

# Piégeage d'une fissure interfaciale par structuration d'un empilement multicouche magnétron

Davy Dalmas, Damien Vandembroucq, Etienne Barthel & Stéphane Roux

Unité mixte CNRS/Saint-gobain UMR 125  
Laboratoire "Surface du Verre et Interfaces (SVI)"  
39 quai Lucien Lefranc 93303 Aubervilliers cedex  
davy.dalmas@saint-gobain.com

## Résumé :

*Pour renforcer l'interface faible d'un empilement multicouches, on peut utiliser un mécanisme de piégeage en modifiant localement la ténacité de cette interface. Ce renforcement est la conséquence de l'existence d'un régime de piégeage dû à un changement local de ténacité. Dans cette étude, nous avons étudié le piégeage d'une fissure lors d'un test de clivage pour des défauts macroscopiques simples. Les défauts ont été obtenus par rayage superficiel de façon à supprimer localement l'interface faible de l'empilement. Ainsi, lors de l'assemblage de l'éprouvette de clivage, on génère localement des zones de forte adhésion dans le sillon des rayures. Pour différents types de défauts, nous avons montré que la morphologie du front de fissure pouvait être décrite par une approche perturbative du premier ordre initialement développée par Gao et Rice. Cette description nous a aussi permis de déterminer les ténacités locales dans les zones de piégeage.*

## Abstract :

*One possible way to increase the adhesion of an interface between two brittle solids is to create a composite interface in order to modify the crack front morphology. This toughness modification is the consequence of the existence of a pinning regime which is characterised by a local change of toughness. In this experimental study, we investigate the crack front pinning by macroscopic toughness defects. We have performed cleavage tests on multi-layer coated samples with a heterogeneous field of toughness. By performing scratch tests, it is possible to create local region of strong adhesion. We have tested two different geometries of pinning region and shown that the crack front morphology can be nicely described in the framework of the perturbative approach initially developed by Gao and Rice. This description of our macroscopic experimental front measurements allows us to determine the local value of the energy release rate in the pinning regions.*

## Mots-clefs :

**ténacité, piégeage, interface hétérogène**

## 1 Introduction

Dans l'industrie verrière, la surface du verre plat est de plus en plus fréquemment fonctionnalisée par dépôt de couches transparentes très minces (quelques dizaines de nanomètres) obtenues par pulvérisation cathodique magnétron. Pour la plupart des applications de ce type de produit, l'adhésion des empilements multicouches est un facteur limitant [Barthel (2005)]. Ainsi, il devient d'un grand intérêt d'augmenter cette adhésion. Dans la littérature, on trouve un grand nombre de mécanismes de renforcement pour les matériaux fragiles, mais peu d'entre eux peuvent être adaptés aux couches minces [Mower (1994)].

Pour renforcer l'interface faible d'un empilement multicouches, on peut utiliser un mécanisme de piégeage en modifiant localement la ténacité de cette interface. Ce renforcement est la conséquence de l'existence d'un régime de piégeage dû à un changement local de ténacité dans la direction de la propagation d'une fissure. Si l'aspect théorique du piégeage d'une fissure

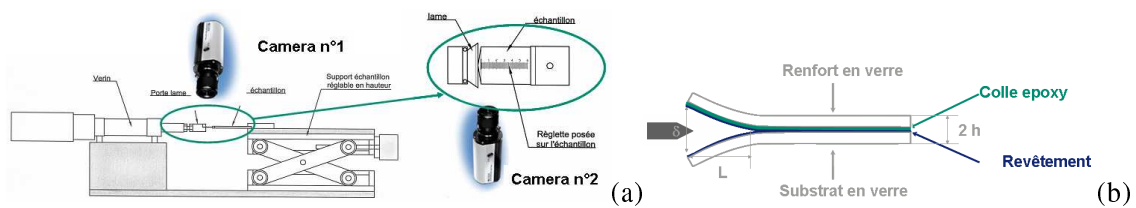


FIG. 1 – (a) Schéma du montage expérimental de clivage et (b) principe de l'essai de clivage.

dans un milieu hétérogène a été largement étudié depuis plus de deux décennies [Bouchaud (1997); Bower (1991); Roux (2003); Schmittbuhl (1995)], peu d'études expérimentales ont été menées pour valider ce mécanisme de renforcement [Mower (1994)]. Dans cette étude, nous avons étudié le piégeage d'une fissure lors d'un test de clivage pour des morphologies d'hétérogénéité (défauts) macroscopiques simples. Ensuite, nous avons étudié la morphologie du front de fissure pour différents types de défauts (lignes isolées, ou réseau de lignes...) en nous basant sur une approche perturbative du premier ordre initialement développée par Gao et Rice [Gao (1989)].

## 2 Procédure expérimentale

### 2.1 Description de l'essai de clivage

Pour réaliser cette étude, nous avons utilisé un essai de clivage type DCB (Double Cleavage Beam) adapté à la mesure d'adhésion de couches minces sur un substrat fragile (cf. fig. 1(a)). Cet essai consiste à introduire progressivement une lame biseautée dans une éprouvette sandwich qui est constituée d'une plaque de verre revêtu sur laquelle on vient coller à l'aide d'une colle epoxy un renfort en verre de même épaisseur. Comme le montre la figure 1(b), l'objectif est de faire propager une fissure de longueur  $L$  et d'ouverture  $\delta$  à l'interface la plus faible du revêtement. Le montage est équipé d'une caméra (n°1) qui permet d'avoir une vue de dessus de l'échantillon et ainsi d'obtenir des images du front de fissure durant l'essai. La visualisation du front in-situ est rendu possible par la transparence des échantillons et par la diffraction de la lumière engendrée par l'ouverture en coin de la fissure.

### 2.2 Description des échantillons

Dans cette étude, nous avons utilisé des échantillons de verre d'épaisseur 2.1mm revêtus par pulvérisation cathodique magnétron d'un empilement de couches minces. Ce type d'empilement est caractérisé par la présence d'une interface de faible adhésion (cf. fig. 2(a)) liée à la présence d'une couche d'argent entouré de deux couches d'oxide de zinc. Dans une étude précédente [Barthel (2005)], nous avons montré que ces empilements avaient une adhésion de l'ordre de  $1 \text{ à } 2 \text{ J.m}^{-2}$  et que la rupture par clivage était parfaitement interfaciale (Ag/ZnO) et donc plane.

Pour créer une interface de propagation hétérogène, nous avons introduit des défauts macroscopiques au niveau de l'empilement avant l'assemblage de l'éprouvette de clivage. Les défauts ont été obtenus par rayage superficiel de façon à supprimer localement l'interface faible de l'empilement. Ainsi, lors de l'assemblage, on génère localement des zones de forte adhésion dans le sillon des rayures. En effet, en fond de rayure on a remplacé l'interface faible Ag/ZnO par une interface de forte adhésion Colle/ZnO (cf. fig. 2(a)).

Grace à cette technique, nous avons fabriqué deux échantillons ayant des morphologies

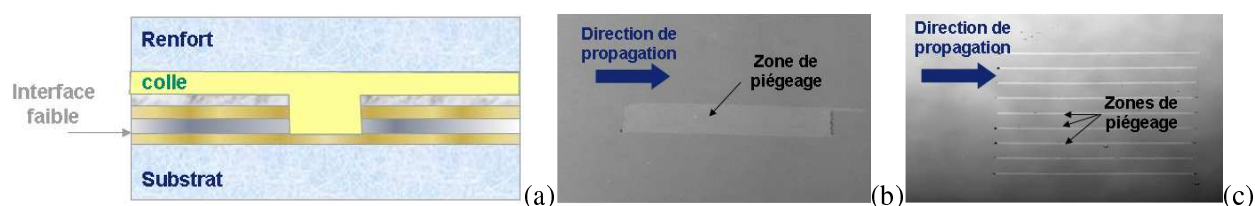


FIG. 2 – (a) Vue schématique des éprouvettes de clivage après introduction d’un défaut dans l’empilement multicouches par rayage, et vues de dessus des zones de piégeage de chacun des échantillons : (b) une ligne unique et (c) un réseau de neuf lignes parallèles.

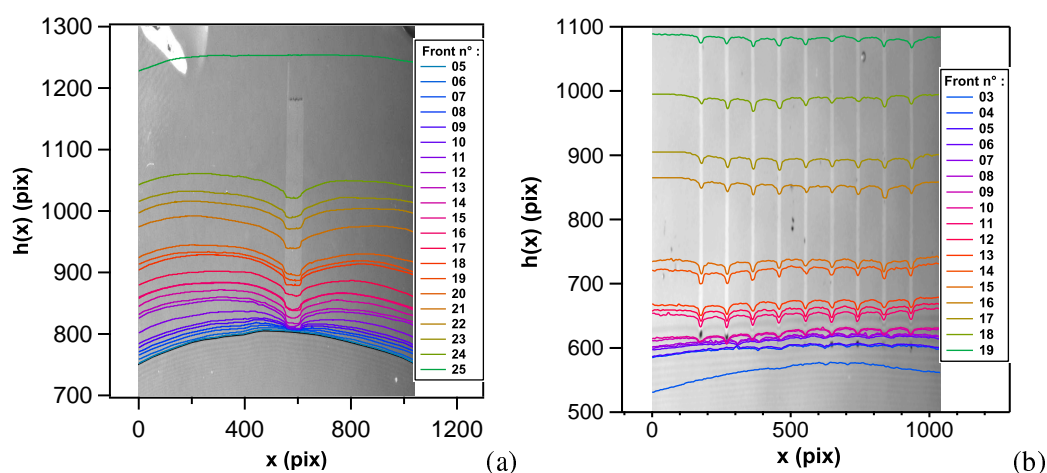


FIG. 3 – Evolution de la morphologie du front de fissure au cours des essais de clivage pour chacune des morphologies de défaut : (a) ligne unique et (b) réseau de lignes. Le front de fissure se propage du bas vers le haut de l’image.

de défauts macroscopiques différentes. Pour le premier, le défaut était constitué d’une rayure unique de largeur  $\approx 2.5$ mm (cf. fig. 2(b)). Pour le second, le défaut était constitué d’un réseau de neuf rayures parallèles de largeur  $\approx 0.25$ mm (cf. fig. 2(c)).

### 3 Résultats expérimentaux : morphologie des fronts de fissures

La figure 3 montre l’évolution de la morphologie du front ( $h(x)$  où  $x$  représente la position dans la largeur de l’éprouvette) de fissure pour les deux morphologies de zone de piégeage (ligne unique et réseau de lignes). En dehors de la zone de piégeage, on constate que le front a une forme parabolique caractéristique d’un essai DCB. Dans la zone de piégeage, le front conserve une morphologie quasi-identique ce qui révèle l’existence d’un régime de piégeage faible. Cette morphologie résulte de la superposition de la parabole due à l’essai DCB et d’une perturbation du front (retard) dans les zones de piégeage. Cette perturbation est le résultat d’un couplage entre l’accrochage de la fissure par les zones de forte ténacité et l’élasticité du front.

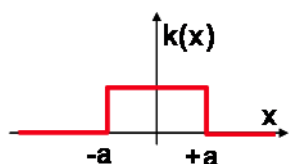
## 4 Analyse des résultats

### 4.1 Description des fronts de fissures par une analyse perturbative

Afin de valider les observations expérimentales de la morphologie des fronts de fissures, nous avons tenté de les décrire dans le cadre de la théorie du piégeage [Gao (1989)]. Cette théorie, qui est basée sur une analyse perturbative de premier ordre, donne une relation entre la ténacité locale ( $K(x)$ ) et l'allure d'un front de fissure ( $h(x)$ ) et fait intervenir la ténacité macroscopique ( $K_0$ ) (cf. équation 1).

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

Pour pouvoir ajuster nos mesures expérimentales à l'aide de l'équation 1, il faut l'inverser afin d'obtenir une expression directe de  $h(x)$ . Pour cela, dans un premier temps nous avons choisi de décrire nos zones de piégeage par un simple créneau de ténacité  $k(x)$  (cf. équation 2).



$$K(x) = K_0 \left( 1 + \frac{\Delta K}{K_0} k(x) \right) \quad (2)$$

avec :  $k(x) = 0$  si  $|x| > a$  et  $k(x) = 1$  si  $|x| < a$

En réalisant une transformée de Fourier des équations 1 et 2, on obtient la relation suivante :

$$\tilde{h}(q) = -2 \frac{\Delta K}{K_0} \frac{\tilde{k}(q)}{|q|} \quad (3)$$

Pour revenir dans l'espace direct, nous avons utilisé deux méthodes. La première fait intervenir une transformée de Fourier inverse qui doit être calculée numériquement et donne l'expression suivante pour  $h(x)$ .

$$h_{four}(x) = \frac{\Delta K}{K_0} \cdot FFT^{-1} \left( -4 \cdot \text{sign}(q) \frac{\sin(qa)}{q^2} \right) \quad (4)$$

La seconde méthode est basée sur l'utilisation du produit de convolution (symbolisée par  $*$  dans l'équation 5) entre une fonction de Green et  $k(x)$  :

$$h_{green}(x) = \frac{1}{\pi^2} \frac{\Delta K}{K_0} \{ \log|x| * k(x) \} \quad (5)$$

Nous avons ensuite réalisé un ajustement de nos données expérimentales à l'aide des deux expressions de  $h(x)$  décrites ci-dessus en utilisant  $\frac{\Delta K}{K_0}$  (la variation de ténacité) et  $a$  (la demi-langueur de la zone de piégeage) comme paramètres variables. On notera que pour prendre en compte la forme parabolique intrinsèque du front de fissure, nous avons soustrait un terme quadratique à nos fonctions d'ajustement. Les résultats de ces ajustements sont donnés sur la figure 4 pour une position particulière du front dans la zone de piégeage pour la ligne unique (a) et pour le réseau de lignes (b). On constate que les deux méthodes donnent des résultats semblables et de très bonne qualité.

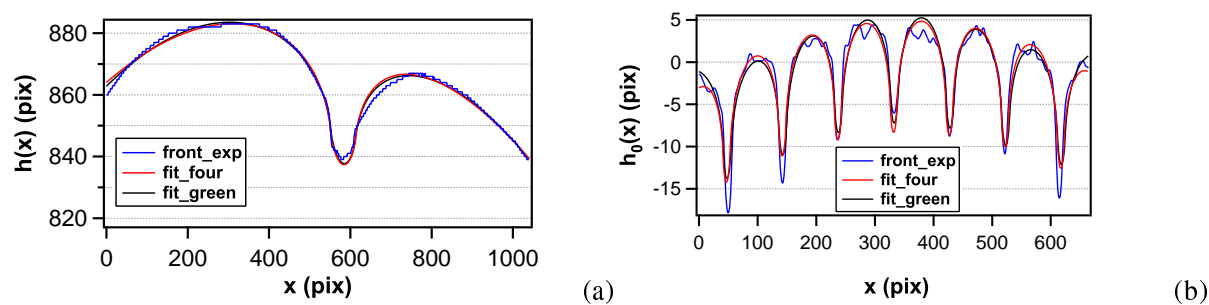


FIG. 4 – Morphologie d'un front de fissure dans la zone de piégeage pour la ligne unique (a) et pour le réseau de lignes (b) et ajustement par une approche perturbative de premier ordre (cf. équation 4 et 5).

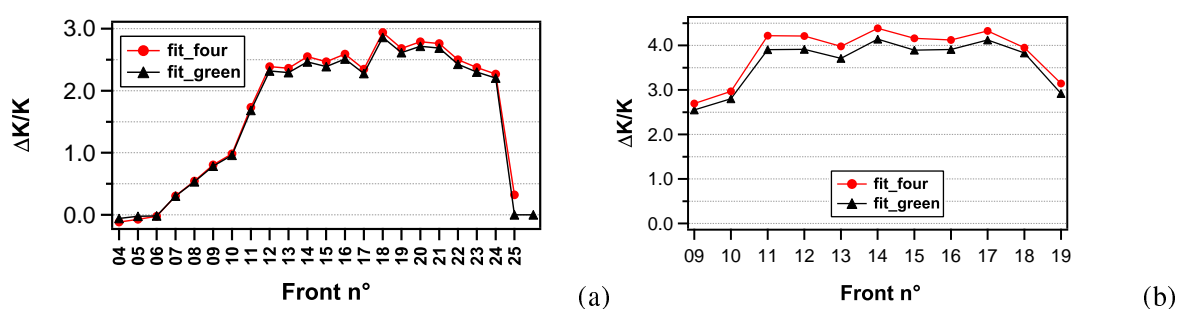


FIG. 5 – Evolution du taux de renforcement ( $\Delta K/K_0$ ) dans la zone de piégeage de chacun des échantillons : (a) ligne unique et (b) réseau de lignes.

## 4.2 Taux de renforcement induit par le défaut de ténacité

La figure 5 montre l'évolution du taux de renforcement ( $\frac{\Delta K}{K_0}$ ) en fonction de la position de la fissure pour les deux morphologie de défauts. On constate que lorsque la fissure se trouve dans la zone de piégeage, le taux de renforcement se stabilise autour de 2.5 pour la ligne unique et autour de 4 pour le réseau de ligne. Ce plateau confirme à nouveau que l'on se trouve dans un régime de piégeage faible. Par ailleurs, le réseau de ligne renforce plus que la ligne unique alors que la largeur totale de la zone de piégeage est quasi identique pour les deux échantillons : 2.5mm pour la ligne unique et 2.25mm pour le réseau de ligne. Cette valeur supérieure pour le réseau de ligne est certainement due au fait que la portée de la perturbation individuelle de chaque ligne du réseau est supérieure à la distance entre deux lignes. Ainsi, entre deux lignes voisines on a un effet d'accumulation qui augmente le renforcement global.

## 5 Conclusions

Dans ce travail, nous avons pu étudier expérimentalement la propagation d'un front de fracture parfaitement interfacial. Dans cette géométrie bidimensionnelle, nous avons pu en particulier étudier l'effet de défauts de ténacité simple sur la morphologie et sur la propagation du front de fracture. Nous avons pu rendre compte de la perturbation induite par l'hétérogénéité de ténacité à l'aide du développement perturbatif au premier ordre proposé par Gao et Rice [Gao (1989)] pour le facteur d'intensité des contraintes d'un front interfacial. La morphologie des fronts observés expérimentalement est très bien décrites par cette approche perturbative tant dans le cas d'un défaut unique que dans celui d'un réseau de défauts. En outre, cette description

nous a aussi permis de déterminer les ténacités locales dans les zones de piégeage ainsi que le taux de renforcement de l'interface.

### Références

- Barthel, E., Kerjan, O., Nael, P., Nadaud, N. 2005 Asymmetric silver to oxide adhesion in multilayers deposited on glass by sputtering *Thin Solid Films* **473(2)** 272-277
- Bouchaud, E. 1997 Scaling properties of cracks *J. Phys. Cond. Mat.* **9** 4319-4344
- Bower, A.F., Ortiz, M. 1991 A three-dimensional analysis of crack trapping and bridging by tough particles *J. Mech. Phys. Solids* **28(5)** 815-858
- Gao, H., Rice, J.R. 1989 A first order perturbation analysis on crack trapping by arrays of obstacle *J. Appl. Mech.* **56** 828-836
- Mower, T.M., Argon, A.S. 1994 Experimental investigations of crack trapping in brittle heterogeneous solids *Mechanics of Materials* **19** 343-364
- Roux, S., Vandembroucq, D., Hild, F. 2003 Effective toughness of heterogeneous materials *Eur. J. Mech. A* **22** 743-749
- Schmittbuhl, J., Roux, S., Vilotte, J.-P., Måløy, K.J. 1995 Pinning of interfacial crack : Effect of non-local interactions *Phys. Rev. Lett.* **74** 1787-1790