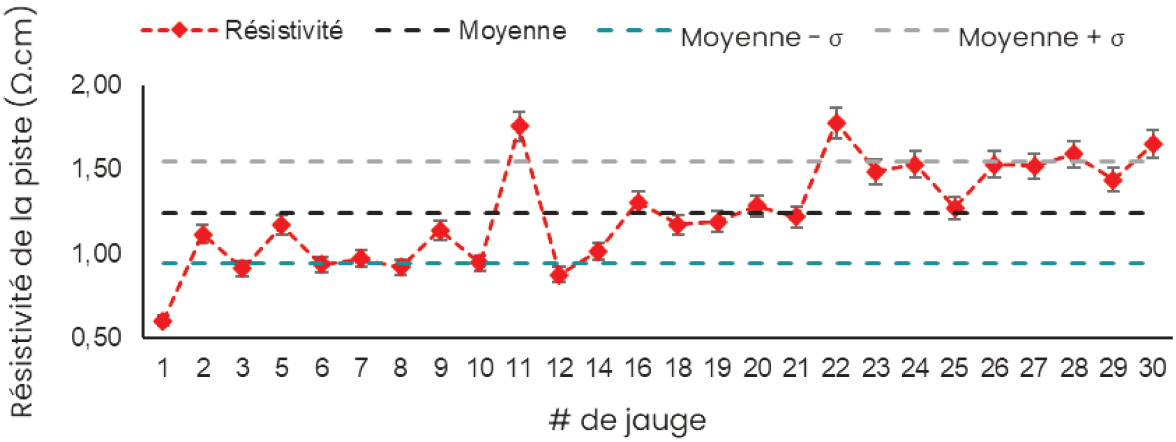



*Figure 69 : Évolution de la résistivité des pistes selon les jauges*

Cette augmentation est présentée de manière plus visible Figure 70 en traçant les mesures de résistivité selon le taux de dilution. La résistivité passe alors de 0,96 ± 0,3 Ω.cm pour le

matériau brut à 1,54 ± 0,1 Ω.cm pour une dilution de 18 %. On a donc une évolution de 62,5 % entre la résistivité du matériau brut et celle du matériau dilué.

Ainsi, plus la dilution du matériau conducteur est importante avant son impression, plus la résistivité de la piste est élevée après traitement thermique de séchage. La porosité de la couche conductrice a donc un effet direct sur la valeur de résistivité, et donc de résistance, de la jauge fabriquée.

*Tableau 14 : Mesures de résistivité des pistes conductrices, à plusieurs taux de dilution*

| **Dilution (%)** | **# Jauge** | **Longueur (mm)** | **Section (mm²)** | **Résistance (Ω)** | **Résistivité (Ω.cm)** |
|---|---|---|---|---|---|
| 0 | 1 | 88,29 | 0,19 | 27,9 | 0,60 |
| | 2 | 87,11 | 0,25 | 38,9 | 1,12 |
| | 3 | 88,48 | 0,35 | 23,1 | 0,91 |
| | 4 | Rupture de continuité | | | |
| | 5 | 89,37 | 0,3 | 34,9 | 1,17 |
| 2,5 | 6 | 90,98 | 0,26 | 32,8 | 0,94 |
| | 7 | 90 | 0,27 | 32,4 | 0,97 |
| | 8 | 90,62 | 0,25 | 33,4 | 0,92 |
| | 9 | 89,89 | 0,31 | 33,1 | 1,14 |
| | 10 | 87,11 | 0,23 | 35,8 | 0,95 |
| 5 | 11 | 87,55 | 0,34 | 45,3 | 1,76 |
| | 12 | 90,57 | 0,22 | 36,1 | 0,88 |
| | 13 | Rupture de continuité | | | |
| | 14 | 92,98 | 0,26 | 36,3 | 1,02 |
| | 15 | Rupture de continuité | | | |
| 10 | 16 | 90,26 | 0,26 | 45,3 | 1,30 |
| | 17 | Rupture de continuité | | | |
| | 18 | 91,23 | 0,25 | 42,8 | 1,17 |
| | 19 | 90,17 | 0,27 | 39,8 | 1,19 |
| | 20 | 91,24 | 0,27 | 43,4 | 1,28 |
| 15 | 21 | 91,61 | 0,26 | 42,9 | 1,22 |
| | 22 | 88,36 | 0,32 | 49,1 | 1,78 |
| | 23 | 93,79 | 0,31 | 45,1 | 1,49 |
| | 24 | 91,87 | 0,3 | 46,9 | 1,53 |
| | 25 | 90,46 | 0,25 | 46 | 1,27 |
| 18 | 26 | 90,78 | 0,24 | 57,9 | 1,53 |
| | 27 | 90,61 | 0,26 | 53 | 1,52 |
| | 28 | 89,85 | 0,27 | 53 | 1,59 |
| | 29 | 92,2 | 0,25 | 53,1 | 1,44 |
| | 30 | 91,72 | 0,26 | 58,2 | 1,65 |

| | |
|---|---|
| Moyenne | 1,24 |
| Écart-type | 0,30 |

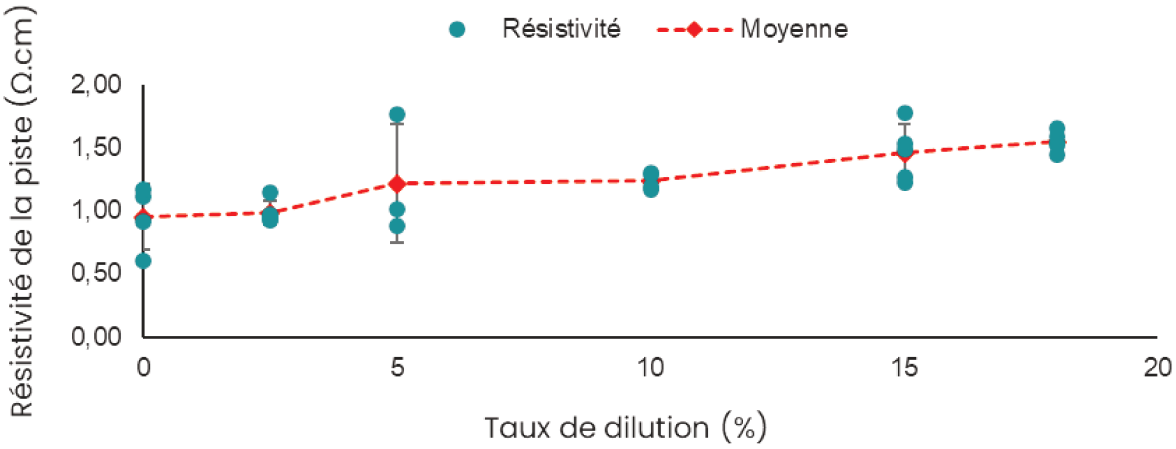



*Figure 70 : Évolution de la résistivité des pistes avec le taux de dilution*

### 3 - 2.2 Densité de puissance admissible du composant

Après avoir démontré et caractérisé les propriétés de conduction de la piste obtenue par dépôt de pâte inorganique, l'objectif est désormais de déterminer si elle peut être utilisée en tant que jauge de déformation. Pour cela, il est dans un premier temps nécessaire de déterminer la densité de puissance électrique limite de la piste. On définira cette grandeur, notée $P_j$ en W/mm², comme la puissance limite à partir de laquelle la piste commence à subir un échauffement supérieur à 25 °C. Cette valeur, combinée à la résistance de la jauge $R_J$ (Ω) et à l'aire active de la jauge $A_J$ (mm²) est ensuite utilisée pour déterminer la tension d'alimentation du pont de jauge $U_E$ (V), donnée par la relation (38) [15].

$$U_E = 2 \times \sqrt{R_J \times A_J \times P_J} \qquad (38)$$

Une piste a donc été déposée selon une géométrie définie (Figure 71 a) sur un substrat en acier inoxydable. Ce matériau a été choisi pour sa bonne tenue en température afin d'éviter une dégradation du substrat en cas d'échauffement trop élevé de la piste. De plus, seule la zone nécessaire a été isolée électriquement, i.e. sous la connexion des câbles et sous la piste (Figure 71 b). Ainsi, la conductivité thermique de la couche isolante n'influera pas sur la valeur de densité de puissance recherchée.

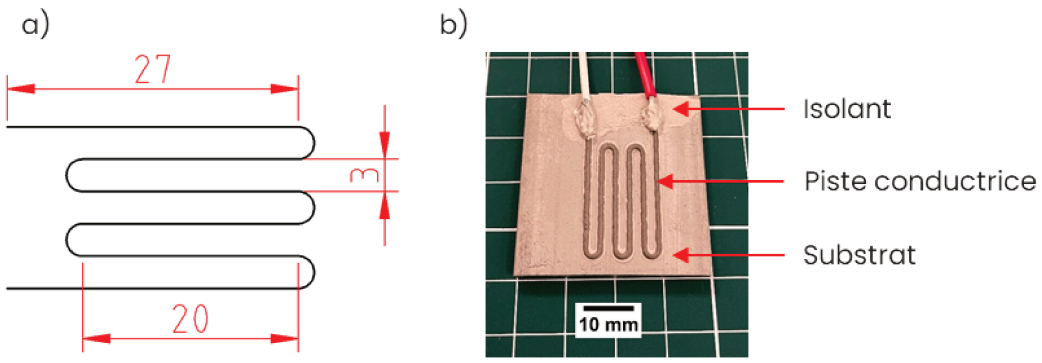



*Figure 71 : a) Dimensions (mm) de la piste conductrice b) déposée et isolée sur substrat inox*

Usuellement, le calcul de l'aire active de la jauge s'effectue en prenant la surface totale de la grille. Dans notre cas, les spires de la grille sont éloignées les unes des autres. L'essentiel de la conduction thermique s'effectuera alors par la surface de contact entre la piste et le substrat. L'aire active est donc donnée par la relation (39) liant la longueur déposée $L$ (mm) à la largeur de la piste $l$ (mm).

$$A_J = L \times l \tag{39}$$

Dans notre cas, on prendra la valeur moyenne des largeurs, 1,1 mm, calculée lors de mesures de morphologie pour $l$, tandis que la valeur de longueur $L$ sera donnée par les dimensions du motif. On a alors une aire active $A_J$ de 170,1 mm² (40) :

$$A_J = 154{,}6 \times 1{,}1 = 170{,}1\ mm^2 \tag{40}$$

Les câbles connectés à la piste sont ensuite reliés à une alimentation stabilisée pilotée en tension. Une tension $U$ entre 4 et 60 volts est appliquée et l'alimentation impose un courant $I$ (A) en fonction de la résistance du montage. Grâce à ces deux valeurs, on obtient la puissance électrique $P$ (W) à laquelle est soumise la piste par la relation (41).

$$P = U \times I \tag{41}$$

La mesure de température s'effectue par un thermocouple placé au niveau de la piste, en veillant à ne pas entrer en contact avec celle-ci (Figure 72). Pour chaque puissance appliquée, il est donc possible de relier une température d'échauffement de la piste (Tableau 15 et Figure 73). La résistance de la piste est calculée à partir des données d'entrées du test qui sont la tension et le courant. On observe une augmentation de la résistance au fur et à mesure du test. La résistance étant dépendante de la température, une augmentation de cette dernière entraine automatiquement une montée de la valeur de résistance.

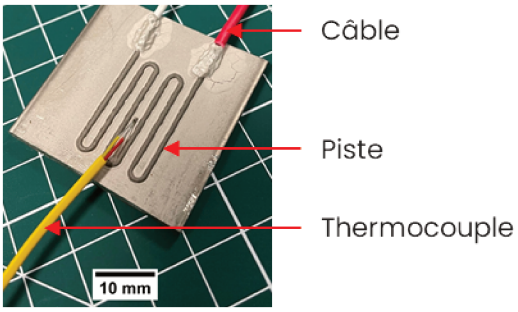



*Figure 72 : Montage de mesure de température*

Il est ainsi possible de remonter à une loi de comportement, correspondant à l'évolution de la température de la piste sur substrat acier inoxydable en fonction de la puissance appliquée. Cette loi, correspondant à une relation puissance, est en accord avec la théorie de l'échauffement d'une piste sous flux électrique, aussi appelée effet Joule.

Lorsqu'une piste conductrice est soumise à un courant électrique, elle subit une puissance $P$, calculée en fonction de sa résistance $R$ et des données relatives au courant (tension $U$ ou intensité $I$) (42). La dissipation de cette puissance s'effectue ensuite par un dégagement de chaleur.

$$P = {U^2}/{R}$$

$$P = R \times I^2 \qquad (42)$$

*Tableau 15 : Relevé de températures pour chaque tension appliquée sur la piste*

| Tension $U$ (V) | Courant $I$ (A) | Puissance $P$ (W) | Résistance $R$ (Ω) | Température $T$ (°C) |
|---|---|---|---|---|
| 4 | 0,027 | 0,108 | 148,15 | 23,2 |
| 8 | 0,06 | 0,48 | 133,33 | 25 |
| 12 | 0,092 | 1,104 | 130,43 | 28 |
| 16 | 0,123 | 1,968 | 130,08 | 33,4 |
| 20 | 0,151 | 3,02 | 132,45 | 41,2 |
| 24 | 0,178 | 4,272 | 134,83 | 51,1 |
| 28 | 0,205 | 5,74 | 136,59 | 67 |
| 32 | 0,227 | 7,264 | 140,97 | 77,5 |
| 36 | 0,247 | 8,892 | 145,75 | 91,6 |
| 40 | 0,267 | 10,68 | 149,81 | 108,2 |
| 44 | 0,28 | 12,32 | 157,14 | 126,1 |
| 48 | 0,295 | 14,16 | 162,71 | 146,2 |
| 52 | 0,31 | 16,12 | 167,74 | 164,4 |
| 56 | 0,324 | 18,144 | 172,84 | 187,7 |
| 60 | 0,338 | 20,28 | 177,51 | 211 |

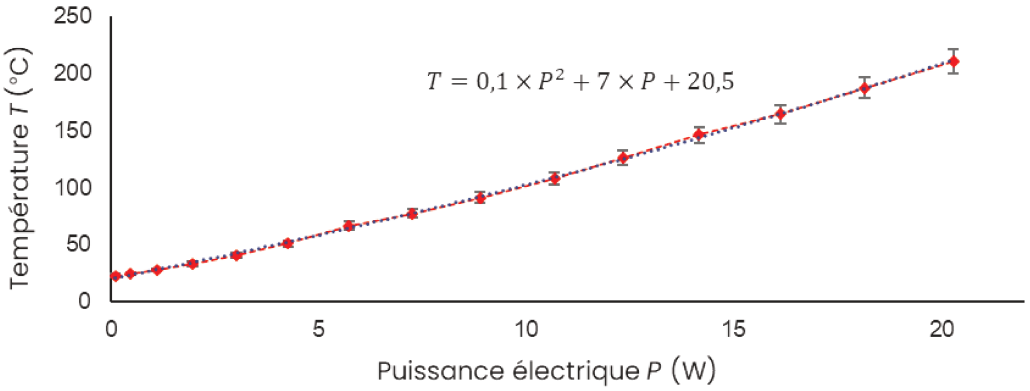



*Figure 73 : Évolution de la température d'échauffement en fonction de la puissance électrique appliquée*

Selon les relevés de température, la puissance $P$ nécessaire à atteindre une élévation de température de piste de 25 °C est de 0,48 W. Cette puissance peut alors être combinée à l'aire du contact entre la jauge et le substrat $A_J$ pour calculer la densité de puissance $P_J$ (60).

$$P_J = \frac{P}{A_J} = \frac{0{,}48}{170{,}1} \approx 0{,}003\ W.mm^{-2} \qquad (43)$$

Cette valeur est en revanche fortement dépendante de la conduction thermique du substrat, relativement basse pour l'acier inoxydable (entre 10 et 34 $W.m^{-1}.K^{-1}$). Plus cette conductivité est faible, moins la température dégagée par la piste s'évacue rapidement et plus la piste s'échauffe rapidement. La valeur de $P_J$ calculée sur Inox permet ainsi d'apporter un certain coefficient de sécurité pour une utilisation de notre piste sur des substrats ayant une conductivité thermique plus importante. Par exemple, une piste déposée sur aluminium, avec une conductivité thermique de 210 $W.m^{-1}.K^{-1}$, subira une montée bien moins forte en température.

Dans la suite des essais, il est donc recommandé d'utiliser une densité de puissance de 0,003 $W.mm^{-2}$ pour le calcul de la tension d'excitation du pont.

## 3 - 3 Propriétés piézorésistives du composant pour la mesure de déformation

### 3 - 3.1 Variation de la résistance sous sollicitation mécanique

Dans un premier temps, l'objectif est de déterminer si les jauges fabriquées répondent à une sollicitation mécanique, notamment par une variation de leur résistance électrique. L'ordre de grandeur de ces variations étant réduit, les jauges sont montées dans un pont de Wheatstone, selon un montage en quart de pont, i.e. une seule résistance variable dans le pont.

Le principe, décrit au chapitre 1, repose sur l'apparition d'une différence de potentiel dans le pont, induite par la variation d'une des résistances, Figure 74. On parle alors de tension de déséquilibre.

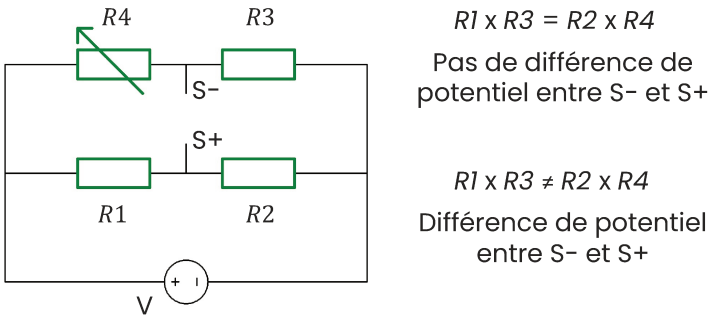



*Figure 74 : Montage en quart de pont avec conditions d'apparition d'une tension de déséquilibre*

En mesurant cette tension de déséquilibre $U_S$, il est possible, en connaissant la tension d'alimentation de base $U_E$, de remonter à la variation de résistance de la jauge par la relation simplifiée (44). La tension d'alimentation $U_E$ est déterminée par la relation (38)

$$\frac{\Delta R}{R} = \frac{4 \times U_S}{U_E} \tag{44}$$

Le raccordement de la jauge testée s'effectue par un montage 3 fils, reconnu en analyse de déformation standard, [16]. Dans ce type de montage, un câble est placé en entrée de la jauge et deux câbles sont disposés en sortie, Figure 75. On aura alors en entrée et en sortie deux câbles dédiés à l'alimentation de la jauge et en sortie un câble servant à la mesure de potentiel de déséquilibre. L'intérêt majeur de cette méthode est de limiter l'apparition d'erreurs de mesures en éliminant la résistance des câbles d'alimentation de la jauge. La seule résistance résiduelle à prendre en compte est la résistance du câble servant à la mesure de potentiel.

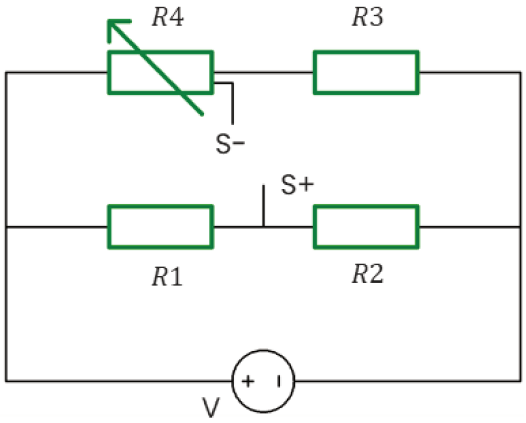



*Figure 75 : Schéma de montage 3 fils et points de mesure de potentiel*

C'est sur ce schéma simplifié que reposent les conditionneurs de jauges classiques. Ceux-ci sont en revanche généralement prévus pour effectuer des mesures avec des jauges dont la résistance est standardisée (120 ou 350 Ω), les rendant difficiles à équilibrer pour des jauges de

valeur de résistance différente. Il est donc nécessaire de pouvoir adapter au mieux la résistance *R3* afin d'équilibrer le pont, peu importe la résistance de jauge *R4*.

Pour cela, un pont a donc été fabriqué en interne sur une platine de développement (Figure 76). Afin de s'adapter au mieux à la jauge à caractériser, un potentiomètre a été monté en série de la résistance. Ce potentiomètre permet alors d'équilibrer parfaitement le pont de jauge en réglant une résistance équivalente *R3'* égale à la résistance de jauge *R4*.

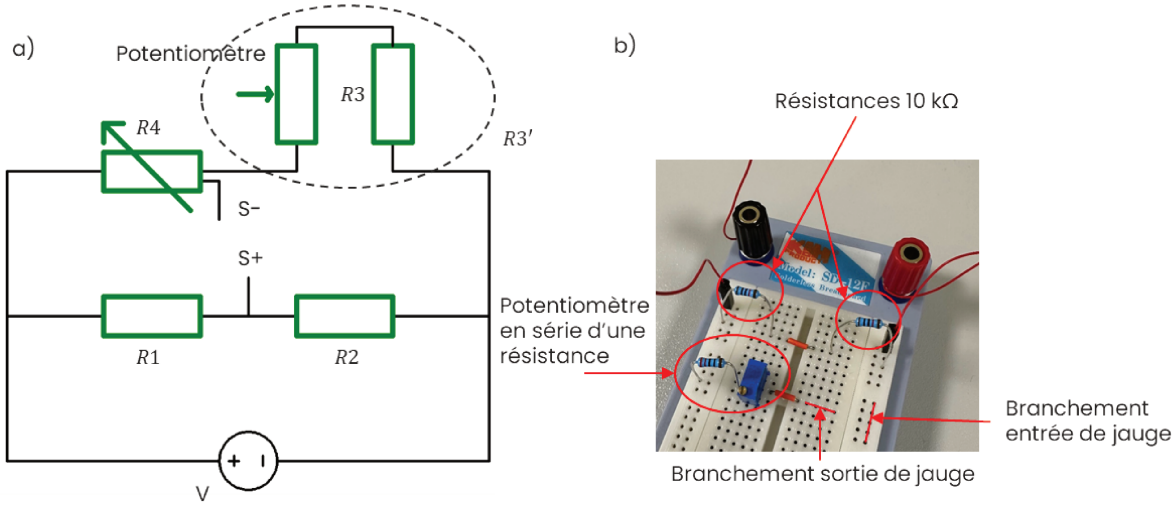



*Figure 76 : a) Schéma du montage électronique d'analyse et b) illustration du dispositif sur platine de développement*

Une fois raccordées au pont de Wheatstone, les jauges déposées sur substrat en aluminium sont ensuite montées dans un appareil de flexion 4 points, Figure 77. L'intérêt de ce type de test est de permettre une sollicitation de la jauge de manière homogène en traction sur la face inférieure, dans la zone située entre les points d'appuis supérieurs. Les différentes contraintes et déformations peuvent ainsi être calculées selon les relations établies précédemment partie 2 - 2.3.

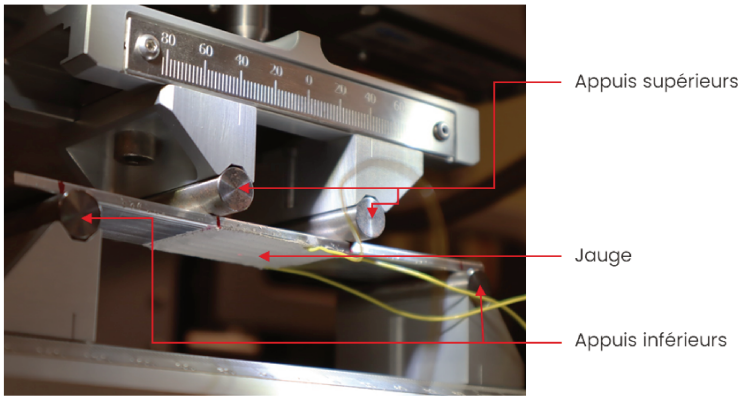



*Figure 77 : Montage de la jauge selon le test de flexion 4 points*

La première étape de notre analyse vise à déterminer la capacité de la jauge imprimée à présenter une réponse électrique lorsqu'elle est soumise à une sollicitation mécanique. Dans ce but, un composant a été déposé sur un substrat aluminium de 3x30x190 $mm^3$ et sollicité en

flexion selon des dimensions définies (Figure 78) jusqu'à obtenir une déformation du substrat de 0,1 %.

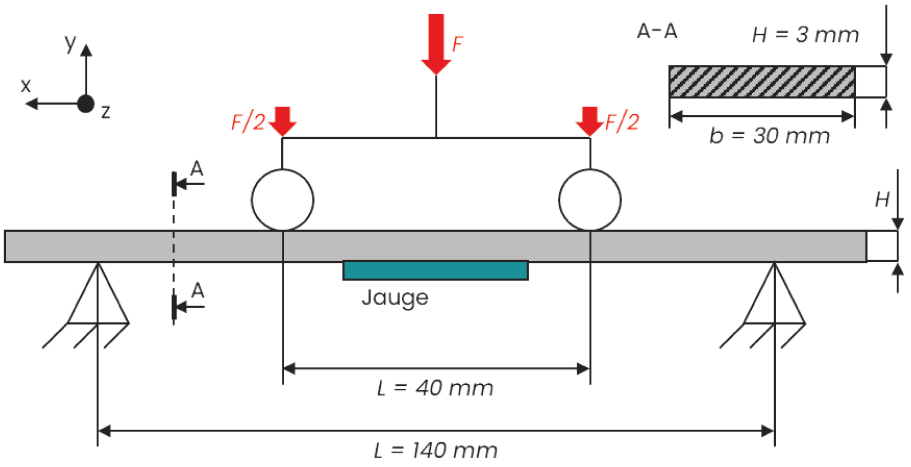



*Figure 78 : Dimensions adoptées dans les tests de flexion 4 points*

On cherche à vérifier l'apparition d'une tension de déséquilibre du pont, synonyme d'une variation de la résistance de la jauge. On peut alors tracer l'évolution de la tension de déséquilibre du pont et du chargement en fonction du temps de l'essai, Figure 79. On remarque alors une corrélation entre la réponse électrique de la jauge et le chargement subi. La jauge testée présente donc un comportement électrique qui peut être compatible avec la mesure de déformation.

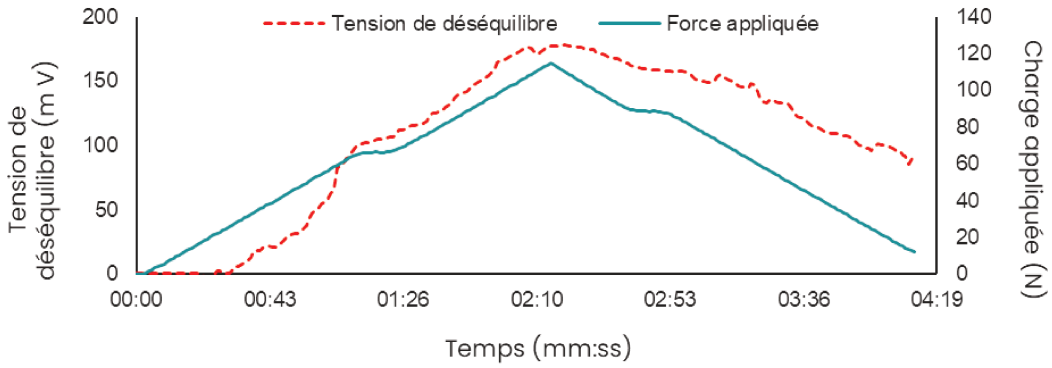



*Figure 79 : Évolution de la réponse électrique du composant et du chargement en fonction du temps de l'essai*

Afin de déterminer quel mécanisme régit cette réponse et ainsi de définir si la jauge obtenue répond selon un comportement piézorésistif (variation de résistivité avec la déformation) ou selon un comportement classique de jauge de déformation (variation de longueur entrainant la variation de résistance), il est nécessaire de tracer la variation de résistance avec la déformation subie, Figure 80. Bien que le comportement de la jauge ne soit pas réversible ni parfaitement linéaire sur toute la durée de sollicitation, il est possible de tracer une courbe de tendance afin d'avoir une idée du facteur de jauge. Dans le cas de la jauge obtenue, on remarque un facteur de jauge relativement élevé, de l'ordre de 53,5. Un facteur de jauge élevé permet une meilleure

sensibilité du composant mais le rend également plus sensible aux diverses perturbations externes.

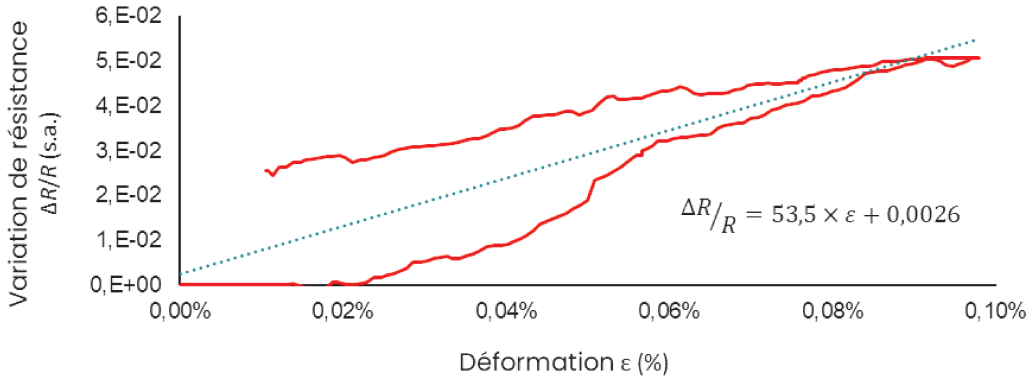



*Figure 80 : Variation de la résistance de la jauge en fonction de la déformation du substrat lors d'un cycle de chargement/déchargement mécanique*

Le facteur de jauge permet également de déterminer si on est dans le cas d'une jauge piézorésistive ou non, [17]. En effet, le facteur de jauge permet de relier la déformation $\varepsilon$ et le coeffcient de Poisson $\nu$ à la variation de résistance de la jauge $\frac{\Delta R}{R}$, (45).

$$\frac{\Delta R}{R} = \varepsilon \times (1 + 2\nu) + \frac{\Delta \rho}{\rho} = \varepsilon \times K + \frac{\Delta \rho}{\rho} \qquad (45)$$

En sachant que le coefficient de poisson est inférieur ou égal à 0,5, il est possible de distinguer trois cas de figure différents, [17] :

- La déformation est importante devant la variation de résistivité. Cette dernière devient alors négligeable et on retrouve le cas classique de la mesure par jauge de déformation, avec un facteur de jauge ne pouvant pas être supérieur à 2.
- La déformation est équivalente à la variation de résistivité. On obtient un cas hybride, avec un facteur de jauge ne pouvant être supérieur à 3.
- La déformation est minime par rapport à la variation de résistivité. L'influence de la déformation de la jauge dans sa variation de résistance est alors négligeable et on obtient une jauge piézorésistive. Dans ce cas, le facteur de jauge n'a pas de limite et sera propre à chaque jauge.

En observant le facteur de jauge obtenu dans notre premier essai de déformation, on remarque qu'il est bien supérieur à 2 ou 3. On se situe alors dans un régime piézorésistif. Dans notre cas, c'est la modification dans les mécanismes de conduction qui va induire cette variation de résistivité du matériau. En effet, l'éloignement des particules conductrices lors de la traction va entrainer deux phénomènes :

- La modification des réseaux de conduction entraine la rupture des contacts directs entre les particules, augmentant la résistivité, [18]
- L'éloignement des particules rend la conduction ionique plus complexe. La résistivité augmente également, [9 - 10] La déformation élastique de la matrice rend également le mouvement des ions plus complexe, [11 - 12], [19].

### 3 - 3.2 Analyse de la répétabilité du comportement sous cyclage mécanique

Après avoir vérifié la capacité de la jauge obtenue à traduire la sollicitation mécanique en réponse électrique, l'objectif est désormais de déterminer si ce phénomène est répétable au cours des cycles de chargement. Pour cela, le composant a été soumis à une répétition de 10 cycles dans les conditions similaires à celles effectuées précédemment. On remarque qu'au cours des 10 cycles de flexion subis, la jauge présente toujours une réponse électrique, Figure 81. La réponse se dégrade en revanche avec le temps et tend à plafonner vers une asymptote.

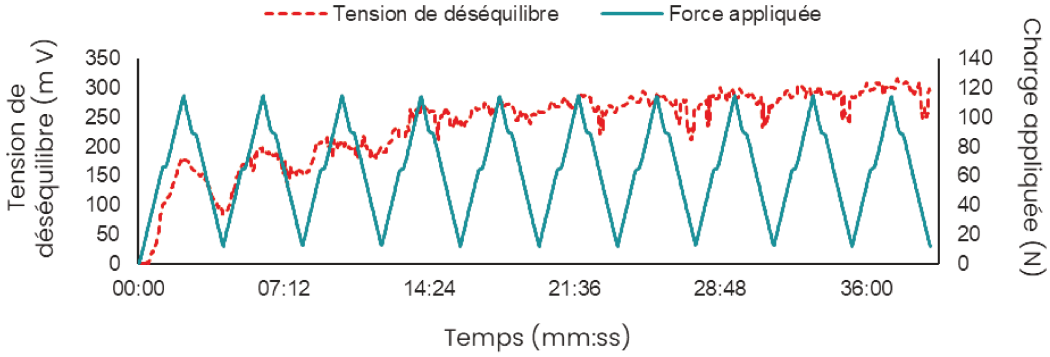



*Figure 81 : Évolution du comportement électrique de la jauge lors de 10 cycles de sollicitation à 0.1 % de déformation*

Cette allure face à la multiplication des cycles de sollicitation peut être due à différents phénomènes. Lors de la déformation de la partie conductrice, les flocons de Nickel se déplacent également. Ces derniers ne vont alors pas recréer les réseaux de conduction de manière identique à ceux initialement présents. Ce non-retour à l'initial peut alors entrainer le phénomène d'hystérésis observé, [20]. Bien qu'étant dans un domaine de déformation faible, la matrice silice peut également subir des dommages irréversibles, [21 - 25]. Le recouvrement des propriétés électriques est alors impossible car les particules conductrices n'ont plus l'effet de retour élastique assuré par la matrice pour retrouver leur position d'origine.

Une autre explication à l'allure de la réponse électrique au cours des cycles réside dans le phénomène de polarisation du matériau, [3], [26 - 28]. Comme vu précédemment, la conduction électrique dans le matériau est dépendante de la capacité qu'ont les ions à se mouvoir dans la matrice. En cas d'application d'un courant direct aux bornes de la jauge, les ions vont alors être orientés dans une seule direction, impactant les propriétés de conduction. Afin de mettre en lumière ce phénomène, il est possible de soumettre une jauge imprimée à un courant continu puis d'observer la variation de son comportement électrique. Les variations étant généralement faibles, la jauge est branchée au sein d'un pont de Wheatstone comme lors d'une mesure de

déformation. Une jauge sensible aux phénomènes de polarisation va alors présenter une variation de la tension de déséquilibre du pont puis une stabilisation vers une valeur asymptotique. Lors du test, la polarité du circuit est inversée. Une variation brusque de la tension, suivie d'une nouvelle variation logarithmique est également synonyme de polarisation de la jauge. Dans ce cas, le pont est volontairement déséquilibré afin d'observer cette variation de tension clairement.

Dans le but de vérifier si les jauges fabriquées peuvent être soumises à un phénomène de polarisation, le test décrit a été effectué sur une des pistes imprimées (Figure 82). Les deux manifestations d'une polarisation sont alors observables. L'évolution de la tension de déséquilibre montre dans un premier temps une orientation des charges dans le matériau avec une augmentation forte de tension au début de test puis tendant à se stabiliser au fur et à mesure que l'orientation de toutes les charges s'effectue. Le changement brusque dans les valeurs de tension de déséquilibre lors du changement de polarité du circuit, accompagné d'une reprise de l'évolution de tension est également synonyme d'une polarisation du matériau conducteur. Au cours du test, on observe une variation de l'ordre de 40-60 mV.

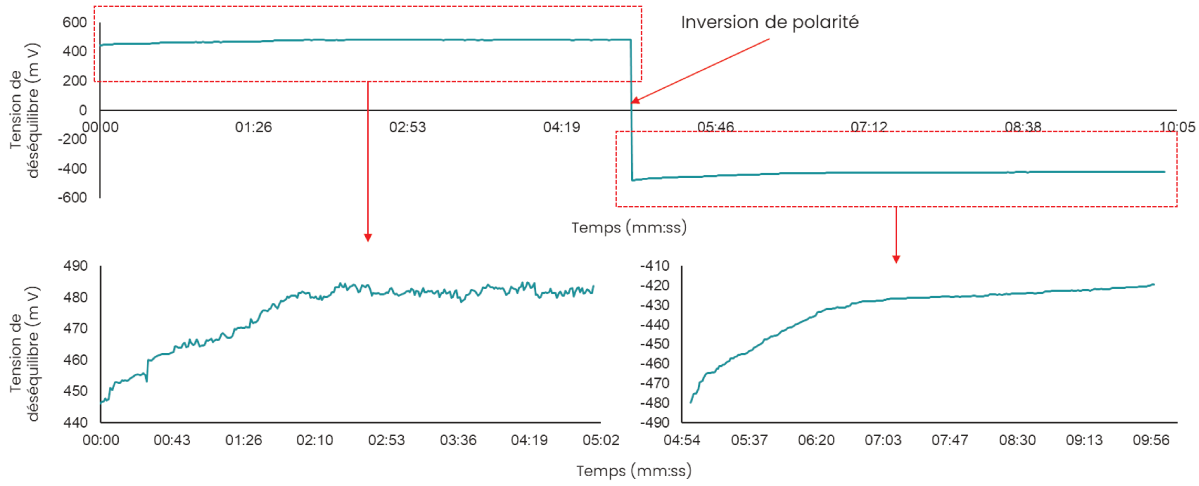



*Figure 82 : Variation de tension de déséquilibre du pont à la suite du phénomène de percolation dans la jauge (sans sollicitation mécanique)*

Différentes solutions existent afin de limiter ce phénomène. Il est par exemple possible d'éviter au maximum la présence d'humidité résiduelle dans la piste sensible, [28]. Les jauges testées ci-dessus ont été fabriquées sur une période relativement étendue (2 semaines). Plusieurs jours se sont donc écoulés entre la fin de l'étape de dépôt de piste conductrice et le début de l'étape de dépôt overclad. Lors de cette période, la jauge qui n'était pas stockée en environnement contrôlé a capté l'humidité ambiante par capillarité.

Il est donc essentiel de réduire le temps d'attente entre les étapes de dépôt afin de limiter la prise d'humidité. Pour cela, une jauge a été déposée selon les paramètres définis précédemment, mais cette fois en effectuant les étapes de dépôt sans stockage intermédiaire. Les traitements thermiques successifs devraient alors limiter l'apparition d'humidité résiduelle dans la piste. La

jauge fabriquée est ensuite soumise à une sollicitation mécanique afin d'observer sa réponse électrique (Figure 83). La dégradation dans le comportement étant visible rapidement, seuls quatre cycles sont effectués. Le second objectif de ce test étant de déterminer les potentielles limites des jauges, le chargement appliqué sur le substrat a été réglé afin d'obtenir une déformation de 0,4 %, correspondant aux limites du dispositif de flexion utilisé. On remarque alors une légère augmentation des tensions maximales de déséquilibre au cours des cycles. Lors du premier pic, la tension de déséquilibre était de 2,402 V tandis que lors du quatrième cycle, la tension de déséquilibre atteint sa valeur maximale de 2,541 V. L'augmentation de tension totale, i.e. la différence entre la tension maximale du premier pic et celle du dernier pic, est alors de 139 mV.

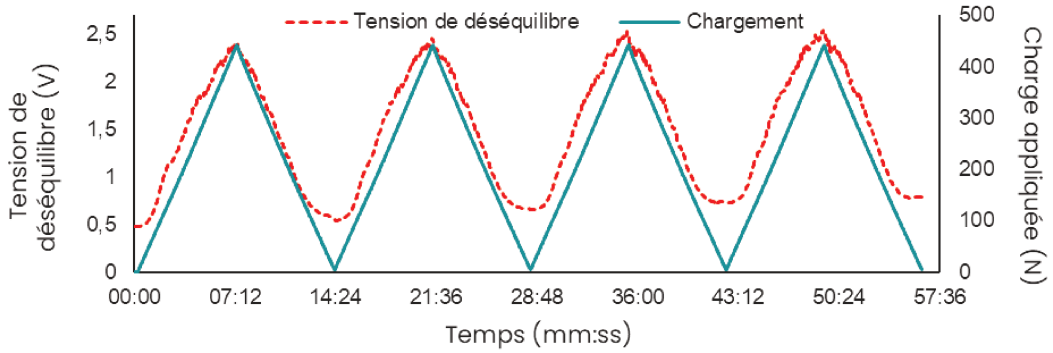



*Figure 83 : Évolution du comportement électrique lors de la jauge lors de 4 cycles de flexion à 0,4 % de déformation*

En termes de comparaison, l'augmentation de tension totale lors des 4 premiers cycles du premier test, Figure 81, était de 93,5 mV. Les deux valeurs d'augmentation étant proches l'une de l'autre malgré le temps de stockage réduit entre les étapes de mise en œuvre, il est alors possible de penser que dans notre cas l'influence de l'humidité résiduelle dans la jauge sur le phénomène de polarisation est faible. En revanche, l'augmentation du maximum étant légèrement supérieure lorsque la déformation augmente, il est probable que la dégradation de la matrice soit un élément influent dans la dérive du comportement électrique des jauges.

Au-delà des considérations liées au composant et aux matériaux qui le constituent, il est possible de limiter les phénomènes de polarisation en modifiant la méthode d'excitation du pont de jauge. Par exemple, l'application d'un courant permettant à la polarisation de se mettre en place avant la sollicitation peut être envisagée. Ce phénomène étant principalement causé lors de l'application d'un courant continu, il est également envisageable d'appliquer un courant alternatif, permettant de modifier périodiquement l'orientation du mouvement des ions dans le composant, [1], [3], [29]. Afin de tester cette dernière solution, la même jauge testée précédemment lors de la vérification du phénomène de polarisation a été branchée sur une source de courant alternatif 50 Hz (Figure 84). Dans ce cas de figure, après une variation de tension dans les premières secondes du test, les propriétés électriques se stabilisent avec une évolution de l'ordre du millivolt.

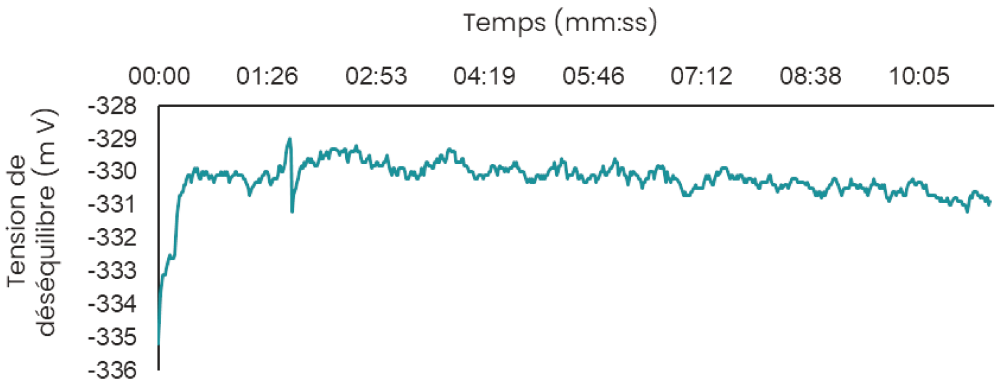



*Figure 84 : Évolution de la tension de déséquilibre du pont alimenté en courant alternatif 50 Hz (sans sollicitation mécanique)*

L'apport de l'utilisation d'un courant alternatif afin d'alimenter le circuit de mesure est donc non négligeable afin de limiter les phénomènes de polarisation.

## Conclusion

Avant d'étudier les propriétés piézorésistives du composant, l'objectif a été d'observer la structure du matériau conducteur (nommé #11) de la piste active. Les cartographies EDS ont montré que la piste se compose de particules métalliques liées entre elles par des silicates contenant du potassium. Un parallèle a donc pu être effectué entre le matériau obtenu et les ECCC, aussi appelés composites conducteurs à base cimentaire. Dans ce type de matériau, une conduction électrique est obtenue par la combinaison de différents mécanismes : la percolation (ou conduction directe) et la conduction ionique (ou conduction indirecte). La concentration volumique de particules de nickel d'environ 56%, supérieure aux seuils de percolation usuels, permet de valider la conduction directe. A partir des analyses EDS la présence d'ions alcalins a été déduit. Ceux-ci, issus de l'activateur alcalin de base et contenus dans la matrice, permettent une conduction électrique par leur mouvement dans le matériau. La combinaison des deux mécanismes de conduction devrait donc en théorie permettre un comportement piézorésistif de la jauge.

Par la suite, et toujours dans une optique de fabrication d'une jauge piézorésistive, les propriétés électriques du composant ont été testées. Afin d'établir les règles garantissant le design de la jauge, la résistivité du matériau et la densité de puissance admissible du composant ont été mesurées. La résistivité est de 1,79 Ω.cm et il en a été déduit la conductivité du matériau afin de comparer la performance du composant par rapport à ce qui est observé chez les adhésifs conducteurs. Ainsi, la conductivité calculée de 0,56 $\Omega^{-1}.cm^{-1}$ permet d'obtenir une performance de 0,00036 % par rapport au Nickel brut, inférieure aux valeurs usuelles des adhésifs conducteurs (entre 0,003 % et 20 % de performance). Cet écart s'explique notamment par la présence de porosités dans le matériau utilisé et n'est pas rédhibitoire pour le fonctionnement de la jauge. Les essais ont également permis de montrer qu'une densité de puissance de 0,003

$W.mm^{-2}$ garantissait un dégagement de température inférieur à 25°C, évitant ainsi une surchauffe du composant lors de son utilisation.

L'ultime étape de l'étude a été de vérifier le comportement de jauge du composant déposé sur substrat métallique. Pour cela, il a été soumis à une sollicitation mécanique dans un montage en flexion 4 points et la réponse électrique du composant a été observée. Une corrélation entre la réponse et la sollicitation a prouvé que le composant peut être utilisé en tant que jauge. En traçant la variation relative de résistance en fonction de la déformation subie, un facteur de jauge de 53,5 a été calculé. Celui-ci étant bien supérieur à 3, le caractère piézorésistif de la jauge a été validé. Le caractère répétable du comportement de jauge a également été vérifié. Pour cela, le nombre de cycles de sollicitation a été augmenté. Une dégradation du comportement est apparue au cours des cycles. Les différents essais ont montré que cette non-répétabilité était la conséquence d'une dégradation de la matrice, combinée à la polarisation électrique du composant. Cette polarisation, aggravée par la présence d'humidité, peut en revanche être limitée en favorisant une alimentation de pont à l'aide d'un courant alternatif au lieu d'un courant continu.

## Références


[1] L. Wang, F. Aslani

"A review on material design, performance, and practical application of electrically conductive cementitious composites"

Construction and Building Materials. 229 (2019) 116892. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2019.116892.

[2] Z. Tian, Y. Li, J. Zheng, S. Wang

"A state-of-the-art on self-sensing concrete: Materials, fabrication and properties"

Composites Part B: Engineering. 177 (2019) 107437. https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2019.107437.

[3] P. Rovnaník, I. Kusák, P. Bayer, P. Schmid, L. Fiala

"Electrical and Self-Sensing Properties of Alkali-Activated Slag Composite with Graphite Filler"

Materials. 12 (2019) 1616. https://doi.org/10.3390/ma12101616.

[4] J.H.M. Visser

"Fundamentals of alkali-silica gel formation and swelling: Condensation under influence of dissolved salts"

Cement and Concrete Research. 105 (2018) 18–30. https://doi.org/10.1016/j.cemconres.2017.11.006.

[5] T.C. Powers, H.H. Steinour

"An Interpretation of Some Published Researches on the Alkali-Aggregate Reaction Part 1-The Chemical Reactions and Mechanism of Expansion"

JP. 51 (1955) 497–516. https://doi.org/10.14359/11691.

[6] Alkali-Aggregate Reactivity (AAR) Facts Book, (n.d.).

[7] D. Stauffer, A. Aharony, A. Aharonî

"Introduction to percolation theory"

Rev. 2. ed., transferred to digital print, Taylor & Francis, London, 2003.

[8] K. Zhang, B. Han, X. Yu

"Nickel particle based electrical resistance heating cementitious composites"

Cold Regions Science and Technology. 69 (2011) 64–69. https://doi.org/10.1016/j.coldregions.2011.07.002.

[9] R. Moriche, A. Jiménez-Suárez, M. Sánchez, S.G. Prolongo, A. Ureña

"Sensitivity, influence of the strain rate and reversibility of GNPs based multiscale composite materials for high sensitive strain sensors"

Composites Science and Technology. 155 (2018) 100–107. https://doi.org/10.1016/j.compscitech.2017.12.002.

[10] M.H.G. Wichmann, S.T. Buschhorn, J. Gehrmann, K. Schulte

"Piezoresistive response of epoxy composites with carbon nanoparticles under tensile load"

Phys. Rev. B. 80 (2009) 245437. https://doi.org/10.1103/PhysRevB.80.245437.

[11] M. Saafi, A. Gullane, B. Huang, H. Sadeghi, J. Ye, F. Sadeghi

"Inherently multifunctional geopolymeric cementitious composite as electrical energy storage and self-sensing structural material"

Composite Structures. 201 (2018) 766–778. https://doi.org/10.1016/j.compstruct.2018.06.101.

[12] C. Vlachakis, M. Perry, L. Biondi

"Self-Sensing Alkali-Activated Materials: A Review"

Minerals. 10 (2020) 885. https://doi.org/10.3390/min10100885.

[13] Nickel, Ni, (n.d.). https://www.matweb.com/search/DataSheet.aspx?MatGUID=e6eb83327e534850a062dbca3bc758dc&ckck=1 (accessed February 22, 2023).

[14] I. Hendi

"Electrical functionalisation performed by additive manufacturing"

phdthesis, Université Grenoble Alpes [2020-....], 2022. https://theses.hal.science/tel-03772558 (accessed February 20, 2023).

[15] TN-502.pdf, (n.d.). https://intertechnology.com/Vishay/pdfs/TechNotes_TechTips/TN-502.pdf (accessed June 8, 2023).

[16] K. Hoffmann

"An introduction to stress analysis and transducer design using strain gauges"

n.d.

[17] D.D.L. Chung

"A critical review of piezoresistivity and its application in electrical-resistance-based strain sensing"

J Mater Sci. 55 (2020) 15367–15396. https://doi.org/10.1007/s10853-020-05099-z.

[18] M. Saafi, L. Tang, J. Fung, M. Rahman, F. Sillars, J. Liggat, X. Zhou

"Graphene/fly ash geopolymeric composites as self-sensing structural materials"

Smart Mater. Struct. 23 (2014) 065006. https://doi.org/10.1088/0964-1726/23/6/065006.

[19] M. Saafi, G. Piukovics, J. Ye

"Hybrid graphene/geopolymeric cement as a superionic conductor for structural health monitoring applications"

Smart Mater. Struct. 25 (2016) 105018. https://doi.org/10.1088/0964-1726/25/10/105018.

[20] M. Chen, P. Gao, F. Geng, L. Zhang, H. Liu

"Mechanical and smart properties of carbon fiber and graphite conductive concrete for internal damage monitoring of structure"

Construction and Building Materials. 142 (2017) 320–327. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2017.03.048.

[21] D.D.L. Chung

"Electrical Conduction Behavior of Cement-Matrix Composites"

Journal of Materials Engineering and Performance. 11 (2002) 194–204. https://doi.org/10.1361/105994902770344268.

[22] B. Luo, J. Dong

"Optimizing piezoresistivity of alkali-activated mortar using carboxylated multi-walled carbon nanotubes/basalt fibers"

Materials Letters. 329 (2022) 133151. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2022.133151.

[23] S. Wen, D.D.L. Chung

"Self-sensing of flexural damage and strain in carbon fiber reinforced cement and effect of embedded steel reinforcing bars"

Carbon. 44 (2006) 1496–1502. https://doi.org/10.1016/j.carbon.2005.12.009.

[24] L. Wang, F. Aslani

"Structural performance of reinforced concrete beams with 3D printed cement-based sensor embedded and self-sensing cementitious composites"

Engineering Structures. 275 (2023) 115266. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2022.115266.

[25] J. Donnini, T. Bellezze, V. Corinaldesi

"Mechanical, electrical and self-sensing properties of cementitious mortars containing short carbon fibers"

Journal of Building Engineering. 20 (2018) 8–14. https://doi.org/10.1016/j.jobe.2018.06.011.

[26] J. Cao, S. Wen, D.D.L. Chung

"Defect dynamics and damage of cement-based materials, studied by electrical resistance measurement"

Journal of Materials Science. 36 (2001) 4351–4360. https://doi.org/10.1023/A:1017901929264.

[27] S. Wen, D.D.L. Chung

"Electric polarization in carbon fiber-reinforced cement"

Cement and Concrete Research. 31 (2001) 141–147. https://doi.org/10.1016/S0008-8846(00)00382-3.

[28] L. Wang, F. Aslani

"Electrical resistivity and piezoresistivity of cement mortar containing ground granulated blast furnace slag"

Construction and Building Materials. 263 (2020) 120243. https://doi.org/10.1016/j.conbuildmat.2020.120243.

[29] A. Downey, A. D'Alessandro, M. Baquera, E. García-Macías, D. Rolfes, F. Ubertini, S. Laflamme, R. Castro-Triguero

"Damage detection, localization and quantification in conductive smart concrete structures using a resistor mesh model"

Engineering Structures. 148 (2017) 924–935. https://doi.org/10.1016/j.engstruct.2017.07.022.

# CONCLUSION ET PERSPECTIVES

L'objectif de l'étude était de déterminer un procédé permettant le dépôt de jauges de déformation inorganiques sur substrat métallique. Les travaux s'inscrivent dans un cadre d'utilisation grandissante des capteurs, dans l'industrie 4.0, voir 5.0. Ces composants à la base de la chaine de mesure constituent la première brique de l'internet des objets industriels (I-IoT). Parmi les différentes sources de mesure, on retrouve les capteurs physiques. Ces derniers, contiennent deux composants principaux qui sont une jauge de déformation, déposée sur un corps d'épreuve. La jauge est un élément actif du capteur, transformant la déformation du corps d'épreuve en un signal électrique exploitable. Dans le cas d'une jauge extensométrique, c'est la variation relative de résistance qui permet de remonter à la mesure de déformation. L'application manuelle de la jauge la rend en revanche difficilement intégrable au cœur même des objets. De plus, le caractère organique des matériaux constituant les parties isolantes entraine généralement une ruine du composant au-delà d'une utilisation à des températures de l'ordre de 400 °C. Il existe cependant dans la littérature des solutions permettant la mesure de déformations en conditions sévères. On différencie alors la mesure sans contact, où l'élément sensible est éloigné de la zone de sollicitation, de la mesure avec contact, où l'élément sensible est en contact avec la zone de sollicitation. Dans les deux cas, les matériaux et les techniques utilisés sont difficilement intégrables dans des montages complexes. Pour répondre à ce défi d'intégration, une nouvelle branche de l'électronique est apparue : l'électronique structurelle. Dans ce cas de figure, la fabrication additive est souvent utilisée comme levier afin de placer au plus près de la zone d'intérêt l'électronique adaptée. Deux variantes sont alors distinguées, suivant la complexité de l'intégration et la technique utilisée : l'électronique 2,5D ou l'électronique 3D. L'électronique 2,5D regroupe les techniques permettant un dépôt sur des surfaces sans intégration des interconnexions dans la masse de l'objet (ex : Aerosol Jet™, Laser Direct Structuring). L'électronique 3D permet quant à elle une intégration complète de l'interconnexion dans le corps de l'objet (ex : Extrusion de pâte conductrice, Injection d'encre conductrice). Bien que l'électronique structurelle permette une avancée dans l'intégration de capteurs, la problématique d'utilisation en conditions sévères persiste du fait de l'utilisation de matériaux organiques. Il est donc essentiel d'envisager l'intégration de matériaux permettant une mise en œuvre par fabrication additive tout en restant compatible avec les hautes températures. Dans cette optique, les matériaux à activation alcaline constituent une excellente alternative. Leur mise en œuvre sous forme de pâte les rend compatibles avec les techniques d'extrusion de pâte. De plus, après un traitement à faibles températures, ils peuvent souvent atteindre des températures de fonctionnement bien supérieures à celles des matériaux organiques. Afin de leur apporter des propriétés de conduction, il est également envisageable de les renforcer avec des particules conductrices. Par ce biais, il est possible d'obtenir une conduction par percolation. Ce mode de conduction permet généralement d'apporter des propriétés piézorésistives aux matériaux mis en œuvre. Ce sont alors ces propriétés, couplées à

la mise en œuvre de matériaux à activation alcaline par fabrication additive qui permettent le dépôt de jauges piézorésistives inorganiques sur substrat métallique.

Le premier défi est donc de mettre au point un procédé complet pour déposer un composant sur un substrat métallique. Pour cela, deux adhésifs inorganiques (notés #8 et #11) sont utilisés. L'un étant isolant électrique et l'autre conducteur, ils sont chacun utilisés dans des couches différentes de la jauge. La première, appelée "underclad", joue un double rôle : assurer l'adhérence du composant sur le substrat et isoler électriquement la piste conductrice. L'isolation entre la piste active et le substrat est garantie par le dépôt d'une couche isolante sans fissures apparentes. Pour cela, la couche est déposée manuellement au pinceau. Cette technique permet d'obtenir un dépôt suffisamment fin (entre 100 et 300 µm) pour limiter l'apparition de contraintes internes au séchage et l'ouverture de fissures. De plus, il a été démontré que, dans le cas d'une mesure de déformation en flexion 4 points, l'ordre de grandeur (µm) de l'épaisseur d'underclad était négligeable par rapport à celui du rayon de courbure du substrat. L'influence de l'isolant sur la déformation mesurée par la piste active est donc négligeable. L'adhérence sur substrat métallique a également été caractérisée selon la norme ASTM D4541-22. La contrainte nécessaire à l'arrachement de la couche, de 2,67 MPa (dans l'intervalle de valeur de l'électronique imprimée), permet de garantir l'adhérence du composant sur le substrat. La seconde couche isolante, déposée sur la piste conductrice, est appelée "overclad". Elle permet d'assurer la protection de cette dernière contre les agressions externes (thermiques, électriques, etc.). Le second matériau utilisé est un conducteur permettant de réaliser la partie active de la jauge. Chargé avec des particules de Nickel, il apporte les propriétés de conduction électrique au composant ainsi que les propriétés piézorésistives permettant la mesure de déformation. Ce sont donc trois couches de composant qui sont chacune déposées lors d'une étape dédiée. Les matériaux étant à activation alcaline, ils sont déposés à température ambiante puis solidifiés selon des cycles définis. Les températures mises en jeux restant inférieures à 200 °C, le procédé est compatible avec des substrats métalliques sans risque de dégradation de la pièce. Les propriétés du composant étant régies par la qualité de dépôt de la piste active, la rhéologie du matériau utilisé a été étudiée. La bonne extrusion du matériau conducteur est garantie par un comportement viscoélastique et une baisse de la viscosité lorsque le taux de déformation augmente. Afin de déposer une piste régulière, deux méthodes d'impression ont été explorées. Chaque méthode correspond à une technologie d'extrusion spécifique. La première est basée sur la descente d'un piston dans une seringue pour mettre en mouvement la pâte tandis que la seconde repose sur la rotation d'une vis sans fin. Afin de comparer entre eux les différents dépôts, un rapport noté $V_S/v$ a été défini pour chacune des méthodes. La technologie de vis sans fin permettant plus de maitrise dans le dépôt, c'est celle-ci qui a été privilégiée pour la suite de l'étude. L'extrusion de pâte étant un procédé fortement sensible aux bouchages de buse, le matériau conducteur a dans un premier temps été dilué en ajoutant 18% en volume d'eau. Une baisse de la viscosité générale a ainsi été observée, limitant l'apparition de bouchons dans l'aiguille de distribution. En s'appuyant sur ce matériau dilué, une optimisation de quatre paramètres d'impression a été réalisée. Les paramètres identifiés sont la largeur de dépôt

théorique, l'épaisseur de dépôt théorique, la hauteur de buse ainsi que la vitesse d'impression. Pour cela, la largeur de cordon déposé a été étudiée par analyse d'images, notamment les variations de largeur tout au long de la portion de dépôt étudiée. La rhéologie du matériau dilué a été étudiée afin d'établir un point de fonctionnement avec les paramètres d'impression définis. Bien que dilué, le matériau conducteur présente toujours un comportement viscoélastique, avec un point de fonctionnement lors de l'impression situé dans le domaine liquide. L'optimisation ayant été réalisée sur la largeur du cordon, la régularité des autres données morphologiques (longueur, section) a également été vérifiée. Le dépôt d'un composant de mesure inorganique sur substrat métallique est donc possible. La structure et la nature des matériaux devraient mener à une réponse électrique lorsque le composant est soumis à une sollicitation externe.

L'objectif du dernier chapitre consiste à vérifier que le composant obtenu est compatible avec la mesure d'une déformation. Dans un premier temps, la structure du matériau conducteur #11 qui compose la piste active a été étudiée. Les cartographies EDS réalisées confirment la présence de deux éléments distincts : des particules de Nickel conductrices, liées entre elles par des ponts de silice. Un résidu d'ions potassium est également observé. En prenant en compte ces résultats, il est possible de faire le parallèle avec les matériaux composites conducteurs à base cimentaire (ECCC). Dans ce type de matériau, la conduction électrique s'effectue par la combinaison de deux mécanismes. Le premier est appelé conduction directe. Lorsque le taux de particules conductrices est suffisamment élevé dans le matériau, elles entrent en contact et entrainent la percolation des charges. Dans le cas du matériau #11, cette percolation des charges de Nickel est permise par une concentration volumique d'environ 56 %. Ce taux bien supérieur aux valeurs usuelles engendre une conduction directe. Le second mécanisme correspond à la conduction indirecte. Dans ce cas, les ions contenus dans la matrice du matériau, ici les ions potassium jouent le rôle de porteurs de charge. Pour faciliter l'utilisation du composant, des règles de conception doivent être établies. Tout d'abord, la résistivité du matériau doit être étudiée. Par la suite, il sera alors plus aisé de dimensionner la résistance du composant. Les mesures de résistance 4 points ont montré que le matériau conducteur solidifié avait une résistivité de 1,79 Ω.cm, ce qui correspond à une performance de 0,00036 % de la résistivité du Nickel brut. Ce résultat ne permet pas au matériau utilisé de se classer parmi les adhésifs conducteurs. La performance est en revanche suffisante pour que le composant soit utilisé comme jauge de déformation. La seconde propriété à déterminer est la densité de puissance admissible par le composant. Cette donnée permet de garantir un fonctionnement optimal de la jauge, sans échauffement induit par la puissance électrique d'excitation du pont de jauge. L'excitation de la jauge à des puissance croissantes, couplée à une mesure de température a permis de montrer que la puissance admissible garantissant un échauffement inférieur à 25 °C était de 0,48 W. En rapportant cette donnée à la surface de contact entre la jauge et le substrat métallique, on obtient une densité de puissance de 0,003 $W.mm^{-2}$. L'ultime étape de cette étude a été de tester le composant sous sollicitation mécanique. Pour cela, une jauge complète a été déposée sur substrat aluminium et raccordée à un pont de Wheatstone (montage en quart de pont). Le premier test montre une corrélation entre la sollicitation mécanique en flexion 4 points

et la variation de résistance relative. En traçant cette variation relative en fonction de la déformation subie par le substrat, il est possible de déterminer un facteur de jauge d'environ 56. Devant un tel facteur de jauge, il est possible de conclure que la variation de résistance est essentiellement due à une variation de la résistivité du matériau. En effet, lorsqu'un facteur de jauge est largement supérieur à 3, la variation de résistance ne peut plus être seulement liée aux variations de géométrie de la jauge. La répétabilité du comportement de jauge a également été caractérisé. Une dégradation de la réponse électrique a été observée avec la multiplication des cycles de déformation. Deux causes peuvent être à l'origine de ce phénomène. Tout d'abord, la variation de résistance peut changer à la suite d'un phénomène appelé polarisation du matériau. La différence de tension appliquée à la jauge a alors pour effet d'orienter le mouvement des ions dans la matrice, modifiant la valeur de résistance du matériau en cours de manipulation. Cet effet est vérifié par l'apparition d'une variation de résistance de la jauge même en l'absence de sollicitation externe. Cet effet, aggravé par la présence d'humidité dans le matériau, peut en revanche être contenu en modifiant la nature du courant d'excitation. En effet, des tests ont montré que lorsque le pont de jauge est alimenté en courant continu, la dérive de résistance est bien plus importante que lorsqu'il est alimenté par une source de courant alternatif. La seconde source de dégradation du comportement est la dégradation mécanique de la matrice cimentaire. Les matériaux utilisés étant fragiles, ils ne supportent pas la multiplication de cycles de déformation et des fissures internes peuvent apparaitre. Ces dernières vont alors freiner le retour à l'état initial du composant et interférer dans la liaison entre les particules conductrices.

L'étude réalisée a donc montré qu'il était possible de déposer des matériaux inorganiques sur un substrat métallique pour obtenir une jauge piézorésistive. Le comportement de jauge n'a cependant été caractérisé qu'à température ambiante, ne répondant donc que partiellement à l'objectif initial d'utilisation à hautes températures. La nature des matériaux mis en jeu est cependant bien compatible avec une utilisation en conditions sévères. De futurs tests à hautes températures sont donc à envisager. Différentes voies d'amélioration peuvent également être explorées. Un premier axe de travail peut alors se concentrer sur l'amélioration des matériaux mis en œuvre. Il est par exemple possible de chercher à optimiser les particules conductrices utilisées en ajustant leur taille, leur nature et leur morphologie ainsi que leur quantité. De meilleures propriétés de conduction pourraient être atteintes. L'effet se fera notamment sentir sur les propriétés de percolation des charges. Il sera alors plus aisé d'ajuster au mieux le taux de particules conductrices afin de déterminer quel taux de percolation permet les meilleures propriétés de conduction et donc un facteur de jauge le plus élevé possible. Une meilleure conductivité des particules entrainera également une meilleure conduction directe tandis qu'un facteur de jauge élevé entrainera une meilleure sensibilité du composant. De plus, l'étude réalisée a montré l'importance de la porosité dans les propriétés de conduction. Réduire cette porosité permettrait d'augmenter la conductivité du matériau. Une seconde voie d'amélioration se situe au niveau du procédé. Actuellement, l'application des couches isolantes s'effectue manuellement. Afin de viser un procédé entièrement automatisé, il pourrait être intéressant d'explorer de nouvelles voies d'application automatiques. Afin de recouvrir finement une

surface, il pourrait par exemple être envisagé d'utiliser des méthodes de pulvérisation. Il sera en revanche indispensable d'effectuer un travail de réduction de la taille des particules afin d'éviter un bouchage de buse de pulvérisation. Cette approche d'optimisation de la taille des particules peut également être envisagée pour le matériau conducteur. Les pistes déposées étaient relativement larges dans cette étude exploratoire (1,22 mm de moyenne). Réduire la taille des particules, qu'elles soient isolantes ou conductrices, permettrait ainsi de diminuer la taille du composant imprimé. Afin de faire un pas vers l'utilisation du composant en tant que jauge dans le milieu industriel, la répétabilité du comportement est également à améliorer. L'objectif est alors de travailler sur les modes de dégradation de la réponse électrique. Deux modes de dégradation ont été identifiés. La première voie consiste à limiter les phénomènes de polarisation inhérents à la présence d'ions alcalins dans la matrice. Il a alors été prouvé que l'utilisation d'une source de courant alternatif pour alimenter le pont de jauge permettrait d'atténuer fortement la polarisation du matériau. Un second levier d'amélioration est de limiter la dégradation du composant. Le travail réalisé sur les particules conductrices peut ainsi favoriser une meilleure imbrication du réseau de conduction et permettre un retour optimal à l'état initial.

# Nicolas DELAVAULT

## Doctorat : Matériaux, Mécanique, Optique et Nanotechnologie

Année 2025


## Fonctionnalisation électronique d'objets industriels par fabrication additive inorganique


L'objectif de cette thèse est d'apporter de nouvelles fonctions aux objets industriels. Dans l'industrie 5.0, les objets sont plus "intelligents", permettant une compréhension en temps réel de leur environnement. On parle alors d'intelligence des objets industriels (I-IoT). Afin de rendre cette transition adaptée aux nouveaux procédés de fabrication, une nouvelle voie de fonctionnalisation a émergé : l'électronique structurelle. Il s'agit alors de s'appuyer sur des procédés de fabrication additive pour intégrer l'électronique de manière optimale, au cœur des objets. Les conditions opérationnelles des procédés industriels sont également de plus en plus exigeantes. Il est donc nécessaire de coupler à l'exploration de nouveaux procédés l'utilisation de matériaux innovants. Pour cela, après une étape de sélection de matériaux, l'étude de leurs propriétés rhéologiques a permis le dépôt optimisé d'une piste conductrice sur un substrat métallique, présentant trois couches distinctes. La première couche "underclad" permet l'isolation électrique du composant et assure l'accroche sur le substrat métallique. La seconde couche apporte les propriétés conductrices à la jauge, ainsi que la capacité de mesure de déformation. Enfin, l'ultime couche permet une protection globale du composant des agressions externes. L'utilisation d'un composite conducteur à base cimentaire permet l'obtention de propriétés piézorésistives, entrainant la capacité du composant de lier une déformation mécanique à une variation de résistance électrique, ce qui a été vérifié lors d'essais de flexion 4 points.



Mots clés : électronique imprimée – jauges de contrainte – impression 3D – composites à matrice céramique.


## Electrical Functionalization of Industrial Objects by Inorganic Additive Manufacturing


The purpose of this thesis is to bring new functions to industrial objects. In this vision of Industry 5.0, objects are more "intelligent", enabling real-time understanding of their environment. This is known as the industrial internet of things (I-IoT). To make this transition sustainable, fast and adapted to new manufacturing processes, a new functionalization approach has emerged: structural electronics. This involves using additive manufacturing processes to optimally integrate electronics into the very heart of objects. The operating conditions of industrial processes are also increasingly harsh. It is therefore necessary to combine the exploration of new processes with the use of innovative materials. To this end, after a material selection phase, the study of their extrusion properties enabled the optimized deposition of a conductive gauge on a metal substrate. This component has three distinct layers. The first layer, called "underclad", insulates the component electrically and ensures its adhesion onto the metallic substrate. The second layer provides the gauge's conductive properties, as well as the ability to measure deformation. Finally, the last layer provides overall insulation to protect the component from external aggression. In this study, the use of a cementitious conductive composite enabled piezoresistive properties to be obtained, resulting in the component's ability to link a mechanical deformation to a variation in electrical resistance. This behavior was verified under both single and multiple cycle loading.



Keywords: printed electronics – strain gages – three-dimensional printing – ceramic-matrix composites.


**Thèse réalisée en partenariat entre :**

cea

utt UNIVERSITÉ DE TECHNOLOGIE TROYES

**Ecole Doctorale** "Sciences pour l'Ingénieur"