

# Application de la théorie du piégeage à l'étude de l'influence d'une texturation interfaciale sur la ténacité d'empilements de couches minces

L. ALZATE<sup>a</sup>, S. PATINET<sup>b</sup>, E. BARTHEL<sup>a</sup>, D. DALMAS<sup>a</sup>

a. Surface du verre et interfaces, Unité Mixte CNRS / Saint-Gobain UMR 125 (SVI), 39 quai Lucien Lefranc, 93300 Aubervilliers

b. Laboratoire PMMH, UMR 7636 CNRS/ESPCI/P6/P7, 10 rue Vauquelin, 75231 Paris cedex 05, France

## Résumé :

Nous avons déterminé l'énergie d'adhésion d'une interface hétérogène par une série de tests de clivage réalisés sur un empilement de couches minces déposés par magnétron sur un substrat en verre. Lors de ces tests, la fissure, qui se développe à l'interface la plus faible de l'empilement, va être piégée et déformée par la zone d'hétérogénéité et l'énergie d'adhésion globale va être modifiée. Pour différentes structurations macroscopiques simples, nous avons évalué le renforcement induit par l'hétérogénéité et nous montrons que la morphologie du front de fissure peut être décrite par une approche perturbative du premier ordre. Cette description nous a permis de déterminer les ténacités locales dans les zones de piégeage ainsi que le taux de renforcement de l'interface. Ainsi, on obtient une mesure locale d'adhésion entre deux couches structurées.

## Abstract :

We determined the adhesion energy by a cleavage test of a heterogeneous interface of a stack of thin films deposited by magnetron sputtering on a glass substrate. During these tests, a crack develops at the weakest interface of the stack, this crack is pinned and deformed by the zone of heterogeneity and thus the global adhesion energy is changed. For various simple macroscopic structures, we evaluated the strengthening induced by the heterogeneity and we showed that the morphology of the crack front can be described by a first order perturbative approach. This description allowed us to determine the local toughness in the pinning region and the value of the interfacial strengthening. Thus, we obtain a local measurement of the adhesion between two structured layers.

**Mots clefs:** Energie d'adhésion, Interface hétérogène, ténacité, piégeage, couches minces, Fissuration

## 1 Introduction

Dans l'industrie verrière, la surface du verre plat est de plus en plus fréquemment fonctionnalisée par déposition d'un empilement des couches transparentes très minces (quelques dizaines de nanomètres) obtenues par pulvérisation magnétron. L'adhésion des ses couches est d'une importance cruciale au niveau industriel pour résister aux diverses sollicitations mécaniques subit par le produit au cours de sa fabrication et de son utilisation [1]. Beaucoup de mécanismes pour augmenter l'adhésion dans les matériaux solides fragiles peuvent être trouvés dans la littérature (transformations locales, pontage, piégeage de fissure, microfissures...) ; mais peu d'entre eux peuvent être appliqués aux couches minces [2].

Une possibilité pour améliorer l'adhésion d'une interface est de la structurer en créant des zones de ténacité variable où le front de fissure à l'interface va être piégé par les zones de ténacité les plus fortes [3, 4, 5, 6]. Par un choix judicieux de la fluctuation locale de ténacité et de la géométrie de la structuration, il devient possible d'augmenter l'adhésion de l'empilement d'une valeur plus importante que la simple moyenne des adhésions locales.

Dans cette étude, nous avons étudié des interfaces structurées avec des zones d'adhésion hétérogène grâce à un test de clivage [7]. Dans un premier temps, nous avons déterminé l'énergie d'adhésion de la zone hétérogène grâce à une approche globale (modèle de Kanninen [8]) en se basant sur la mesure de l'ouverture

et la longueur de la fissure durant l'essai de clivage. Dans un second temps, à partir d'une approche locale (modèle de piégeage [9]), nous avons déterminé le renforcement induit par le piégeage dans la zone d'adhésion hétérogène en étudiant la déformation du front de fissure.

## 2 Dispositif expérimental

### 2.1 Texturation de couches minces déposées par magnétron

Des empilements texturés sur un substrat de verre ont été réalisés grâce à une technique de masquage lors du dépôt par magnétron d'une couche d'argent (FIG 1a). Les masques utilisés sont des plaques de quelques microns d'épaisseur où la géométrie à masquer a été découpé par Laser Yag. Les fentes dans la plaque correspondent aux zones où l'argent va se déposer, qui seront aussi les zones d'adhésion faible. Le reste des couches de l'empilement sont déposées sans masque (FIG 1b). L'échantillon pour le test de clivage est obtenu, grâce à un renfort en verre qui est collé sur le substrat.

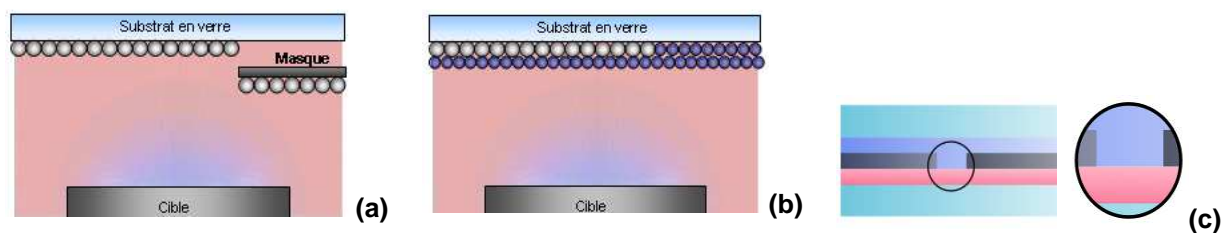


FIG 1 – Fabrication des empilements structurés (a) Utilisation d'un masque lors du dépôt de la couche d'argent (b) dépôt des autres couches de l'empilement (c) Schéma de l'échantillon structuré où un renfort en verre a été collé. La zone entourée par le cercle est l'interface hétérogène.

Différents échantillons avec des interfaces hétérogènes ont été réalisés pour être testés en clivage. Dans tous les cas la couche d'argent est la couche texturée. Des masques avec des géométries simples et des réseaux plus complexes ont été utilisés lors des dépôts comme reporté sur la FIG 2.

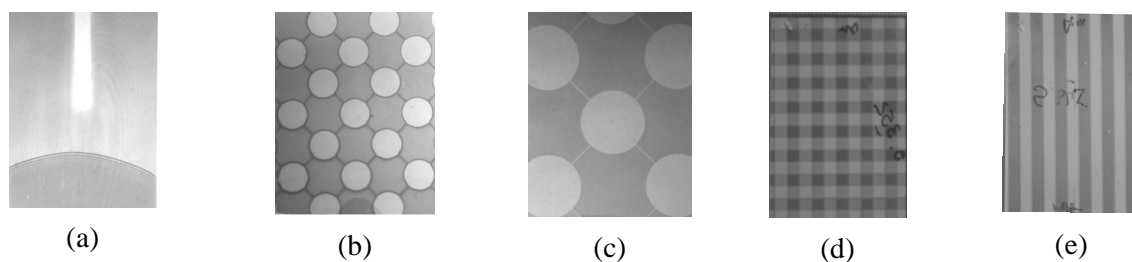


FIG 2 – Vue des différents types de structuration réalisés sur des empilements des couches minces sur verre. Dans tous les cas la couche texturée par masquage lors du dépôt est la couche d'argent.

### 2.2 Essai de clivage

Une fois l'empilement de couches structurées réalisé, un renfort de verre est collé au substrat afin de réaliser l'essai de clivage. Cet essai consiste à introduire une lame entre les deux plaques de verre afin de faire propager une fissure à l'interface faible de l'empilement et ainsi d'en déduire son adhésion. Du fait de la transparence du verre, il est alors possible d'observer la propagation du front de fissure tout au long de l'essai [1]. Les données pouvant être extraites lors de l'essai de clivage sont par conséquent : l'ouverture de la fissure, la longueur de la fissure et la forme du front de fissure.

Durant l'essai de clivage trois zones de comportement différent en termes de déformation de front de fissure peuvent être identifiées. Lors de la première phase, la fissure se propage à une interface homogène en conservant une morphologie constante (en noir sur FIG 3). Dès que la fissure rencontre la zone

d'hétérogénéité, elle se déforme progressivement. Cette étape est appelée phase d'accommodation (en rouge sur FIG 3). Finalement, une phase dite de piégeage faible a lieu quand la fissure se propage dans la zone hétérogène avec une géométrie constante (en bleu sur FIG 3) [7].

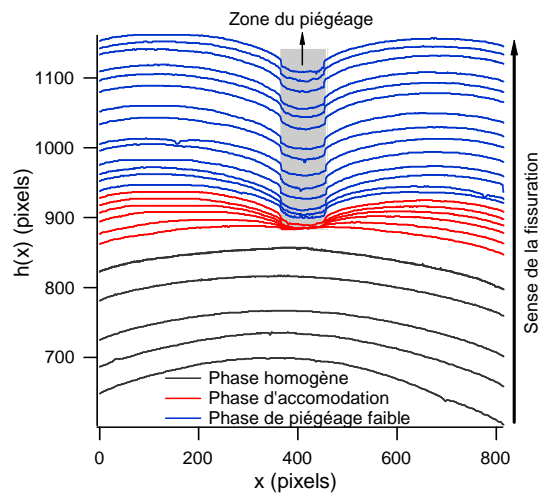


FIG 3 – Evolution de la morphologie du front de fissure lors de l'essai de clivage pour une zone de piégeage unique et rectangulaire.

### 3 Résultats et discussion : Evaluation de l'énergie d'adhésion d'une interface structurée

Nous pouvons évaluer l'énergie d'adhésion des échantillons structurés grâce à deux approches analytiques et à une approche par éléments finis.

#### 3.1 Approche Globale : Modèle de Kanninen

Le modèle proposé par Kanninen [8] nous donne accès à la quantification du taux de restitution d'énergie équivalent à l'énergie d'adhésion de l'interface lorsque le système est à l'équilibre. L'équation (1) donne l'expression de l'énergie d'adhésion en fonction du module de Young,  $E$ , de l'épaisseur du substrat ou renfort en verre,  $H$ , de l'ouverture de la fissure,  $\delta$  et la longueur de la fissure,  $L$ . Étant donné qu'il s'agit d'un modèle en deux dimensions de type poutre, nous ne pouvons pas décrire la forme du front de fissure. Nous estimons par conséquent la longueur de la fissure à partir de la position moyenne du front tel que  $\langle h(x) \rangle = L$ . La formule de Kanninen s'écrit alors :

$$G = \frac{3EH^3}{16} \frac{\delta^2}{(L + 0.64h)^4} \quad (1)$$

A partir des valeurs d'ouverture et de longueur de fissure mesurées pendant l'essai de clivage, il est possible de tracer une courbe  $\delta^2 = f(L^4)$  dont la pente est proportionnelle à la valeur d'énergie d'adhésion globale du système comme reporté sur la figure 4.

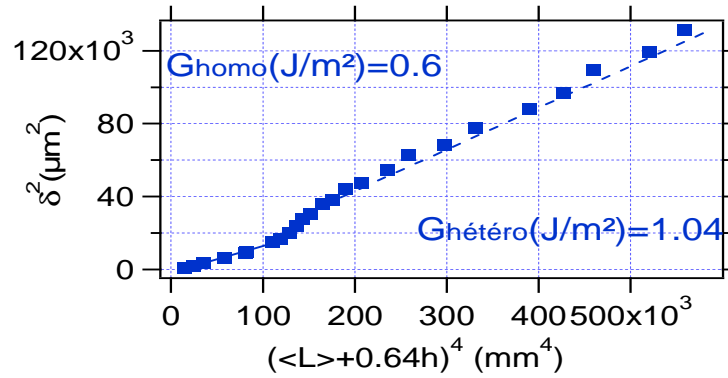


FIG 4 – Evolution de l’ouverture de la fissure en fonction de sa longueur dans la zone homogène de l’échantillon et dans la zone structurée. La pente de cette courbe est proportionnelle à l’énergie d’adhésion.

Un renforcement de l’énergie d’adhésion est observé pour toutes les éprouvettes testées lorsque la fissure se trouve dans la zone de piégeage. La valeur d’énergie d’adhésion de la zone homogène correspond à celle entre la couche d’argent et le verre. Dans la zone hétérogène, l’énergie d’adhésion correspond à celle d’une interface composite, c’est-à-dire, une énergie d’adhésion influencée par la zone d’adhésion forte (verre/couche) et par la zone d’adhésion faible (verre/Ag). Sur la figure précédente, la pente, c’est à dire l’adhésion, augmente lorsque la fissure se trouve dans la région structurée ce qui atteste bien d’un renforcement.

### 3.2 Approche locale : Modèle de piégeage

L’approche locale est basée sur l’exploitation de l’évolution de la morphologie locale du front de fissure. Afin d’analyser la forme des fronts de fissure nous mettons en œuvre le modèle classique de Gao et Rice [9]. Ce dernier permet propose une expression de la valeur locale de la ténacité en fonction de la morphologie du front (2).

$$K(x, h(x)) = K_0 \left( 1 + \frac{1}{2\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{h(x) - h(x')}{(x - x')^2} dx' \right) > K_c(x, h(x)) \quad (2)$$

Où  $h(x)$  est la morphologie du front,  $K(x, h(x))$  le facteur d’intensité des contraintes local,  $K_0$  la ténacité équivalente du milieu homogène et  $K_c(x, h(x))$  la ténacité locale. Sous l’hypothèse de piégeage faible, c’est-à-dire avec  $K(x) = K_c(x)$ , il est possible d’inverser cette équation pour obtenir une expression de la forme du front de fissure en fonction de la ténacité.

$$h(x) = \frac{1}{\pi^2} \frac{\Delta K}{K_0} \{ \log|x| * m(x) \} \quad (3)$$

Le terme de rapport de ténacité  $\Delta K/K_0$  peut être estimé grâce à un ajustement de l’équation 3 pour reproduire la forme des fronts de fissure expérimentaux,  $h(x)$ . Ainsi, on peut déduire l’évolution de  $\Delta K/K_0$ , pour chaque front. Un incrément de la valeur du rapport de ténacité est observé une fois que la fissure se trouve dans la zone de piégeage faible comme reporté sur la figure 5.

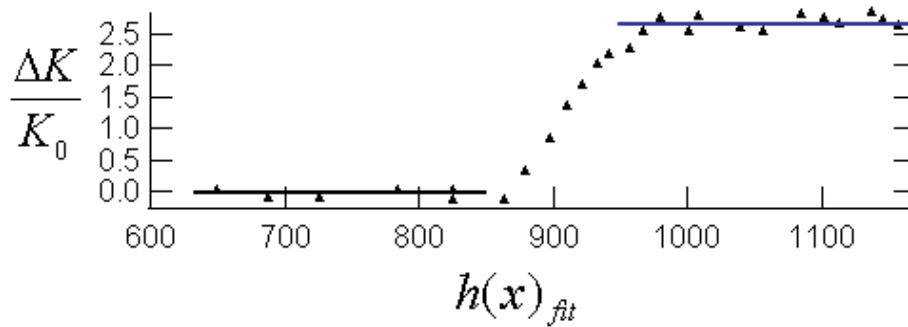


FIG 5 – Evolution de facteur de ténacité  $\Delta K/K_0$  pendant un essai de clivage, dans la zone homogène ce facteur est proche de zéro car la variation de la ténacité le long du front est nulle ( $\Delta K=0$  dans l'équation 3).

Dans la zone homogène, la valeur de rapport  $\Delta K/K_0$  est proche de zéro, ce qui est cohérent avec l'absence de variation de ténacité dans cette zone. Le rapport de ténacité évolue progressivement pendant la phase d'accommodation. En régime de piégeage faible, la valeur du  $\Delta K/K_0$  se stabilise. Cette valeur correspond au rapport de ténacité d'une interface composite et atteste à nouveau du renforcement généré par la structuration.

### 3.3 Eléments finis

A partir des fronts de fissures déformés obtenus à partir de l'essai de clivage, il est possible de remonter à l'énergie d'adhésion du système grâce à un calcul par éléments finis. Ces calculs sont effectués avec le code d'éléments finis CAST3M développé au Commissariat à l'Energie Atomique. Des conditions aux limites de déplacements verticaux sont imposées sur les moitiés supérieure et inférieure de la limite de la plaque fissurée. Ces conditions aux limites correspondent exactement à celles utilisées dans les expériences réelles. Le maillage est composé d'éléments cubiques bilinéaires à 8-noeuds. Lors de la génération du maillage, les éléments sont strictement cubiques pour une configuration rectiligne du front de fissure. Pour les configurations perturbées, le même maillage est utilisé avec une légère distorsion des éléments.

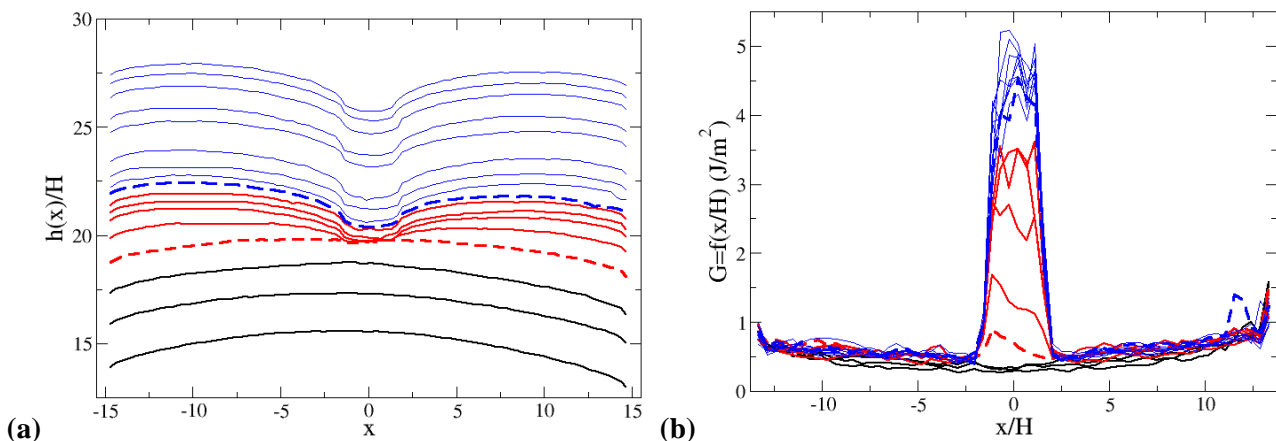


FIG 6 – (a) Fronts de fissures expérimentaux, (b) Taux de restitution d'énergie locaux calculée par la méthode des éléments finis.

Les valeurs locales du facteur d'intensité des contraintes le long du front de fissure sont évaluées à l'aide de la méthode « *G-theta* » développée par Destuynder et al. [10] dont la précision est bien établie. De façon analogue aux méthodes analytiques présentées précédemment, le calcul par éléments finis permet d'identifier les phases homogènes, d'accommodation et de piégeage faible au cours de l'essai (FIG 6). Grâce à cette approche numérique, nous avons la possibilité de mesurer les énergies d'adhésion aux échelles globale et locale en tenant compte des effets de bord et de l'influence de l'épaisseur du verre. Cette comparaison entre résultats numériques et expérimentaux nous permet valider la cohérence des différentes approches dans la mesure de la variation de l'énergie d'adhésion le long des fronts de fissure.

## 4 Conclusion

Dans ce travail, nous avons pu étudier expérimentalement la propagation d'un front de fracture parfaitement interfacial. Cette géométrie bidimensionnelle, nous a permis en particulier d'étudier l'effet de structuration de géométrie de défauts simples sur la morphologie et la propagation d'un front de fissure. Nous avons pu rendre compte de la perturbation induite par une hétérogénéité d'adhésion à l'aide des deux approches, une globale basée sur l'approche de Kanninen [8] et une approche locale basée sur un développement perturbatif au premier ordre proposé par Gao et Rice [9]. La morphologie des fronts observés expérimentalement est bien décrite par cette approche perturbative dans le cas d'une zone masquée de géométrie simple et connue. En outre, la description locale nous permet de déterminer les énergies d'adhésion locales dans les zones de piégeage.

## References

- [1] Barthel, E., Kerjan, O., Nael, P., Nadaud, N. Asymmetric silver to oxide adhesion in multilayers deposited on glass by sputtering *Thin Solid Films* 473(2) 272-27, 2005
- [2] Mower, T.M., Argon, A.S. Experimental investigations of crack trapping in brittle heterogeneous solids *Mechanics of Materials* 19 343-364, 1994
- [3] Bouchaud, E. Scaling properties of cracks *J. Phys. Cond. Mat.* 9 4319-4344, 1997
- [4] Bower, A.F., Ortiz, M. A three-dimensional analysis of crack trapping and bridging by tough particles *J. Mech. Phys. Solids* 28(5) 815-858, 1991
- [5] Roux, S., Vandembroucq, D., Hild, F. Effective toughness of heterogeneous materials *Eur. J. Mech. A* 22 743-749, 2003
- [6] Schmittbuhl, J., Roux, S., Vilotte, J.-P., Maløy, K.J. Pinning of interfacial crack: Effect of non-local interactions *Phys. Rev. Lett.* 74 1787-1790, 1995
- [7] Dalmas, D., Barthel, E., Vandembroucq D., Crack front pinning by design in planar heterogeneous interfaces *J. Mech. Phys. Solids* 57 446-457, 2009
- [8] Kanninen, M.F, An augmented double cantilever beam model for studying crack propagation and arrest, *International J. of fracture.* 9 83-92, 1973
- [9] Gao, H., Rice, J.R. A first order perturbation analysis on crack trapping by arrays of obstacle *J. Appl. Mech.* 56 828-836, 1989
- [10] Ph. Destuynder, M. Djaoua et S. Lescure, 'Quelques Remarques Sur La Mécanique De La Rupture Élastique'. *Journal de Mécanique Théorique et Appliquée*, 2, 113, 1983.