



**HAL**  
open science

## Ruine de films minces par coopération entre rupture et délaminage

Joel Marthelot, Benoit Roman, Jose Bico, Davy Dalmas, Jeremie Teisseire,  
Francisco Melo

► **To cite this version:**

Joel Marthelot, Benoit Roman, Jose Bico, Davy Dalmas, Jeremie Teisseire, et al.. Ruine de films minces par coopération entre rupture et délaminage. CFM 2013 - 21ème Congrès Français de Mécanique, Aug 2013, Bordeaux, France. hal-03439758

**HAL Id: hal-03439758**

**<https://hal.science/hal-03439758>**

Submitted on 22 Nov 2021

**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.

# Ruine de films minces par coopération entre rupture et délaminage

J. Marthelot<sup>a, b</sup>, B. Roman<sup>a</sup>, J. Bico<sup>a</sup>, J. Teisseire<sup>b</sup>, D. Dalmas<sup>b</sup>, F. Melo<sup>c</sup>

a. PMMH, CNRS UMR 7636, UPMC Univ. Paris Diderot, ESPCI ParisTech, 10 rue Vauquelin, 75231 Paris Cedex 05, France.

b. SVI, CNRS UMR 125, Saint Gobain Recherche, 39 quai Lucien Lefranc, 93303 Aubervilliers Cedex, France

c. Non Linear Lab, Universidad de Santiago de Chile, Avenida Ecuador, 3493, Santiago de Chile

## Résumé :

*Les critères de rupture des films minces soumis à des contraintes résiduelles sont bien établis et abondamment utilisés dans la conception industrielle. Cependant dans le cas où fracture et délaminage coopèrent, nous observons la propagation de paires de fissures parallèles pour des films usuellement considérés comme stables. Nous montrerons comment deux fissures se propagent en relâchant l'énergie résiduelle du film contenue dans la languette les séparant. L'espacement entre ces deux fissures est remarquablement robuste et grande devant l'épaisseur du film. Elle évolue linéairement avec l'épaisseur de la couche et est indépendante des autres paramètres du film. Nous montrerons que cette taille correspond à un extremum d'énergie élastique relâchée lors de la propagation des fissures. Notre approche expérimentale et analytique est confirmée par un calcul en éléments finis.*

## Abstract :

*Failure criteria of thin films submitted to residual stresses are well established and widely used in industrial design. However, when fracture and delamination cooperate, we observe the propagation of parallel pairs of cracks for thin film usually considered as stable. We will show how two cracks propagate by releasing the residual energy of the film contained in the stripe between them. The length between the two cracks is remarkably robust and large compared to the thickness of the film. We will show that this size correspond to an extremum of elastic energy released during crack propagation. Our experimental and analytical approach is confirmed by FEM.*

**Mots clefs :** rupture ; délaminage ; film mince

## 1 Introduction

Des films micrométriques de sol-gel de tetraethyl orthosilicate déposés par spin-coating sur des substrats de silicium présentent les motifs usuels de ruine de films soumis à des contraintes biaxiales, dites en boue séchée (Fig.1 a). On observe un réseau de fractures hiérarchiques pour des films dont l'épaisseur est supérieure à l'épaisseur critique  $h_c$  telle que l'énergie libérée lors de la propagation excède la ténacité de la couche  $G_c$ . Cette épaisseur critique a été déterminée précisément par Beuth en tenant compte des différences de propriétés élastiques entre un film de module d'Young  $E$  et coefficient de Poisson  $\nu$  et le substrat :  $h_c = \frac{2EG_c}{g\Pi\sigma^2(1-\nu^2)}$  avec  $g = 0.8153$  pour des coefficients de Dundur  $\alpha = -0.99$  et  $\beta = 0$ . Pour les films plus fins, la propagation d'une fissure est énergétiquement impossible et ceux-ci sont ainsi considérés comme stables. Cependant, on observe expérimentalement la propagation de fissures pour des films dont l'épaisseur est inférieure à  $h_c$  lorsque l'on diminue l'adhésion entre le film et le substrat. Les motifs de fractures sont très différents des motifs habituels et on voit l'apparition de fissures parallèles qui interagissent à une distance grande devant l'épaisseur du film (Fig.1 b).

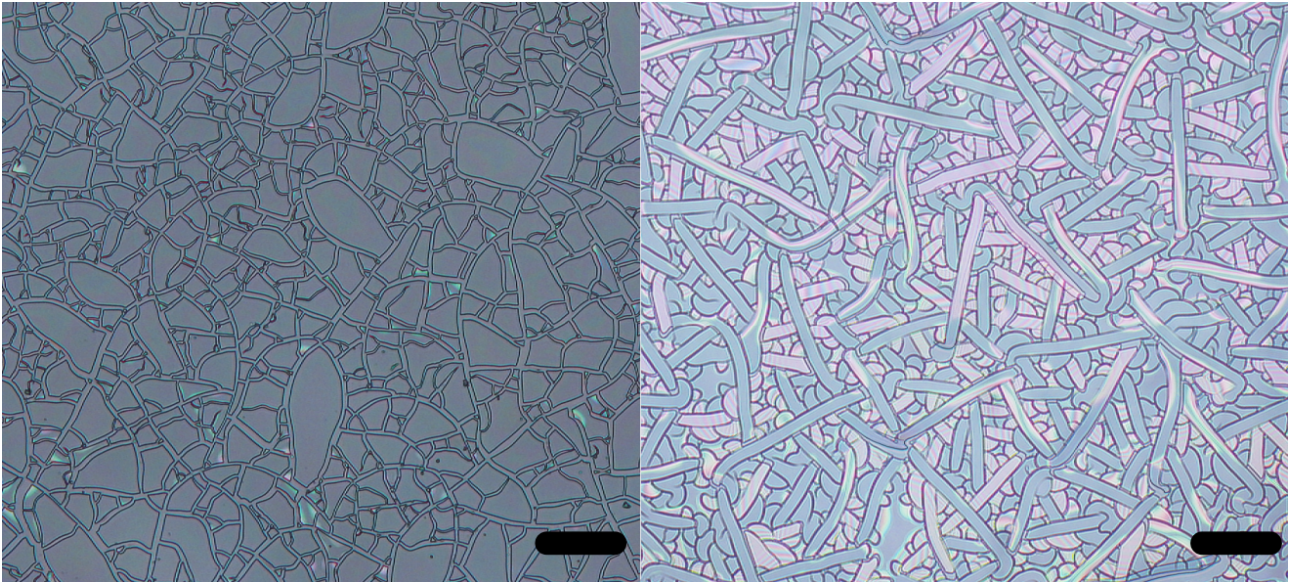


FIGURE 1 – Motifs de fractures obtenus pour une couche de sol-gel déposée sur du silicium pour une épaisseur  $h = 900$  nm supérieure à  $h_c$  (a) et  $h = 600$  nm inférieure à  $h_c$  (b). Echelle  $100\mu\text{m}$ .

Des couches d'une solution commerciale de méthylsiloxane (Accuglass spin-on glass) optimisée pour limiter le nombre de défauts initiant les fissures conduisent aux mêmes motifs de fracture en diminuant la complexité. A partir d'une initiation par indentation, on observe la propagation de deux fissures parallèles (Fig.2 a) se propageant à une distance stable  $W_2$ . Un autre mode de propagation observée correspond à une fracture poursuivant une fissure ancienne à une distance stable  $W_1$  (Fig2 b) supérieure à  $W_2$ .



FIGURE 2 – (a) Coopération entre rupture et délaminage lors de la propagation de deux fissures parallèles dans un film d'épaisseur  $h=1.4\ \mu\text{m}$  de méthylsiloxane. Echelle  $100\mu\text{m}$ . (b) Fracture poursuivant une fissure ancienne

## 2 Caractérisations expérimentales

Des couches de méthylsiloxane sont déposées par spin-coating sur des substrats de silicium et cuit pendant 2h à  $200^\circ\text{C}$ . Les épaisseurs des couches sont déterminées par AFM ou profilométrie Dektak. Les films minces sont soumis à des contraintes résiduelles en biaxiale  $\sigma = 50\text{MPa}$  que l'on détermine en mesurant la courbure induite sur un substrat fin de silicium. Le module d'Young des films  $E = 4\text{GPa}$  est mesuré par nanoindentation. Le coefficient de Poisson ( $\nu = 0.25$ ) est déterminé en mesurant à l'AFM la variation d'épaisseur du film ( $\Delta h = 6$  nm) contraint puis libre. La ténacité et l'énergie interfaciale sont déterminées respectivement en mesurant l'épaisseur minimale de couche nécessaire pour la propagation d'une fissure [1] et de la forme du front de délamination autour d'un défaut [2].

La propagation des fractures est caractérisée par une coopération entre la rupture du film et le délaminage. On varie systématiquement l'énergie d'adhésion entre le film et le substrat et l'épaisseur du film. La taille d'équilibre entre les deux fractures se propageant simultanément  $W_2$  varie linéairement avec l'épaisseur et est indépendante de l'énergie d'adhésion (Fig.3). Le mode de propagation des fis-

sures suivant une ancienne fracture présente les mêmes caractéristiques avec une distance sélectionnée supérieure  $W_1 > W_2$ . On retrouve les même motifs caractéristiques de fractures dans de nombreux systèmes : couches de molybdène déposées par pulvérisation cathodique magnétron sur des substrats de silicium [3], couches de peintures déposées sur des substrats polymères. Les tailles caractéristiques entre les fractures sont cohérentes avec celles obtenues sur le sol-gel suggérant l'existence d'une taille stable indépendante du chargement, de la ténacité et de l'énergie d'adhésion.

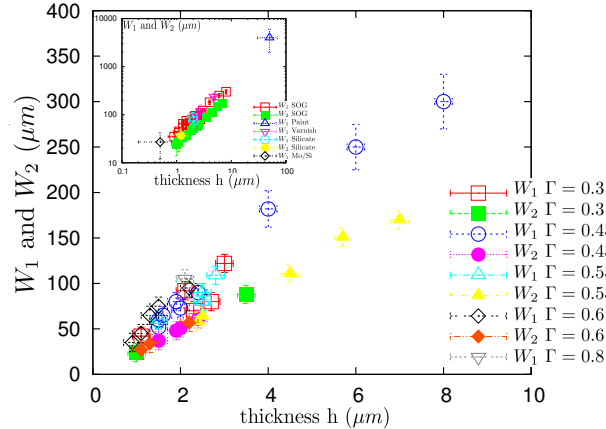


FIGURE 3 – Evolution de la taille entre deux fissures se propageant simultanément  $W_2$  et une fissure poursuivant une fissure ancienne  $W_1$  avec l'épaisseur pour plusieurs valeurs d'adhésion  $\Gamma$  en  $J/m^2$ . (Insert) Evolution de la taille entre fissures pour des systèmes différents soumis à des contraintes biaxiales.

### 3 Conclusions

On applique le principe de maximum du taux de restitution d'énergie et le critère de Griffith pour déterminer la direction de propagation [5] et les conditions de propagation des fissures dans les deux cas observés expérimentalement. On obtient l'existence d'une taille stable  $l = \alpha h$  variant linéairement avec l'épaisseur du film. Un calcul par FEM permet de déterminer le préfacteur  $\alpha = 25$  en accord avec les résultats expérimentaux. La détermination numérique des facteurs d'intensité des contraintes confirme l'existence d'une taille stable, annulant  $K_{II}$ , conforme au principe de symétrie locale [6]. On rapporte ainsi un mode de propagation où la coopération entre délaminage et rupture permet la propagation de fissures pour des films usuellement considérés comme stables.

### Références

- [1] Beuth, J. L. 1992 Cracking of thin bonded films in residual tension. *Int. J. Solids and Structures* **29** 1657-1675
- [2] Jensen, H., Hutchinson, J. and Kim, K. S. 1990 Decohesion of a cut prestressed film on a substrate *Int. J. Solids Structures* **26** 1099-1114
- [3] Meyer, D., Leisegang, T., Levin, A., Paufler, P. and Volinsky, A. 2004 Tensile crack patterns in Mo/Si multilayers on Si substrates under high-temperature bending *Appl. Phys. A* **78** 303-305
- [4] Cotterell, B. and Rice, J. 1980 Slightly curved or kinked cracks. *Int. J. Fract.* **16** 155-169
- [5] Roman, B. 2013 Fracture path in brittle thin sheets : a unifying review on tearing. *Int. J. Fract.*
- [6] Goldstein, R. and Salganik, R. 1974 Brittle fracture of solids with arbitrary cracks. *Int. J. Fract.* **10** 507-523