

# Conception, fabrication et test d'un système de sécurité ultime à base de nanothermites

Florent Sevely

### ▶ To cite this version:

Florent Sevely. Conception, fabrication et test d'un système de sécurité ultime à base de nanothermites. Conference on Green Energy and Environmental Technology (GEET-22), Apr 2022, Toulouse, France. 3p. hal-03599473

### HAL Id: hal-03599473 https://hal.science/hal-03599473v1

Submitted on 7 Mar 2022

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

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

Public Domain

## Conception, fabrication et test d'un système de sécurité ultime à base de nanothermites

Florent Sevely

LAAS-CNRS 7, avenue du Colonel Roche BP 54200 31031 Toulouse cedex 4, France

Nous avons développé un système de sécurité ultime (USD) capable de répondre en quelques millisecondes à une intrusion sur un système en venant physiquement détruire les données avant toutes altérations, vole ou revers engineering. Pour ce faire nous avons dans un premier temps élaboré notre Matériau Energétique (ME) à base de nanothermite Al/CuO et complexe de cuivre et mélangé à du polymère, *PVP*, pour le stockage en solution et sa dépose par direct writing. Avec 450 mg de matériau stocké dans un boitier muni d'un initiateur, capable de s'initier en quelques dizaines de µs, nous sommes capables de détruire de manière irréversible un composant sensible.

#### I. Introduction

La sécurité est devenue une partie vitale pour les appareils électroniques et les équipements sensibles comme les systèmes militaires car non seulement ils contiennent des données sensibles mais aussi des technologies / intellectuelles protégées. nombreuses techniques protection, physique 1-4 ou logiciel <sup>5</sup>, existent. Cependant, toutes ces protections bien que complexes ou à la pointe de la technologie seront tôt ou tard dépassées laissant ainsi les systèmes vulnérables. En effet, l'évolution des systèmes de sécurité est le miroir de l'évolution des méthodes d'intrusion, de piratage ou de reverse engineering <sup>6-8</sup>. C'est une course sans fin à l'évolution où chaque parti doit sans cesse évoluer pour rester dans la partie suivant l'hypothèse de la reine rouge. Dans cet article nous proposons une solution pour mettre fin à cette lutte infinie avec le développement d'un système de sécurité ultime capable de répondre à une intrusion le plus efficacement possible en utilisant les propriétés des thermites Al/CuO 9-11.

Ce matériau permet de stockage d'une grande densité d'énergie pouvant être intégré à un dispositif 12-15. Dans ce travail nous exploitons toutes les propriétés des termites dopées avec du complexe de cuivre 10,16 pour développer un mini-système de sécurité ultime (USD) intégrable sur circuit imprimé et capable de protéger toutes données sensibles, topologie ou composant contre n'importe quelle attaque. L'énergie stockée reste en sommeil jusqu'à l'activation ou à la détection d'une menace. Il est alors initié en moins de 100 µs par une impulsion électrique et vient détruire de

manière irréversible le composant sensible <sup>17</sup>. Il ne nécessite pour cela qu'une alimentation de 5 V et de deux signaux de commande, il est fabricable sur mesure pour tout type de composant grâce au boitier en nylon imprimer en impression 3D et au matériau énergétique déposé directement dans le boitier par direct writing <sup>18</sup>.

Il sera présenté le développement du matériau énergétique (ME) Al/CuO/CuC/PVP et de sa dépose par direct writing. Par la suite il sera présenté le concept de l'USD et le détaille de son développement (du boitier à l'initiateur) ainsi que les résultats obtenus sur cartes SD ou avec 600 mg de matériaux nous obtenons une destruction quasi-totale de la puce mémoire en silicium.

### II. Développent du matériau réactif déposable par direct writing

Les termites sont l'assemblage d'un métal et d'un oxyde métallique qui par oxydoréduction vont libérer une grande quantité d'énergie suivant l'équation (1).

$$2 Al + 3 CuO \rightarrow Al_2O_3 + 3 Cu + \Delta H$$
 (1)

Il existe une grande variété de couples possible  $^{19-24}$ . Pour ses propriétés comme sa sensibilité, sa vitesse de réaction et sa densité d'énergie, nous avons choisi de travailler avec la nanothermite Al/CuO (nanoparticule d'aluminium et d'oxide de cuivre  $\sim 100$  nm de diamètre). Cependant afin d'augmenter la quantité de gaz générée, nous l'avons dopé avec du Complexe de Cuivre,  $Cu(NH_3)_4(NO_3)_2$  puis, afin de le déposer par printing, nous l'avons mélangé avec du PVP, Polyvinylpyrrolidone 18.

### A. Optimisation de la nanothermite avec du CuC

Nous avons choisi le  $Cu(NH_3)_4(NO_3)_2$ , CuC, car il offre la possibilité de se décomposer à haute température ( 200 °C) libérant alors des gaz non nocifs comme l'azote, l'oxygène, le protoxyde d'azote et de l'eau. Il permet alors de tripler la pression générée par la combustion ainsi que sa vitesse, tout en ayant un faible impact sur l'énergie libérée. Seul, le CuC n'est pas un matériau énergétique car il nécessite un apport en énergie constant pour se décomposer. Sur le Tableau 1 sont résumées les propriétés d'une nanothermite Al/CuO et celles d'un matériau Al/CuO + 25% de CuC tel utilisé pour la suite de ce projet (considérant 13 mg de matériau composite dans 200 mm³).

Par la suite nous avons encore augmenté les propriétés réactives de notre composite énergétique en broyant le CuC qui a pour effet de réduire la taille des particules de CuO initialement de ~100 µm à ~100 nm <sup>10</sup>. De plus cette réduction de taille permet une meilleure homogénéité en solution.

Tableau 1 Propriété de combustion des matériaux énergétique Al/CuO et Al/CuO/CuC

Matériau	Pression	Vitesse de
composite	maximale	combustion
Al/CuO	1.8 ± 0.2 MPa	$36 \pm 5 \text{ m/s}$
Al/CuO/CuC	5.9 ± 0.2 MPa	141 ± 25 m/s
Al/CuO/CuC	6.9 ± 1 MPa	150 ± 40 m/s
brové		

### B. Mise en solution et dépose du composite énergétique

Plusieurs polymères ont été testés mais seul le PVP dosé à 5% de la masse totale de Al/CuO/CuC a pu stabiliser les particules en suspension dans le solvant pour au moins 24 h. Le PVP impacte les propriétés de combustion puisque la vitesse de combustion est réduite de ~80% (17 m/s contre 141 m/s) et la pression est réduite de moitié (0.4 MPa contre 0.8 MPa considérant 13 mg de matériau composite dans 200 mm³).

Nous avons ensuite développé et fabriqué une imprimante 3D comprenant un contrôleur 3 axes et un pousse seringue, le tout contrôlé par une carte *arduino* et un programme *labview*. Cet équipement nous permet d'avoir une dépose reproductible et précise à  $\pm$  5% en masse et réduit le temps de dépose à la main (~ h par manip) à du temps machine.

### III. Validation du concept de l'USD

La Figure 1 montre le principe de fonctionnement du dispositif et son assemblage. Le boitier est composé de 3 parties ;

L'initiateur PyroMEMS qui consiste en un multi-stack de fine couche Al/CuO<sup>25</sup> déposé par pulvérisation cathodique sur une résistance en titane qui, avec un courant, initie la réaction la thermite par effet joule. <sup>26–28</sup>

Le ME développé et déposé comme décrit précédemment.

Le boitier en 2 parties imprimés en 3D en Nylon qui viennent s'encastrer de manière à bloquer le PyroMEMS et forment une cuve pour stocker le ME.

L'USD une fois monté vient se placer pardessus le composant à protéger et se souder directement sur le PCB principal du système embarqué. Après la détection d'une intrusion, il est initié par un simple circuit de décharge capacitif. Il n'a besoin que de 4 connexions : l'alimentation (15 V), la masse, une commande pour la charge et une pour la décharge de la capacité. Le développement est détaillé dans une précédente publication <sup>17</sup>

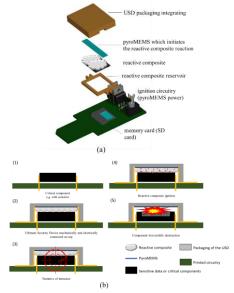


Figure 1 illustration du concept de l'USD avec (a) vue explosée du prototype et (b) schéma de fonctionement et son utilisation de l'USD

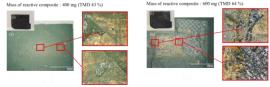


Figure 2 Photos des cartes SD après tests pour 400 et 600 mg

Il a été observé qu'avec ce prototype nous sommes capables de détruire une puce de ~2

cm² en silicium. Ce résultat a été obtenu à partir de 400 mg de ME chargés dans le dispositif. Pour cette masse nous observons une destruction partielle mais conséquente de la carte et pour une masse de 600 mg nous observons une destruction quasi-total de la puce mémoire

### IV. Intégration finale, l'USD V2

Pour poursuivre ce travail nous nous dirigeons vers un dispositif 100% intégré facile à monter sur tout type de PCB / composant. Le rendant ainsi plus discret et plus plug & play. Pour ce faire l'initiateur coincé dans le boîtier sera remplacé par un mini PCB comportant : un PyroMEMS, le circuit de décharge capacitif et un circuit boost élévateur de tension de 5 vers 15 V. Ces optimisations vont permettre de cacher le circuit d'initiation pour éviter toute possibilité de le déconnecter et de fonctionner à plus basse tension (5V) soit à un niveau d'alimentation commun dans les systèmes embarqués fonctionnant sur batterie Figure 3. En parallèle, des études se poursuivent sur l'initiation du PyroMEMS afin de mieux comprendre ce phénomène et permettre l'initiation de celui-ci à plus basse tension, sans circuit boost (3.3 V).

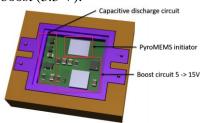


Figure 3 Schéma du boîtier de l'USD\_V2

#### V. Conclusion

Au cours de ces travaux de thèse il a été développer un matériau énergétique capable de générer beaucoup de gaz en peu de temps. Mais aussi grâce à son polymère, il est compatible avec la technologie d'impression 3D rendant son intégration reproductible et semi-automatique. Avec les tests que nous avons menés, nous avons prouvé que notre concept de système de sécurité ultime était réalisable. En effet l'USD est capable en quelques dizaines de µs de détruire une puce mémoire rendant toute collecte de données impossible. Avec ce dispositif nous sommes en mesure de répondre à la problématique de la lutte sans fin contre le piratage et le reverse engineering.

#### VI. Bibliographie

- <sup>1</sup> L. Li, P. Wang, and Y. Zhang, Microelectronics Journal **90**, 163 (2019).
- <sup>2</sup> A.R. Desai, Anti-Counterfeit and Anti-Tamper Hardware Implementation Using Hardware Obfuscation, Thesis, Virginia Tech, 2013.
- <sup>3</sup> O. Koemmerling and M.G. Kuhn, 13 (n.d.).
- <sup>4</sup> S. Patnaik, N. Rangarajan, J. Knechtel, O. Sinanoglu, and S. Rakheja, in *2018 Design, Automation Test in Europe Conference Exhibition (DATE)* (2018), pp. 97–102.
- <sup>5</sup> H.A. Müller, K. Wong, and S.R. Tilley, in *Object-Oriented Technology for Database and Software Systems* (WORLD SCIENTIFIC, 1995), pp. 240–252.
- <sup>6</sup> I. McLoughlin, in 2008 14th IEEE International Conference on Parallel and Distributed Systems (IEEE, Melbourne, VIC, 2008), pp. 729–736.
- <sup>7</sup>Z. Lin, X. Zhang, and D. Xu, in *Proceedings of the 11th Annual Information Security Symposium* (CERIAS Purdue University, West Lafayette, IN, 2010), p. 1.
- <sup>8</sup> M. Hassan, A.M. Kaushik, and H. Patel, in 21st IEEE Real-Time and Embedded Technology and Applications Symposium (2015), pp. 297–306.
- <sup>9</sup> J. Song, T. Guo, M. Yao, J. Chen, W. Ding, F. Bei, Y. Mao, Z. Yu, J. Huang, X. Zhang, Q. Yin, and S. Wang, Vacuum 176, 109339 (2020).
- <sup>10</sup> T. Wu, F. Sevely, S. Pelloquin, S. Assie-Souleille, A. Esteve, and C. Rossi, Combust Flame In Review (2021).
- <sup>11</sup> T. Wu, G. Lahiner, C. Tenailleau, B. Reig, T. Hungria, A. Esteve, and C. Rossi, Chemical Engineering Journal 129432 (2021)
- <sup>12</sup> A. Nicollet, L. Salvagnac, V. Baijot, A. Estève, and C. Rossi, Sensors and Actuators A: Physical **273**, 249 (2018).
- <sup>13</sup> P. Pennarun, C. Rossi, D. Estève, and D. Bourrier, J. Micromech. Microeng. **16**, 92 (2005).
- <sup>14</sup> T.J. Fleck, R. Ramachandran, A.K. Murray, W.A. Novotny, G.T.-C. Chiu, I.E. Gunduz, S.F. Son, and J.F. Rhoads, Propellants, Explosives, Pyrotechnics 42, 579 (2017).
- <sup>15</sup> E.R. Westphal, A.K. Murray, M.P. McConnell, T.J. Fleck, G.T.-C. Chiu, J.F. Rhoads, I.E. Gunduz, and S.F. Son,
- Propellants, Explosives, Pyrotechnics **44**, 47 (2019). <sup>16</sup> T. Wu, F. Sevely, B. Julien, F. Sodre, J. Cure, C. Tenailleau, A. Esteve, and C. Rossi, Combustion and Flame **219**, 478 (2020).
- <sup>17</sup> F. Sevely, T. Wu, S. Pelloquin, L. Seguier, F. Mesnilgrente, and C. Rossi, in 2021 IEEE 20th International Conference on Micro and Nanotechnology for Power Generation and Energy Conversion Applications (PowerMEMS) (2021), pp. 204–207.
- <sup>18</sup> F. Sevely, X. Liu, T. Wu, F. Mesnilgrente, B. Franc, S. Assie-Souleille, X. Dollat, and C. Rossi, ACS Applied Polymer Materials (2021).
- <sup>19</sup> C.E. Aumann, G.L. Skofronick, and J.A. Martin, Journal of Vacuum Science & Technology B: Microelectronics and Nanometer Structures Processing, Measurement, and Phenomena 13, 1178 (1995).
- <sup>20</sup> D. Stamatis and E.L. Dreizin, Combustion and Flame **158**, 1631 (2011).
- <sup>21</sup> M.L. Pantoya and J.J. Granier, Propellants, Explosives, Pyrotechnics **30**, 53 (2005).
- <sup>22</sup> K.S. Martirosyan, L. Wang, A. Vicent, and D. Luss, Propellants, Explosives, Pyrotechnics **34**, 532 (2009).
- <sup>23</sup> C. Rossi, Al-Based Energetic Nano Materials: Design, Manufacturing, Properties and Applications (John Wiley & Sons, 2015).
- <sup>24</sup> L. Glavier, G. Taton, J.-M. Ducéré, V. Baijot, S. Pinon, T. Calais, A. Estève, M. Djafari Rouhani, and C. Rossi, Combustion and Flame 162, 1813 (2015).
- <sup>25</sup> C. Lanthony, M. Guiltat, J.M. Ducéré, A. Verdier, A. Hémeryck, M. Djafari-Rouhani, C. Rossi, Y.J. Chabal, and A. Estève, ACS Appl. Mater. Interfaces 6, 15086 (2014).
- J.-L. Pouchairet and C. Rossi, Micromachines 12, 118 (2021).
   L. Salvagnac, S. Assie-Souleille, and C. Rossi, Nanomaterials
- 10, 2009 (2020).

  28 A. Nicollet, F. Sevely, S. Vivies, L. Salvagnac, and C. Rossi, in *Journées Nationales Sur Les Technologies Emergentes (JNTE*

2019) (Grenoble, France, 2019).