



HAL
open science

Statique et dynamique d'un front de fissure en milieu hétérogène

Julien Chopin

► **To cite this version:**

Julien Chopin. Statique et dynamique d'un front de fissure en milieu hétérogène. Analyse de données, Statistiques et Probabilités [physics.data-an]. Université Pierre et Marie Curie - Paris VI, 2010. Français. NNT: . tel-00541139

HAL Id: tel-00541139

<https://theses.hal.science/tel-00541139>

Submitted on 29 Nov 2010

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.



DÉPARTEMENT DE PHYSIQUE DE L'ÉCOLE NORMALE SUPÉRIEURE

THÈSE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR de l'Université Pierre et Marie Curie - Paris 6

Spécialité Physique

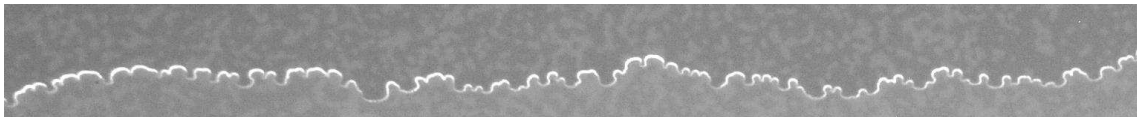
Ecole Doctorale :

La physique, de la particule à la matière condensée

présentée par

Julien Chopin

Statique et dynamique d'un front de fissure en milieu hétérogène



Soutenue le 19 octobre 2010 devant le jury composé de :

| | |
|--------------------------|--------------------|
| M. Mokhtar Adda-Bedia | Invité |
| M. Arezki Boudaoud | Directeur de thèse |
| M. Pascal Damman | Examineur |
| M. Eytan Katzav | Invité |
| M. Jean-Baptiste Leblond | Président |
| M. Stéphane Roux | Rapporteur |
| M. Loïc Vanel | Rapporteur |



A mon frère, Jean-Charles.



Table des matières

| | |
|--|----------|
| Table des matières | v |
| Avant-propos | 1 |
| 1 Adhésion et rupture des solides | 3 |
| 1 Cohésion de la matière | 4 |
| 1.1 Attraction universelle | 4 |
| 1.2 Energie de surface | 5 |
| 1.3 De l'élasticité linéaire à la rupture | 6 |
| 2 Les fondements de la mécanique linéaire de la rupture | 10 |
| 2.1 La théorie en bref | 10 |
| 2.2 Flux d'énergie élastique vers la fissure | 11 |
| 2.2.1 Modes de rupture. | 11 |
| 2.2.2 Taux de restitution de l'énergie G | 12 |
| 2.2.3 Champ élastique au voisinage de la pointe de fissure | 15 |
| 2.2.4 Equivalence entre G et K | 16 |
| 2.3 Critères de propagation | 17 |
| 2.3.1 Critère de Griffith | 17 |
| 2.3.2 Critère d'Irwin-Orowan | 18 |
| 2.3.3 Stabilité hors du plan | 20 |
| 2.3.4 Propagation quasi-statique | 20 |
| 2.3.5 Quelques remarques sur la théorie de Griffith-Irwin-Orowan | 24 |
| 3 Les fronts de fissure | 24 |
| 3.1 Elasticité d'un front de fissure | 24 |
| 3.1.1 Expression du facteur d'intensité de contrainte | 25 |
| 3.1.2 Equilibre et stabilité | 25 |
| 3.2 Piégeage de la ligne par un défaut isolé | 26 |
| 3.2.1 Forme d'équilibre | 27 |
| 3.2.2 Stabilité et hystérèse | 27 |
| 3.3 Propagation d'un front dans un paysage désordonné | 28 |
| 3.3.1 Concepts d'invariance d'échelle | 29 |
| 3.3.2 Les différents modèles de front de fissure | 30 |
| 3.3.3 Résultats expérimentaux | 31 |

| | | |
|----------|--|-----------|
| 2 | Techniques expérimentales | 33 |
| 1 | Présentation des matériaux | 33 |
| 1.1 | Substrats en verre | 33 |
| 1.1.1 | Composition chimique | 33 |
| 1.1.2 | Propriétés de surface | 34 |
| 1.1.3 | Nettoyage des surfaces | 34 |
| 1.1.4 | Propriétés mécaniques | 35 |
| 1.2 | L'élastomère | 35 |
| 1.2.1 | Préparation | 36 |
| 1.2.2 | Propriétés physiques | 36 |
| 1.2.3 | Test JKR et énergie d'adhésion | 37 |
| 2 | Préparation de l'échantillon | 39 |
| 2.1 | Moulage | 39 |
| 2.2 | Démoulage et finitions | 39 |
| 3 | Modification de la ténacité de l'interface | 41 |
| 3.1 | Les différentes stratégies | 41 |
| 3.2 | Lithographie | 42 |
| 3.2.1 | Nettoyage des substrats | 42 |
| 3.2.2 | Étalement de la résine | 44 |
| 3.2.3 | Insolation et développement | 45 |
| 3.3 | Impression du motif en chrome | 45 |
| 3.3.1 | Principe du dépôt par évaporation | 45 |
| 3.3.2 | Révélation des motifs de chrome | 45 |
| 3.4 | Collage et finitions | 46 |
| 3.5 | Performances | 46 |
| 4 | Dispositif de pelage | 48 |
| 5 | Acquisition et traitement d'images | 51 |
| 5.1 | Définitions et notations | 51 |
| 5.2 | Détection rapide | 52 |
| 5.3 | Détection fine | 53 |
| 5.4 | Détection à la main | 54 |
| 3 | Front de fissure dans une interface homogène | 55 |
| 1 | Équilibre de la fissure | 55 |
| 1.1 | Quelques grandeurs mécaniques | 56 |
| 1.1.1 | Ligne neutre | 56 |
| 1.1.2 | Moment, chargement et énergie élastique | 56 |
| 1.1.3 | Taux de restitution de l'énergie et force d'extension de la fissure | 57 |
| 1.2 | Mesure des énergies de fracture | 58 |
| 1.2.1 | Protocole | 58 |
| 1.2.2 | Forme du front et mesure de la position moyenne | 59 |
| 1.2.3 | Mesure des énergies de fracture | 61 |
| 1.3 | Discussions | 62 |
| 1.3.1 | Origines des valeurs d'énergie de fracture | 62 |

| | | | |
|----------|-------|--|------------|
| | 1.3.2 | Effet de l'épaisseur | 64 |
| | 1.3.3 | Effet de la pesanteur | 64 |
| 2 | | Dynamique | 65 |
| | 2.1 | Equation du mouvement | 65 |
| | 2.2 | Evolution temporelle de la vitesse | 66 |
| | 2.2.1 | Mise en forme des données | 66 |
| | 2.2.2 | Relaxation en loi de puissance | 67 |
| | 2.2.3 | Relaxation logarithmique | 68 |
| | 2.2.4 | Cas de l'interface PDMS-Chrome | 70 |
| | 2.3 | Lien avec la rupture sous-critique | 72 |
| 3 | | Conclusions | 73 |
| 4 | | Réponse d'un front de fissure à une hétérogénéité élémentaire | 75 |
| 1 | | Bande transversale | 75 |
| | 1.1 | Position du problème | 75 |
| | 1.2 | Passage Chrome-Verre - Piégeage | 76 |
| | 1.3 | Passage Verre-Chrome - Avalanche | 78 |
| | 1.4 | Bandes de largeur finie - Etat métastable | 79 |
| 2 | | Bande longitudinale | 80 |
| | 2.1 | Position du problème | 80 |
| | 2.2 | Forme d'équilibre du front | 81 |
| | 2.3 | Résultats expérimentaux | 84 |
| | 2.3.1 | Expérience 1 : saturation des déformations | 84 |
| | 2.3.2 | Expérience 2 : bande adhésive simple | 88 |
| | 2.3.3 | Expérience 3 : interaction entre bandes adhésives | 89 |
| 3 | | Défaut isolé | 93 |
| | 3.1 | Dynamique en bout de bande | 93 |
| | 3.2 | Filamentation | 95 |
| | 3.3 | Relaxation de la déformation | 97 |
| 4 | | Conclusion | 99 |
| 5 | | Front de fissure dans une interface désordonnée | 101 |
| 1 | | Conditions expérimentales | 101 |
| | 1.1 | Présentation des substrats | 101 |
| | 1.2 | Propriétés statistiques du désordre | 102 |
| | 1.3 | Présentation des expériences | 104 |
| 2 | | Dynamique diffusive biaisée | 104 |
| | 2.1 | Extraction des fluctuations | 106 |
| | 2.2 | Statistiques temporelles des fluctuations | 107 |
| | 2.2.1 | Distributions de fluctuations de positions | 107 |
| | 2.2.2 | Queues exponentielles | 110 |
| | 2.2.3 | Loi d'échelle des distributions | 112 |
| | 2.3 | Discussions | 113 |
| 3 | | Morphologie d'une fissure dans un milieu hétérogène | 116 |
| | 3.1 | Courbes auto-affines | 116 |
| | 3.2 | Extraction des fluctuations | 116 |

| | | |
|-----|---------------------------------|------------|
| 3.3 | Tests d'auto-affinité | 119 |
| 4 | Discussions | 121 |
| | Conclusion | 123 |
| | A Article | 127 |
| | Bibliographie | 149 |

Avant-propos

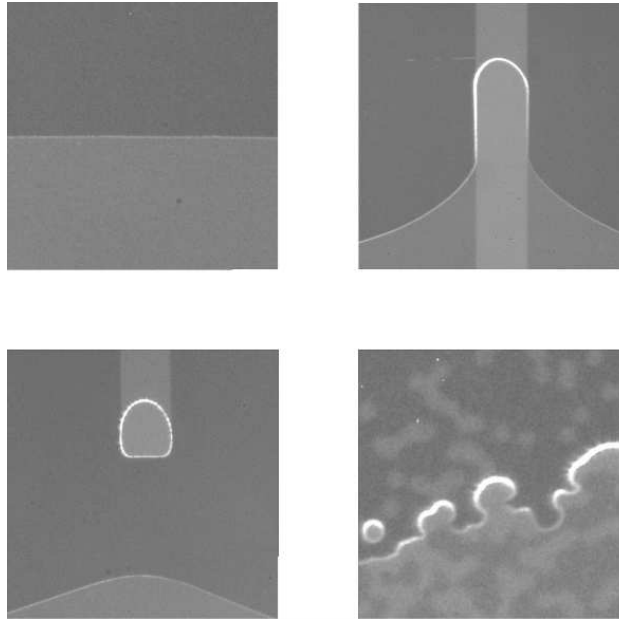


FIGURE 1 – Les fronts de fissure déformés par des régions de forte énergie de fracture.

Comment un matériau se casse, se décolle, se fissure, se fragmente, se déchire, se craquelle ou s'écaille ? Ces problèmes tombent dans l'escarcelle de la mécanique de la rupture au sens large. Cette science, relativement jeune, a connu un essor considérable après la seconde Guerre Mondiale, essentiellement tiré par des enjeux économiques. Un livre entier ne suffirait pas à retracer le cheminement des idées mais deux avancées particulièrement importantes méritent d'être soulignées.

La première concerne l'hypothèse de séparation d'échelle introduite par Irwin au début des années 50 qui permet d'isoler une région de fracturation où dominant des lois de comportement complexes (élasticité non-linéaire, effets visco-plastiques,...) du reste du matériau, au comportement linéaire élastique. La fissure s'identifie à une singularité du champ élastique qui est régularisée par l'existence de cette zone de fracturation. Il devient alors possible de considérer la fissure comme un objet en soi auquel sont associées des propriétés physiques.

Le second résultat, dû à Gao *et al.*, concerne justement la mise en évidence d'une élasticité non-locale du front de fissure. Si, pour quelque raison que se soit, le front de fissure se trouve accroché par un défaut, la déformation induite concerne, non pas seulement une zone de la taille du défaut, mais en réalité le front tout entier. A l'ordre

linéaire en la perturbation, ce comportement est exactement celui du ménisque d'un liquide mouillant partiellement le substrat sur lequel il se trouve.

Ce résultat a ouvert la voie à l'étude des déformations du front de fissure par des hétérogénéités. Il est connu depuis longtemps que la présence de cavités, d'inclusions ou d'inhomogénéités chimiques contrôle la résistance du matériau. D'un point de vue expérimental, ce n'est que très récemment que les problèmes de fracture sont étudiés du point de vue de l'influence des hétérogénéités sur la morphologie et la dynamique du front. L'objet de cette thèse est de proposer une caractérisation des lois de comportement de la fissure dans un matériau présentant des hétérogénéités simples ou plus complexes.

Après avoir introduit, dans le **chapitre 1**, les éléments théoriques liés à la mécanique de la rupture et la propagation d'un front de fissure dans un milieu hétérogène, nous décrivons en détail, dans le **chapitre 2**, le dispositif expérimental que nous avons monté au laboratoire ainsi que le protocole de fabrication des échantillons. Ces échantillons sont réalisés par la mise en contact d'une lame de verre et d'un élastomère de silicone, le poly(diméthyl)siloxane ou PDMS. A l'aide des techniques de lithographie optique, la lame de verre peut être texturée chimiquement en la recouvrant d'une couche nanométrique de chrome présentant des motifs de verre. Les hétérogénéités sont donc introduites dans l'échantillon par une modulation spatiale de l'énergie de fracture de l'interface. Les matériaux ont, en outre, été choisis pour leur transparence afin de visualiser la fissure, astreinte à se déplacer dans l'interface (Fig. 1).

Le **chapitre 3** présente une caractérisation des propriétés physico-chimiques du verre et du chrome vis-à-vis des chaînes de l'élastomère. Les énergies de fracture ont pu être mesurées et une équation du mouvement de la fissure dans une interface homogène est proposée. La technique mise au point permet une maîtrise inédite de la taille, de la distribution spatiale et de l'énergie de fracture des hétérogénéités.

Le **chapitre 4** propose une étude de la modification de la forme et de la dynamique du front induite par un défaut unique imprimé sur le substrat. Les résultats sont comparés avec un modèle faisant intervenir l'élasticité de front de Gao et al. et les effets de déformation non linéaire sont discutés. En particulier, l'étude de la filamentation du front au contact d'un défaut est présentée. Dans le **chapitre 5**, nous présentons une description statistique du front lorsqu'il se propage dans une interface où un grand nombre de motifs de verre ont été répartis aléatoirement. Nous nous sommes intéressés, d'une part, aux fluctuations locales de la position du front en fonction du temps et, d'autre part, à la rugosité du front.

Dans l'**annexe A** est reproduit une étude que nous avons réalisée sur la propagation quasi-statique d'une fissure à l'interface d'un film plastique et d'un substrat de verre [24]. L'adhésion est assurée par une couche liquide présente entre les deux matériaux. La géométrie axisymétrique imposée par le mode de chargement conduit à une instabilité du front qui a été étudiée en détail.

Chapitre 1

Adhésion et rupture des solides



(a) A. A. Griffith



(b) G. R. Irwin

Nous analysons, dans un premier temps, le problème de l'adhésion et la rupture des solides par des arguments d'échelle, ce qui permettra de capter l'essentiel de la physique de manière relativement simple. Nous proposerons, ensuite, une version plus rigoureuse. De manière générale, un problème de rupture peut se décomposer en un problème d'élasticité linéaire et un problème de critère de propagation. La deuxième partie s'intéresse donc au problème d'élasticité et introduit des concepts importants comme le taux de restitution de l'énergie et le facteur d'intensité des contraintes. La troisième partie traite le problème des critères de propagation et des mécanismes de dissipation en pointe de fissure. La dernière partie s'intéresse à la forme du front lorsqu'il se propage dans un matériau hétérogène. Nous présenterons dans un premier temps la déformation du front en présence d'une unique hétérogénéité, et, dans un second temps, nous exposerons le concept d'invariance d'échelle associé à la propagation d'un front en présence d'un grand nombre d'hétérogénéités.

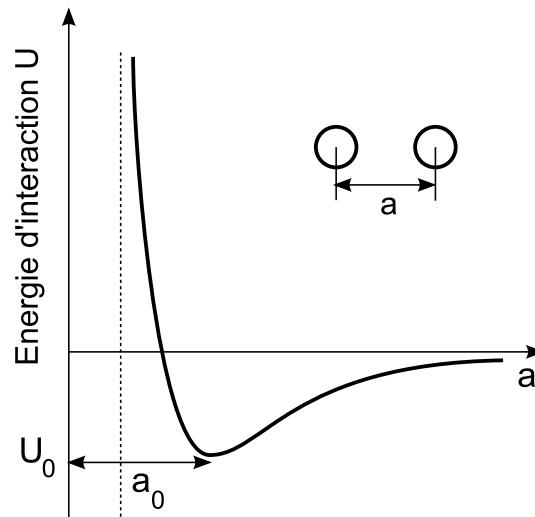


FIGURE 1.1 – Potentiel d'interaction entre deux particules, atomes, molécules, colloïdes. Deux échelles apparaissent : la longueur de la liaison a_0 et l'énergie de liaison U_0 .

1 Cohésion de la matière

L'un des enjeux fondamentaux de la mécanique de la rupture est d'établir un lien entre les caractéristiques microscopiques du matériau et son comportement macroscopique en terme de résistance à la rupture.

1.1 Attraction universelle

L'immense majorité des composés chimiques se trouvent dans un état condensé, liquide ou solide, dès lors qu'une température suffisamment basse est atteinte. A l'échelle microscopique, cela traduit la tendance des particules¹ à exercer entre elles une interaction attractive. L'existence d'un état condensé repose sur une forme "universelle" de l'énergie d'interaction entre particules : une répulsion intense à courtée portée, une attraction à moyenne distance, et enfin une interaction nulle à l'infini (Fig. 1.1). L'échelle de longueur a_0 et d'énergie U_0 caractérise ce potentiel. Il est possible d'exprimer simplement des grandeurs macroscopiques comme le module d'Young, noté E , à partir des deux échelles précédentes. Le développement limité de l'énergie U au voisinage du minimum s'écrit :

$$U(a) \approx U_0 + \frac{1}{2} \left(\frac{d^2U}{da^2} \right)_{a_0} \Delta a^2 \quad (1.1)$$

En réarrangeant les termes, on obtient une expression de la densité d'énergie du matériau lorsque les atomes se sont écartés de leur position d'équilibre :

$$\frac{U(a) - U_0}{a_0^3} \approx \frac{1}{2a_0} \left(\frac{d^2U}{da^2} \right)_{a_0} \left(\frac{\Delta a}{a_0} \right)^2 \quad (1.2)$$

1. Le terme de particules désigne de manière générique un atome, une molécule, un colloïde.

| Matériaux | E (GPa) | Γ (J.m ⁻²) | K_{Ic} (MPa√m) |
|------------------------|-----------|-------------------------------|------------------|
| Acier | 200 | - | - |
| Aluminium 7075-T6 | 72 | 7800 | 25 |
| Verre borosilicate | 70 | 9 | 0.8 |
| Epoxy | 2-3 | 200 | 0.4 |
| PMMA | 2 | - | - |
| Elastomère de silicone | 0.002 | - | - |

 TABLE 1.1 – Module d’Young E et énergie de fracture Γ de quelques matériaux.

Au niveau macroscopique, l’expression 1.2 s’identifie à la densité d’énergie élastique $\frac{1}{2}E\epsilon^2$ où $\epsilon = \Delta a/a_0$ étant l’allongement relatif du matériau. On en déduit la relation entre la courbure du puits $\left(\frac{d^2U}{da^2}\right)_{a_0}$ et le module d’Young E :

$$E \approx \frac{1}{a_0} \left(\frac{d^2U}{da^2} \right)_{a_0} \quad (1.3)$$

En ordre de grandeur, le module d’Young s’écrit comme une densité d’énergie volumique :

$$E \sim \frac{U_0}{a_0^3}$$

L’énergie de liaison des solides peut être estimée à partir de l’énergie de vaporisation U_{vap} (en J.m⁻³). Pour un solide covalent, U_{vap} est de l’ordre de 100kJ.mol⁻¹ soit 10⁻¹⁰J.m⁻³, la longueur de liaison est de l’ordre de $a_0 \sim 10^{-10}$ m, on obtient alors $E \sim 10$ GPa en bon accord avec les valeurs tabulées. Le GPa se révèle être une bonne unité de mesure de la rigidité des solides covalents ou ioniques, par contre, pour les élastomères, comme le caoutchouc, l’élasticité est d’origine entropique et le MPa est une unité plus appropriée (Fig. 1.1).

1.2 Energie de surface

La cohésion de la matière se manifeste aussi par l’existence d’une énergie de surface, notée γ . Elle est définie pour un liquide ou un solide, en contact avec une phase gazeuse, par rapport au travail γdA nécessaire pour créer réversiblement, à température constante, une surface élémentaire dA . Elle s’exprime en J.m⁻². Cette définition garantit que l’énergie de surface est une propriété intrinsèque du matériau et que nous pouvons l’estimer à partir de grandeurs microscopiques.

Pour un liquide à température T , l’énergie d’interaction par molécule est de l’ordre de $k_B T$ où k_B est la constante de Boltzmann. Les molécules en surface sont en interaction avec moitié moins de voisines si bien qu’elles ont un surcoût énergétique d’environ $\frac{1}{2}k_B T$. L’énergie de surface γ peut donc être estimée comme le rapport entre le surcoût énergétique et la surface a_0^2 occupée par une molécule :

$$\gamma \approx \frac{1}{2} \frac{k_B T}{a_0^2} \quad (1.4)$$

En prenant $a = 0.2\text{nm}$ et $k_B T = 3.10^{-21}\text{J}$ à $T = 300\text{K}$, on trouve $\gamma \approx 0.1\text{J.m}^{-2}$ ce qui correspond à une légère surestimation par rapport aux valeurs expérimentales qui sont plutôt de l'ordre de 0.01J.m^{-2} . L'énergie de surface des solides peut être estimée à partir de l'énergie de vaporisation U_{vap} :

$$\gamma \approx U_{vap} a_0 \quad (1.5)$$

En prenant une longueur de liaison $a_0 = 10^{-10}\text{m}$, on trouve alors des énergies de surface de quelques J.m^{-2} . Cette ordre de grandeur est en bon accord avec les données expérimentales. L'une des premières déterminations d'énergie de surface de solide remonte à l'expérience de clivage du mica réalisée par Obreimoff [103]. Il mesure une énergie de surface de 1.5J.m^{-2} .

A partir des énergies surfaces, on définit l'énergie de fracture Γ_A d'un matériau A comme :

$$\Gamma_A = 2\gamma_A \quad (1.6)$$

où γ_A est l'énergie de surface du matériau A. S'il s'agit d'un bimatériau c'est-à-dire d'un solide composé de deux matériaux en contact l'un avec l'autre, l'énergie de fracture $\Gamma_{A,B}$ d'une interface entre un matériau A et un matériau B s'écrit :

$$\Gamma_{A,B} = \gamma_A + \gamma_B \quad (1.7)$$

où γ_A (resp. γ_B) est l'énergie de surface du matériau A (resp. B). Il est intéressant de noter les lois d'échelles suivantes liant énergie de fracture Γ , module d'Young E , énergie de liaison U_0 et longueur de liaison a_0 :

$$\Gamma \sim a_0 E \sim \frac{U_0}{a_0^2}$$

Ces lois d'échelle sont raisonnables lorsque l'on traite de la rupture de matériau comme le verre mais elles sont clairement inadaptées pour la rupture des métaux où $E a_0 \ll \Gamma$ (voir tab. 1.1).

1.3 De l'élasticité linéaire à la rupture

L'expérience couramment employée pour déterminer les propriétés mécaniques d'un matériau est le test en traction. Un échantillon est maintenu par deux mors mobiles dont on mesure le déplacement relatif en fonction de la traction. La courbe typique de charge d'un métal est présentée dans la Fig. 1.2 où le chargement lointain σ_∞ (en N.m^{-2}) est tracé en fonction de l'allongement relatif $\Delta L/L$. A faible déformation, le matériau a une réponse linéaire élastique qui est quantifiée par le module d'Young. A plus forte déformation, la loi de comportement devient plus complexe à mesure que les atomes explorent les parties non-quadratiques du potentiel d'interaction (voir Fig. 1.1). Mais le régime qui nous intéresse désormais est celui qui conduit à la rupture. Nous distinguons trois classes de rupture :

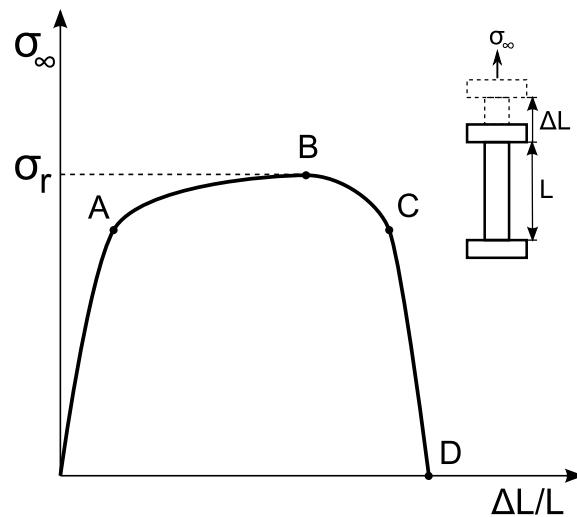
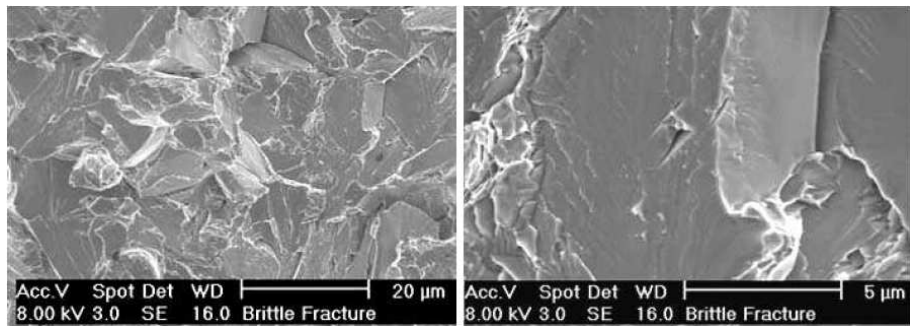


FIGURE 1.2 – Test en traction d'une éprouvette de longueur L soumise à un chargement σ_∞ .

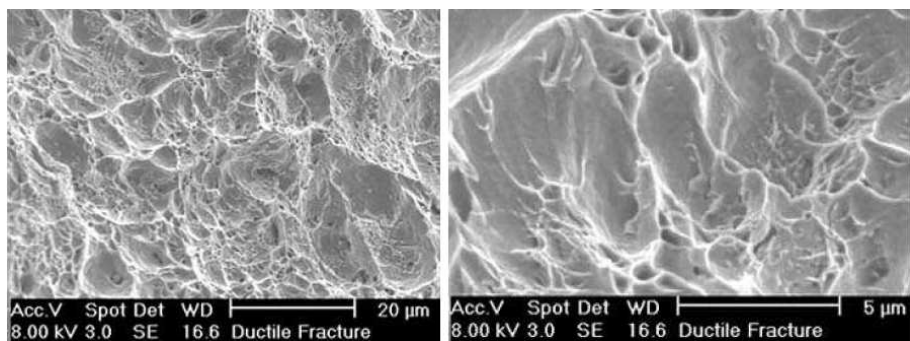
Rupture fragile Certains matériaux rompent lorsqu'ils sont dans le régime élastique linéaire, entre O et A sur la Fig. 1.2. Cette rupture est qualifiée de fragile et s'observe généralement pour les verres et les céramiques, plutôt à basse température, pour des fissures se propageant rapidement. Le travail de fracture correspond essentiellement au travail nécessaire pour créer deux interfaces, il est de ce fait directement relié à l'énergie de surface du matériau. On obtient des énergies de l'ordre de quelques J.m^{-2} .

Rupture ductile Lorsque le matériau rompt après s'être déformé plastiquement, la rupture est qualifiée de ductile et s'observe par exemple pour les métaux, les polymères, plutôt à haute température, pour des fissures lentes. La contribution des déformations plastiques au travail de fracture domine les énergies de surface. On peut obtenir des énergies de fracturation de l'ordre de 10 à plus de 1000J.m^{-2} . D'un point de vue pratique, les matériaux dissipant beaucoup d'énergie, comme les métaux ou les élastomères, sont très prisés dans l'industrie et leurs propriétés mécaniques sont sans cesse optimisées à cet effet.

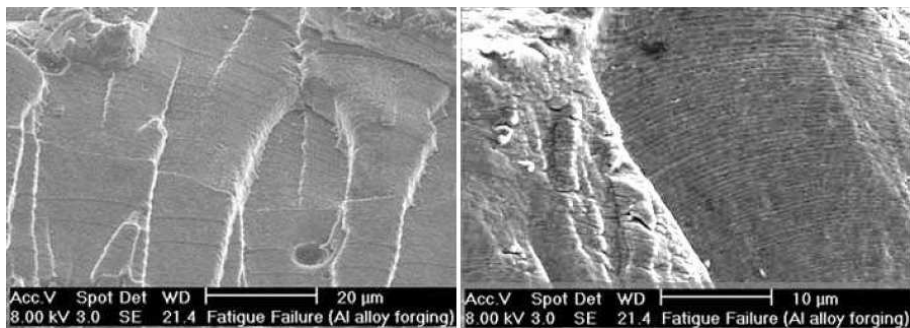
Rupture par fatigue Le terme de fatigue regroupe un certain nombre de modes de rupture qui ont en commun des vitesses de propagation de fissure très lentes, de quelques $\mu\text{m.s}^{-1}$ à quelques 0.1nm.s^{-1} . Un mode très connu est celui qui consiste à rompre un matériau par application d'un chargement périodique, c'est de cette manière qu'on peut casser un fil de fer beaucoup plus facilement qu'en exerçant une simple traction. Les surfaces ainsi fracturées présentent des stries caractéristiques (Fig. 1.3(c)). Un autre mécanisme est la corrosion sous contrainte qui intervient lorsqu'un matériau sous chargement constant est soumis à des processus chimiques. L'humidité de l'air est par exemple connue pour diminuer le seuil de rupture de matériau comme le verre. Enfin, il peut arriver qu'un matériau soumis à un chargement constant flue au niveau de la pointe de fissure. Ce phénomène, lié à des réarrange-



(a)



(b)



(c)

FIGURE 1.3 – a) Surface en acier après rupture par impact à une température de -190°C . La présence de surfaces facétées est la signature d’une rupture fragile. b) Surface en acier après rupture par impact à température ambiante. La présence de multiples cavités est la signature d’une rupture ductile par initiation et coalescence de microcavités. c) Surface d’un alliage d’aluminium après rupture par fatigue. Les lignes visibles à plus grand grossissement sur l’image de droite sont appelées des striations de fatigue. Elles sont causées dans ce cas par un chargement oscillant, une strie correspond à l’avancée de la fissure pendant une période (d’après [142]).

ments plastiques, peut être responsable, soit, d'un arrêt de la propagation, soit, au contraire, d'une propagation lente [135].

Quelque soit le type de rupture, on peut toujours définir une contrainte de rupture comme étant la contrainte maximale que l'échantillon peut supporter avant de casser :

$$\sigma_r = \max(\sigma(\epsilon)) \quad (1.8)$$

A l'aide d'un bilan d'énergie, nous allons établir un premier critère de rupture. Comme précédemment, notre raisonnement sera basé sur l'existence d'une échelle de longueur a_0 et d'une échelle d'énergie U_0 . On considère, pour simplifier, un cristal parfait avec des plans atomiques séparés d'une distance a_0 . Tout au long du test de traction et jusqu'à sa rupture, l'échantillon suit un comportement élastique linéaire régit par la loi de Hooke, sa densité d'énergie élastique est donc donnée par :

$$u_E = \frac{1}{2} \frac{\sigma^2}{E} \quad (1.9)$$

où u_E est la densité d'énergie élastique en J.m^{-3} et σ la contrainte. Le matériau se fracture lorsque l'énergie élastique emmagasinée en volume est suffisante pour fracturer les L/a_0 plans cristallins du solide. En ordre de grandeur, cela se traduit par :

$$\frac{\sigma_r^2}{E} LS \sim \Gamma \frac{L}{a_0} S \quad (1.10)$$

où σ_r est la contrainte théorique de rupture, Γ l'énergie de fracture, S la surface des plans cristallins. On trouve alors une expression de la contrainte théorique de rupture [39, 105] :

$$\sigma_r^{th} = \sqrt{\frac{\Gamma E}{a_0}} \quad (1.11)$$

où Γ est l'énergie de fracture, E le module d'Young, a_0 la distance entre plans atomiques. A l'aide d'arguments un peu plus sophistiqués, Orowan [105] propose la même estimation de σ_r^{th} . Pour gagner en généralité, nous n'avons pas utilisé l'argument d'échelle précédent : $\Gamma \sim a_0 E$ qui n'est valable que pour la rupture fragile.

On est alors tenté de proposer le critère de propagation de fissure suivant :

$$\sigma_\infty > \sigma_r^{th} \quad (1.12)$$

En prenant l'exemple du verre, on peut directement écrire en ordre de grandeur : $\sigma_r^{th}(\text{verre}) \approx E \approx 10^{10} \text{J.m}^{-3}$. Ce critère marche relativement bien pour des matériaux très particuliers comme des fibres de verre très fines ou des monocristaux. Mais dans la grande majorité des cas, les contraintes de rupture mesurées expérimentalement sont constamment plus faibles que les estimations théoriques : $10^{-2} \sigma_r^{th}$ ou moins pour les verres, $10^{-1} \sigma_r^{th}$ pour les métaux. Griffith [50] trouva l'origine du désaccord : les microfissures présentes dans le matériau influent dramatiquement sur sa résistance en focalisant le champ de contraintes. Nous allons modifier les arguments précédents en ajoutant une échelle de longueur supplémentaire : la taille l d'une microfissure.

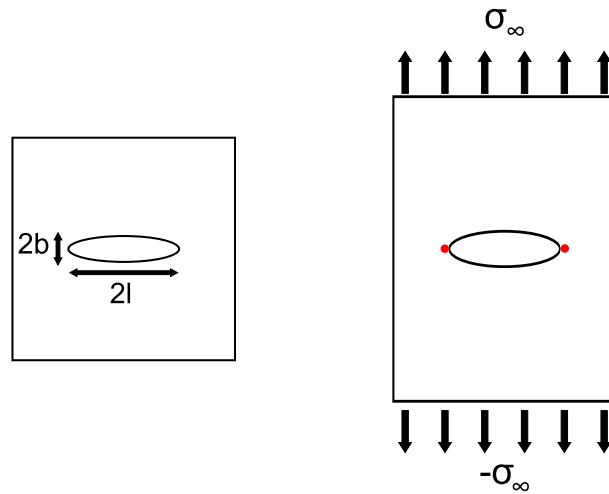


FIGURE 1.4 – A gauche, plaque élastique percée par un trou elliptique. A droite, la même plaque sous un chargement lointain σ_∞ . Les points rouges désignent les endroits où le champ de contrainte est maximal.

2 Les fondements de la mécanique linéaire de la rupture

2.1 La théorie en bref

Ce qu'il y a d'erroné dans le critère proposé précédemment, ce n'est pas l'évaluation de la contrainte de rupture théorique mais l'hypothèse que l'intensité des contraintes est homogène dans le matériau. Nous allons voir que les microfissures focalisent les contraintes et donc l'énergie élastique si bien que les seuils de rupture sont atteints bien plus tôt. Plusieurs travaux ont portés sur la modification du champ de contrainte dans un matériau par la présence d'une cavité. En particulier, Inglis [59] considère une plaque mince traversée par une cavité elliptique (de demi-axes $l > b$) supposée petite devant la taille de la plaque (Fig. 1.4). Lorsque la plaque est soumise à un chargement uniaxial à l'infini, il montre alors que la densité d'énergie élastique n'est pas uniformément répartie mais qu'elle se trouve concentrée aux extrémités du grand axe de l'ellipse (points rouges de la figure 1.4). Il calcule la contrainte normale dans l'axe de la fissure :

$$\sigma_{yy} = \sigma_\infty \frac{1}{\sqrt{\left(\frac{x}{l}\right)^2 - 1}} \quad (1.13)$$

On aimerait pouvoir dire que la fissure se propage lorsque la contrainte dépasse un seuil. Seulement la contrainte diverge en $x = l$, cela conduirait à dire que toute fissure est instable ce qui est en contradiction avec l'expérience. En réalité, au voisinage de la pointe de la fissure, l'élasticité linéaire n'est plus valide : des lois de comportement plus complexes (élasticité non linéaire, déformations visco-plastiques, ...) régularisent la singularité. Dans le cas d'une rupture fragile idéale, on pose généralement que la taille de la zone de dissipation est de l'ordre de grandeur de la distance interatomique

[76]. Nous pouvons ainsi estimer la contrainte maximale en tête de fissure en faisant un développement de l'expression 1.13 autour de $x = l + a_0$:

$$\sigma_{max} = \sigma_{\infty} \sqrt{\frac{l}{2a_0}} \quad (1.14)$$

En écrivant que la fissure se propage dès que $\sigma_{max} > \sigma_r^{th}$, nous avons un nouveau critère de rupture :

$$\sigma_{\infty} > \sqrt{\frac{2\Gamma E}{l}} \quad (1.15)$$

Par rapport au premier critère énoncé dans la partie précédente, nous avons formellement remplacé la distance interatomique a_0 par la longueur de la fissure l . Le seuil de rupture est donc clairement abaissé. De plus, ce critère rend compte du fait que les grandes fissures sont plus dangereuses pour l'intégrité d'un matériau que les petites.

En posant $K = \sigma_{\infty} \sqrt{l}$, $K_c = 2\sqrt{E\Gamma}$ et $G = \frac{1}{2E} \sigma_{\infty}^2 l = \frac{1}{2} \frac{K^2}{E}$, nous pouvons reformuler l'inégalité 1.15 pour obtenir le critère de propagation de Griffith :

$$G > \Gamma \quad (1.16)$$

où G , appelé le taux de restitution de l'énergie, sera défini rigoureusement par la suite. Un autre critère de propagation est dû à Irwin :

$$K > K_c \quad (1.17)$$

où K est appelé facteur d'intensité des contraintes (FIC) et K_c la ténacité du matériau. Le tableau 1.1 donne quelques valeurs caractéristiques de FIC et d'énergie de rupture.

Les deux parties suivantes établissent le cadre théorique conduisant aux résultats que nous avons obtenus par des arguments d'échelle.

2.2 Flux d'énergie élastique vers la fissure

2.2.1 Modes de rupture.

On distingue usuellement trois modes de rupture définis à partir des symétries du champ élastique en pointe de fissure (Fig. 1.5). Le mode I ou mode d'ouverture correspond à la séparation des lèvres de la fissure sous l'action d'une contrainte de traction. Le mode II ou mode de glissement (ou de cisaillement) correspond à un cisaillement des lèvres perpendiculairement à la fissure. Le mode III ou mode de déchirement (ou mode de cisaillement hors du plan de la fissure) correspond à un cisaillement des lèvres parallèlement à la fissure. Ces modes de rupture ne sont définis que localement au niveau de la pointe de la fissure. A l'exception de configurations très simples pour des matériaux homogènes isotropes, les symétries du champ de déplacement ne se déduisent pas aisément du mode de chargement lointain. Nous verrons que le chargement en ouverture d'une fissure à l'interface de deux matériaux différents produit du cisaillement. De même, lorsqu'un front de

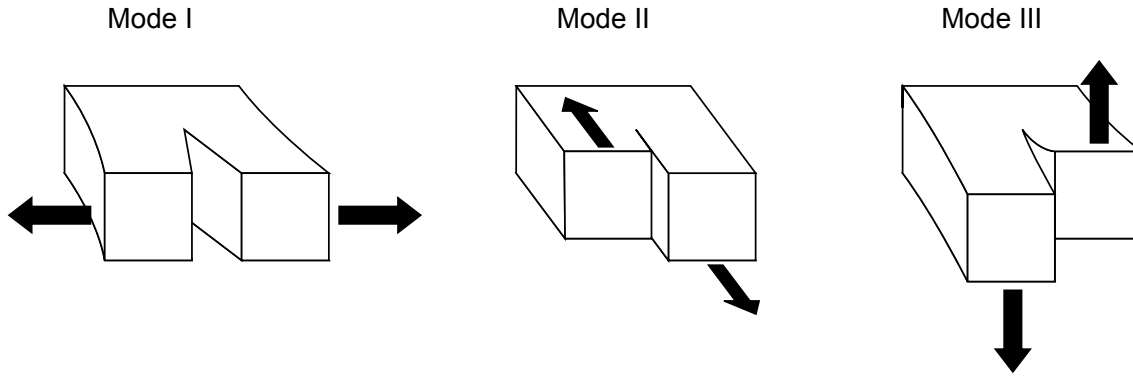


FIGURE 1.5 – Modes de rupture

fissure se propageant dans un matériau hétérogène présente de fortes fluctuations, les modes II et III peuvent apparaître. Par la suite, si aucune précision n'est apportée, le mode de rupture sera le mode I pur.

2.2.2 Taux de restitution de l'énergie G

Griffith aborde le problème de rupture par une méthode énergétique mais sa théorie de Griffith peut être dérivée rigoureusement à partir des principes de la thermodynamique [76, 89, 116]. On considère un matériau élastique présentant une fissure de longueur l et d'aire A et soumis à un chargement lointain. La seule inconnue du problème est la position d'équilibre de la fissure, elle est définie comme la position qui minimise l'énergie totale du système. Ecrivons l'énergie totale U en ne gardant que les termes qui dépendent de la position de la fissure.

$$U = U_E + U_P + U_S = U_M + U_S \quad (1.18)$$

où U_M est l'énergie mécanique, U_E est l'énergie potentielle élastique, U_P l'énergie potentielle de la charge appliquée et U_S l'énergie potentielle de surface.

Supposons que la fissure se déplace et balaie une surface dA , la variation d'énergie totale associée s'écrit :

$$dU = \left(\frac{\partial U_M}{\partial A} + \frac{\partial U_S}{\partial A} \right) dA \quad (1.19)$$

Irwin introduit le concept de taux de restitution de l'énergie [61, 62], noté G , égale à la variation d'énergie mécanique par unité de surface nouvellement créée :

$$G = - \left(\frac{\partial U_M}{\partial A} \right)_P = - \left(\frac{\partial U_E}{\partial A} + \frac{\partial U_P}{\partial A} \right)_P = - \left(\frac{\partial U_E}{\partial A} \right)_\delta \quad (1.20)$$

Les indices spécifient les conditions aux limites à l'infini : chargement imposé (P) ou déplacement imposé (δ). En définissant l'énergie de fracture Γ :

$$\Gamma = \frac{\partial U_S}{\partial A} \quad (1.21)$$

on peut alors réécrire la variation de l'énergie totale de manière plus condensée :

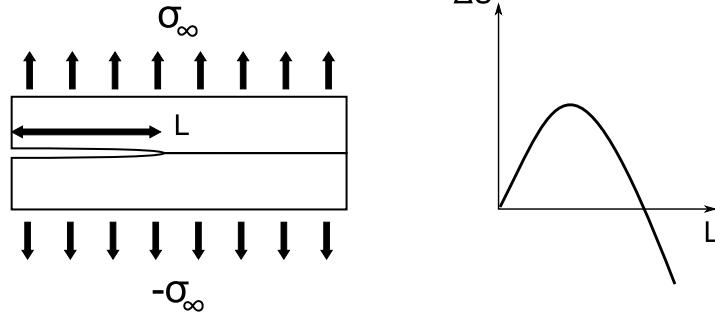
$$dU = -(G - \Gamma)dA \quad (1.22)$$

Il sera utile par la suite d'introduire le concept de force d'extension de la fissure \mathcal{G} [116] égale à la variation d'énergie totale par unité de surface nouvellement créée :

$$dU = -\mathcal{G}dA \quad (1.23)$$

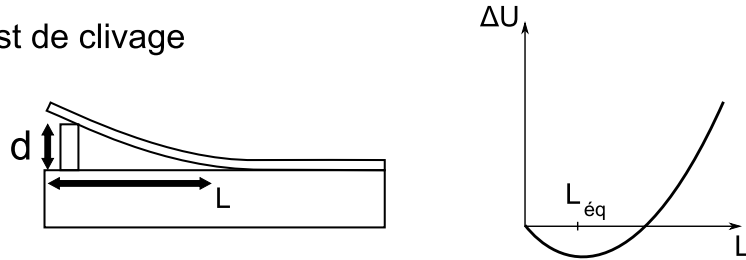
Nous allons maintenant donner deux exemples de calculs de \mathcal{G} .

Test en traction



(a) Test à chargement lointain σ_∞ imposé. A gauche, énergie totale du système ΔU en fonction de la longueur de la fissure L . La courbe présente un maximum correspondant à une position d'équilibre instable pour la fissure.

Test de clivage



(b) Test à déplacement d imposé. A gauche, énergie totale du système ΔU en fonction de la longueur de la fissure L . La courbe présente un minimum correspondant à une position d'équilibre stable pour la fissure.

FIGURE 1.6 – Différents tests de rupture. a) Test en traction considéré par Griffith [50]. b) Test de clivage considéré par Obreimoff [103].

Test de traction La configuration étudiée est présentée dans la Fig. 1.6(a) et nous allons simplement utiliser des lois d'échelle qui captent l'essentiel de la physique. Nous allons calculer la variation d'énergie libre d'une plaque d'épaisseur w , de surface L^2 ($L \gg w$) lorsqu'une fissure de longueur l apparaît. La présence de la fissure permet de relaxer l'énergie mécanique dans un volume variant comme wl^2 :

$$\Delta U_M \sim -\frac{\sigma_\infty^2}{E}wl^2 \quad (1.24)$$

L'énergie de surface a augmenté :

$$\Delta U_S \sim \Gamma l w \quad (1.25)$$

La variation d'énergie totale, représentée dans la Fig. 1.6(b) à droite, prend la forme suivante :

$$\Delta U \sim -\frac{\sigma_\infty^2}{E} l^2 w + \Gamma l w \quad (1.26)$$

Le taux de restitution de l'énergie G vaut alors :

$$G = -\frac{d\Delta U}{dA} \sim \frac{\sigma_\infty^2}{E} l \quad (1.27)$$

et l'on retrouve l'expression de G qui a conduit au critère de Griffith 1.16. Le calcul exact donne :

$$G = \frac{2\pi\sigma_\infty^2}{E} l \quad (1.28)$$

Test de clivage On se place dans la configuration de la Fig. 1.6(b). Un coin impose une déflexion d créant une fissure de longueur l . L'énergie élastique est essentiellement sous forme d'énergie de courbure donc proportionnelle au carré de la courbure de la plaque $C^2 \sim \left(\frac{d}{l^2}\right)^2$:

$$\Delta U_E \sim B \frac{d^2}{l^4} l w \quad (1.29)$$

Pour un chargement à déplacement imposé $\Delta U_P = 0$. L'énergie de surface a augmenté :

$$\Delta U_S \sim \Gamma l w \quad (1.30)$$

La variation d'énergie totale, représentée dans la Fig. 1.6(b) à droite, prend alors la forme :

$$\Delta U \sim B \frac{d^2}{l^3} w + \Gamma l w \quad (1.31)$$

Le taux de restitution de l'énergie vaut :

$$G \sim B \frac{d^2}{l^4} \quad (1.32)$$

Le résultat sera dérivé rigoureusement dans le chapitre 3. Au début de cette partie, nous avons insisté sur le fait que le comportement de la fissure était dominé par la forme du champ élastique au voisinage de la pointe. L'objet du paragraphe suivant est de présenter plus en détail le traitement de la singularité de la contrainte.

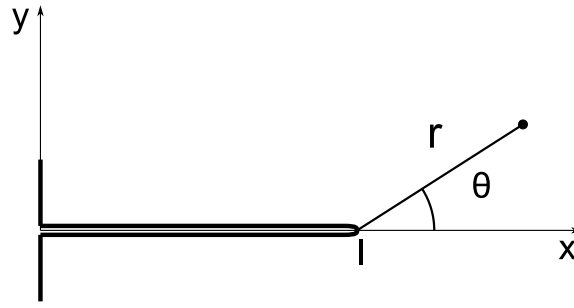


FIGURE 1.7 – Système de coordonnées locales à la pointe de la fissure.

2.2.3 Champ élastique au voisinage de la pointe de fissure

On considère un milieu infini présentant une fissure plane. Le champ élastique au voisinage de la pointe de fissure est donné par le développement suivant [60, 134, 139, 141] :

$$\sigma_{ij} = \frac{1}{\sqrt{2\pi r}} (K_I \cdot f_{ij}^I(\theta) + K_{II} \cdot f_{ij}^{II}(\theta) + K_{III} \cdot f_{ij}^{III}(\theta)) \quad (1.33)$$

et

$$u_i = \frac{1}{2E} \sqrt{\frac{r}{2\pi}} (K_I \cdot g_i^I(\theta) + K_{II} \cdot g_i^{II}(\theta) + K_{III} \cdot g_i^{III}(\theta)) \quad (1.34)$$

où $\sigma_{i,j}$ et u_i sont respectivement les champs de contrainte et de déplacement, K_I , K_{II} et K_{III} sont les facteurs d'intensité des contraintes (FIC) associés aux trois modes de rupture et s'expriment en $\text{Pa}\sqrt{\text{m}}$. Ils sont déterminés à partir des conditions aux limites à l'infini. Par contre la singularité en $r^{-\frac{1}{2}}$ et les fonctions f_{ij} et g_i sont indépendantes des conditions aux limites. Ainsi la donnée des 3 FIC déterminent entièrement le champ élastique au voisinage de la pointe. A titre d'exemple, calculons le facteur d'intensité des contraintes en mode I pour $\theta = 0$ à partir de l'équation 1.13. Un développement autour de $x = l + r$, où $r \ll l$, donne :

$$\sigma = \frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \quad (1.35)$$

où $K_I = \sigma_\infty \sqrt{\pi l}$. On retrouve ainsi l'expression du FIC qui a conduit à l'établissement du critère d'Irwin 1.17.

Fissure interfaciale On appelle fissure interfaciale, une fissure qui se propage à l'interface de deux matériaux. Cette situation est rencontrée dans les problèmes d'adhésion où l'on étudie le décollement d'un matériau adhérent à un substrat. On définit alors un champ de contrainte complexe $\underline{\sigma} = \sigma + i\tau$ où σ et τ sont respectivement la contrainte d'ouverture et de cisaillement. Au voisinage de la pointe de fissure, le terme singulier de la contrainte complexe s'écrit [58, 78] :

$$\underline{\sigma} \sim \underline{K} r^{-\frac{1}{2} + i\epsilon} \quad (1.36)$$

avec $i^2 = -1$, $\underline{K} = K_1 + iK_2$ est le FIC complexe, ϵ est une constante caractérisant le désaccord mécanique entre les deux matériaux. Si les matériaux sont identiques, $\epsilon = 0$, $K_1 = K_I$ et $K_2 = K_{II}$, les expressions 1.33 et 1.34 sont retrouvées. La forme du champ proposée présente deux particularités :

- l'exposant $i\epsilon$ conduit à une oscillation du champ élastique qui devient infiniment rapide à l'approche de la pointe de la fissure. On admet généralement que ces phénomènes apparaissent dans la zone de dissipation où les équations de l'élasticité linéaire ne sont de toute façon plus valides
- il n'est plus possible de décomposer une rupture en trois modes indépendants associés à 3 FIC . Un chargement lointain en mode d'ouverture peut provoquer du cisaillement au niveau de la pointe de fissure. Cette situation est illustrée par la figure 1.8. Prenons pour simplifier le cas d'une fissure en mode d'ouverture (Fig. 1.8, à droite), l'importance du mode de cisaillement peut être quantifiée en calculant le taux de mode mixte $\Psi = \tan^{-1} \left(\frac{K_2}{K_1} \right)$. Ψ est d'autant plus grand et le cisaillement important que les matériaux ont des propriétés mécaniques ou des caractéristiques géométriques différentes.

Nous avons mis en évidence deux grandeurs, le taux de restitution et le facteur d'intensité des contraintes, caractérisant le champ élastique d'un matériau fissuré. Voyons maintenant quel lien les unis.

2.2.4 Equivalence entre G et K

En 1957, Irwin calcule le travail exercé par les termes singuliers du champ élastique pour refermer une fissure et montre qu'il est égal au taux de restitution de l'énergie G . Cette identité se traduit par [76, 78] :

$$G = \frac{1}{E} (K_I^2 + K_{II}^2) + \frac{1 + \nu}{E} K_{III}^2 \quad (1.37)$$

où E et ν sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson. L'expression 1.37 est très importante. Sauf dans des géométries très simples, il est en général difficile de trouver l'expression du taux de restitution de l'énergie, par contre il existe des méthodes puissantes permettant de calculer directement les facteurs d'intensité des contraintes. La relation entre G et K a d'abord été établie dans le cadre d'une rupture fragile mais peut être étendue au cas d'une rupture ductile dans l'hypothèse de séparation d'échelle c'est-à-dire lorsque les processus de dissipation sont confinés dans une zone beaucoup plus petite que les dimensions du matériau.

Dans le cas d'une fissure interfaciale, on a aussi une relation entre G et les FIC, K_1 et K_2 . Prenons toujours le cas d'un mode d'ouverture (Fig. 1.8, à droite) [58] :

$$G = \frac{1}{E^*} (K_1^2 + K_2^2) = \frac{1}{E^*} K_1^2 (1 + \tan^2 \Psi) \quad (1.38)$$

où E^* est une quantité homogène au module d'Young prenant en compte le désaccord mécanique entre les deux matériaux. K_1 et K_2 sont la composante réelle et imaginaire du facteur d'intensité des contraintes complexe introduit dans la relation 1.36 et Ψ le taux de mode mixte.

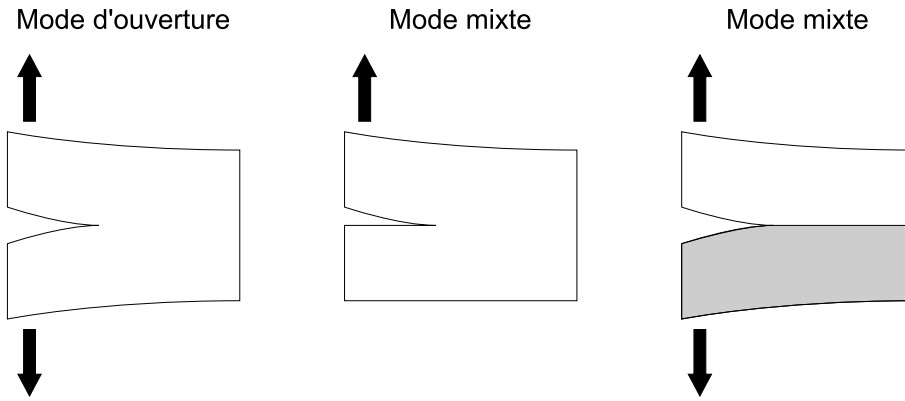


FIGURE 1.8 – A gauche, chargement en ouverture d’un matériau homogène isotrope conduisant à une rupture en mode I pur. Au milieu, chargement asymétrique conduisant localement à une rupture en mode mixte : $K_{II} \neq 0$. K_{II} tend vers 0 pour les faibles ouvertures. A droite, chargement en ouverture d’un échantillon composé de deux matériaux aux propriétés mécaniques et/ou géométriques différentes. Cette asymétrie conduit à une rupture en mode mixte. K_{II} tend vers 0 lorsque les deux matériaux sont identiques : même module d’Young et coefficient de Poisson et même épaisseur.

Dans la partie suivante, nous allons utiliser les concepts de taux de restitution de l’énergie et de facteur d’intensité des contraintes pour établir des critères de propagation de fissure.

2.3 Critères de propagation

2.3.1 Critère de Griffith

Connaissant le mode de chargement, la géométrie et les propriétés mécaniques du matériau, nous pouvons calculer le taux de restitution de l’énergie. Dans le cas particulier où le matériau se trouve à l’équilibre, on peut relier l’énergie élastique stockée en volume dans le matériau avec l’énergie de fracture associée à la création d’une interface. Il suffit d’écrire que l’équilibre correspond à un extremum de l’énergie libre, $dU = 0$, ce qui donne grâce à la relation 1.22 :

$$\mathcal{G} = 0 \text{ ou } G = \Gamma \quad (1.39)$$

l’équation 1.39 est appelée le critère d’équilibre de Griffith. Lorsque $\mathcal{G} \neq 0$, la fissure se déplace spontanément vers une nouvelle position d’équilibre. Le sens de déplacement doit satisfaire la condition $dU < 0$. Si $\mathcal{G} > 0$ alors, d’après l’équation 1.22, $dA > 0$: la fissure avance. Si $\mathcal{G} < 0$, la fissure recule.

Pour connaître la stabilité de l’équilibre définie par l’équation 1.39, il faut calculer les dérivées secondes de l’énergie libre. Le critère de stabilité s’écrit alors :

$$-\frac{\partial^2 U}{\partial A^2} = \frac{\partial G}{\partial A} < 0 \quad (1.40)$$

Autrement dit, la fissure est stable si le taux de restitution de l'énergie diminue avec la propagation de la fissure. Appliquons maintenant ces résultats sur deux exemples.

Test de traction En utilisant le critère d'équilibre de Griffith, on en déduit la relation suivante entre la position d'équilibre de la fissure l_{eq} et l'énergie de fracture :

$$l_{eq} \sim \frac{E\Gamma}{\sigma_\infty} \quad (1.41)$$

En ce qui concerne la stabilité, on a $\frac{\partial G}{\partial A} \sim \frac{2\pi\sigma_\infty^2}{E} > 0$, l'équilibre de la fissure est instable et elle se propage à travers tout le matériau sitôt que la contrainte a dépassé un certain seuil. Il est alors plus judicieux de définir une contrainte seuil de rupture pour une fissure préexistente de longueur l donnée :

$$\sigma_\infty^c \sim \sqrt{\frac{E\Gamma}{l}} \quad (1.42)$$

Test de clivage Dans le cas du test de clivage, la position d'équilibre de la fissure pour un chargement donné s'écrit :

$$l_{eq} \sim \left(\frac{B}{\Gamma}\right)^{\frac{1}{4}} \sqrt{d} \quad (1.43)$$

Analysons la stabilité de l'équilibre : $\frac{\partial G}{\partial A} \sim -B\frac{d^2}{l^3} < 0$, ce qui signifie que pour une déflexion d donnée, il existe toujours une position d'équilibre stable. Cette géométrie a l'avantage de permettre d'étudier la propagation quasistatique d'une fissure et de minimiser, lorsque les vitesses sont suffisamment faibles, les effets visco-élastiques.

2.3.2 Critère d'Irwin-Orowan

Dans ces conditions, en s'appuyant sur le critère d'équilibre de Griffith et de la relation entre taux de restitution de l'énergie et facteur d'intensité des contraintes, on établit le critère d'équilibre dû à Irwin :

$$K_I = K_{Ic} \quad (1.44)$$

Le concept de facteur d'intensité des contraintes est essentiellement un concept d'élasticité linéaire. Il s'en suit que la ténacité est liée à une rupture élastique et il n'est pas évident qu'elle soit une grandeur intrinsèque d'un matériau. En réalité, on peut montrer que sous l'hypothèse de séparation d'échelle, les concepts de taux de restitution d'énergie et de facteur d'intensité des contraintes sont équivalents et ce n'est que par commodité que l'on en préfère l'un à l'autre. Le critère de stabilité s'écrit :

$$\frac{\partial K}{\partial A} < 0 \quad (1.45)$$

A l'exception des verres, la théorie de Griffith prédit des énergies de fracture de plusieurs ordres de grandeur supérieures au travail thermodynamique d'adhésion. En analysant les faciès de surfaces fracturés aux rayons X, Irwin a remarqué que le

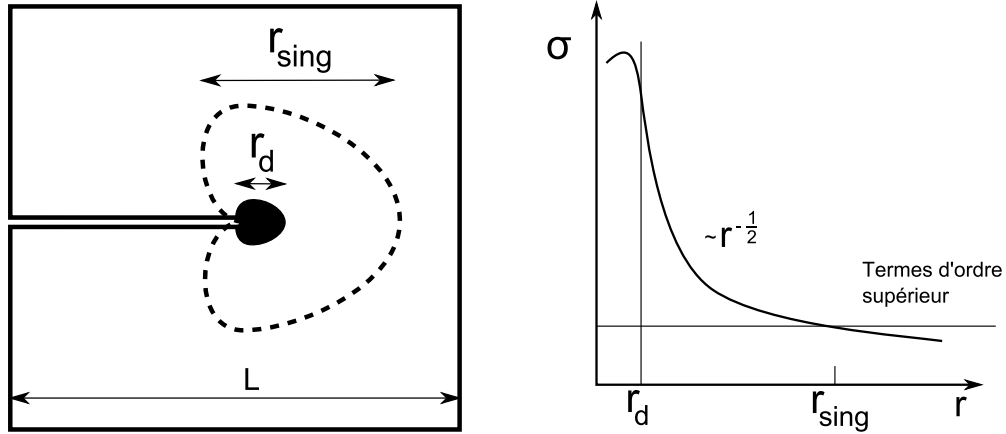


FIGURE 1.9 – Séparation d'échelle autour de la pointe de la fissure

matériau avait subi des déformations plastiques. Irwin et, de manière indépendante, Orowan, ont proposé que l'énergie de fracture était en fait la somme de deux termes, l'un est dû à la création d'une interface, l'autre aux effets visco-plastiques en pointe de fissure :

$$\Gamma = 2\gamma + 2\gamma_p \quad (1.46)$$

A la différence de γ , γ_p n'est pas une grandeur caractéristique du matériau, elle dépend en général de la géométrie du chargement et de l'histoire des sollicitations. Très souvent, $\gamma_p \gg \gamma$. L'extension du critère de Griffith-Irwin au cas de la rupture ductile nécessite quelques précautions. En effet, il faut pouvoir utiliser la théorie de l'élasticité linéaire pour calculer, G ou K , lors d'un processus où les effets de plasticité ne peuvent pas être ignorés. Irwin, constatant que les déformations plastiques étaient très souvent localisées en pointe de fissure, montra que la Théorie Élastique Linéaire de la Rupture était valide en présence de plasticité si on pouvait faire une hypothèse de séparation d'échelle. On définit une zone dissipative autour de la pointe de la fissure qui s'étend sur échelle de taille r_{diss} , si la taille de l'échantillon L est grande devant r_{diss} alors l'énergie dissipée ne correspond qu'à une petite fraction de l'énergie élastique du système et il est légitime de considérer que le matériau répond essentiellement de manière linéaire élastique. On définit ensuite une zone autour de la fissure de taille r_{sing} où la partie singulière du champ élastique constitue une bonne approximation. L'hypothèse de séparation d'échelle s'écrit alors :

$$r_d \ll r_{sing} < L \quad (1.47)$$

Lorsque cette hypothèse est vérifiée, le champ élastique vu par la zone de dissipation correspond aux termes singuliers calculés dans le cas d'un milieu infini. Bien que les processus de dissipation soient particuliers au matériau et à la nature de la sollicitation, le problème est considérablement simplifié car les conditions aux limites sont celles du champ élastique singulier dont la forme est cette fois indépendante de la géométrie et du chargement.

2.3.3 Stabilité hors du plan

Le critère de Griffith ou d'Irwin ne donne aucune information sur la direction de propagation du front. En fait, on peut interpréter le taux de restitution de l'énergie G comme une force dont la direction est tangente à la fissure et qui tire la ligne vers l'avant si elle est plus importante que Γ [1]. Pour connaître la direction, il faut un autre critère. Il existe en réalité un nombre assez conséquent de critères prédisant le chemin emprunté par la fissure dont on peut trouver une revue dans la référence [96]. Citons, par exemple, le principe de symétrie locale pour lequel la fissure se propage dans la direction où K_{II} , le facteur d'intensité des contraintes en mode II, s'annule [47], le critère du maximum du taux de restitution de l'énergie pour lequel la fissure se propage dans la direction où G est maximale [57] ou encore le critère du maximum de la contrainte circonférentielle en extension (en anglais, maximum tensile hoop stress) [34]. Les prédictions de ces différents critères sont sensiblement les mêmes mais les travaux de Amestoy *et al.* ont montré que des différences interviennent pour des déplacements de fissure de taille finie [4]. En milieu homogène isotrope, une fissure a donc tendance à se propager en mode I et à minimiser le cisaillement en pointe. La propagation peut quand même se produire en mode mixte lorsqu'il existe un plan de faiblesse comme dans le cas d'une fissure interfaciale [58].

2.3.4 Propagation quasi-statique

On parle de propagation quasi-statique lorsque l'on peut négliger les effets d'inertie. Reprenons l'exemple du test de clivage et supposons que la déflexion d n'est plus fixée mais varie suffisamment lentement, à la vitesse \dot{d} , pour que le critère de Griffith soit vérifié à chaque instant. En identifiant G à Γ dans l'expression 1.32, on en déduit que la vitesse d'avancée de la fissure $v = \dot{l}_{eq}$ est proportionnelle à \dot{d} :

$$v \sim \frac{\dot{d}}{\sqrt{d}} \left(\frac{B}{\Gamma} \right)^{\frac{1}{4}} \quad (1.48)$$

Cette proportionnalité est rarement observée en pratique : la dynamique est plus souvent gouvernée par les effets de retard liés à la visco-élasticité du matériau et aux réactions chimiques en tête de fissure. Il est possible de reformuler la théorie de Griffith dans le cadre de la thermodynamique des processus irréversibles tant que la fissure se trouve faiblement hors d'équilibre. Si on note \dot{h} la vitesse locale du front, le taux de production d'entropie Λ s'écrit [76, 114, 116] :

$$\Lambda = \frac{1}{T} \int (G - 2\gamma) \dot{h} ds \geq 0 \quad (1.49)$$

où s est la coordonnée curviligne le long du front, l'intégration porte sur toute la longueur du front de fissure, T est la température, G le taux de restitution de l'énergie, γ l'énergie de surface dans le vide. Pour une fissure rectiligne, $h(s) \equiv h$, le critère de propagation de Griffith généralisé s'écrit alors :

$$(G - 2\gamma) \dot{h} \geq 0 \quad (1.50)$$

L'inégalité 1.50 indique que la vitesse et la force d'extention de la fissure $\mathcal{G} = G - 2\gamma$ sont toujours de même signe : si $G > 2\gamma$, la vitesse est positive et la fissure avance. Si $G < 2\gamma$, la fissure recule et à l'équilibre $G = 2\gamma$. En généralisant ainsi le critère de Griffith, nous obtenons une équation du mouvement de la fissure liant v à $\mathcal{G} = G - 2\gamma$. En utilisant des méthodes classiques de calcul, l'expression de G peut être connue sans avoir recours à un modèle particulier. A l'inverse, il est toujours nécessaire d'introduire des lois de comportement rhéologiques pour tenir compte de la viscoélasticité et des déformations plastique pour évaluer le terme de création d'entropie Λ . La phénoménologie des processus dissipatifs à la pointe de la fissure est très riche et inclue les déformations plastiques, des processus de dissipation plus complexes comme la fibrillation, les craquelures, la cavitation. Cette diversité rend évidemment la dérivation d'une équation du mouvement à partir des premiers principes excessivement ardue. Des modèles de propagation viscoélastique ont été proposés [7, 48, 55, 123, 124]. Ils diffèrent entre eux suivant la modélisation de la dissipation en tête de fissure, l'utilisation d'un comportement mécanique linéaire ou non, les régimes de vitesse envisagés.

Dans le domaine de l'adhésion d'élastomères sur substrats rigides, des prédictions ont pu être faites à l'aide d'arguments portant sur le comportement des chaînes de polymères en interaction avec le substrat. A l'aide d'un modèle d'extraction de chaînes, De Gennes *et al.* ont proposé une dépendance linéaire entre la vitesse et G . Cette prédiction n'a été que très rarement vérifiée [18, 31]. Chaudhury *et al.* ont proposé un modèle de rupture de chaînes facilitée par activation thermique (équation d'Eyring) dans le contexte d'une adhésion chimique forte entre l'élastomère et son substrat. Une dépendance logarithmique de G avec la vitesse est obtenue et vérifiée sur les expériences d'adhésion qu'ils ont réalisées. Pour des adhésions plus faibles une équation du mouvement empirique a été proposée [5, 44, 90, 132] :

$$G - 2\gamma = 2\gamma \left(\frac{v}{v_T^*} \right)^n \quad (1.51)$$

L'énergie dissipée par unité de surface, terme à droite de l'égalité 1.51, est supposée proportionnelle au travail thermodynamique d'adhésion. Intuitivement, on comprend qu'il ne peut pas y avoir une forte dissipation visco-plastique si l'énergie de surface est trop faible pour soutenir de fortes déformations dans le matériau [5, 92]. La dépendance en loi de puissance avec la vitesse, proposée par Maugis *et al.*, a été vérifiée sur différents types de matériaux dans des géométries de pelage ou JKR [90]. Bien qu'aucune expression n'ait été encore proposée pour l'échelle de vitesse v_T^* , elle repose sur les propriétés viscoélastiques en volume du matériau considéré. Cette vitesse possède une dépendance avec la température que l'on peut déterminer [38].

D'autres mécanismes peuvent être mis en jeu pour rendre compte de la dynamique à basse vitesse. Des expériences anciennes de Grenet [49] et Milligan [93] ont mis en évidence un retard à la rupture pour les verres : lorsque le matériau est mis sous tension constante, il ne cède pas instantanément mais rompt brutalement après un certain temps d'attente. Ce phénomène est appelé rupture sous-critique car la rupture en traction apparaît pour un seuil K_c inférieur de 20 à 30% au seuil \tilde{K}_c de rupture rapide. L'évolution de la vitesse en fonction de la tenacité est représentée schématiquement sur la figure 1.10. On observe trois régimes : à l'approche du

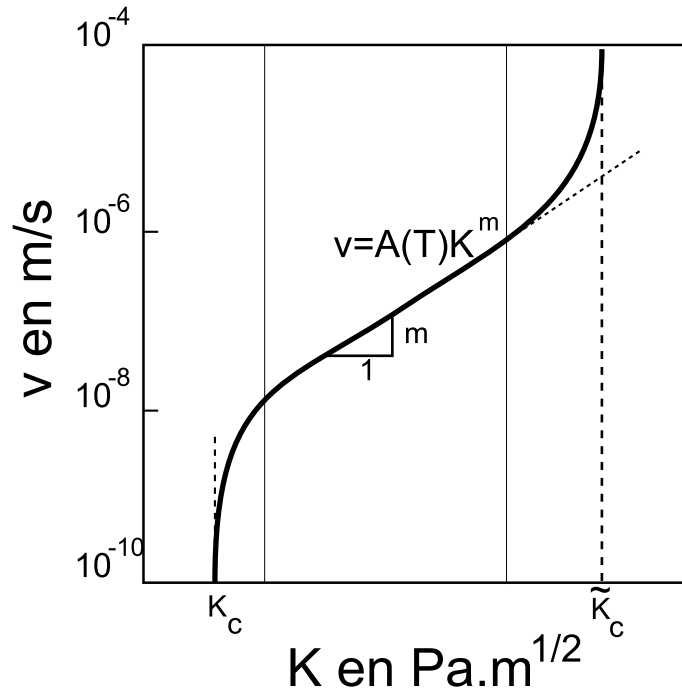


FIGURE 1.10 – Vitesse de propagation v d’une fissure interfaciale en fonction du facteur d’intensité des contraintes K . Le matériau est viscoélastique et est soumis à un chargement constant. La tenacité du matériau est K_c , le seuil de propagation rapide est \tilde{K}_c .

seuil K_c , une diminution rapide de la vitesse et un arrêt complet de la fissure pour $K = K_c$, un régime intermédiaire, $K_c < K < \tilde{K}_c$, où v varie comme une puissance de K et enfin un régime de propagation rapide de la fissure pour $K > \tilde{K}_c$. Plus tard, Wiederhorn [140] mis en évidence le rôle important joué par l’humidité. De manière générale, lorsque l’atmosphère est un facteur influençant la résistance du matériau, on parle de corrosion. On observe alors souvent une diminution de K_c (Tab. 1.2). Plusieurs mécanismes interviennent en pointe de fissure incluant des réactions chimiques, la diffusion, la dissolution et l’échange d’ions, la microplasticité. Une loi phénoménologique, indépendante des mécanismes sous-jacents, a été proposée par Charles [20] :

$$v = A(T)K^m \quad (1.52)$$

où v est la vitesse moyenne du front, K le facteur d’intensité des contraintes, T la température, $A(T)$ et m sont des paramètres empiriques caractérisant le matériau pour un mode de rupture donné. La loi de Charles est compatible avec le modèle de Maugis *et al.*, qui se réécrit en terme de vitesse en fonction du facteur d’intensité des contraintes :

$$v = v_T^*(K^2/K_0^2 - 1)^{1/n} \quad (1.53)$$

Dans la limite $K \gg K_0$, on retrouve la loi de Charles avec $m = 2/n$. L’équation 1.53 a un domaine d’application plus important que la loi de Charles puisqu’elle est capable d’ajuster les données jusque dans le régime basse vitesse (Fig. 1.10). De

| Matériaux | Humide | | Sec | |
|--------------------|--------|----------|-------|----------|
| | K_c | Γ | K_c | Γ |
| Silice | 0.37 | 0.9 | 0.8 | 4.4 |
| Verre borosilicaté | 0.25 | 0.45 | 0.76 | 3.9 |

TABLE 1.2 – Variations de la ténacité et de l'énergie de fracture du verre en atmosphère sèche ou humide (d'après [88]).

plus, l'influence de l'environnement peut aussi être pris en compte dans le cadre de la thermodynamique irréversible, en généralisant Γ . L'énergie de fracture peut être généralisée en tenant compte explicitement de son environnement et des réactions chimiques ou d'adsorption pouvant avoir lieu sur la surface nouvellement créée [88, 116] :

$$\Gamma = \Gamma_{vide} - 2\Delta\gamma \quad (1.54)$$

où Γ_{vide} est l'énergie de fracturation dans le vide, $\Delta\gamma$ est la correction apportée par la formule de Gibbs pour tenir compte de l'adsorption et des réactions chimiques. $\Delta\gamma$ dépend de la température, de la pression, de la concentration de l'espèce chimique considérée. Maugis [88] avance que les variations de l'énergie de fracture sont suffisantes pour rendre compte des diminutions de quelques dizaines de pourcent dans la rupture des verres (Tab. 1.2). Dans cette perspective, la rupture n'est pas sous-critique : le critère de propagation de Griffith est toujours valide moyennant une généralisation de l'énergie de fracturation.

La loi de Charles peut être mise en relation avec la loi de Paris qui gouverne la propagation d'une fissure sous chargement cyclique [107, 108] :

$$\frac{dl}{dN} = C\Delta K^m \quad (1.55)$$

où l est la position de la fissure, N le nombre de cycles et ΔK est l'amplitude de variation du facteur d'intensité des contraintes définie par :

$$\Delta K = K_{max} - K_{min} \quad (1.56)$$

C et m sont des constantes empiriques. Elles dépendent de manière générale de la microstructure du matériau, de l'environnement et de la température. L'exposant m varie entre 2 et 4 pour les alliages métalliques ductile et peut prendre des valeurs beaucoup plus élevées pour les solides amorphes comme les verres ou les polymères. Lorsque les mécanismes de dissipation à la pointe de la fissure sont les mêmes pour un chargement cyclique et statique, il est possible de lier l'exposant de la loi de Paris avec celui de la loi de Charles [135].

Les retards à la rupture et la propagation lente des fissures ont été étudiés dans des matériaux hétérogènes. Les mécanismes mis en jeu font intervenir de manière cruciale la microstructure du matériau. Le front de fissure peut alors se trouver piégé par une zone de forte ténacité et s'arrêter. Il est aussi possible que la propagation soit thermiquement activée, c'est à dire que les fluctuations thermiques sont capables

de dépiéger la fissure. La propagation est alors bien sous-critique dans le sens qu'à température nulle, il n'y a pas de propagation et à température plus élevée, il y a propagation. Les efforts expérimentaux et théoriques portent sur la prédiction du temps d'attente avant la rupture rapide du matériau [122, 136].

2.3.5 Quelques remarques sur la théorie de Griffith-Irwin-Orowan

La théorie de Griffith met de côté le problème de la nucléation et surtout elle n'est pas capable de prédire le chemin qui va être emprunté par une fissure. De même, lorsqu'il n'existe pas de défaut suffisamment important pour contrôler la résistance à la rupture, une théorie statistique de la fracture est alors nécessaire [53]. Weibull fut le premier à proposer une théorie quantitative de la fracture de matériaux hétérogènes en s'appuyant sur la théorie de Griffith. L'idée est de décomposer le matériau en unités élémentaires chacune possédant sa propre résistance à la rupture. En supposant une certaine distribution de résistance à la rupture, il a proposé une distribution des contraintes à la rupture, appelée plus tard distribution de Weibull, pouvant rendre compte de la variabilité des résultats de test de résistance [138]. De manière plus générale, la résistance des matériaux hétérogènes est très liée à la théorie des valeurs extrêmes : une petite zone de faiblesse dans un matériau est susceptible de le fragiliser globalement. Enfin, le lien entre de fortes interactions entre microfissures et la résistance à grande échelle d'un matériau est un problème de physique statistique encore largement ouvert [3, 119].

3 Les fronts de fissure

Dans cette section, nous étendons l'étude au cas d'un front de fissure. L'ajout d'une dimension supplémentaire nous conduit à étudier les problèmes liés à la forme du front, sa stabilité et sa réponse, en régime quasi-statique ou dynamique, vis-à-vis des hétérogénéités présentes dans le matériau. L'étude de la propagation d'un front de fissure dans un matériau hétérogène s'inscrit dans le cadre plus général de la dynamique d'une interface, 1D ou 2D, en présence d'un désordre. Ce problème générique couvre un spectre assez large de la physique. Citons le déplacement de ligne de vortex dans les supraconducteurs de type II, la propagation d'un front de mouillage, l'imbibition dans un poreux ou encore le déplacement de parois de domaines magnétiques. La dimension du problème, la portée des interactions et la nature du désordre détermine en grande partie la phénoménologie. On verra que le front de fissure et de mouillage tombe dans la même classe de problème.

3.1 Elasticité d'un front de fissure

De manière générale, la morphologie et la dynamique d'une interface résulte de la compétition entre un terme de rappel élastique et un terme de piégeage dû à des hétérogénéités présente dans le milieu. La première étape consiste donc à caractériser ce terme élastique.

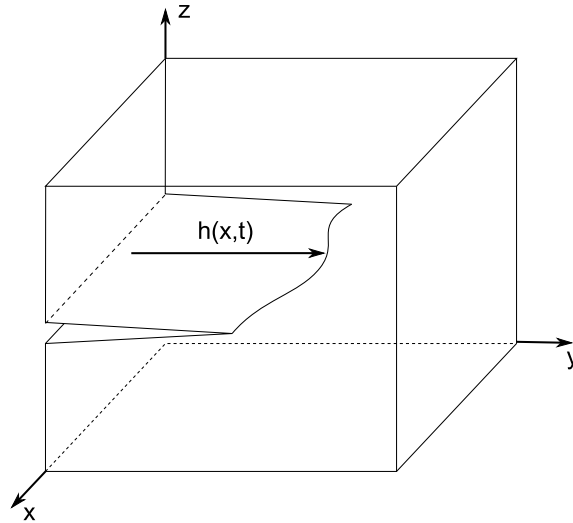


FIGURE 1.11 – Front de fissure plan chargé en mode d'ouverture.

3.1.1 Expression du facteur d'intensité de contrainte

Comme le comportement de la fissure est essentiellement dominé par le terme singulier du champ de contrainte, le problème d'élasticité se réduit au calcul du FIC. Prenons le cas d'une fissure se propageant dans un plan avec un chargement lointain en mode d'ouverture (Fig. 1.11). L'état de base est un front de fissure droit h_0 auquel est associé un facteur d'intensité des contraintes K_0 indépendant de x . Gao *et al.* donnent l'expression du facteur d'intensité des contraintes lorsque le front est perturbé par rapport à son état de base par une quantité $\delta h(x)$ [42] :

$$K[x, h(x)] = K_0 + \frac{dK_0}{dy} \delta h(x) + K_0 \frac{1}{2\pi} VP \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\delta h(x') - \delta h(x)}{(x' - x)^2} dx' \quad (1.57)$$

avec $h(x) = h_0 + \delta h(x)$ et $h_0 \gg \delta h(x)$. *VP* désigne la valeur principale de l'intégrale. Le noyau dans le terme intégral est le même que dans le cas d'un front de mouillage, il est à l'origine de la forte analogie qui existe entre les deux phénomènes. Des travaux ultérieurs ont poussé le développement au premier terme non linéaire en δh [67]. Il existe une méthode itérative développée initialement par Bower *et al.* [14] qui permet de connaître le FIC pour une perturbation finie du front.

3.1.2 Equilibre et stabilité

Connaissant le champ élastique d'un front faiblement perturbé, il est intéressant d'étudier sa stabilité lorsqu'il se propage dans un milieu homogène. Le critère d'équilibre pour un front de fissure s'écrit de la manière suivante :

$$K[x, h(x)] = K_c(x, y = h(x)) \quad (1.58)$$

Dans le cas où le matériau est homogène, la ténacité $K_c(x, y)$ est constante. L'étude de sa stabilité vis-à-vis d'une perturbation sinusoïdale $\delta h(x) = a \cos(2\pi \frac{x}{\lambda})$ conduit

à l'expression du FIC [78, 117] :

$$K[x, h(x)] = K_0 + \left(\frac{dK}{dy} - \frac{K_0}{\lambda\pi} \right) a \cos\left(2\pi \frac{x}{\lambda}\right) \quad (1.59)$$

La discussion sur la stabilité repose sur le signe de $\left(\frac{dK}{dy} - \frac{K_0}{\lambda\pi} \right)$ aux points du front les plus avancés c'est-à-dire pour $x = \dots, -\lambda, 0, \lambda, \dots$. Si $\left(\frac{dK}{dy} > \frac{K_0}{\lambda\pi} \right)$, une perturbation engendre en ces points une augmentation du FIC et ils sont donc encouragés à se déplacer davantage. Dans l'autre cas, le FIC est plus faible pour les points les plus avancés et plus fort pour les points en retrait, si bien que la perturbation n'est pas amplifiée. En résumé, le front droit est stable si :

$$\frac{dK}{dy} < \frac{K_0}{\lambda\pi} \quad (1.60)$$

Dans le cas du test de clivage, $\frac{dK}{dy}$ est négatif : le front de fissure est stable vis-à-vis d'une perturbation de n'importe quelle longueur d'onde. A l'inverse, pour le test en traction, il existe une longueur d'onde critique au delà de laquelle une perturbation commence à croître. Le problème de l'instabilité de front de fissure peut être étudié dans le contexte de l'adhésion. Il ne s'agit pas d'un matériau infini, homogène mais de film élastique mince en adhésion, sèche ou humide, sur un substrat rigide. Deux configurations expérimentales sont présentées. La première a été étudiée par Ghatak *et al.* [2, 45, 46] : un élastomère assimilé à un matériau élastique est confiné entre un substrat rigide et une lame flexible. Ils montrent que pour un certain jeu de paramètres, une instabilité apparaît lorsqu'une lame flexible est pelée. Dans la deuxième, nous avons étudié le problème de délamination de film mince dans une géométrie axisymétrique [24]. Nous montrons que lorsque les déformations imposées dépassent un seuil, le front de forme circulaire se déstabilise. De ces deux exemples on retiendra que des contraintes supplémentaires imposées au système comme le confinement ou une géométrie axisymétrique peuvent être des facteurs destabilisant pour le front. Ces études rentrent dans le cadre de génération de formes complexes à partir d'instabilité élastique.

3.2 Piégeage de la ligne par un défaut isolé

Lorsqu'un front de fissure rencontre un défaut, la forme qu'il adopte résulte d'une compétition entre l'énergie élastique de la ligne et la force du défaut. En pratique les défauts peuvent être des inclusions (grains de sable, fibres, ...), des cavités (matériaux poreux, bulle d'air piégée), des défauts cristallographiques, des hétérogénéités chimiques. Leur présence est modélisée par une dépendance de l'énergie de fracture avec les coordonnées de l'espace. Nous allons considérer d'abord des défauts qui conservent l'invariance par translation suivant la direction de propagation (Oy) et qui conduisent à des formes stables pour la fissure.

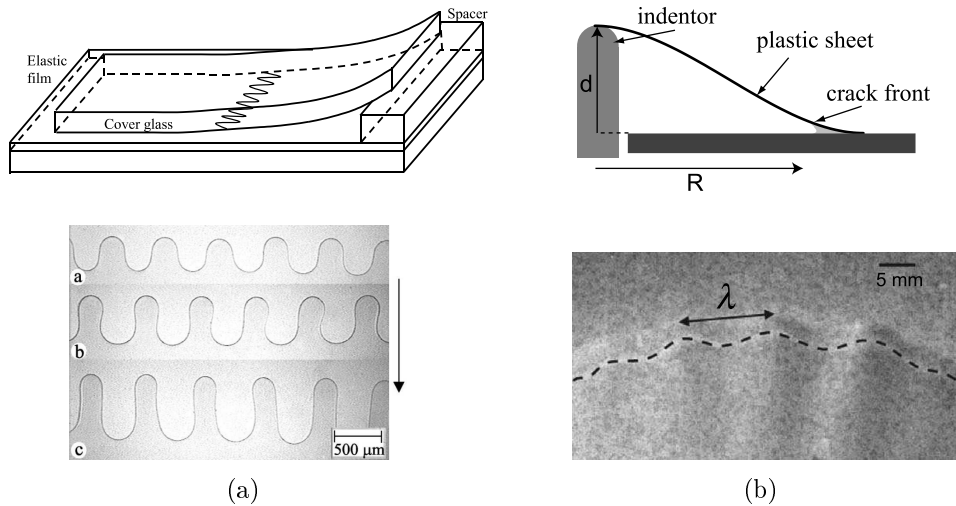


FIGURE 1.12 – a) Expérience de Ghatak *et al.* [46] où un adhésive élastique est confiné entre deux plaques. Pour une certaine gamme de paramètres, le pelage de la plaque du haut conduit à un front d'équilibre oscillant. b) Expérience de Chopin *et al.* [24] où une plaque élastique mince est pelée dans une géométrie axisymétrique. Le substrat rigide est en verre et l'adhésion est assurée par capillarité. Le front circulaire se destabilise lorsque la déflexion atteint un certain seuil.

3.2.1 Forme d'équilibre

La résolution de l'équation d'équilibre du front en présence d'un défaut unique est détaillée dans le chapitre 4, elle conduit à la forme suivante pour la perturbation [30, 63, 101, 112] :

$$\delta h(x) = H \ln \frac{|x|}{L_c} \quad (1.61)$$

où L_c est une longueur de coupure à grande échelle et H l'échelle caractéristique de la déformation du front au niveau du défaut. Plusieurs expériences portant sur les déformations d'une ligne de fissure ou de mouillage en présence d'hétérogénéités ont été réalisées à la suite de ces avancées théoriques. Nadkarni *et al.* [97] ont étudié le front de mouillage sur un substrat présentant une hétérogénéité isolée et ont mis en évidence une déformation logarithmique du front en accord avec l'expression 1.61. En fracture, Mower *et al.* [95] ont conçu un échantillon d'époxy traversé par des fibres de nylon. Lorsqu'un front de fissure se propage dans un tel échantillon, il se trouve piégé au niveau des fibres. Ils trouvent un bon accord avec les formes prédites par les simulations numériques de Bower *et al.* [14, 15]. Plus récemment, Dalmas *et al.* ont monté une expérience de clivage d'un échantillon présentant une hétérogénéité et trouve aussi un bon accord avec la théorie [30].

3.2.2 Stabilité et hystérèse

Suivant la force du piégeage, on distingue deux types de comportement. Lorsque les variations de ténacité, ou de mouillabilité, sont suffisamment faibles, le front

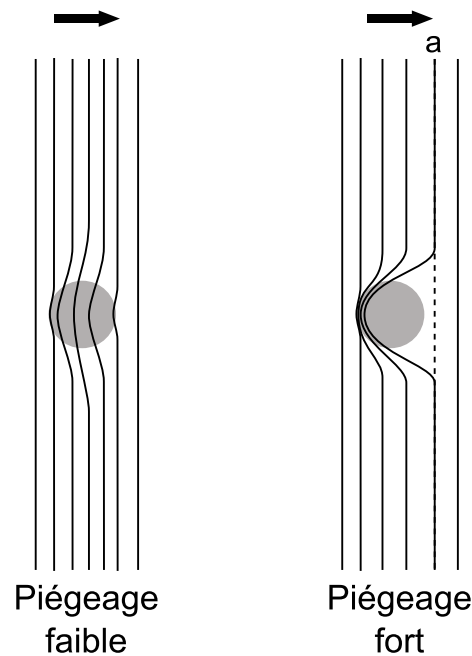


FIGURE 1.13 – A gauche, passage du front sur un défaut faible. Le front se trouve en permanence dans une configuration d'équilibre globale. A droite, passage du front sur un défaut fort. Le front est fortement déformé, la configuration notée a correspond à une position métastable.

traverse le défaut en une succession d'état d'équilibre. On parle alors de piégeage faible, situation illustrée par la figure 1.13 à gauche. La figure de droite montre la propagation du front à travers un défaut fortement accrochant. En considérant le front a de la figure, on s'attend à ce que la résolution de l'équation d'équilibre donne le front droit, en pointillé. Or expérimentalement, on observe une ligne très déformée de plus haute énergie élastique correspondant à un état métastable. Si le front s'était propagé en sens inverse, la ligne pointillée aurait été effectivement observée. Ainsi, à travers cette situation simple, on met en évidence que pour un piégeage fort la forme du front n'est pas prédite par les équations d'équilibre mais dépend fortement de l'histoire de la propagation. Les formes du front sont dans ce cas hystérétique. Des travaux, essentiellement en mouillage, ont porté sur la dynamique de décrochage d'un piégeage fort. Ondarçuhu *et al.* ont étudié les modes de relaxation [104] alors que Marsh *et al.* ont étudié la relaxation du front juste après le décrochement de la ligne par un défaut [87].

3.3 Propagation d'un front dans un paysage désordonné

Cette dernière partie traite du comportement d'un front de fissure dans un paysage désordonné.

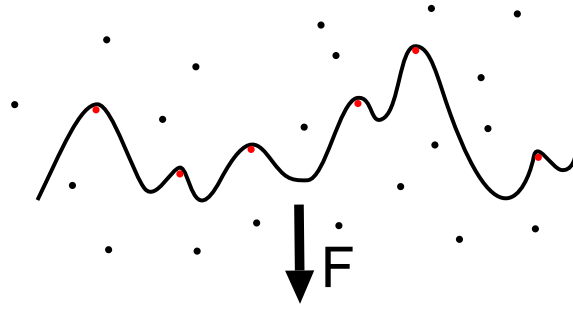


FIGURE 1.14 – Ligne élastique se propageant dans un désordre gélé représenté par un ensemble de défaut fixes qui accrochent la ligne.

3.3.1 Concepts d'invariance d'échelle

On considère de manière générale une interface $h(x, t)$ qui se déplace à la vitesse moyenne v . Cette interface peut être un front de solidification, une paroi de Bloch, une ligne de mouillage, un front d'imbibition. Prenons le cas qui nous intéresse : une ligne se propageant dans une interface. Supposons qu'à $t = 0$, la ligne est rectiligne et aborde une zone hétérogène. A cause des défauts, la ligne va se déformer et au fur et à mesure de sa propagation l'amplitude des fluctuations va croître. L'amplitude, notée $w(t, L)$ dépend a priori du temps et d'une longueur de coupure à grande échelle (taille du système, longueur capillaire, ...) et est définie comme l'écart quadratique moyen de h :

$$w(t, L) = \sqrt{\langle [h(x, t) - \bar{h}(t)]^2 \rangle_x} \quad (1.62)$$

Dans un certain nombre de situations théoriques ou expérimentales [6], l'amplitude des fluctuations peut s'écrire comme une loi d'échelle dite de Family-Viscek [36] :

$$w(t, L) = L^\zeta f\left(\frac{t}{L^z}\right) \quad (1.63)$$

avec $f(u) = 1$ pour $u \gg 1$ et $f(u) = u$ pour $u \ll 1$. La fonction f définit deux régimes différenciés par une échelle de temps t_\times qui dépend comme d'une loi de puissance de L :

$$t_\times \sim L^z \quad (1.64)$$

z est appelé l'exposant dynamique. Pour $0 < t < t_\times$, $w(t, L)$ croît avec t comme une loi de puissance avec un exposant $\beta = \zeta/z$:

$$w(t, L) \sim t^\beta \quad (1.65)$$

β est appelé l'exposant de croissance. Pour $t > t_\times$, les fluctuations atteignent un régime de saturation $w_{sat}(L)$ dont le niveau dépend comme une loi de puissance L :

$$w(t > t_\times, L) = w_{sat}(L) \sim L^\zeta \quad (1.66)$$

ζ est appelé l'exposant de rugosité. Les fronts présentant la loi d'échelle précédente sont dit auto-affines.

La présence d'un désordre gelé est responsable d'une dynamique particulière à faible vitesse [19, 56, 69, 71]. En effet, supposons qu'une force extérieure F impose une certaine vitesse moyenne v de propagation. Lorsque F s'approche d'un seuil F_c , la vitesse diminue très rapidement suivant une loi de puissance :

$$v \sim (F - F_c)^\theta \quad (1.67)$$

θ est appelé exposant de vitesse. Lorsque $F < F_c$, la ligne, piégée par les défauts, s'immobilise. Lorsque $F \geq F_c$, le mouvement de la ligne est intermittent : le mouvement d'ensemble est en moyenne très lent mais entrecoupé d'avancées très rapides de certaines portions du front passant d'une configuration piégée à une autre. On appelle ces avancées rapides des avalanches. Ce changement de comportement dynamique au voisinage du seuil est appelé transition de dépiégeage. L'échelle de taille des avalanches l varie comme une puissance de l'écart au seuil et diverge lorsque $F = F_c$:

$$\xi \sim (F - F_c)^{-\nu} \quad (1.68)$$

ν est l'exposant de corrélation spatiale. ξ marque la transition entre deux régimes. Pour $l < \xi$ la dynamique de la ligne est cohérente : elle avance ou s'immobilise en bloc. Par contre, pour $l > \xi$, le front est composé de zones actives et piégées incohérentes entre elles.

3.3.2 Les différents modèles de front de fissure

Le front de fissure, se propageant dans la direction y , est décrit par une fonction univaluée $h(x, t)$. La dynamique, en régime amorti, peut alors être décrite par une équation de Langevin [6, 51, 65] :

$$\frac{1}{\mu} \frac{\partial h}{\partial t} = -\mathcal{G}[h, x] + F + \eta(h, x) \quad (1.69)$$

où F est la force de dérive, $\eta(h, x)$ le désordre gelé, μ la mobilité. Le premier terme de l'équation 1.69 correspond à l'énergie d'interaction élastique entre différentes parties de la ligne. Lorsque l'interaction est à courte portée, comme dans les modèles de fronts de dislocation ou de parois de Bloch, le terme élastique peut être développé en puissance de h et de ses dérivées. Les équations d'Edwards-Wilkinson (EW) ou Kardar-Parisi-Zhang (KPZ) gelées en sont des exemples largement étudiés [19, 32, 66, 69, 71, 98, 100]. Bouchaud *et al.* ont proposé une équation de type KPZ en présence d'un bruit thermique pour modéliser la propagation rapide d'un front [13]. Une équation de Langevin plus réaliste tenant compte des interactions élastiques à longue portée peut être trouvée dans les travaux de Rice [42] et a été étudiée et adaptée à d'autres géométries par la suite [35, 75, 115, 128]. Les méthodes du groupe de renormalisation fonctionnelle et des approches numériques permettent de trouver la valeur des exposants critiques [23, 35, 75, 115, 118, 126]. Les résultats sont présentés dans le tableau 1.3. Katzav *et al.* [67] ont étudié les effets non-linéaires de l'interaction élastique. Une façon d'aborder la propagation d'un front en milieu désordonné est de partir de l'équation de Charles 1.52 [37, 110, 111]. La dynamique

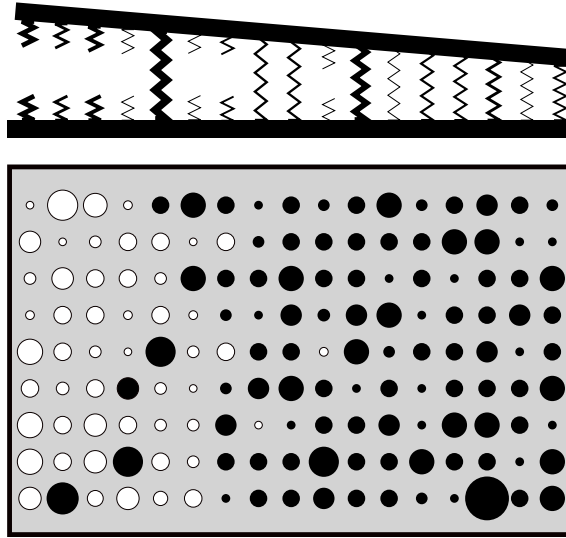


FIGURE 1.15 – Illustration du principe du Random Fuse Model. Le matériau, vu de profil (schéma du haut) et vue de dessus (schéma du bas), est constitué de deux plaques rigides reliées entre elles par un ensemble de ressorts. Le désordre est introduit en affectant un seuil de rupture aléatoire à chaque ressort : plus le ressort est épais plus il peut subir une déformation importante avant rupture. Les disques blancs représentent les ressorts cassés. La surface fracturée étant constituée des ressorts cassés, on remarque qu’il n’existe pas de front de fissure bien défini.

linéarisée peut se ramener à une équation de Langevin dont les paramètres sont la constante $A(T)$ et m (voir eq.1.52) qui ont l’avantage de pouvoir être déterminés expérimentalement. Les modèles continus n’épuisent pas toutes les situations expérimentales. Ils ne sont pas capables de prendre en compte des situations plus complexes comme l’endommagement en avant de la fissure ou encore la fibrillation dans les matériaux mous. Schmittbuhl *et al.* ont proposé un modèle où le front de fissure progresse par coalescence de micro-fissures [126]. L’étude de modèles sur réseau 1.15 est une alternative pour étudier ces régimes de rupture [3, 53, 102].

3.3.3 Résultats expérimentaux

Un moyen indirect d’étudier expérimentalement les fronts de fissure est d’analyser la topographie des surfaces fracturées, elles sont en effet la trace laissée par la fissure après son passage. Les analyses d’un grand nombre de surfaces fracturées ont montré que les fluctuations de hauteur sont invariantes d’échelles [9, 12, 27, 28, 82, 86] : pour un déplacement Δr dans le plan de la surface, les fluctuations de hauteur ont varié comme Δr^ζ où ζ est appelé l’exposant de rugosité². L’origine de l’auto-affinité des surfaces est toujours une question ouverte [10, 11, 30, 79, 121]. Pour tenter d’y répondre, Schmittbuhl *et al.* ont monté une expérience permettant d’étudier di-

2. Bien que noté de la même façon, cet exposant ne doit pas être confondu avec celui introduit au paragraphe précédent. Le premier caractérise les fluctuations du front dans le plan de la fissure alors que le second caractérise les fluctuations hors du plan.

| | ζ | β | z | ν |
|-------------------------|-----------------|---------|---------------|-------|
| GRF 1b [35] | 0.33 | 0.78 | 0.78 | 1.33 |
| GRF 2b [23] | 0.47 | 0.59 | 0.66 | 1.58 |
| Numérique [118] | 0.39 | 0.63 | 0.77 | 1.63 |
| Numérique [126] | 0.60 ± 0.05 | | 1.5 ± 0.1 | |
| Front de mouillage [94] | 0.52 | | | |
| Front de fissure [120] | 0.4-0.6 | | 1.2 ± 0.1 | |

TABLE 1.3 – Exposant critique au seuil de dépiégeage d’une ligne élastique se propageant dans un substrat désordonné. L’élasticité est non-locale. GRF désigne les méthodes du groupe de renormalisation fonctionnel à 1 boucle (1b) et deux boucles (2b). Front de mouillage désigne les expériences réalisées par Moulinet *et al.* alors que Front de fissure correspond à l’expérience de Schmittbuhl *et al.*

rectement la morphologie et la dynamique du front de fissure [127]. En analysant précisément les données, il apparaît une longueur caractéristique liée au désordre et séparant deux régimes de rugosité. A grande échelle, la rugosité vaut ~ 0.4 et pourrait s’expliquer par un modèle de ligne fluctuante. A plus petite échelle, une rugosité de $\zeta \sim 0.6$ est mesurée. Un modèle de coalescence de microfissures en avant du front rend compte de cette valeur. Par contre la valeur de l’exposant dynamique $z = 1.5$ n’a pas reçu d’explication. Concernant le mouillage, Moulinet *et al.* ont étudié la propagation d’un front de liquide visqueux (eau et glycérol) sur un substrat hétérogène. Une analyse précise des fluctuations du front a conduit à une rugosité de $\zeta = 0.51$ qui se trouve être en désaccord avec les prédictions théoriques.

Malgré les nombreuses études portant sur la propagation d’une ligne élastique dans un milieu désordonné, il n’y a toujours pas d’accord en les prédictions théoriques et les résultats expérimentaux. Voir la référence [8] pour une revue récente sur le sujet. Pour tenter de clarifier la situation, nous avons mis au point un dispositif expérimental avec lequel nous avons un très bon contrôle des échelles mises en jeu : de la taille de la zone de dissipation à la taille du système mais, surtout, nous avons une maîtrise de la forme, de la répartition spatiale et de l’intensité des hétérogénéités introduites dans l’interface. Nous espérons ainsi avoir la possibilité d’avoir une meilleure compréhension de la physique sous-jacente.

Chapitre 2

Techniques expérimentales

La propagation d'un front en milieu hétérogène est étudiée à partir d'une expérience modèle où un échantillon, une lame de verre au contact d'un élastomère, est soumis à un test de pelage. Le choix des matériaux ainsi que le mode de préparation des échantillons ont été optimisés pour obtenir à la fois une bonne visualisation de la ligne et un bon contrôle des propriétés d'adhésion (Parties 1 et 2). La stratégie adoptée pour moduler spatialement la ténacité de l'interface grâce aux techniques de lithographie optique est détaillée dans la Partie 3. Le dispositif de pelage sera ensuite décrit en détail ainsi que le système d'acquisition d'images assurant le suivi de la ligne avec le temps (Partie 4). Enfin nous présenterons les méthodes de traitement d'images et de détection de fronts (Partie 5).

1 Présentation des matériaux

Nous allons présenter les propriétés physico-chimiques des matériaux utilisés pour réaliser les échantillons à savoir un substrat en verre ou en quartz et un élastomère de silicone, le PDMS. L'accent sera mis sur les propriétés de surface.

1.1 Substrats en verre

Deux types de substrat ont été utilisés : des plaques de quartz de dimensions $76.2 \times 76.2 \times 1.57 \text{ mm}^3$ et des lames de verre sodocalcique de dimensions plus petites $76.2 \times 25.4 \times 1 \text{ mm}^3$.

1.1.1 Composition chimique

Les verres sont des solides amorphes dont le constituant majoritaire est très souvent l'oxyde de silicium SiO_2 . Suivant la matière première utilisée, sa composition chimique peut varier dans des proportions assez importantes (tab. 2.1) influant notablement sur ses propriétés physiques. Le quartz est composé quasi exclusivement d'oxydes de silicium et présente une très bonne tenue en température, une grande résistance aux chocs et est transparent aux UV. Les verres sodocalciques sont des

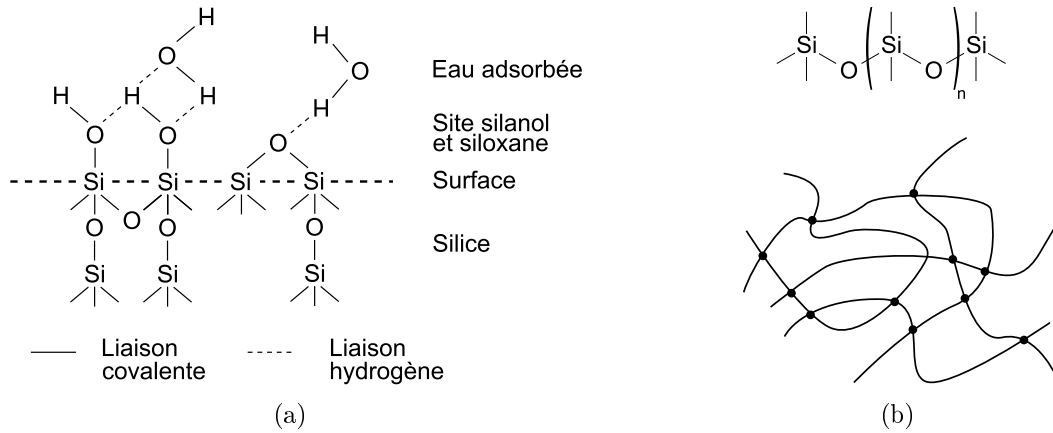


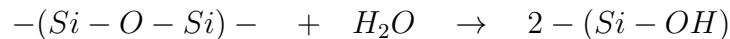
FIGURE 2.1 – a) Surface de silice sur laquelle des molécules d'eau sont adsorbées. Groupement siloxane : $-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-$, groupement silanol : $-\text{Si}-\text{O}-\text{H}$. b) En haut, polymère de PDMS. En bas, PDMS réticulé.

verres très répandus, utilisés notamment pour la fabrication de lame de microscope. Ils ont de moins bonnes qualités mécaniques que le quartz et sont opaques aux UV.

1.1.2 Propriétés de surface

L'influence de l'état de planéité des surfaces n'a jamais été observée au cours de nos expériences. La contamination chimique de la surface est par contre susceptible de perturber notablement les propriétés d'adhésion. Un soin particulier a donc été apporté dans le nettoyage des surfaces de verre.

A la fin de sa fabrication, après refroidissement, le verre natif présente à sa surface les mêmes groupements siloxane $-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-$ qu'en volume (fig. 2.1(a)). Mais, très rapidement, l'attaque de molécules de l'eau présentes dans l'air provoque la dissociation des liaisons siloxanes en deux liaisons silanol $-\text{Si}-\text{OH}$:



Les hydrogènes des groupements silanol peuvent engager des liaisons hydrogènes avec les oxygènes de groupements silanol vicinaux ou des molécules d'eau présentes dans l'atmosphère. Il se forme ainsi une ou plusieurs monocouches d'eau à la surface du verre qui peuvent être désorbées réversiblement par chauffage à 120°C - 140°C pendant quelques minutes. Jusqu'à présent nous avons décrit une surface de quartz parfaitement propre. Il s'adsorbe bien d'autres molécules que les molécules d'eau. On détecte très souvent des molécules organiques, des graisses mais aussi des métaux. Les techniques que nous avons employées pour le nettoyage des surfaces sont détaillées dans le paragraphe suivant.

1.1.3 Nettoyage des surfaces

Dégraissage humide Les contaminants organiques adsorbés à la surface du verre sont éliminés par l'action de solvants. Le substrat est immergé dans un bain d'acétone

| Matériaux | Composition | E (GPa) | ν | $Lxlxh$ (mm ³) | B (J) |
|--------------------|--|-----------|-------|----------------------------|---------|
| Quartz | SiO ₂ : 99.5% | 72 | 0.17 | 76.2x76.2x1.57 | 26 |
| Verre sodocalcique | SiO ₂ : 71% Na ₂ O : 12% CaO : 10% | 66 | 0.26 | 76.2x25.4x1 | 6 |

TABLE 2.1 – Dimensions et propriétés physico-chimiques des substrats avec E le module d’Young, ν le coefficient de Poisson, L , l et h respectivement la longueur, la largeur et l’épaisseur du substrat et B le module de rigidité (d’après [52])

qui est un solvant apolaire dans lequel les molécules organiques sont solubles. Le bain est placé dans une cuve à ultra-sons pendant 5min pour améliorer l’action du solvant. L’acétone est très efficace pour éliminer les contaminations organiques cependant il a tendance à laisser des dépôts blanchâtres après évaporation. Pour prévenir l’apparition de ces dépôts, le substrat est transféré sans séchage dans un bain d’isopropanol et soumis à des ultra-sons pendant 5min. Le substrat est ensuite séché sous un jet d’azote. L’isopropanol, ayant l’avantage de ne pas laisser de dépôt après évaporation, garanti un meilleur état de propreté que l’acétone.

Dégraissage sec Le nettoyage par voie humide n’empêche pas les molécules de solvant de s’adsorber à la surface du verre. Pour une propreté accrue, il est nécessaire de poursuivre le nettoyage à l’aide d’un plasma à oxygène (PDC-001, Harrick Plasma) qui va oxyder les molécules organiques. Le substrat est placé dans une enceinte sous une atmosphère d’oxygène à une pression d’environ 0.05mbar. Le plasma, produit en ionisant le gaz par des micro-ondes, réagit très vivement avec les molécules organiques en les oxydant complètement. La surface de verre est alors très hydrophile et composée essentiellement de groupements siloxane et très peu de silanol. Par contre, les contaminants métalliques ne sont pas éliminés.

Attaque acide La solution de Piranha est un mélange d’acide sulfurique et de peroxyde d’hydrogène dilué (H₂SO₄(25%) : H₂O₂(96%) = 2 :1). Cette solution, très réactive, est un oxydant puissant, plus efficace que le plasma à oxygène. Elle est à utiliser avec beaucoup de précaution car elle peut être explosive.

1.1.4 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques principales des verres utilisés sont consignées dans le tableau 2.1.

1.2 L’élastomère

L’élastomère que nous avons choisi est un élastomère de silicone (Sylgard184, Dow Corning) résultant du pontage de molécules de polydiméthylsiloxane (PDMS, voir fig. 2.1(b)). La formule générique du PDMS est $-(SiOR_2)-$ où le groupement R

| Température | 40°C | 75°C | 140°C |
|-----------------------|------|------|--------|
| Temps de réticulation | >24h | >2h | >10min |
| Taux de contraction | 0.5% | 1.5% | 3% |

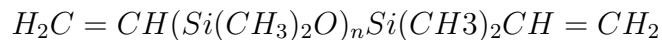
TABLE 2.2 – Temps de réticulation et taux de contraction de l'élastomère en fonction de la température.

est soit un hydrogène, soit un groupement alkyl. On remarquera que l'élastomère présente les mêmes liaisons siloxanes que le verre.

1.2.1 Préparation

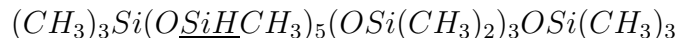
L'élastomère est fabriqué à partir de deux composés :

- Un polymère qui possède des groupements vinyliques terminaux



avec un nombre n de monomères par chaîne estimé à 350 [137].

- Un agent réticulant possédant des groupements $Si - H$



Lorsque les deux composés sont mélangés ensemble, les hydrogènes de la liaison Si-H réagissent avec la double liaison des groupements vinyliques pour former une liaison -Si-C-C-Si. Les chaînes se lient progressivement les unes aux autres jusqu'à former un réseau macroscopique. La cinétique de la réaction, catalysée par un composé à base de platine, est très dépendante de la température (tab. 2.2). Le mélange réactionnel qui est initialement liquide, est essentiellement élastique à la fin de la réaction (fig. 2.2). Le pourcentage de chaînes libres dépend de la quantité d'agent réticulant, lorsqu'il est ajouté dans une proportion de 1 : 10 en masse, on estime entre 3 et 5% le pourcentage de chaînes libres [99, 137]. Suivant la température de réticulation, on observe une contraction du volume plus ou moins importante (tab. 2.2). Cette contraction ne pose de pas de problème pour la préparation d'échantillon de 20mm de large par contre pour les échantillons de 70mm de large, la température de réticulation est d'environ 50°C pendant une dizaine d'heures puis elle est augmentée à 75°C pendant 2h. En procédant de cette façon, on évite l'apparition de contraintes internes qui provoquent un décollement spontané bien que partiel de l'élastomère sur la lame de moulage.

1.2.2 Propriétés physiques

Lorsque l'agent réticulant et le polymère sont mélangés dans une proportion de 1 : 10 en masse, le comportement de l'élastomère est essentiellement élastique. Sa température de transition vitreuse est alors très inférieure à la température ambiante et vaut environ $T_g = -130^\circ\text{C}$. La proportion d'agent réticulant détermine la

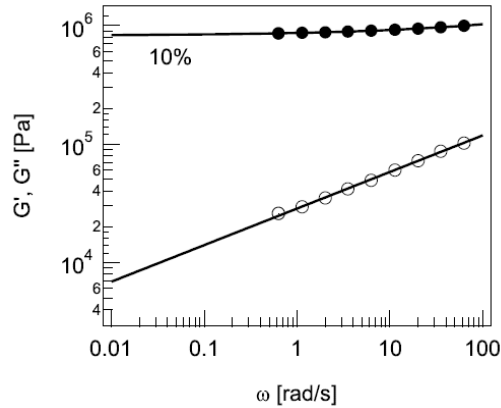


FIGURE 2.2 – Mesure du module élastique G' (●) et du module de perte G'' (○) en fonction de la fréquence de cisaillement. Le mélange contient 10% d'agent réticulant en masse (d'après [99]).

| Propriétés | Caractéristiques |
|------------------------|---|
| Densité | 0.9 |
| Module d'Young | $\sim 2\text{MPa}$ |
| Coefficient de Poisson | ~ 0.5 |
| Energie de surface | 21.3mJm^{-2} |
| Perméabilité | perméable au gaz, aux solvants organiques apolaire, impérméable à l'eau |

TABLE 2.3 – Propriétés physico-chimiques du PDMS réticulé (d'après [91]).

réponse mécanique du matériau : plus la proportion d'agent réticulant est faible plus la composante visqueuse de sa réponse est importante (fig. 2.2). Les propriétés physiques de l'élastomère sont consignées dans le tableau 2.3. Le module d'Young d'un élastomère est une grandeur difficile à mesurer, elle est comprise entre 2MPa et 3MPa [81,99,125,137], cette grande variabilité peut s'expliquer par les différences dans les méthodes de mesure (test compression, test JKR, mesure rhéologique) et par des modes de préparation différents (temps de réticulation, température).

1.2.3 Test JKR et énergie d'adhésion

Une méthode très utilisée pour caractériser l'adhésion entre deux matériaux est le test JKR. Il consiste à presser l'un contre l'autre deux solides élastiques, en général dans une géométrie sphère-plan, et à mesurer la force P , le déplacement δ et l'aire de contact (fig.2.3(a)). Dans la théorie établie par Johnson, Kendall et Roberts (théorie JKR [64]), la relation entre P , δ et a , le rayon de l'aire de contact, s'écrit :

$$P = \frac{Ka^2}{R} - \sqrt{6\pi K\Gamma a^2} \quad (2.1)$$

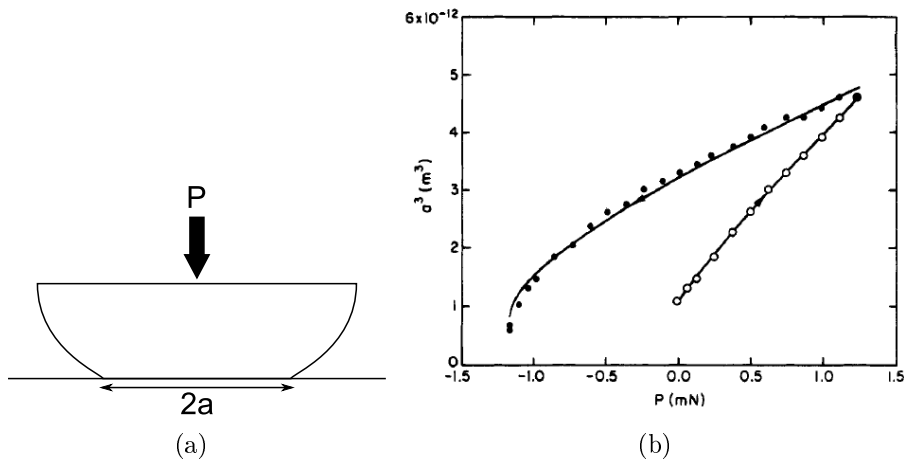


FIGURE 2.3 – a) Configuration de l’expérience JKR où un hémisphère de PDMS est pressé contre un substrat rigide. Le rayon a de la zone de contact est mesurée en fonction de la force P appliquée. b) Courbe représentant a^3 en fonction de P pour un cycle de compression/décompression (d’après [133]).

où K est une constante liée aux modules d’Young des deux matériaux, Γ l’énergie de fracture. L’expression de la force fait intervenir deux contributions : l’une est d’origine purement élastique, l’autre est due à l’interaction attractive à courte portée entre les deux matériaux. Les hypothèses de la théorie JKR sont bien remplies pour les solides élastiques mous comme le PDMS. Lorsque les deux matériaux sont en PDMS, on a pu mesurer une énergie d’autoadhésion $\Gamma^{PDMS} = 45.2 \text{ Jm}^{-2}$ [22] en bon accord avec la valeur de la tension de surface du PDMS liquide $\gamma_{PDMS} = 21.3 \text{ Jm}^{-2}$. Ces valeurs ont été obtenues en analysant la courbe de compression. Bien que l’équation 2.1 ne fasse pas de distinction entre la compression et la décompression, une hystérésis est généralement observée : la courbe de compression ne se superpose pas avec la courbe de décompression (fig. 2.3(b)). Lorsque le matériau entre en contact pour la première fois avec le substrat, on peut supposer que les interactions de Van der Waals sont les seules à contribuer à l’énergie d’adhésion. Par contre, d’autres phénomènes peuvent y contribuer si le temps de contact est suffisamment important pour permettre la création de liaisons chimiques permanentes [22], de liaisons hydrogènes multiples [130, 133] ou encore la diffusion de chaînes de polymère à travers l’interface¹ [80]. Ces mécanismes, limités par la diffusion, sont proposés pour expliquer la saturation de l’énergie de fracture au bout d’une dizaine d’heures [130].

Des études récentes ont montré qu’il existait une autre source d’hystérésis liée au temps de réponse du matériau. Toujours dans une configuration sphère-plan mais avec un chargement oscillant, il est possible de mettre en évidence expérimentalement un cycle d’hystérésis pour des fréquences suffisamment grande, de l’ordre de la dizaine de hertz [21]. L’existence de ce cycle est liée à la nature viscoélastique du matériau.

1. Cette situation intervient lorsque les matériaux en contact sont tous deux des élastomères

2 Préparation de l'échantillon

2.1 Moulage

La lame de moulage protège la surface pendant les différentes étapes de préparation. Pour faciliter le démoulage de l'élastomère, nous avons choisi comme matériau de fabrication du moule le téflon qui présente la particularité d'avoir une très faible énergie de surface. Le nettoyage du moule après utilisation est aussi facilité.

1. Le polymère et l'agent réticulant sont versés dans un tube de polypropylène de 50mL dans la proportion 1 :10 en masse. Pour préparer de plus grosse quantité d'élastomère, on a préféré fractionner les volumes pour garantir un bon mélange des produits.
2. Le contenu du tube est mélangé vigoureusement pendant 5min. Cette étape est importante pour garantir une homogénéité des propriétés mécaniques de l'élastomère.
3. Les bulles d'air sont expulsées par centrifugation à 3000tr.min^{-1} pendant environ 2min.
4. Les gaz dissous sont extraits en plaçant l'ensemble dans une cloche à vide pendant au moins 1h30.
5. Le moule en téflon (fig. 2.4 A.) est soigneusement nettoyé à l'acétone.
6. La lame de verre couvrant le moule est nettoyée avec un chiffon doux imbibé d'acétone, puis rincée au jet avec l'isopropanol et séchée sous un jet d'air comprimé.
7. La lame de moulage étant moins longue que le moule, il apparaît un trou de remplissage par lequel on peut verser le mélange. Le piègeage de bulle d'air sous la lame lors du remplissage est évité en inclinant légèrement le moule.
8. Le moule ainsi rempli est placé dans une étuve à 75°C pendant au moins deux heures.

2.2 Démoulage et finitions

Le PDMS est maintenant réticulé. Les étapes suivantes consistent à démouler l'échantillon et à le préparer avant la phase de pelage. Comme on le verra, ces étapes nécessitent quelques précautions.

1. Les parties a et b du moule sont démontées (fig. 2.4 A.). Une spatule est insérée entre le moule et l'élastomère afin de propager un front de décollement. Cette étape est facilitée en mouillant le front avec de l'acétone. Pour que la lame de moulage reste en contact avec l'élastomère (fig. 2.4, B. i)), le démoulage doit être fait rapidement après la sortie de l'étuve. Lorsque l'ensemble se refroidit, l'élastomère a tendance à se détacher de sa lame de moulage, très probablement à cause des différences de coefficients de dilatation thermique du moule, de la lame et de l'élastomère lui-même. Pour éviter un décollement prématuré, nous avons été parfois conduit à réticuler le PDMS à plus basse température pendant plus longtemps.

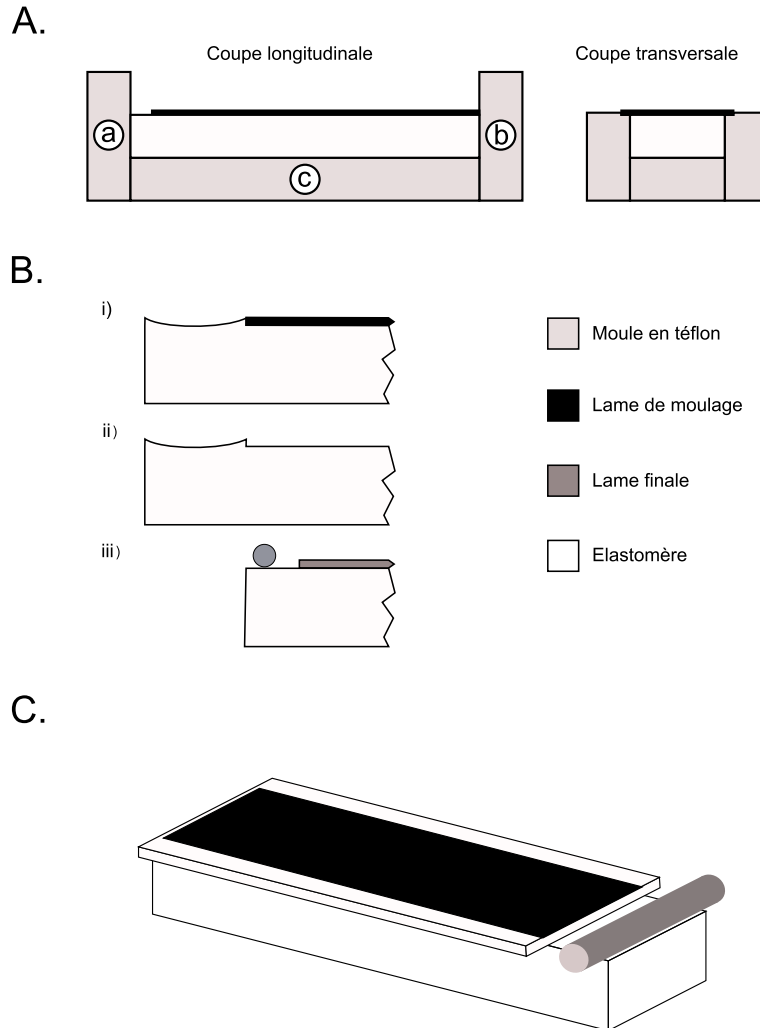


FIGURE 2.4 – A. Le PDMS est réticulé dans un moule en Téflon au contact d’une lame de verre. B. i) L’élastomère et la lame sont démoulés ensemble. L’élastomère est ébavuré. ii) En salle blanche, sous une hotte à flux laminaire, la lame de moulage est retirée. iii) La lame finale, texturée ou non, est ensuite collée délicatement sur l’élastomère. La partie présentant un ménisque est coupée au scalpel. C. Un axe en acier est collé sur l’élastomère afin que la déflexion soit imposée en un point de contact bien défini.

2. Les arêtes de l'élastomère en contact avec la lame de moulage sont ébavurées à l'aide d'un scapel.
3. Pour améliorer la visualisation de la fissure, une couche de PDMS chargé en noir de carbone (Sylgard170, Dow Corning) est étalée sur l'élastomère puis réticulée à 75°C pendant 1h. La couche déposée, de quelques centaines de microns, est très inférieure à l'épaisseur de l'élastomère et ne modifie que très peu les propriétés mécaniques de l'échantillon.
4. Sous une hotte à flux laminaire installée en salle blanche, la lame de moulage est délicatement décollée et remplacée par une lame, texturée ou non, fraîchement préparée. A cette occasion on vérifie visuellement l'état de surface de l'élastomère. Cette surface n'est en contact avec l'air que pendant une à deux minutes. La lame est collée en avant du ménisque formé au contact du trou de remplissage (fig. 2.4, B.ii)).
5. La partie de l'élastomère où se trouve le ménisque de remplissage est coupée. Un cylindre de 3mm de diamètre est collé sur le nez de l'échantillon (fig. 2.4, B.iii)). La colle est en fait du PDMS qui est réticulé en quelques dizaines de secondes à l'aide d'un fer à souder porté à une température supérieure à 230°C (température de fusion de l'étain).
6. L'échantillon final (fig. 2.4 C.) est pelé au minimum 12h après sa préparation. Ce temps de collage est nécessaire pour obtenir un contraste de ténacité suffisant dans le cas d'un substrat texturé.

3 Modification de la ténacité de l'interface

Nous allons maintenant détailler les techniques permettant de texturer chimiquement le substrat afin de moduler spatialement l'énergie de fracture de l'interface PDMS-Substrat.

3.1 Les différentes stratégies

Pour étudier la propagation d'une fissure dans un matériau hétérogène, nous avons voulu satisfaire aux deux contraintes expérimentales suivantes :

1. avoir une bonne visualisation de la ligne sur une large gamme d'échelles de longueur
2. avoir une modulation contrôlée de la ténacité

Des études réalisées à partir des années 60 ont porté sur la mécanique du contact entre un élastomère et une surface rigide présentant une topographie particulière. La surface peut présenter une texture naturelle, comme le bitume [81], ou artificielle, par exemple, par sablage [16, 40, 41]. Un meilleur contrôle de la topographie est obtenu par des techniques de lithographie optique [73] ou par micro-usinage [29]. Parmi ces études, très peu ont porté sur la dynamique locale du front au cours du décollement [29, 127]. L'expérience de Schmittbuhl *et al.* [127] est l'une des premières à porter spécifiquement sur la morphologie et la dynamique du front de fissure. Cela

a été rendu possible en utilisant deux plaques de plexiglas, transparentes, dont les surfaces ont été sablées, pressées l'une contre l'autre puis thermocollées. Le dispositif permet une bonne visualisation de la fissure mais le contrôle des hétérogénéités est relativement limité.

Plutôt que d'imposer un certain relief au substrat, nous avons préféré une texturation chimique, utilisée notamment pour des expériences de mouillage [87, 94, 97, 104, 109, 113]. Nous avons utilisé des techniques de lithographie optique qui sont particulièrement bien adaptées pour imprimer des motifs complexes, réguliers ou aléatoires, pour des échelles pouvant descendre à 20 microns². Par une technique de masquage que l'on décrira en détail par la suite, il est possible de modifier localement les propriétés physico-chimiques du matériau. Nous avons testé deux types "d'encre" pour imprimer les défauts : des fluorosilanes et du chrome.

Méthode 1 : les fluorosilanes Nous avons d'abord choisi les fluorosilanes qui sont très utilisés pour abaisser les énergies de surface. Ces composés peuvent être fixés chimiquement sur les surfaces de verre en phase liquide ou vapeur. Cette méthode a deux inconvénients. Il n'est pas possible d'avoir un contrôle visuel de la qualité des motifs imprimés. Le deuxième inconvénient est lié à l'emploi d'un promoteur d'adhésion pour la lithographie optique. Cette couche est responsable d'une diminution drastique du contraste d'adhésion au point que le front de fissure n'est quasiment pas perturbé par les hétérogénéités. Il n'a pas été possible d'éliminer le promoteur sans détériorer la texturation et cette méthode a donc été abandonnée.

Méthode 2 : le chrome L'utilisation du chrome permet d'avoir un contrôle de qualité d'impression tout au long du processus. De plus la couche de chrome est très fortement liée à la surface, si bien que la surface du substrat peut être nettoyée avec des solutions très agressives (solution de Piranha) sans que cela n'altère les motifs. Nous allons maintenant rentrer dans le détail de l'impression des motifs en commençant par la présentation des techniques de lithographie optique.

3.2 Lithographie

3.2.1 Nettoyage des substrats

Le résultat final est très sensible à la propreté du substrat. Aussi toutes les manipulations sont réalisées sous une hotte à flux laminaire située en salle blanche. Les substrats sont nettoyés à l'acétone et à l'isopropanol (dégraissage humide, voir § 1.1.3) puis par un plasma à oxygène (dégraissage sec, voir § 1.1.3). Ils peuvent être conservés dans des boîtes de Pétri, sous hotte, pendant quelques heures sans que cela n'affecte la qualité de la lithographie.

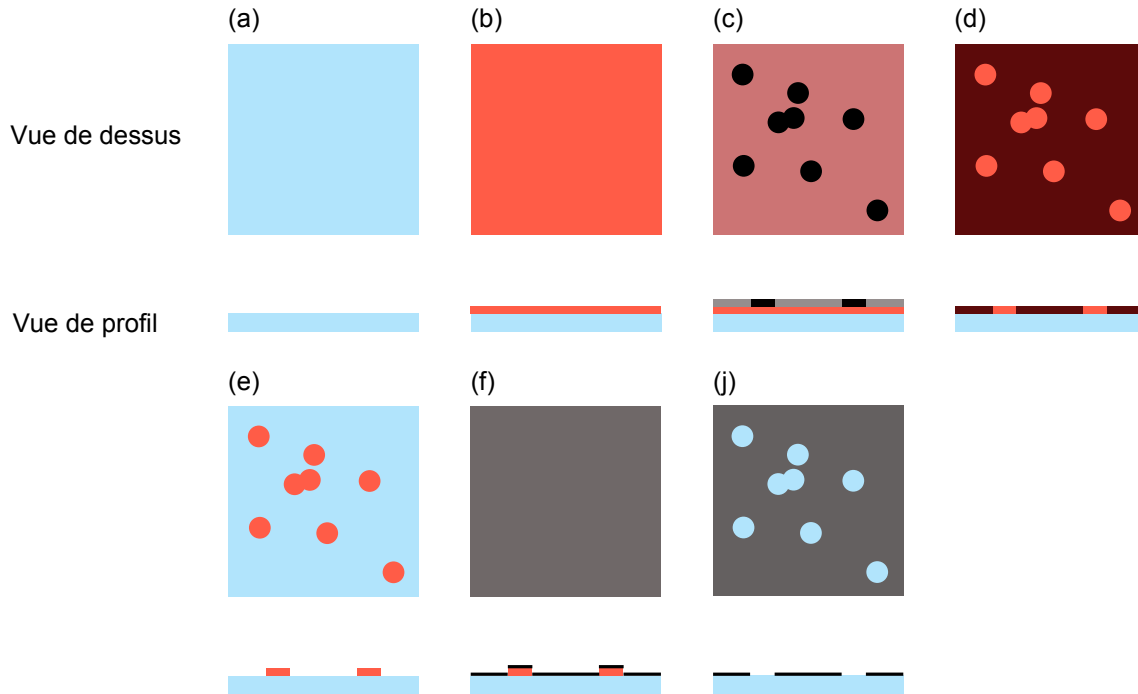


FIGURE 2.5 – Les différentes étapes conduisant à une lame dont la surface présente des motifs de verre, le reste étant couvert de chrome. Les échelles ne sont pas respectées. (a) Le substrat est une lame de verre préalablement nettoyée aux ultra-sons dans des bains d’acétone et d’isopropanol puis exposée à un plasma à oxygène. (b) Avec une tournette, un promoteur d’adhésion puis une résine photosensible sont déposés sur la lame de verre. (c) Les masques utilisés sont des films plastiques où sont imprimés les défauts. (d) La résine est insolée à travers le masque par des rayons UV. (e) Les zones insolées sont dissoutes dans un développeur. Les motifs en noir sur le masque correspondent, sur la lame, à des motifs en résine d’épaisseur 1 micron. (f) La lame est placée dans un évaporateur à effet joule où une couche nanométrique de chrome est déposée. (g) Le substrat est ensuite plongé dans un bain d’acétone et passé aux ultra-sons pendant 15s afin de dissoudre les motifs de résine et d’éliminer localement le chrome déposé par dessus. Enfin le substrat est plongé dans une solution de Piranha pendant au moins une heure pour éliminer les molécules du promoteur d’adhésion. Le substrat est rincé à l’eau déionisée et séché sous un jet d’azote.

| Vitesse de rotation en tr.min^{-1} | 2000 | 3000 | 4000 | 5000 | 6000 |
|---|------|------|------|------|------|
| Épaisseur en μm | 1.98 | 1.62 | 1.40 | 1.25 | 1.14 |

TABLE 2.4 – Vitesse de rotation de la tournette et épaisseur de la couche de résine correspondante (résine AZ5214E, MicroChemicals).

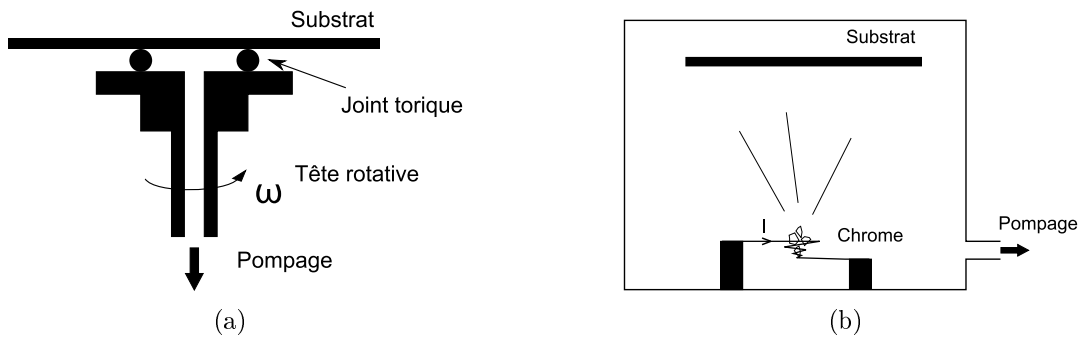


FIGURE 2.6 – a) Schéma en coupe de la tournette (spin coater). Le substrat est maintenu contre la tête rotative par un système d'aspiration. Pour les plaques de quartz de grandes dimensions, un joint torique en caoutchouc peut être ajouté entre la tête rotative et le substrat pour assurer un meilleur maintien. b) Schéma de la cloche sous vide ($2 \text{ à } 3 \cdot 10^{-6} \text{ mbar}$) où est réalisé le dépôt de chrome. Le chrome en granules est placé dans un panier fait d'un filament de tungstène. Lorsqu'un courant de quelques dizaines d'ampères circule dans le fil, le chrome, chauffé par effet Joule, s'évapore et se dépose sur le substrat.

3.2.2 Etalement de la résine

Les produits, promoteur d'adhésion et résine, sont étalés sur le substrat à l'aide d'une tournette (spin coater, en anglais) dont le principe de fonctionnement est présenté sur la figure 2.6(a). Le substrat est posé sur une tête rotative et maintenu par un système d'aspiration. Pour les plaques de quartz de dimensions assez importantes, un joint torique est intercalé entre la tête et le substrat pour assurer une meilleure fixation. A l'aide d'une pipette, on recouvre le substrat de quelques millilitres du produit à étaler. Lorsque la tête rotative se met à tourner, par effet de centrifugation, le liquide est expulsé vers l'extérieur laissant une couche de quelques microns. La compétition entre la viscosité et l'effet de centrifugation permet de contrôler et de faire varier l'épaisseur de la couche (tab. 2.4).

Lorsque le substrat sort d'un nettoyage par plasma à oxygène, la surface est fortement hydrophile ce qui est très peu favorable à une bonne adhésion de la résine. Un promoteur d'adhésion, le Ti-Prime (microChemicals), doit ainsi être étalé avant la résine. Nous allons maintenant détailler le protocole d'impression de motifs de résines suivant les recommandations du fabricant³.

1. Etalement du promoteur d'adhésion (Ti-Prime, microChemicals) à la tournette à $4000 \text{ tr} \cdot \text{min}^{-1}$ pendant 20s.
2. Evaporation du solvant sur plaque chauffante 2min à 125°C (lame d'épaisseur 1mm) ou 2min30 à 125°C (plaque d'épaisseur 1.6mm).
3. Etalement de la résine (AZ5214E, microChemicals) à la tournette à $4000 \text{ tr} \cdot \text{min}^{-1}$ pendant 30s.

2. Il est possible de descendre à l'échelle du micron mais cela nécessite d'établir des protocoles très précis qui conduisent de toute façon à beaucoup de "déchets".

3. <http://www.microchemicals.com>

4. Évaporation du solvant et durcissement de la résine sur plaque chauffante 2min à 125°C (lame d'épaisseur 1mm) ou 2min30 à 125°C (plaque d'épaisseur 1.6mm).

3.2.3 Insolation et développement

Lorsque la résine a été déposée, le substrat est insolé, au maximum, quelques dizaines de minutes après.

1. Nettoyage du masque dans un bain d'isopropanol placé dans une cuve à ultrasons pendant 15s et séché sous un jet d'azote.
2. Positionnement du masque sur la lame face imprimée contre la résine. Un bloc en quartz est pressé contre le masque pour assurer un bon contact avec la lame.
3. Insolation aux UV pendant 25sec.
4. Développement des motifs dans un bain de développeur (AZ726MIF, Micro-Chemicals) pendant 1min, rinçage sous un jet d'eau déionisée pendant 30s et séchage sous un jet d'azote.

Nous obtenons ainsi une lame avec des motifs en résine d'épaisseur 1 micron aux endroits qui n'ont pas été insolés.

3.3 Impression du motif en chrome

3.3.1 Principe du dépôt par évaporation

On réalise un dépôt de chrome par évaporation à très basse pression. Le schéma explicatif du dispositif est présenté dans la figure 2.6(b). Le chrome, sous forme de granules, est placé dans un fil spiralé en tungstène dont les extrémités sont reliées à deux électrodes. Le chrome est évaporé en chauffant le fil par effet Joule, l'intensité du courant le traversant est alors de quelques dizaines d'ampères. Cette technique permet d'obtenir des taux de déposition de $0.1\text{nm}\cdot\text{s}^{-1}$.

Le dépôt a lieu dans une enceinte sous vide poussé, réalisé en utilisant une pompe mécanique couplée à une pompe à diffusion. Un piège cryogénique que l'on remplit d'azote liquide est monté entre l'enceinte et la pompe à diffusion afin d'améliorer le vide dans l'enceinte. Après un pompage de plusieurs heures, une pression comprise entre 2.5 et $2.9 \cdot 10^{-6}\text{mbar}$ est atteinte. A cette pression, le libre parcours moyen est de l'ordre de quelques dizaines de mètre.

3.3.2 Révélation des motifs de chrome

Une couche de chrome de 1 à 2nm est déposée sur la surface présentant les motifs en résine. Cette épaisseur a été choisie pour obtenir une lame semi-réfléchissante permettant une détection aisée du front de fissure. La lame est ensuite immergée dans un bain d'acétone et placée dans une cuve à ultra-sons pendant 15s afin de dissoudre la résine. Cette procédure, appelée lift-off, permet de retirer le dépôt de chrome recouvrant les motifs de résine. Pour éviter les traces d'acétone après évaporation

de celle-ci, la lame est rincée sous un jet d'isopropanol et séchée sous un jet d'azote. Le substrat peut être conservé en salle blanche plusieurs jours avant d'être collé à l'élastomère.

3.4 Collage et finitions

Avant collage, le substrat subit une attaque acide afin de retirer la couche de promoteur d'adhésion. Sans cette étape le contraste d'énergie d'adhésion est trop faible. La lame de verre est alors placée dans une solution de Piranha pendant au moins 1heure sans que cela ne provoque une altération visible du motif de chrome. Elle est ensuite rincée sous un filet d'eau déionisée puis placée pendant au moins 10min dans un cristalliseur rempli d'eau déionisée. Elle est ensuite séchée sous un jet d'azote. La lame de moulage est retirée de l'élastomère et remplacée par la lame fraîchement préparée. Cette dernière étape ne dure que 2 à 3 min si bien que les surfaces en contact n'ont été que très peu exposées à l'air. Le pelage de l'échantillon s'effectue en général le lendemain ce qui correspond à un temps de collage d'au moins 12h.

3.5 Performances

La résolution que l'on peut atteindre par lithographie optique une fois que le protocole a été optimisé dépend essentiellement de la qualité des masques. Les masques que nous avons utilisé sont des films sur lesquels des motifs ont été imprimés par une imprimante haute-résolution à 25400dpi (Selba, Suisse). L'impression est réalisée à partir d'un fichier où sont listées la position et la forme de chaque motif. Les plus petites structures que l'on peut obtenir par cette technique sont des disques de $20\mu\text{m}$ de diamètre ou des lignes de $10\mu\text{m}$ de large. La précision sur le positionnement est de $\pm 15\mu\text{m}$ sur 750mm. Les motifs une fois lithographiés sur le substrat sont en général réduits d'un certain facteur d'échelle que l'on peut mesurer après coup. Par exemple, la figure 2.7(b) présente une couche de chrome trouée d'un disque de 14 microns où le verre affleure. Le diamètre du disque sur le masque est en réalité de 20 microns. Ce facteur d'échelle peut s'expliquer par le fait que les bords des disques sur le masque sont moins opaques aux UV que le centre produisant des motifs lithographiés plus petits. D'autres facteurs liés au protocole de lithographie employé peuvent conduire au même effet. On a vérifié que ce facteur d'échelle était homogène sur toute la surface texturée. Cette réduction d'échelle peut être mise à profit pour lithographier des structures plus petites que celles imposées par les limites de résolution de l'imprimante.

La figure 2.7 présentent des motifs de chrome. Les substrats que nous avons lithographié présentent une proportion de chrome plus importante que le verre, aussi il est plus commode de parler de motifs de verre. Par exemple, la figure 2.7(c) présente des disques de verre de $17\mu\text{m}$ de diamètre répartis aléatoirement, le reste de la surface étant couverte de chrome. La densité est d'environ 35% et on remarque que les disques se superposent et forment des agrégats dont la taille augmente avec la densité. Pour caractériser la réponse de la fissure à des motifs élémentaires, nous

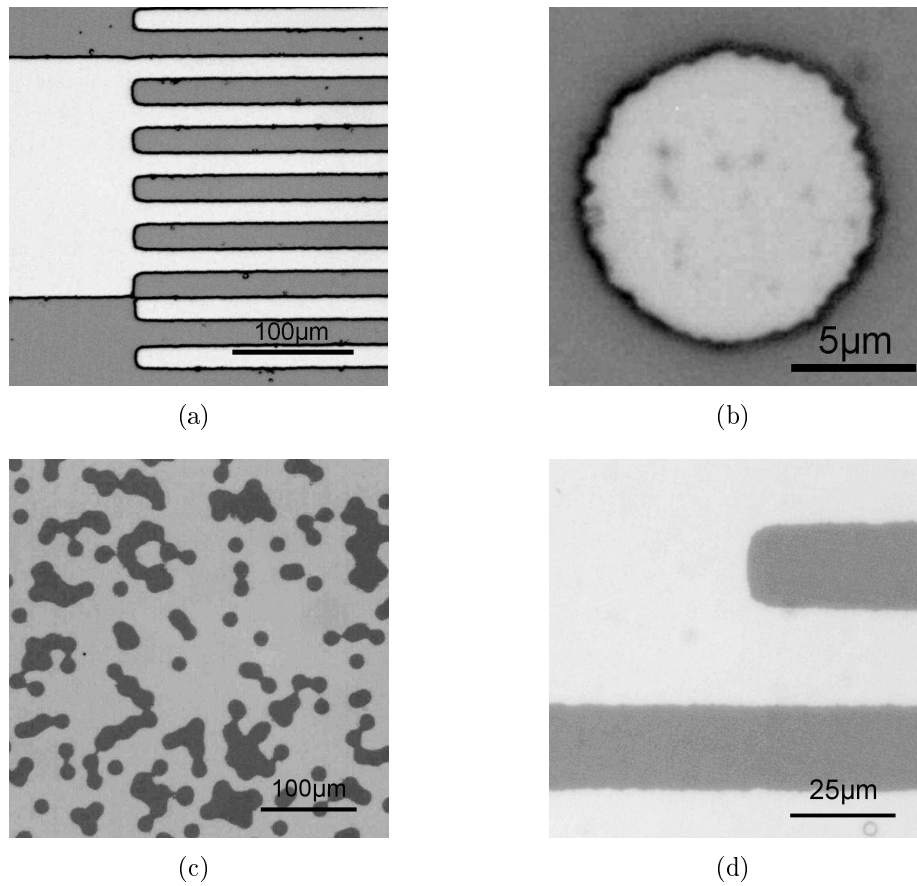


FIGURE 2.7 – Différents motifs imprimés sur une lame de verre. Les zones claires sont couvertes de chrome, les zones sombres sont en verre.

| | |
|------------------------|------------------------------|
| Forme des motifs | disque et bande |
| taille minimale | 15 microns |
| Nombres max. de motifs | 2 millions |
| surface texturée | jusqu'à 70x50mm ² |
| densité | jusqu'à 35% |

TABLE 2.5 – Caractéristiques des motifs imprimés sur les substrats.

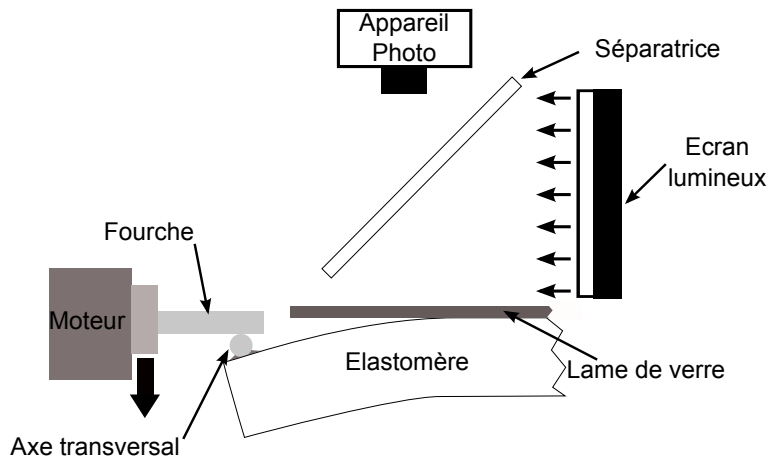


FIGURE 2.8 – Schéma des dispositifs de pelage, d'éclairage et d'acquisition d'images. La séparatrice et l'écran lumineux assure un éclairage diffus, homogène et en incidence normale de l'interface. A gauche, la déflexion imposée sur l'élastomère se fait entre cylindres croisés (voir fig. 2.10(a) pour plus de détails). Le bâti sur lequel repose l'échantillon, non représenté, est schématisé dans la figure 2.10(b).

avons aussi imprimé des bandes et des peignes adhésifs fig. 2.7(d).

A la différence des méthodes de monocouches autoassemblées, comme la silanisation, la méthode de texturation par dépôt métallique permet de contrôler à chaque étape de fabrication jusqu'au pelage final, la qualité des hétérogénéités imprimées. Il est aussi possible de détecter à la fois la fissure et les motifs sur lesquels elles s'accrochent.

L'état de surface des deux matériaux est très bien contrôlé. La surface de l'élastomère est préservée de toute contamination grâce à la lame de moulage qui est retirée juste avant le collage. Quant à la surface de verre, elle est nettoyée par une solution de piranha et rincée à l'eau déionisée.

4 Dispositif de pelage

Montage La lame de verre est fixée par deux brides sur un cadre en aluminium. La déflexion est imposée par une fourche constituée de deux axes, de 3mm de diamètre, parallèles et espacés de 20mm. La fourche est entraînée par un moteur pas à pas (NanoPZ, Newport) sur une distance de 12.5mm au maximum. La vitesse peut varier de $25\text{nm}\cdot\text{s}^{-1}$ à $0.2\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$. Une séparatrice montée à 45° renvoie sur l'échantillon un éclairage uniforme issu d'un écran lumineux (Phlox $10\times 10\text{cm}^2$, Stemmer Imaging). Des photos sont prises par un appareil photo numérique (Nikon D200) à travers la séparatrice jusqu'à 2 images par seconde. L'objectif macro utilisé (AF Micro Nikkor, 60mm, Nikon) permet d'obtenir une résolution allant de 6 à 14 microns par pixel. La taille du capteur CCD est de 3872×2592 pixels correspondant à une taille de $15.7\times 23.7\text{mm}^2$. L'appareil photo est commandé grâce au logiciel Camera Control pro (Nikon).

Pour certaines expériences réclamant une visualisation de la ligne de contact à

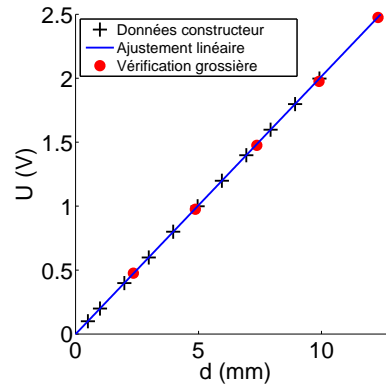


FIGURE 2.9 – Courbe d’étalonnage du capteur capacitif (MCC20, Fogale). Le constructeur fournit la courbe d’étalonnage $d = -0.009 + 0.20159u$ où d est la distance cible-capteur en mm et u la tension mesurée en Volt.

l’échelle du micron, nous avons utilisé une binoculaire (Leica, MZ16) permettant d’obtenir des résolutions allant de 3.6 à 0.3 microns par pixel. A cette échelle, on peut tirer partie de l’existence d’un ménisque raccordant l’élastomère au substrat qui peut être facilement détecté en l’éclairant avec une lumière directionnelle. Nous avons utilisé un anneau de diodes électroluminescentes placé autour de l’objectif.

Le chargement de l’élastomère se fait par un contact entre cylindres croisés, de 3mm de diamètre. Les déflexions imposées varient de 100microns à 10mm ce qui correspond à des angles variant de 0.1° à 10° . La précision sur la position relative de l’indenteur est de l’ordre du micron. Par contre le point de contact des cylindres croisés est assez délicat à repérer et il en résulte un offset systématique de la déflexion de l’ordre de la dizaine de microns.

Contrôle et mesures Le contrôleur (PZC200, Newport) associé au vérin (PZA12, Newport) est contrôlé via une interface série RS-485 par un PC. Le driver PC est un programme édité sous Labview permettant d’imposer une vitesse de déplacement jusqu’à la position désirée. La position et la vitesse du vérin sont exprimées en μstep et en $\mu\text{step.s}^{-1}$. La conversion des μstep en mètres n’est pas universelle, elle peut varier suivant la vitesse ou le chargement. Nous avons donc associé au montage une mesure du déplacement du vérin grâce un capteur capacitif. Le capteur utilisé (MCC20, Fogale Nanotech) possède une étendue de mesure de 2mm pour une résolution de 100nm, le module MC 900P réalise le traitement et le conditionnement du signal. Une plaque en acier de 1mm d’épaisseur, solidaire de la platine motorisée, constitue la cible du capteur. Le capteur étant monté sur une platine de translation verticale, il est possible d’ajuster sa position par rapport à la cible. Un pilote édité sous Labview permet d’associer le déplacement du vérin avec la prise de mesure de sa position.

Positionnement de l’échantillon La fourche imposant une déflexion de l’élastomère est entraînée par le vérin. A cause de sa course relativement limitée de

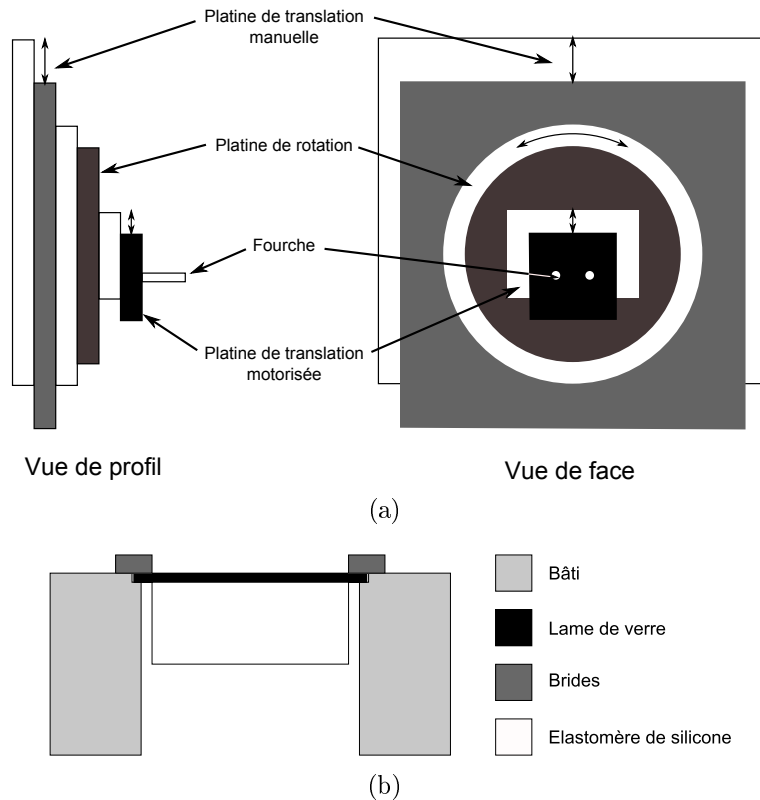


FIGURE 2.10 – a) Schéma détaillé de dispositif imposant la déflexion de l'élastomère. Sur la figure 2.8 seules la platine motorisée et la fourche ont été schématisées. Pour ajuster le position de la fourche par rapport à l'élastomère, une platine de translation manuelle et une platine de rotation ont été ajoutées. b) Vue en coupe transversale du bâti sur lequel est positionné l'échantillon.

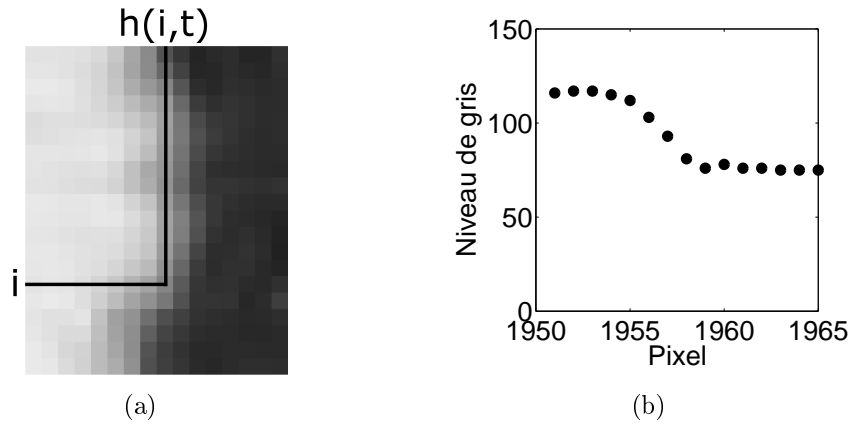


FIGURE 2.11 – a) Agrandissement d’une photo au niveau du front de fissure $h(i, t)$. b) Profil du niveau de gris. Les valeurs élevées correspondent à la zone claire c’est-à-dire à la partie décollée, les valeurs basses correspondent à la zone sombre c’est-à-dire à la partie non décollée.

12.5mm, nous avons ajouté une platine de translation manuelle avec une course de 50mm. Enfin une platine rotative a été ajoutée pour compenser d’éventuels défauts d’horizontalité dans le montage (fig. 2.10, gauche).

L’échantillon est posé en appui sur un bâti en aluminium et serré par des brides (fig. 2.10, droite). Par translation de la platine manuelle, la fourche est mise au contact de la barre transversale avec une précision de quelques dizaines de microns. Cette position correspond à une déflexion nulle. En translatant davantage la fourche, un front de décollement est initié sur quelques millimètres. En jouant avec la platine de translation, on ajuste l’horizontalité de la fourche par rapport à l’axe transverse jusqu’à obtenir un front de décollement symétrique par rapport au grand axe de symétrie de la lame. Ce réglage délicat conduit rarement à une symétrie parfaite de la ligne. En particulier, on observe parfois une perte de symétrie au cours du déplacement du front.

Le capteur est ensuite approché de la cible jusqu’à une distance de $200\mu\text{m}$ environ. La déflexion imposée est mesurée relativement à cette position initiale.

5 Acquisition et traitement d’images

Le traitement d’image permet d’extraire le front de décollement défini comme la frontière entre la surface décollée en claire et la surface collée en sombre à partir d’une image numérique (fig. 2.11). L’algorithme de détection du front se fait en deux temps : une détection rapide et grossière suivie d’une méthode plus fine utilisant une interpolation. Avant de le détailler, quelques notations doivent être précisées.

5.1 Définitions et notations

Les images à analyser sont codées en 8 bits, cela signifie que les niveaux de gris peuvent prendre $2^8 = 256$ valeurs différentes allant du blanc (1) au noir (0). Elles

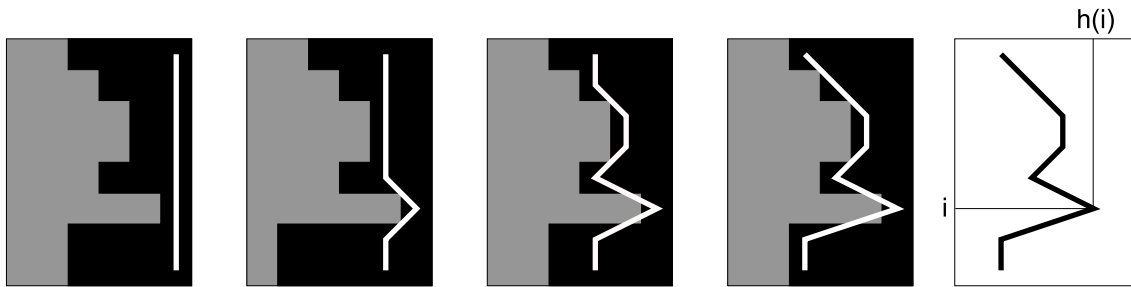


FIGURE 2.12 – Illustration de l'algorithme de détection rapide du front. La ligne blanche se propage de droite à gauche jusqu'à ce que chaque point se trouve devant une zone de fort contraste.

sont composées de 3872×2592 pixels. On repèrera un pixel par un indice vertical i et un indice horizontal j , tous deux étant des entiers. $img(i, j)$ correspond au niveau de gris du pixel (i, j) . Enfin le front de décollement sera noté $h(i, t)$ où t est le temps, le pixel i du front, donc de coordonnées $(i, h(i))$, a un niveau de gris $img(i, h(i))$.

5.2 Détection rapide

Le principe est schématisé dans la figure 2.12 et consiste à faire avancer vers la gauche une ligne, en blanc sur la figure et noté h^4 , jusqu'à ce qu'elle se trouve à la frontière entre la zone blanche et zone noire. Les pixels de la ligne décident d'avancer ou pas les uns après les autres. Or pour décider, un pixel doit se renseigner sur sa future valeur de niveau de gris et consulter les autres pixels de la ligne. L'ensemble des niveaux de gris de la ligne sont distribués suivant une loi de probabilité caractérisée par sa moyenne m_h et sa déviation standard σ_h . Un pixel avance si son futur niveau de gris n'est pas une valeur extrême de la distribution précédente. On peut écrire cette condition plus précisément : le déplacement Δh du pixel vaut -1 (il se déplace vers la gauche) si :

$$|img(i, h(i) - 1) - m_h| < a \cdot \sigma_h$$

où a est un paramètre à ajuster dans l'algorithme et qui quantifie ce que l'on entend par valeurs extrêmes. On peut retirer la valeur absolue si l'on décide d'avancer lorsque le pixel tombe sur une valeur trop sombre. Il s'arrêtera lorsque la valeur sera trop claire. Ainsi, les pixels vont avancer à tour de rôle jusqu'à ce que le prochain déplacement les positionneraient sur une zone claire correspondant à la partie décollée. L'algorithme s'arrête lorsque la condition précédente n'est jamais vérifiée et que la moyenne des déplacements $m_{\Delta h}$ sur la ligne est nulle. Voici l'algorithme utilisé :

4. Pour éviter de multiplier les notations, le front de décollement et la ligne blanche sont notées de la même façon. En réalité, les deux ne coïncident qu'à la fin du programme de détection.

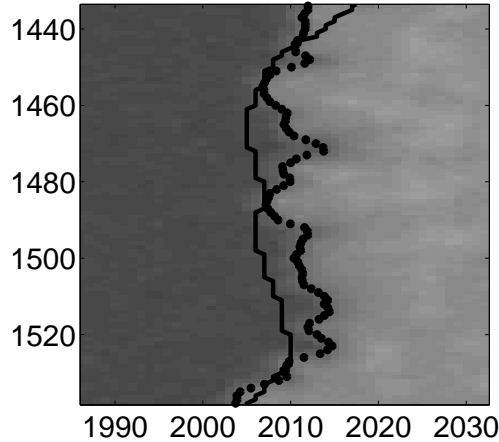


FIGURE 2.13 – Photo du front de fissure. En gris clair, les matériaux sont décollés alors qu'ils sont toujours en contact dans la zone gris foncé. La ligne continue correspond au résultat de la détection grossière alors que les disques noirs correspondent à la détection fine.

Algorithme rapide

```

input  $img, a, h$ 
while  $m_{\Delta h} \neq 0$ 
  for  $i = 1, \dots, L$ 
    if  $|img(i, h(i) - 1) - m_h| < a \cdot \sigma_h$ 
       $\Delta h(i) = -1$ 
    else
       $\Delta h(i) = 0$ 
     $h = h + \Delta h$ 
output  $h$ 
    
```

Cet algorithme est rapide et n'est pas très sensible aux défauts présents dans l'image tant que le contraste entre zone collée et décollée est suffisant. Cette condition est bien remplie comme on peut le voir sur la figure 2.11 où l'on obtient un contraste de $\Delta I / \Delta I_{max} = 20\%$ où ΔI correspond au saut de niveau de gris et $\Delta I_{max} = 256$ est l'étendue maximale de niveau de gris pour une image codée en 8 bits. Le résultat de la détection rapide est présentée en trait continu sur la figure 2.13.

5.3 Détection fine

Pour chaque point de la ligne, on ajuste la fonction $\arctan \frac{x-a}{b}$ sur le profil de niveau de gris (fig. 2.11, droite). Pour éviter un trop grand nombre de paramètres d'ajustement, on soustrait la moyenne et on normalise pour que le profil varie entre -1 et 1 . De cette manière, il n'y a plus que deux paramètres a et b . a définit la position de la ligne après interpolation ce qui conduit à la ligne en pointillés de la

figure fig. 2.13. Par cette méthode, on obtient une résolution meilleure que le pixel, soit environ 3 microns.

5.4 Détection à la main

L'algorithme de détection de front est spécifique des images prises avec un éclairage diffus renvoyé en incidence normale sur l'échantillon par une séparatrice. Pour les images prises à l'aide d'une binoculaire, nous avons utilisé un éclairage directif, plus puissant, composé d'un anneau de LED et adapté sur l'objectif. Le front de fissure apparaît alors en blanc et le reste de l'image est plus sombre. On détecte aussi les défauts chimiques imprimés sur le substrat. Nous avons trouvé plus commode de détecter le front à la main à l'aide d'un logiciel de dessin vectoriel. La détection des fronts par cette méthode n'a concerné que quelques fronts, il n'a pas été nécessaire d'automatiser le traitement.

Chapitre 3

Front de fissure dans une interface homogène

La technique adoptée pour moduler spatialement la ténacité de l'échantillon joue sur les différences de propriétés physico-chimiques du verre et du chrome vis-à-vis des chaînes de l'élastomère. Afin de caractériser les propriétés des deux interfaces, nous avons conduit des expériences de relaxation qui consistent à suivre le mouvement de la fissure vers une position d'équilibre pour une déflexion imposée. La première partie est consacrée à la détermination des énergies de fracture et des hypothèses faites pour les obtenir. La deuxième partie étudie la dépendance de l'énergie de fracture avec la vitesse de propagation et propose une équation du mouvement.

1 Equilibre de la fissure

Nous allons calculer le taux de restitution de l'énergie dans une géométrie de pelage (Fig. 3.1), puis, en utilisant le critère d'équilibre de Griffith, nous donnerons l'expression de l'énergie de fracture en fonction des dimensions de la fissure et des propriétés mécaniques de l'échantillon. Nous discuterons ensuite des valeurs expérimentales que nous avons trouvées pour des interfaces PDMS-Verre et PDMS-Chrome.

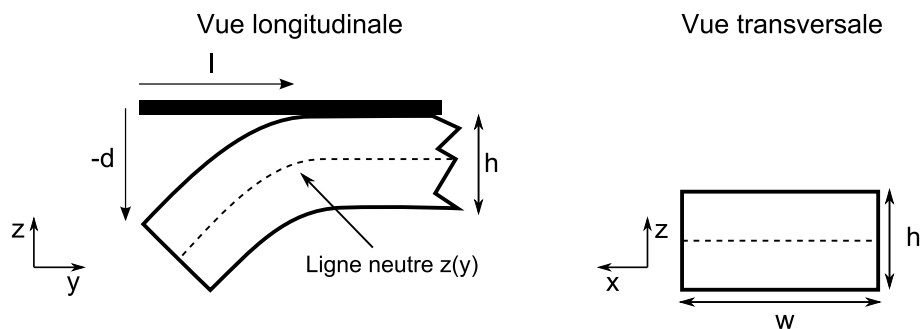


FIGURE 3.1 – Schéma de l'élastomère adhérent sur un substrat. Une déflexion d est imposée en $y = 0$, la position moyenne de la fissure est notée l , h est l'épaisseur de l'élastomère.

1.1 Quelques grandeurs mécaniques

1.1.1 Ligne neutre

Les notations et la géométrie étudiée sont résumées dans la figure 3.1. L'élastomère a une section rectangulaire de largeur w et d'épaisseur h . Sa longueur est supposée infinie. Une déflexion est imposée sur toute sa largeur en $y = 0$ par une charge verticale descendante. Le problème est supposé invariant par translation suivant l'axe Ox , ce qui revient à négliger les effets de bords. Le front de fissure se trouve en $y = -l$ pour une déflexion d . Dans l'hypothèse de faible flexion, que nous discuterons par la suite, la forme de l'élastomère se réduit à celle de la ligne neutre, $z = z(y)$, qui est solution de l'équation biharmonique [74] :

$$z^{(4)}(y) = 0 \quad (3.1)$$

La condition d'encastrement en $y = l$ s'écrit :

$$z(l) = 0, \quad z'(l) = 0 \quad (3.2)$$

Le mode de chargement en $y = 0$ n'induit aucun moment au niveau du point d'application. La courbure de l'élastomère est donc nulle en ce point et nous obtenons les conditions aux limites suivantes :

$$z(0) = -d, \quad z''(0) = 0 \quad (3.3)$$

L'équation de la ligne neutre satisfaisant à ces conditions aux limites s'écrit :

$$z(y) = \frac{d}{2} \left[-\left(\frac{y}{l}\right)^3 + 3\left(\frac{y}{l}\right) \right] - d \quad (3.4)$$

où d est la déflexion et l la longueur de la fissure.

1.1.2 Moment, chargement et énergie élastique

Nous allons maintenant donner les expressions de quelques grandeurs mécaniques connaissant la déflexion et la longueur de la fissure. Pour cela, on introduit le module de rigidité de courbure d'une section rectangulaire d'épaisseur h et de module d'Young E :

$$B \equiv \frac{Eh^3}{12} \quad (3.5)$$

Le moment fléchissant m est directement relié à la courbure de la tige :

$$m(y) = Bw \frac{d^2z}{dy^2} = -3Bw \frac{d}{l^3} y \quad (3.6)$$

En écrivant l'équilibre des moments en $y = 0$, on obtient une relation entre la déflexion, la longueur de la fissure et la charge P imposée :

$$P = \frac{3wBd}{l^3} \quad (3.7)$$

Dans le cas de faible flexion, l'énergie élastique E_{el} dans l'élastomère est essentiellement sous forme d'énergie de courbure E_c :

$$E_{el} \approx E_c = \frac{1}{2}Bw \int z''^2(x)dy = \frac{3}{2}B \left(\frac{d}{l^2}\right)^2 wl \quad (3.8)$$

où E et ν sont respectivement le module d'Young et le coefficient de Poisson, h et w son épaisseur et sa largeur, B est le module de rigidité.

1.1.3 Taux de restitution de l'énergie et force d'extension de la fissure

En utilisant la définition 1.20, le taux de restitution de l'énergie G peut être exprimé en fonction du module de rigidité B , de la longueur de la fissure l et de la déflexion d :

$$G = -\frac{\partial E_{el}}{\partial A} = \frac{9}{2}B \left(\frac{d}{l^2}\right)^2 \quad (3.9)$$

où A est l'aire de la surface fracturée, $A = wl$.

A l'aide de la relation 1.38, on obtient l'expression du facteur d'intensité des contraintes :

$$K = \sqrt{EG} = \sqrt{\frac{9EB}{2}} \frac{d}{l^2} \quad (3.10)$$

où $K = \sqrt{K_I^2 + K_{II}^2}$. En appliquant le critère de Griffith 1.39 à d fixée, la position de la fissure à l'équilibre, l_{eq} , est liée à l'énergie de fracture Γ par :

$$\Gamma = \frac{9}{2}B \left(\frac{d}{l_{eq}^2}\right)^2 \quad (3.11)$$

L'expression du taux de restitution de l'énergie se réécrit, sous une forme plus condensée, en utilisant l'expression 3.11 :

$$G = \Gamma \left(\frac{l_{eq}}{l}\right)^4 \quad (3.12)$$

Enfin, on rappelle l'expression de la force d'extension de la fissure \mathcal{G} :

$$\mathcal{G} = G - \Gamma \quad (3.13)$$

Lorsque la fissure approche de sa position d'équilibre l_{eq} , l'expression linéarisée de \mathcal{G} devient :

$$\mathcal{G} \approx 4\Gamma \left(1 - \frac{l}{l_{eq}}\right) \quad (3.14)$$

Le tableau 3.1 présente des ordres de grandeur de la pente moyenne $\theta = d/l$, de l'énergie de fracture Γ , du rayon de courbure caractéristique $R_{\perp} = l^2/d$ et de la charge P . Les ordres de grandeur ont été calculés en considérant une longueur de fissure $l = 5cm$, une épaisseur $h = 10mm$ et un module d'Young $E = 2MPa$.

| d (mm) | θ (deg) | Γ (J.m ⁻²) | R_{\perp} (mm) | P (mN) |
|----------|----------------|-------------------------------|------------------|----------|
| 0.1 | 0.1 | 0.001 | 25000 | 10 |
| 0.5 | 0.5 | 0.05 | 5000 | 50 |
| 1 | 1 | 0.1 | 2500 | 100 |
| 10 | 10 | 10 | 250 | 1000 |

TABLE 3.1 – Ordre de grandeur de la pente moyenne $\theta = d/l$, de l'énergie de fracture, du rayon de courbure caractéristique $R_{\perp} = l^2/d$ et de la charge P . Ces ordres de grandeurs sont évalués pour une fissure de longueur $l = 5\text{cm}$, une épaisseur $h = 10\text{mm}$ et un module d'Young $E = 2.2\text{MPa}$.

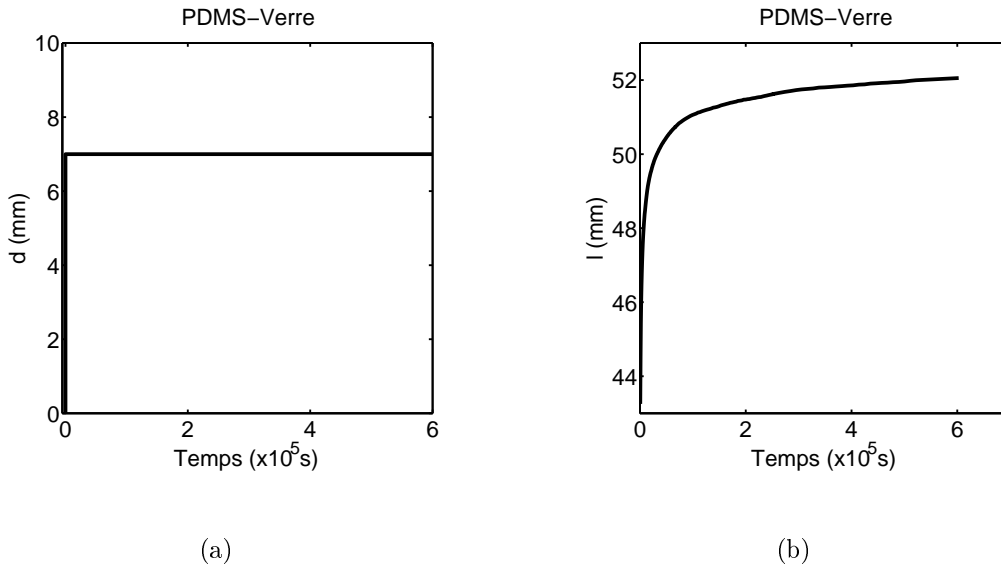


FIGURE 3.2 – a) Déflexion $d = 7\text{cm}$ imposée sur un échantillon présentant une interface PDMS-Verre. b) Evolution de la position moyenne $l(t)$ du front de fissure en réponse à la déflexion. $l(t)$ varie de 43mm à 52mm en 7 jours environ.

1.2 Mesure des énergies de fracture

Nous allons maintenant présenter les expériences de relaxation qui permettent de remonter, à l'aide de l'équation 3.11, aux énergies de fracture des interfaces PDMS-Verre et PDMS-Chrome.

1.2.1 Protocole

Les matériaux utilisés et le dispositif de pelage ont été décrit dans le chapitre précédent (Partie 1). Deux types d'échantillon sont analysés : l'un présente une interface PDMS-Verre, l'autre une interface PDMS-Chrome. Les substrats n'étant pas texturés, les interfaces sont homogènes. Le principe de l'expérience de relaxation consiste à imposer rapidement une déflexion à l'échantillon. La déflexion est maintenue fixe pendant des durées pouvant aller jusqu'à la semaine. La fissure n'atteint pas sa position d'équilibre instantanément, la dynamique est gouvernée par les pro-



FIGURE 3.3 – Front de fissure se propageant dans une interface PDMS-Verre homogène. La forme du front est la conséquence des effets de bord (effet anticlastique).

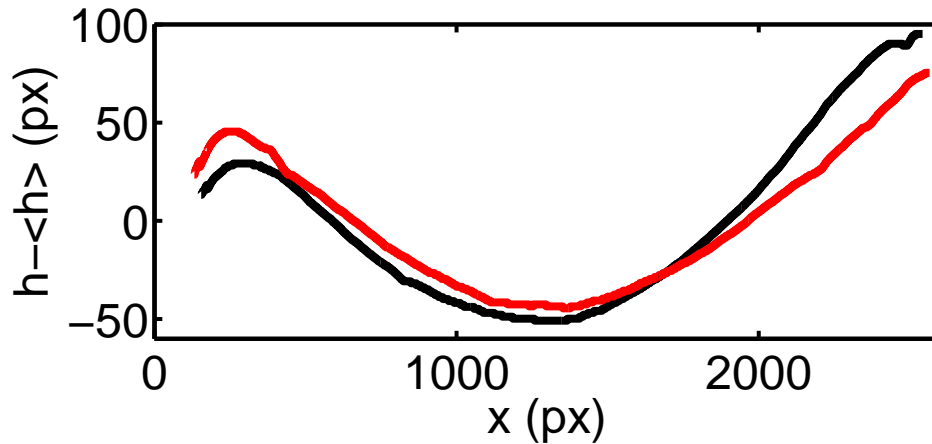


FIGURE 3.4 – Variation de la forme du front au cours de son déplacement. Les deux fronts, dont on a soustrait la valeur moyenne, sont en réalité séparés d’une distance d’environ 5mm. La courbure des fronts est accentuée par la différence d’échelle entre les deux axes.

cessus se déroulant dans la zone de dissipation. Comme évoquer plus haut, la durée d’une expérience est relativement longue. Prenons à titre d’exemple l’expérience de la figure 3.2 où est présentée la relaxation du front dans le cas d’une interface Verre-PDMS lorsqu’une déflexion de 8mm est imposée. Le front, initialement à une distance de 43mm du point d’application de la charge, s’est déplacé vers sa position d’équilibre estimée à 52mm en 7 jours. La figure 3.3 montre une photo caractéristique d’un front de fissure en noir et blanc. Nous avons estimé la précision à $1/3$ de pixels soit environ 2microns. Au cours de la propagation du front, des photos sont prises à intervalle de temps variable. Le temps entre deux images est ajusté pour avoir un déplacement significatif du front. Au début d’une expérience, la fréquence est d’environ une image par minute et vers la fin, une image toutes les trois heures.

1.2.2 Forme du front et mesure de la position moyenne

Invariance de la forme du front Lors de sa propagation à travers une interface homogène, le front change légèrement de forme et peut subir une faible rotation. L’effet anticlastique ainsi que d’inévitables problèmes d’ajustement de l’échantillon

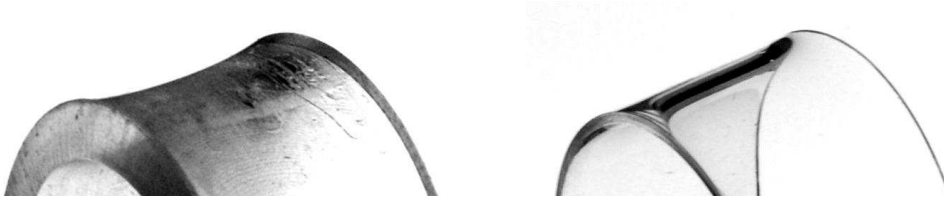


FIGURE 3.5 – Forme en selle de cheval lorsqu’une plaque mince est courbée dans une direction. a) Bloc de PDMS d’épaisseur 5mm et de largeur 22mm b) Bloc de PDMS d’épaisseur 1mm. On remarque que les fortes courbures sont concentrées sur les bords.

dans le dispositif sont responsables de l’évolution de la forme de base du front. Cela n’a pas de conséquence sur ce qui va suivre par contre ce sera une difficulté lorsqu’il s’agira d’extraire les fluctuations de position du front dans le cas d’une interface hétérogène.

Effet anticlastique Contrairement à l’hypothèse qui a été faite pour calculer le taux de restitution de l’énergie, le front de fissure n’est pas droit mais présente une forme courbe (Fig. 3.3). Cette forme est la conséquence de l’apparition d’une légère courbure transverse lorsqu’une plaque est mise en flexion, connue sous le nom d’effet anticlastique (Fig. 3.5). Lorsque la flexion est faible, c’est-à-dire lorsque la déflexion est petite devant l’épaisseur, le rayon de courbure transverse R_{\parallel} (dans la direction Ox) est proportionnel au rayon de courbure R_{\perp} dans la direction de propagation :

$$R_{\parallel} = -\nu R_{\perp} \quad (3.15)$$

où ν est le coefficient de Poisson. Pour obtenir un front plus droit, il faut diminuer le rayon de courbure R_{\perp} , soit en diminuant le rapport Γ/B , où Γ est l’énergie de fracture et B le module de rigidité, soit en augmentant la largeur de l’élastomère. Lorsque le rayon de courbure est comparable à l’épaisseur de l’élastomère, la zone centrale devient plate et les courbures sont concentrées près des bords (Fig. 3.5(b)). A cette occasion, on peut remarquer que l’élastomère est cisailé dans la direction transverse laissant présager un mode III de rupture lorsque de telles courbures sont imposées. Cet effet est peut-être présent à plus faible courbure et serait responsable de la forme du front au voisinage immédiat du bord de l’élastomère.

Mesure de la position moyenne La position moyenne du front, notée $l(t)$, correspond à la moyenne de la position de chaque point du front, l’origine étant prise au point d’application de la force. Du fait de l’allure parabolique du front, la courbe $l(t)$ dépend de la partie du front que l’on a analysé : elle se décale vers le haut lorsque l’on considère uniquement la partie centrale du front. Cela correspond à une incertitude de l’ordre de 5 à 10% et diminue à mesure que le front s’éloigne du point d’application de la déflexion.

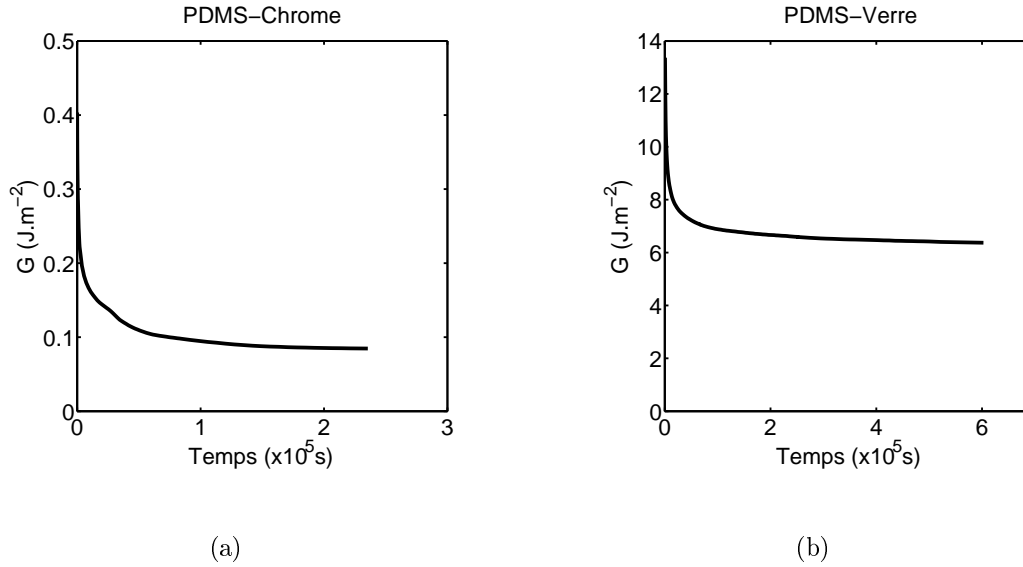


FIGURE 3.6 – a) Taux de restitution de l'énergie en fonction du temps pour une interface PDMS-Chrome correspondant à une énergie de fracture $\Gamma^{Cr} = 83\text{mJ.m}^{-2}$. b) Taux de restitution de l'énergie en fonction du temps pour une interface PDMS-Verre correspondant à une énergie de fracture $\Gamma^V = 8.0\text{J.m}^{-2}$.

| | | |
|------------------------------------|-------|-----|
| Γ^V (J.m ⁻²) | 6.3 | 8 |
| Γ^{Cr} (J.m ⁻²) | 0.083 | 0.2 |

TABLE 3.2 – Energie de fracture Γ^V et Γ^{Cr} des interfaces PDMS-Verre et PDMS-Chrome pour deux expériences réalisées dans les mêmes conditions expérimentales. Les écarts sont attribués à l'action de l'environnement, lors de la préparation de l'échantillon et lors du pelage, ainsi qu'à la température.

1.2.3 Mesure des énergies de fracture

A partir de la donnée de la position en fonction du temps, on trace le taux de restitution de l'énergie en utilisant la formule 3.12 (Fig. 3.6). La valeur aux temps longs de G , lorsque les effets viscoélastiques disparaissent, est une détermination expérimentale de l'énergie de fracture Γ . La dépendance de G avec le temps sera discuté dans la section suivante. Pour deux expériences menées dans les mêmes conditions expérimentales, on trouve, pour l'interface PDMS-Chrome, $\Gamma^{Cr} = 83\text{mJ.m}^{-2}$ et $\Gamma^{Cr} = 200\text{mJ.m}^{-2}$. En ce qui concerne l'interface PDMS-Verre, la valeur de l'énergie de fracture est beaucoup plus élevée et vaut $\Gamma^V = 6.3\text{J.m}^{-2}$ et $\Gamma^V = 8\text{J.m}^{-2}$.

Les énergies de fracture sont consignées dans le tableau tab. 3.2. Ces valeurs comparables entre elles permettent d'estimer la variabilité des énergies de fracture entre différents échantillons. On attribue généralement les écarts par des variabilités de l'état de surface avant collage et par l'influence non négligeable de l'environnement (humidité, température, ...). Des expériences réalisées en atmosphère contrôlée permettraient de tester ces hypothèses. Cependant, on remarquera que la variabilité des énergies de fracture, pour un protocole donné, reste raisonnable, on a toujours



FIGURE 3.7 – Substrat de verre texturé après pelage (taille de l'image : 1mm). Un traitement des surfaces au plasma à oxygène avant collage provoque un transfert de matière : des lambeaux de PDMS restent collés sur le verre. Ce traitement ne sera par utilisé dans la suite.

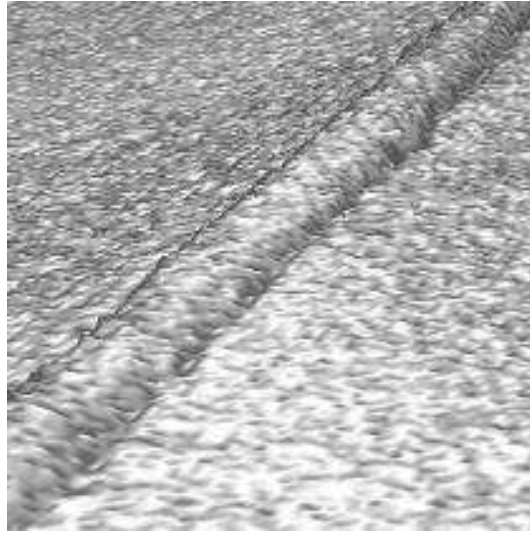
$\Gamma^V \gg \Gamma^{Cr}$. Ce grand écart d'énergie de fracture sera mis à profit pour étudier le piégeage d'un front de fissure par des défauts de verre sur une surface de chrome.

1.3 Discussions

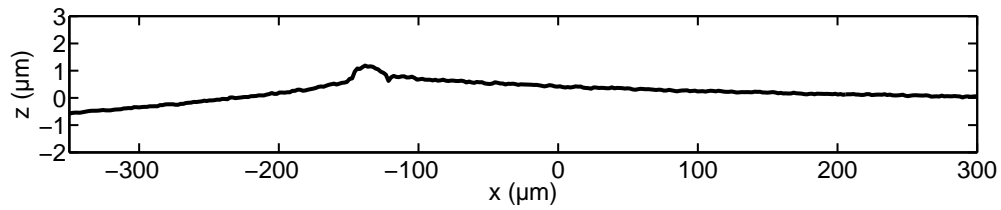
1.3.1 Origines des valeurs d'énergie de fracture

Pour l'interface PDMS-Chrome, les valeurs d'énergie de fracture sont comparables à celles que l'on pourrait prédire en supposant des interactions de Van der Waals. Elles sont cependant relativement élevées, cela peut être lié à des imperfections dans la couche de Chrome laissant apparaître du verre. Avec des énergies de fracture de quelques J.m^{-2} , les interactions de Van der Waals ne sont pas dominantes pour l'interface PDMS-Verre. Différents travaux invoquent l'existence de liaisons hydrogènes multiples entre les chaînes de l'élastomère et le substrat. Des énergies de fracture de l'ordre de $0.1\text{-}1 \text{ J.m}^{-2}$ ont été mesurées [130, 133]. A noter que, dans notre cas, la fissure est bien interfaciale. Des excursions de la fissure dans le volume de l'élastomère ont pu être observées (Fig. 3.7) mais cette situation arrive uniquement lorsque l'élastomère et le verre ont été traités au plasma à oxygène avant collage. Ce traitement n'est pas utilisé dans le protocole de préparation des échantillons.

Hypothèse de séparation d'échelle Nous avons analysé la topographie de l'élastomère après pelage (Fig. 3.8(a)). A la fin de l'expérience qui a duré environ 7 jours, l'élastomère est décollé rapidement du substrat et la topographie de la surface de PDMS est reconstruite à l'aide d'un profilomètre optique. A l'endroit où se trouvait le front de fissure, il apparaît un ménisque de $r_d = 25$ microns de



(a)



(b)

FIGURE 3.8 – a) Reconstruction de la surface de PDMS par profilométrie optique au voisinage de la position d'équilibre du front. Le bourrelet a une largeur d'environ $20\mu\text{m}$ pour une hauteur maximale de 500nm . b) Profil de la surface.

large et 0.5 microns de hauteur. Ces dimensions correspondent à celles de la zone de dissipation (Chap. 1, Part. 2.3.2). Il est intéressant de comparer cette taille avec celle qu'on peut trouver par un argument d'échelle :

$$r_d \sim \frac{\Gamma}{E} \sim 10\mu\text{m} \quad (3.16)$$

où le module d'Young $E \sim 1\text{MPa}$ et l'énergie de fracture $\Gamma \sim 10\text{J.m}^{-2}$. La valeur obtenue est légèrement sous-estimée mais l'ordre de grandeur est bien respecté. Finalement, l'hypothèse de séparation d'échelle est vérifiée : les dimensions de la zone de dissipation sont bien plus petites que les dimensions de l'échantillon. Nous avons remarqué que le ménisque se résorbe partiellement sur une échelle de temps de l'ordre de quelques heures.

1.3.2 Effet de l'épaisseur

On a vu que l'épaisseur intervient dans le module de rigidité de courbure. Plus l'élastomère est épais, plus la position d'équilibre est éloignée pour une déflexion fixée. L'approximation de tige n'est valable que dans la limite où le rayon de courbure longitudinale est grand devant l'épaisseur de l'élastomère :

$$R_{\perp} = \frac{l^2}{d} = \left(\frac{9B}{4\Gamma}\right)^{1/4} \gg h \quad (3.17)$$

Comme on peut le vérifier à partir des valeurs de rayon de courbure données dans le tableau 3.1, cette condition est toujours vérifiée en pratique.

1.3.3 Effet de la pesanteur

Pour des raisons pratiques, l'élastomère est placé sous le substrat et est donc susceptible de se décoller par le simple effet de la gravité. On peut évaluer le rapport du moment M_c résultant de la courbure de l'élastomère et le moment M_P du poids de la partie décollée. On trouve facilement l'expression de M_P :

$$M_P = \frac{1}{2}ghwl^2 \quad (3.18)$$

M_c est donné à partir de l'expression 3.6. En introduisant l'angle moyen $\theta = d/l$, le rapport des deux moments s'écrit :

$$\frac{M_P}{M_c} = \frac{2g\rho}{Eh^2}\theta l^3 \approx 10l^3 \quad (3.19)$$

En supposant le cas le plus défavorable où θ est de l'ordre de 1 et la longueur de la fissure égale à la taille du substrat qui vaut 7cm, on trouve un rapport de l'ordre de 4%. En pratique, ce rapport est inférieur à 1% et on pourra toujours négliger les effets de la gravité.

| Matériaux | n |
|-------------------------|-----|
| Gélatine | 1.7 |
| Caoutchouc naturel | 1.8 |
| Caoutchouc peu réticulé | 2.4 |
| Caoutchouc réticulé | 5.0 |

TABLE 3.3 – Valeurs de n pour différents matériaux (d’après [25]).

2 Dynamique

Après avoir étudié les états d’équilibre de la fissure, nous allons nous intéresser à la dynamique de relaxation de la ligne. Les expériences qui vont être présentées sont, dans l’esprit, très similaires aux expériences de fluage où l’on mesure la relaxation des contraintes lorsqu’une déformation, en général un cisaillement, est imposée. En utilisant l’approche de Maugis et Barquins, nous allons établir l’équation du mouvement du front conduisant à une expression de la vitesse moyenne en fonction du temps. En comparant avec les résultats expérimentaux, nous pourrons alors proposer une expression de l’énergie dissipée.

2.1 Equation du mouvement

On rappelle la relation entre le taux de restitution de l’énergie et de la vitesse proposé par Maugis *et al.* [90] :

$$G - \Gamma = \Gamma \left(\frac{v}{v^*} \right)^{1/n} \quad (3.20)$$

On définit la fonction de dissipation Φ par :

$$\Phi = \left(\frac{v}{v^*} \right)^{1/n} \quad (3.21)$$

L’existence d’une position d’équilibre impose que la vitesse s’annule quant t tend vers $+\infty$. Cette condition se traduit par $n > 1$. De plus, on verra que plus n augmente, plus la dynamique de relaxation ralentit. A la limite où $n = +\infty$, la relaxation du front suit une loi logarithmique qui sera étudiée dans le paragraphe suivant. Le tableau 3.3 présente quelques valeurs d’exposant n trouvées dans la littérature. En utilisant le développement linéaire de \mathcal{G} autour de la position d’équilibre de la fissure (eq. 3.13), on obtient l’équation du mouvement suivante :

$$\frac{1}{4^n} \frac{v}{v^*} = \left(1 - \frac{l}{l_{eq}} \right)^n \quad (3.22)$$

En intégrant entre $t_0 = 0$ et t , on a pour la position moyenne $l(t)$:

$$\frac{1 - l/l_{eq}}{1 - l_0/l_{eq}} = \left(1 + (n - 1) \frac{t}{t^*} \right)^{-1/(n-1)} \quad (3.23)$$

où $l_0 = l(t_0)$ et t^* est une échelle de temps définie par

$$t^* = \frac{l_{eq}}{4^n v^*} \quad (3.24)$$

La vitesse $v(t)$ du front s'écrit alors :

$$v = v^* 4^n \left(1 - \frac{l_0}{l_{eq}}\right) \left(1 + (n-1) \frac{t}{t^*}\right)^{-1-1/(n-1)} \quad (3.25)$$

Pour $t \gg t^*$, on a :

$$v \sim \left(\frac{t}{t^*}\right)^{-1-1/(n-1)} \quad (3.26)$$

Fonction de dissipation logarithmique Lorsque l'on fait tendre n vers l'infini, on obtient, pour $t \gg t_0$:

$$v \sim \frac{t^*}{t} \quad (3.27)$$

On peut montrer que la fonction de dissipation varie alors comme le logarithme de la vitesse :

$$\Phi \sim \ln(v) \quad (3.28)$$

La résolution de l'équation du mouvement 3.20 conduit à la forme suivante de la vitesse en fonction du temps :

$$v = V \left(\frac{t}{t^*}\right)^{-1-\beta} \quad (3.29)$$

où $\beta = 1/(n-1)$, V et t^* sont homogènes à une vitesse et un temps et sont des fonctions de l_0 , l_{eq} , v^* et n . Nous allons maintenant comparer les vitesses de front expérimentales avec la forme que nous venons d'obtenir. V , t^* et β seront des paramètres d'ajustement.

2.2 Evolution temporelle de la vitesse

2.2.1 Mise en forme des données

La vitesse du front est obtenue en calculant la dérivée discrète de $l(t)$ par rapport au temps :

$$v(t_i) = \frac{l(t_{i+1}) - l(t_i)}{t_{i+1} - t_i} \quad (3.30)$$

Par cette méthode, un signal de vitesse est très bruité à cause d'une mauvaise période d'échantillonnage (Fig. 3.9(c)). En effet, lorsque l'intervalle de temps $t_{i+1} - t_i$ entre deux photos est trop petit pour un déplacement significatif du front, la différence $l(t_{i+1}) - l(t_i)$ correspond à une mesure du bruit et fluctue donc énormément au cours du temps. Nous avons donc rééchantillonné les valeurs de $l(t_i)$ avant de calculer la

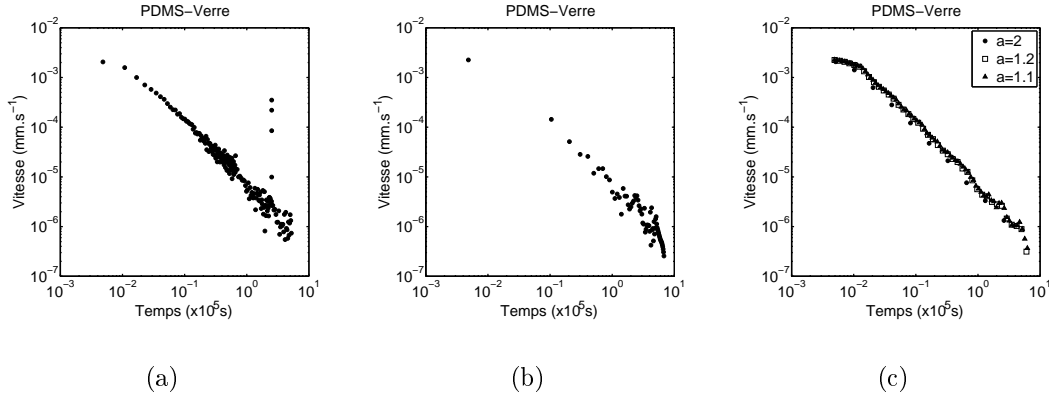


FIGURE 3.9 – a) Calcul de la vitesse sans rééchantillonnage de la position moyenne. b) Rééchantillonnage par un pas de temps constant. c) Rééchantillonnage par un pas de temps à progression géométrique

dérivée. On utilise pour cela la fonction Matlab *interp1* avec la méthode '*cubic*' pour laquelle deux valeurs successives de la position sont interpolées par un polynôme de Hermite d'ordre 3. Lorsque l'on prend un pas de temps constant, les données sont certes "nettoyées" de valeurs aberrantes Fig. 3.9(a), par contre, les données aux grands temps sont surreprésentées. Un autre artefact est que pour les temps longs, plusieurs valeurs successives de la position correspondent à un même polynôme de Hermite et ne sont pas de "vraies" valeurs expérimentales Fig. 3.9(b). En prenant un pas de temps variable de la forme $dt = a^t$ où a est un paramètre ajustable variant entre 1 (pas de temps constant) et 2, ces effets sont corrigés : les points expérimentaux sont bien répartis sur toutes les échelles de vitesses et l'on n'observe pas d'effet lié à un suréchantillonnage comme on peut le voir sur la figure 3.9(c). On remarque que le choix de a ne modifie pas la courbe.

2.2.2 Relaxation en loi de puissance

Conditions expérimentales Le substrat est une lame de verre de dimensions $26 \times 76 \text{ mm}^2$ recouverte dans la première moitié d'une couche de chrome, la seconde moitié est une surface de verre. Sur la surface de chrome a été imprimé un motif constitué de deux bandes parallèles en verre de longueur inégale. La largeur des bandes est de 20 microns, elle est suffisamment petite pour ne pas perturber la dynamique de la ligne. Le front de fissure va donc se propager successivement à travers une double bande adhésive, une simple bande, une interface homogène PDMS-Chrome et enfin une interface homogène PDMS-Verre. La forme du front au voisinage des bandes adhésives sera étudiée au chapitre suivant. Le PDMS a été réticulé à 50°C pendant plus de 10h et ensuite à 75°C pendant 3h. On impose une déflexion $d = 7 \text{ mm}$ pendant environ 7 jours (6.10^5 s).

Exposant et vitesse caractéristique La position moyenne $l(t)$ et la vitesse sont représentées dans les graphes de la figure 3.10. La vitesse décroît comme une loi de puissance avec le temps. On ajuste les données par la fonction $V \left(\frac{t}{t^*} \right)^{-1-\beta}$ où

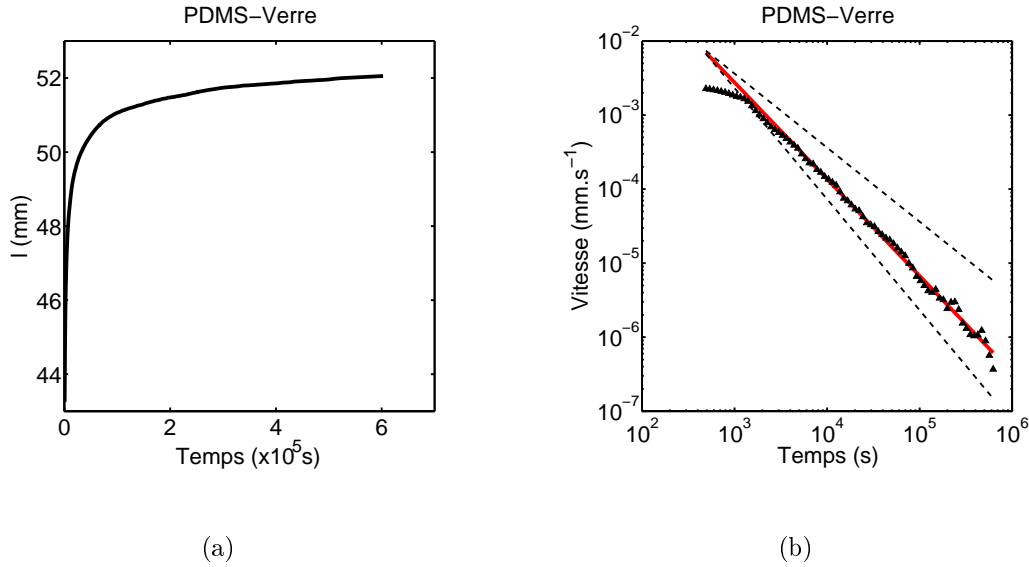


FIGURE 3.10 – a) Evolution de la position moyenne en fonction du temps dans le cas d’une interface PDMS-Verre. b) Evolution de la position moyenne en fonction du temps. L’ajustement des données par une loi de puissance $(t/t^*)^{-1-\beta}$ donne $\beta \approx 0.3$, soit $n \approx 4$, une échelle de temps $t^* \approx 120$ s. Les lignes en pointillés correspondent aux exposants -1 et -1.5 .

$\beta = 1/(n - 1)$ en faisant varier t_0 . Les résultats sont consignés dans les tableaux 3.4. Pourvu que $t \gg t_0$, on trouve $\beta = -0.33 \pm 0.03$, ce qui correspond à $n \approx 4$, $t^* \approx 120$ s et $V \approx 15 \mu\text{m.s}^{-1}$.

2.2.3 Relaxation logarithmique

Toujours avec une interface PDMS-Verre, nous avons observé un autre exposant pour la vitesse qui est proche de -1 correspondant à $\beta = 0$ et $n \gg 1$.

Conditions expérimentales Les raisons d’un tel comportement ne sont pas claires. Il s’avère que ce type de relaxation est apparu avant la mise au point définitive du protocole de préparation des échantillons (voir Chapitre 2). Une diffé-

| t_0 ($\times 10^3$ s) | V ($\mu\text{m.s}^{-1}$) | t^* (s) | β | n |
|--------------------------|------------------------------|-----------|---------|-----|
| 0.5 | 12 | 51 | 0.22 | 5.5 |
| 1.2 | 20 | 53 | 0.28 | 4.6 |
| 3.0 | 9 | 120 | 0.30 | 4.3 |
| 7.8 | 12 | 110 | 0.32 | 4.1 |
| 20.1 | 11 | 140 | 0.34 | 3.9 |
| 52.3 | 18 | 110 | 0.36 | 3.8 |

TABLE 3.4 – Paramètres d’ajustement des données de $v(t)$ par la fonction $V \left(\frac{t}{t^*}\right)^{-1-\beta}$ avec $t > t_0$ et $\beta = 1/(n - 1)$.

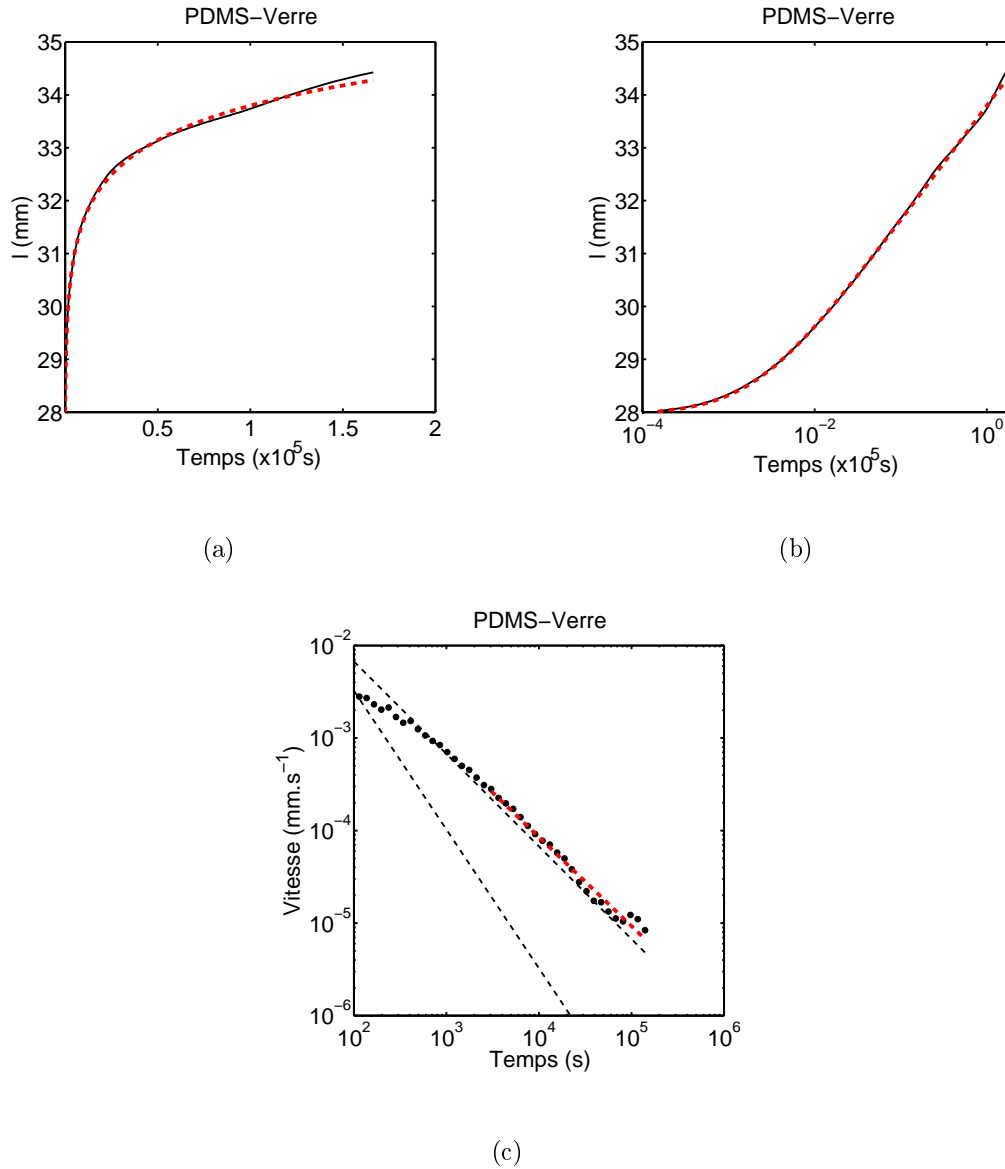


FIGURE 3.11 – a) Ajustement de la position moyenne par une fonction logarithmique $l(t) - l_0 = l_{eff} \ln(1 + v_{eff}t/l_{eff})$ où l_0 est la position de la fissure à $t = 0$, l_{eff} et v_{eff} sont des paramètres ajustables. b) Echelle log-lin c) Ajustement de la vitesse par une fonction de la forme $V(t/t^*)^{-1-\beta}$. On trouve $\beta \approx -0.04$, $t^* = 20\text{s}$ et $V = 29\mu\text{m.s}^{-1}$.

rence importante était l'absence d'un nettoyage par une solution Piranha. Or on sait que le traitement d'une surface avant collage a une influence déterminante sur l'adhésion [70]. Une étude plus poussée permettrait de confirmer cette hypothèse.

Exposant et vitesse caractéristique Les figures 3.11(a) et 3.11(b) représentent l'évolution de la position moyenne du front en fonction du temps, en échelle linéaire et semi-logarithmique. Les courbes ont été ajustées par la fonction :

$$l(t) - l_0 = l_{eff} \ln(1 + v_{eff}t/l_{eff}) \quad (3.31)$$

On remarque alors que cette forme ajuste très bien les données sur deux décades en temps pour $l_{eff} \approx 1\text{mm}$ et $v_{eff} \approx 10^{-2}\text{mm.s}^{-1}$. Ces résultats sont en accord avec l'évolution de la vitesse avec le temps qui présente une dépendance en t^{-1} (Fig. 3.11(c)). Plus précisément, on trouve un exposant $\beta \approx 0.04$ et donc un exposant de ≈ -0.96 pour la vitesse.

2.2.4 Cas de l'interface PDMS-Chrome

Conditions expérimentales Nous nous intéressons au cas d'une interface PDMS-Chrome. Pour ce faire, nous avons utilisé le substrat décrit dans le paragraphe 2.2.2. Le front balaye donc une surface de chrome présentant une fine bande de 20 microns de large en verre. La largeur des bandes adhésives a été choisie pour qu'elle ne perturbe pas la valeur de la position d'équilibre du front. Ainsi on considérera que la surface de chrome est homogène et que les valeurs d'énergie de fracture que l'on tirera correspondront au cas d'une interface PDMS-Chrome.

Résultats A la différence de l'interface PDMS-Verre, la courbe $l(t)$ est beaucoup moins régulière. En s'intéressant aux positions du front proche de l'équilibre, on remarque des sauts espacés d'une période très proche de 24h (env. 90000s). Cela suggère que l'interface PDMS-Chrome qui présente une énergie de fracture beaucoup plus faible que l'interface PDMS-Verre, est plus sensible aux conditions de température et d'humidité de l'environnement. Les fluctuations de température entre le jour et la nuit peuvent être mises en cause d'autant que l'expérience a été réalisée pendant une semaine de mai particulièrement ensoleillée dans une salle d'expérience avec de grandes fenêtres exposées plein sud. On remarque aussi que le front de fissure d'une interface PDMS-Chrome est beaucoup moins régulier qu'une interface PDMS-Verre que lorsque l'on considère des énergies de fracture de l'ordre de 80mJ.s^{-2} , la forme du front devient sensible aux imperfections de l'interface. Ces imperfections peuvent avoir plusieurs causes : un protocole de nettoyage moins efficace sur le chrome que sur le verre, une couche de chrome inhomogène ou encore des propriétés visco-élastiques inhomogènes. Pour pouvoir faire la comparaison avec le cas PDMS-Verre, nous avons tracé l'évolution de la vitesse au cours du temps en échelle logarithmique et tracé une loi de puissance qui ajuste au mieux les données. On trouve alors un exposant $\beta \approx 1$, soit $n \approx 2$ et un temps caractéristique $t^* \approx 4000\text{s}$. Un meilleur contrôle des conditions expérimentales est nécessaire pour pouvoir faire une comparaison avec les résultats trouvés dans la littérature.

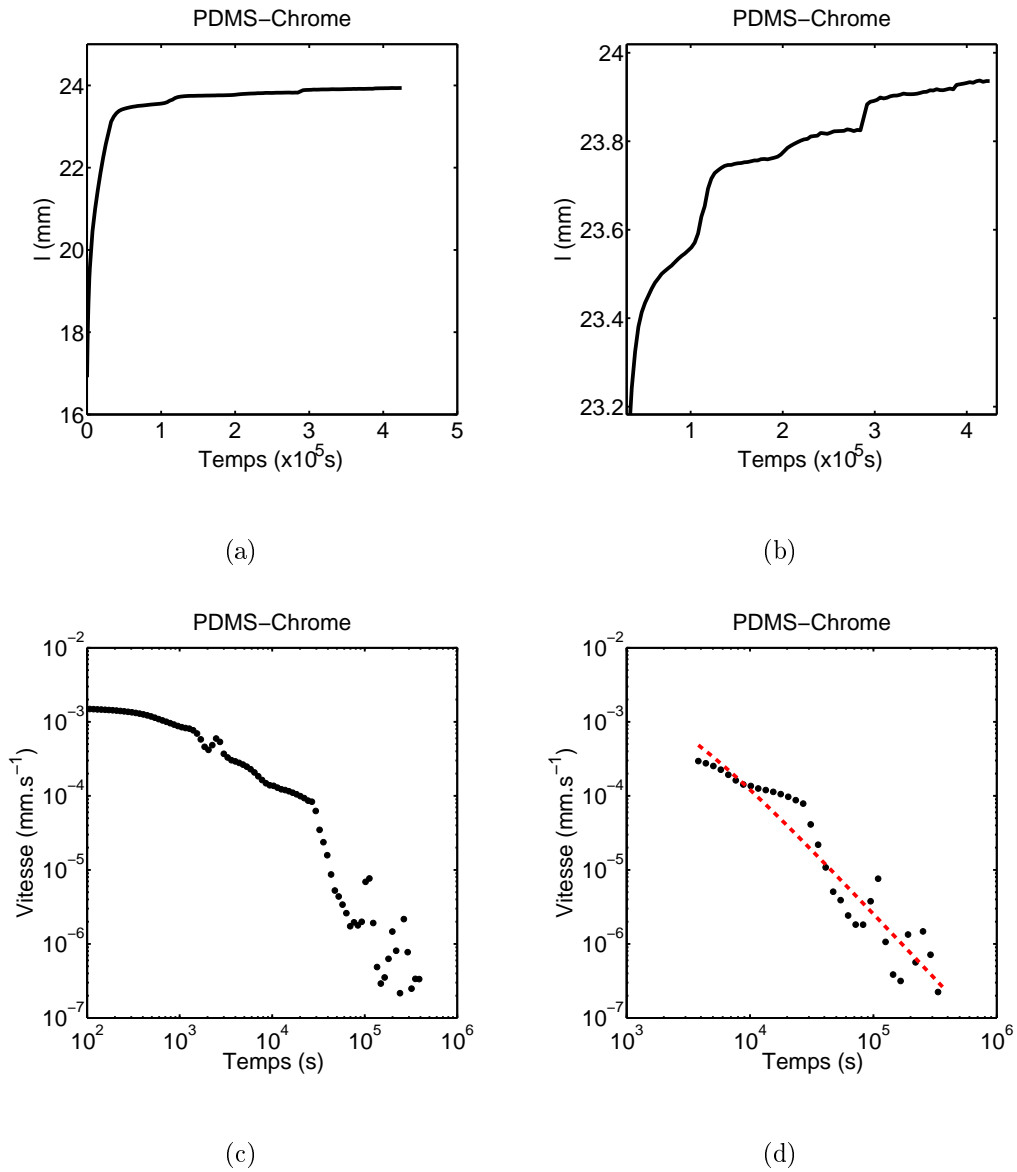


FIGURE 3.12 – a) Position moyenne de la fissure pour une interface PDMS-Chrome. b) Môme courbe avec une dilatation de l’échelle verticale. La progression en escalier peut être causée par variations de température et d’humidité entre le jour et la nuit. d) Vitesse moyenne du front en fonction du temps. d) Môme courbe mais avec une dilatation horizontale. Un ajustement par une loi de puissance, en pointillé, donne un exposant entre -1.8 et -2 et $t_{eff} = 5.10^3$ s.

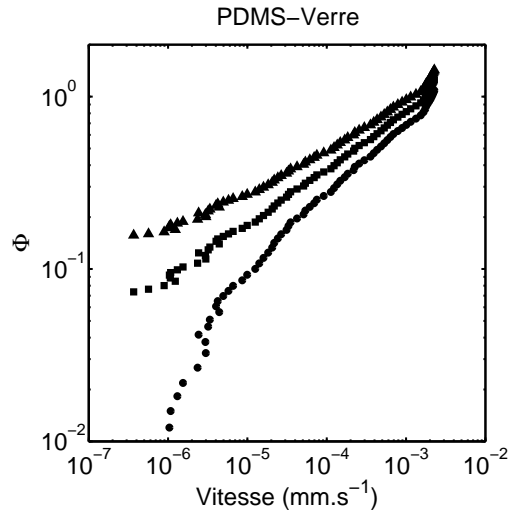


FIGURE 3.13 – Influence de l’incertitude sur la valeur de la position finale sur le comportement de Φ avec la vitesse. La forme de la courbe est très sensible à la valeur de l’énergie de fracture et donc à la position finale de la fissure. Expérience de relaxation présentée dans la figure 3.10, les courbes correspondent à trois positions d’équilibre différentes : 52.5mm, 52.8mm et 53mm.

2.3 Lien avec la rupture sous-critique

Nous avons exploité les données de relaxation à travers deux paramétrisations différentes : (t, l) et (t, v) . (v, G) ou (v, Φ) sont deux autres paramétrisations couramment employés en physique de l’adhésion. Les courbes $\Phi(v)$ de la figure 2.3 correspondent à la relaxation d’une fissure pour une interface PDMS-Verre. Le calcul de Φ nécessite de connaître avec précision la position d’équilibre de la fissure, ceci afin de calculer l’énergie de fracture par la formule 3.11. La position d’équilibre n’est connue précisément que pour une relaxation qui a duré suffisamment longtemps. Pour trois positions d’équilibre : 52.5, 52.8 et 53mm, les trois courbes $\Phi(v)$ de la figure 2.3 sont obtenues. On remarque alors que la loi de puissance est très sensible à la valeur de la position d’équilibre. Pour $l_{eq} = 52.3\text{mm}$, on trouve un exposant $n \approx 3.6$. Cette façon de mesurer l’exposant n nous semble être moins fiable que celle consistant à ajuster la courbe de vitesse et qui a conduit à un exposant $n \approx 4$. Indépendamment de la précision sur la valeur de n , nous avons vérifié expérimentalement que la position de la fissure obéit à l’équation du mouvement de la fissure proposée par Maugis. Nous avons montré que l’environnement avait une influence notable sur les mécanismes de dissipation dans le cas d’une interface PDMS-Chrome suggérant un lien avec la rupture par corrosion sous contrainte (voir Chap. 1, Part. 2.3.4). En traçant l’évolution de la vitesse de la fissure en fonction du facteur d’intensité des contraintes K (Fig. 3.14(b)), on remarque un comportement similaire de la courbe avec celle tracée dans la figure 1.10. Sachant que $n \approx 4$, on en déduit un exposant de la loi de Charles $m \approx 8$.

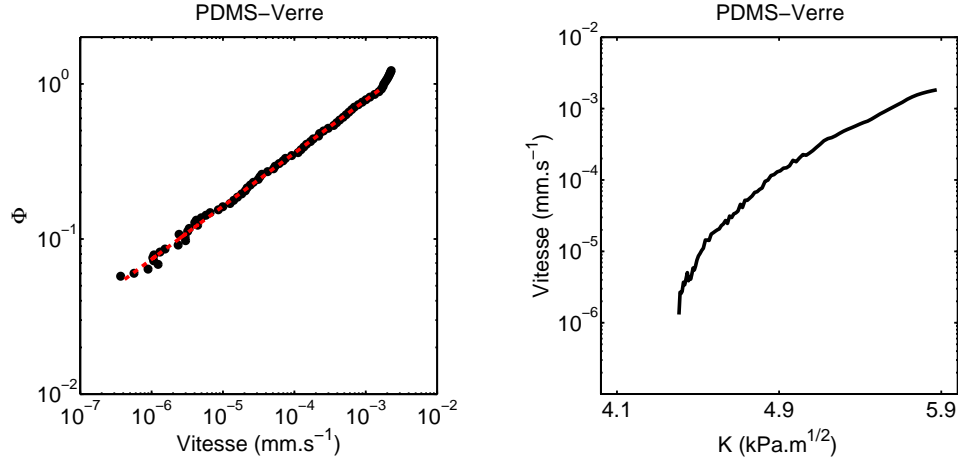


FIGURE 3.14 – Expérience de relaxation présentée dans la figure 3.10 pour $l_{eq} = 52.3\text{mm}$. a) Fonction de dissipation Φ en fonction de la vitesse. Un ajustement par une loi de puissance donne un exposant $n^{-1} \approx 0.28$. b) Vitesse en fonction du facteur d'intensité des contraintes K . On retrouve l'allure caractéristique observée dans les ruptures par fatigue avec un chargement statique.

3 Conclusions

Grâce aux expériences de relaxation, nous avons déterminé les énergies de fracture et caractérisé la dissipation et ce pour deux types d'interface : PDMS-Verre et PDMS-Chrome. Pour l'interface PDMS-Verre, l'énergie de fracture est $\Gamma^V \approx 5\text{J.m}^{-2}$ et, pour l'interface PDMS-Chrome $\Gamma^{Cr} \approx 0.1\text{J.m}^{-2}$. Les mesures d'énergie de fracture ne sont pas à confondre avec le travail de fracturation qui est dépendant de la vitesse de pelage. Ces valeurs sont sensibles à l'action de l'environnement, humidité et température, notamment pour l'interface PDMS-Chrome. Nous recherchons un tel contraste d'adhésion afin de créer, par lithographie, des interfaces fortement hétérogènes : des motifs de verre vont constituer des zones de forte adhésion par rapport au reste de la surface qui sera recouverte de chrome. Le comportement du front en présence d'hétérogénéités sera étudié au chapitre suivant.

Pour ce qui est de la dynamique, en analysant l'évolution de la position moyenne au cours du temps, nous avons pu donner une forme de l'énergie dissipée par unité de surface nouvellement créée :

$$U_{diss} \sim v^{\frac{1}{n}} \quad (3.32)$$

avec $n \approx 4$ voire beaucoup plus élevé suivant le protocole de préparation de l'échantillon. Ce type de dissipation est compatible avec une rupture par fatigue à chargement constant modélisée par une équation du mouvement du type :

$$v \sim K^m \quad (3.33)$$

avec K le facteur d'intensité des contraintes et $m = 2n \approx 8$. Les arguments avancés pour expliquer ce type de dynamique font appel aux phénomènes d'adsorption et de

réactions chimiques en pointe de fissure. Il serait intéressant de tester ces arguments sur notre expérience.

Chapitre 4

Réponse d'un front de fissure à une hétérogénéité élémentaire

Ce chapitre constitue le point d'articulation entre l'étude de l'interaction polymère - substrat du chapitre précédent et le comportement de la fissure dans une interface hétérogène du chapitre suivant. Nous nous plaçons ici à une échelle intermédiaire où l'on se propose de caractériser la réponse du front de fissure à un défaut unique, lithographié sur le substrat. La première partie est une discussion, sans résultats expérimentaux, sur la modification de la dynamique du front lorsque la ténacité présente une variation brusque dans la direction de propagation. La situation concrète est celle d'une bande transversale de verre ou de chrome. La deuxième partie traite de la déformation du front lorsque la ténacité est modulée uniquement dans la direction transverse. Une attention particulière est portée au régime des grandes déformations du front. La troisième partie combine les deux sollicitations : la réponse du front à une modulation brusque de la ténacité dans les deux directions de l'espace est présentée.

1 Bande transversale

1.1 Position du problème

Les substrats que nous allons considérer dans ce chapitre ne sont recouverts que partiellement par une couche de chrome, le reste de la surface étant en verre. La situation que l'on envisage est décrite dans la figure 4.1 : le substrat est couvert de chrome dans la partie $y < l_x$ ou la partie $y > l_x$. Le repère Oxy a été introduit, y étant la direction de propagation du front (direction longitudinale) et x la direction orthogonale (direction transverse). Le front de fissure est repéré par sa position moyenne l . Par rapport à la situation du chapitre précédent, la seule différence est que l'énergie de surface dépend désormais de l .

Comme la discussion qui suit ne sera que qualitative, nous omettrons systématiquement les préfacteurs sans dimension dans les équations. L'énergie totale par

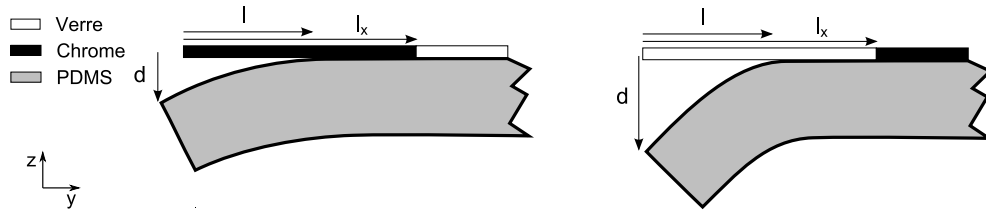


FIGURE 4.1 – A gauche, échantillon présentant une interface PDMS-Chrome (en noir), pour $y < l_x$ suivie d'une interface PDMS-Verre (en blanc) pour $y > l_x$. A droite, deuxième cas de figure où l'ordre des interfaces a été inversé.

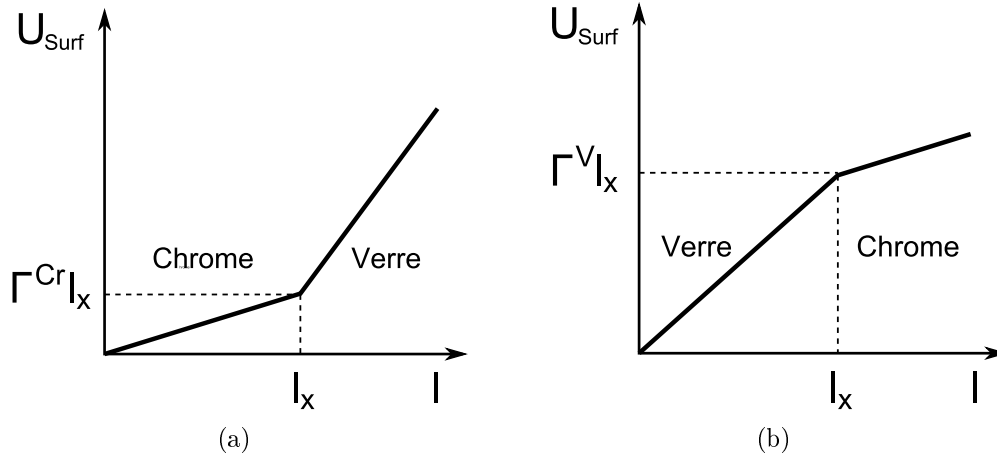


FIGURE 4.2 – a) Energie de surface d'une interface mixte Chrome-Verre. b) Energie de surface d'une interface mixte Verre-Chrome.

unité de longueur s'écrit alors :

$$U \sim B \frac{d^2}{l^3} + \Gamma(l)l \quad (4.1)$$

d étant la déflexion imposée, l la position de la fissure, B le module de rigidité et $\Gamma(l)$ l'énergie de fracture. Pour une surface Chrome-Verre (Fig. 4.2(a)), l'énergie de surface est définie par :

$$\Gamma(l) = \begin{cases} \Gamma^{Cr} & \text{si } l < l_x, \\ \Gamma^V & \text{si } l > l_x. \end{cases} \quad (4.2)$$

Le cas d'une surface Verre-Chrome est présenté dans la figure 4.2(b). La dynamique du front est supposée adiabatique, cette situation est réalisée lorsque la vitesse \dot{d} de la déflexion est suffisamment lente pour que la fissure se trouve à chaque instant dans une position d'équilibre. La position de la ligne est alors obtenue par minimisation de l'énergie totale.

1.2 Passage Chrome-Verre - Piégeage

Nous commencerons par le cas d'un substrat recouvert de chrome dans la partie $y < l_x$. Par minimisation de l'énergie totale, la position d'équilibre l_{eq} du front et son énergie U_{eq} s'écrivent :

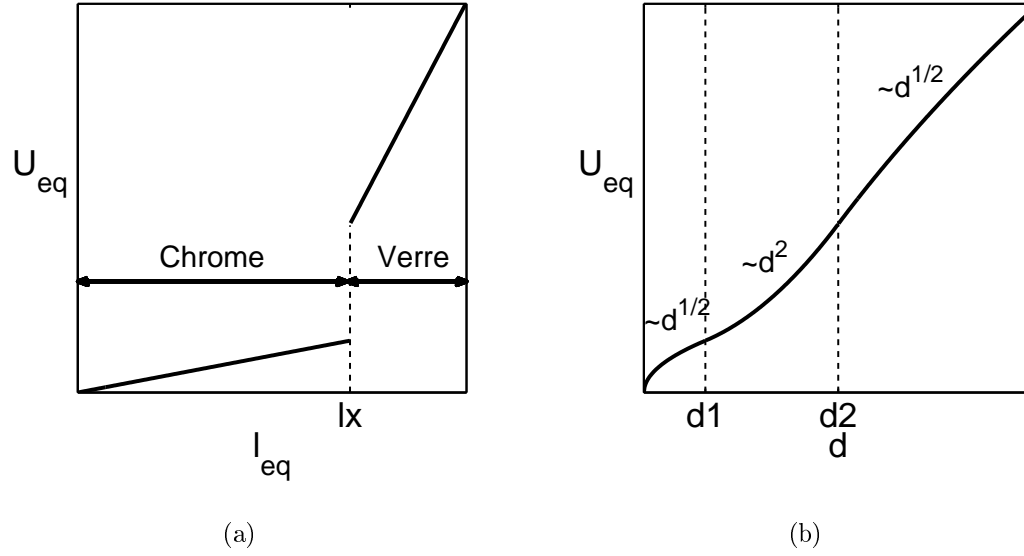


FIGURE 4.3 – Interface mixte Chrome-Verre. a) Le minimum de l'énergie totale U_{eq} est une fonction linéaire par morceaux de la position d'équilibre de la fissure l_{eq} . Elle présente une discontinuité en $l = l_x$ et est strictement croissante. b) Le minimum de l'énergie totale U_{eq} est une fonction continue de la déflexion d . La fissure est à l'équilibre en l_x pour une déflexion comprise entre d_1 et d_2 et U_{eq} varie comme d^2 . En dehors de cet intervalle, U_{eq} croît comme \sqrt{d} .

$$l_{eq} \sim \left(\frac{B}{\Gamma^X} \right)^{\frac{1}{4}} \sqrt{d} \quad (4.3)$$

$$U_{eq} \sim \Gamma^X l_{eq} \quad (4.4)$$

où $X = Cr$ pour $l_{eq} < l_x$ et $X = V$ pour $l_{eq} > l_x$. L'énergie U_{eq} de la fissure apparaît donc comme une fonction linéaire par morceaux de l_{eq} avec une discontinuité en $l_{eq} = l_x$. La situation où la fissure est exactement à l'endroit de la transition Chrome-Verre nécessite un traitement particulier. La position $l_{eq} = l_x$ n'est pas atteinte pour une unique valeur de déflexion mais au contraire pour une plage de déflexion $d_1 < d < d_2$ où d_1 et d_2 sont définis par les relations suivantes :

$$l_x \sim \left(\frac{B}{\Gamma^{Cr}} \right)^{\frac{1}{4}} \sqrt{d_1} \quad (4.5)$$

$$l_x \sim \left(\frac{B}{\Gamma^V} \right)^{\frac{1}{4}} \sqrt{d_2} \quad (4.6)$$

Ainsi pour $l_{eq} = l_x$ et $d_1 < d < d_2$:

$$U_{eq} \sim \Gamma^{Cr} l_x + B \frac{d^2}{l_x^3} \quad (4.7)$$

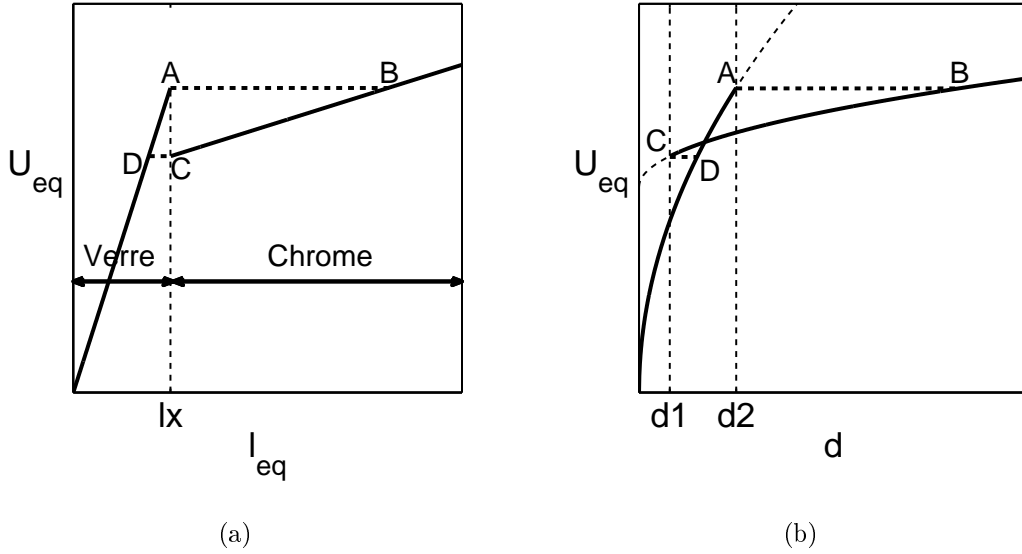


FIGURE 4.4 – Interface mixte Verre-Chrome. a) Le minimum de l'énergie totale U_{eq} est une fonction linéaire par morceaux de la position d'équilibre de la fissure l_{eq} . Elle présente une discontinuité en $l = l_x$ et, surtout, n'est pas monotone. Pour une certaine gamme d'énergies, il existe deux positions d'équilibre stables. b) Le minimum de l'énergie totale U_{eq} en fonction de la déflexion d présente deux branches qui varient comme \sqrt{d} . Lorsque la déflexion est comprise entre d_1 et d_2 , il existe une position d'équilibre dans l'interface PDMS-Verre (branche se terminant au point A) et une autre position dans l'interface PDMS-Chrome (branche partant du point C).

U_{eq} est une fonction strictement croissante et continue de la déflexion. Elle varie comme d^2 dans l'intervalle $[d_1, d_2]$ et comme \sqrt{d} en dehors de celui-ci. A partir de ces résultats élémentaires, nous pouvons définir ce qu'on entend par ligne piégée : il s'agit d'un état d'équilibre stable peu ou pas sensible aux variations du paramètre de contrôle, ici la déflexion. A noter que la notion de ligne piégée devient moins évidente à mesure que la discontinuité de U_{eq} avec l_{eq} est moins abrupte. Si l'on envisage une transition Chrome-Verre diffuse, le front ne subit plus un arrêt à la frontière mais simplement un ralentissement.

1.3 Passage Verre-Chrome - Avalanche

Considérons maintenant le passage Verre-Chrome. Les expressions de la position d'équilibre et de l'énergie totale associée se déduisent aisément des calculs précédents :

$$l_{eq} \sim \left(\frac{B}{\Gamma X} \right)^{\frac{1}{4}} \sqrt{d} \quad (4.8)$$

$$U_{eq} \sim \Gamma^X l_{eq} \quad (4.9)$$

où $X = V$ pour $l_{eq} < l_x$ et $X = Cr$ pour $l_{eq} > l_x$. Une différence fondamentale par rapport au cas précédent est que la fissure est en équilibre instable pour $l_{eq} = l_x^-$

et en équilibre stable pour $l_{eq} = l_{\times}^+$. Une traduction graphique de cette situation est fournie par les figures 4.4(a) et 4.4(b) : l'énergie atteint un maximum local en $l_{eq} = l_{\times}^-$ et un minimum local $l_{eq} = l_{\times}^+$. Du fait de l'existence d'une discontinuité négative, $U_{eq}(l_{\times}^+) - U_{eq}(l_{\times}^-) < 0$, l'énergie n'est plus une fonction monotone : il existe deux positions d'équilibre stables, l'une dans le verre, l'autre dans le chrome, pour certaines énergies. Le choix entre ces deux positions est dicté par les états antérieurs de la fissure. Partons d'une déflexion $d = 0$ et augmentons la progressivement. La fissure se propage dans l'interface PDMS-Verre jusqu'en A où $l_{eq} = l_{\times}$ et $d = d_2$. Lorsque $d = d_2^+$, le front passe dans une interface PDMS-Chrome avec une énergie U_A et tombe dans le puits de potentiel ACB. Si la dynamique était réversible, on assisterait à une oscillation du front entre les points A et B. Bien évidemment, de telles oscillations ne sont jamais observées, la fissure subit plutôt une avancée rapide lorsque $l_{eq} = l_{\times}^+$. On appellera ce mouvement une avalanche. Lorsque la transition Chrome-Verre est plus douce au point que U_{eq} soit une fonction croissante de l_{eq} , ces avalanches ne sont plus observées. Ces résultats peuvent être dérivés rigoureusement à l'aide du critère de stabilité établi au chapitre 1 (eq. 1.45).

1.4 Bandes de largeur finie - Etat métastable

Discutons maintenant brièvement du cas d'une bande de taille b dans la direction y . Deux cas de figure se présentent suivant que la bande est en verre ou en chrome. Pour une bande de chrome, le front subit une avalanche suivie d'une période de blocage. On peut facilement montrer que si b est suffisamment petit devant $K_0 \left(\frac{dK}{dl}\right)^{-1}$, le saut du front lors d'une avalanche sera plus grand que la largeur de la bande de chrome. En conséquence, les bandes chromées correspondent à des zones d'instabilités du front avec des vitesses élevées et les bandes de verre à des zones d'équilibre où la vitesse est soit nulle soit très faible. Dans le deuxième cas envisagé, la bande de verre, le front est d'abord bloqué un temps au niveau de la transition Chrome-Verre puis, après s'être propagé à travers sur la surface de verre, subit une avalanche à la transition Verre-Chrome. En intégrant les résultats de la discussion précédente, on peut facilement se convaincre que l'état piégé peut devenir un état métastable si la bande est suffisamment fine. Dans les perspectives, nous discuterons de la question portant sur le temps de vie de cet état métastable lorsque la bande présente une ou plusieurs discontinuités. Ces discontinuités constituent des zones de chrome où le front n'est plus piégé : la question de savoir si le front entier ou seulement une partie de celui-ci va continuer de se propager et, jusqu'à quel point, repose sur la capacité du front à se déformer.

Dans la partie suivante, nous étudions la déformation du front lorsqu'il se propage sur une bande longitudinale : l'invariance dans la direction y est retrouvée par contre elle est brisée dans la direction x . Une des conséquences de ce changement est que la propagation du front n'est alors plus marquée par des séquences de piégeage et d'avalanche.

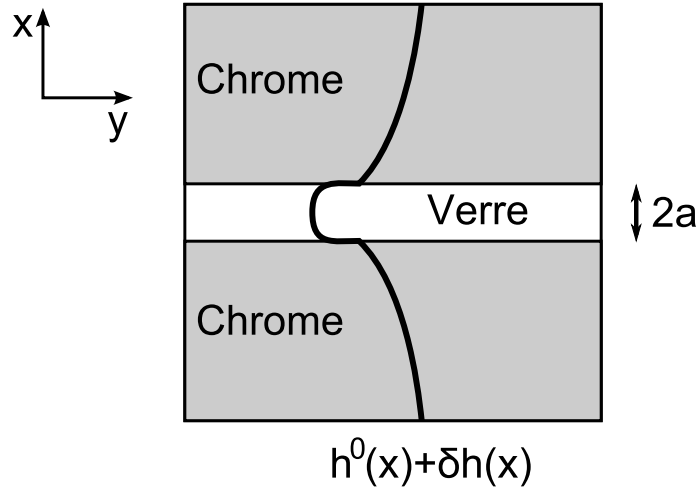


FIGURE 4.5 – Schéma représentant le front de fissure (ligne noire) vu de dessus. Le front marque la séparation entre les surfaces décollées, à gauche, et les surfaces toujours en contact, à droite. Il se déplace vers la droite. La présence d'une bande centrale adhésive, perturbe le front créant un pincement. Expérimentalement, il s'agit d'une bande de verre où le PDMS a tendance à adhérer plus fortement que sur le chrome.

2 Bande longitudinale

Nous considérons maintenant la situation où le front se propage sur un substrat présentant une bande de verre longitudinale (Fig. 4.5). Cette partie débute par la résolution de l'équation d'équilibre conduisant à une expression analytique de la forme du front. Nous présenterons ensuite les résultats expérimentaux que nous discuterons à la lumière des prédictions théoriques.

2.1 Position du problème

En l'absence de bande adhésive, on note h^0 la forme du front¹ associée à un facteur d'intensité des contraintes K^0 et une ténacité K_c^0 . La présence d'une bande de verre adhésive est modélisée par une ténacité qui varie spatialement :

$$K_c(x) = K_c^0 + \delta K_c(x) \quad (4.10)$$

où $\delta K_c(x)$ est une fonction créneau (Fig. 4.6) :

$$\delta K_c(x) = \begin{cases} \delta K_c & \text{si } |x| < a, \\ 0 & \text{sinon.} \end{cases} \quad (4.11)$$

La présence de cette bande perturbe le front d'une quantité $\delta h(x)$ et le FIC d'une quantité $\delta K[x, \delta h]$:

$$h(x) = h^0 + \delta h(x) \quad (4.12)$$

$$K[x, \delta h] = K^0 + \delta K[x, \delta h] \quad (4.13)$$

1. En négligeant les effets de bord, la forme du front est indépendante de x

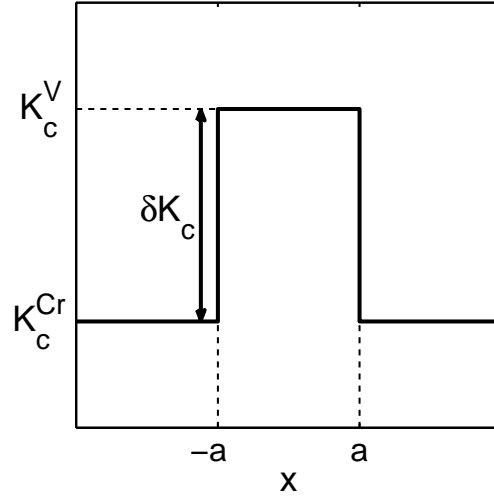


FIGURE 4.6 – Profil de ténacité dans la direction x d'un substrat présentant une bande de verre centrale de largeur $2a$, le reste de la surface étant couvert de chrome. $K_c^V = K_c^0 + \delta K_c$ et $K_c^{Cr} = K_c^0$ sont respectivement la ténacité d'une interface PDMS-Verre et d'une interface PDMS-Chrome.

2.2 Forme d'équilibre du front

Dans l'hypothèse où les pentes du front sont petites, $|h'(x)| \ll 1$, une relation linéaire entre $K[x, \delta h]$ et δh peut être obtenue [17, 42, 78] :

$$K[x, \delta h] = K^0 + \frac{dK^0}{dh} \delta h + K^0 \frac{1}{2\pi} VP \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\delta h(x') - \delta h(x)}{(x' - x)^2} dx' \quad (4.14)$$

où PV représente la valeur principale de l'intégrale. Bien que ce ne soit pas explicite dans les notations, le facteur d'intensité des contraintes K est calculé dans le cas d'un mode d'ouverture pur. Pour notre étude, il vaut mieux le considérer comme un FIC effectif qui rend compte d'un état des contraintes en tête de fissure bien plus compliqué. Cette approximation est justifiée par le très bon accord entre la prédiction théorique et les résultats expérimentaux. Le critère de Griffith-Irwin s'étend naturellement au cas d'un front de fissure :

$$K[x, \delta h] = K_c(x) \quad (4.15)$$

A l'ordre zéro en δh , l'équation 4.15 donne :

$$K^0 = K_c^0 \quad (4.16)$$

Nous rappelons les expressions de K^0 et K_c^0 1.38 :

$$K^0 = \frac{3}{2} \sqrt{BE} \frac{d}{(h^0)^2} \quad (4.17)$$

$$K_c^0 = \sqrt{E\Gamma_0} \quad (4.18)$$

où d est la deflection, h^0 la position moyenne du front (notée précédemment l), B le module de rigidité, E le module d'Young et Γ_0 l'énergie de fracture. Nous retrouvons ainsi la position moyenne h^0 d'équilibre du front en fonction de la déflexion d :

$$h^0 = \left(\frac{9B}{4\Gamma_0} \right)^{\frac{1}{4}} \sqrt{d} \quad (4.19)$$

Avec la solution d'ordre zéro, on peut calculer l'expression du deuxième terme dans l'équation 4.14. Le FIC s'écrit alors :

$$\delta K[x, \delta h] = \frac{1}{2} K^0 \left[-\frac{\delta h}{h^0} + \frac{1}{\pi} VP \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\delta h(x') - \delta h(x)}{(x' - x)^2} dx' \right] \quad (4.20)$$

A l'ordre linéaire en δh , l'équation 4.15 s'écrit :

$$\delta K[x, \delta h] = \delta K_c(x) \quad (4.21)$$

Pour trouver l'expression de δh , on écrit l'équation 4.21 dans l'espace de Fourier. Les transformées de Fourier de δh , δK et δK_c , notées respectivement $\widetilde{\delta h}$, $\widetilde{\delta K}$ et $\widetilde{\delta K}_c$, s'écrivent [30, 63, 112] :

$$\widetilde{\delta K}(q) = -\frac{1}{2} K_c^0 \left(|q| + \frac{1}{h^0} \right) \widetilde{\delta h}(q) \quad (4.22)$$

$$\widetilde{\delta K}_c(q) = \delta K_c \frac{2 \sin qa}{q} \quad (4.23)$$

où $2a$ est la largeur de la bande adhésive. En égalant les expressions 4.22 et 4.23, on obtient l'expression de $\widetilde{\delta h}$:

$$\widetilde{\delta h}(q) = -4 \frac{\delta K}{K_c^0} \frac{\sin qa}{q \left(|q| + \frac{1}{h^0} \right)} \quad (4.24)$$

La transformée de Fourier inverse de l'expression précédente donne :

$$\delta h(x) = -\frac{2 \delta K_c}{\pi K_c^0} \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\sin qa}{q \left(|q| + \frac{1}{h^0} \right)} e^{iqx} dq \quad (4.25)$$

En dérivant sous le signe intégrale par rapport à x , on obtient, après quelques manipulations, l'expression suivante pour la pente locale du front :

$$\delta h'(x) = \frac{4 \delta K_c}{\pi K_c^0} \int_0^{+\infty} \frac{\sin qa \sin qx}{\left(q + \frac{1}{h^0} \right)} dq \quad (4.26)$$

L'intégrale 4.26 peut être calculée explicitement dans la limite $q \gg 1/h^0$ à l'aide d'un logiciel de calcul formel :

$$\delta h'(x) = \frac{2 \delta K}{\pi K_c^0} \ln \left| \frac{1 + x/a}{1 - x/a} \right| \quad (4.27)$$

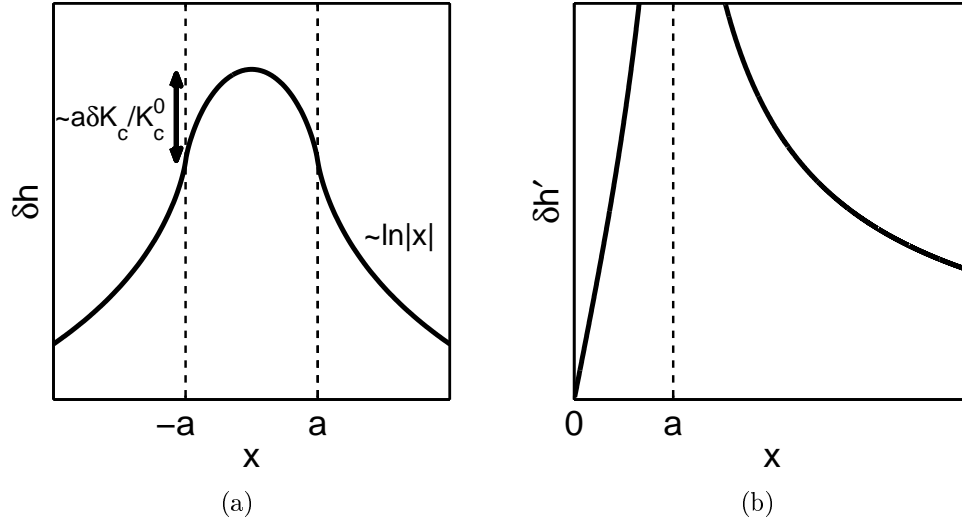


FIGURE 4.7 – a) Fluctuation δh d'un front en présence d'une bande adhésive de largeur $2a$. Loin de la bande, la fluctuation décroît logarithmiquement. La taille du pincement est proportionnelle à $2a\delta K_c/K_c^0$. b) Pente du front de fissure présentant une divergence en $x = \pm a$.

Nous verrons dans la suite que cette expression est valable lorsqu'on est suffisamment loin des bords de bande. En intégrant l'expression précédente par rapport à a , on trouve l'expression de la perturbation du front δh par une bande adhésive de largeur $2a$:

$$\delta h(x) = \frac{2a}{\pi} \frac{\delta K_c}{K_c^0} \left[\left(1 + \frac{x}{a}\right) \ln \left|1 + \frac{x}{a}\right| + \left(1 - \frac{x}{a}\right) \ln \left|1 - \frac{x}{a}\right| \right] + c \quad (4.28)$$

où c est une constante d'intégration, $K_c^0 = K_c^{Cr}$, K_c^V sont respectivement la ténacité de l'interface PDMS/Cr et PDMS/Verre. $\delta K_c/K_c^0 = 1 - K_c^V/K_c^{Cr}$ est appelé le contraste de ténacité. Rappelons que l'expression 4.28 est la solution d'une équation linéarisée pour laquelle la pente du front $\delta h'(x)$ est supposée petite devant l'unité. En considérant la figure 4.7(b), on remarque cependant que la dérivée du front diverge au voisinage de $x = \pm a$ c'est-à-dire lorsque l'on s'approche des bords de la bande adhésive. Cette divergence est la manifestation de la limite $q \gg 1/h^0$ qui n'est pas valable pour les fortes pentes.

On appelle "pincement" la partie du front à l'intérieur de la bande adhésive. En utilisant l'équation 4.28, l'expression de la longueur du pincement H en fonction de a et $\frac{\delta K_c}{K_c^0}$ s'écrit :

$$H = |\delta h(x = a) - \delta h(x = 0)| = \ln 2 \frac{4a}{\pi} \frac{\delta K_c}{K_c^0} \approx \frac{1}{2} H^* \quad (4.29)$$

où $H^* = 2a \frac{\delta K_c}{K_c^0}$ a été introduit. La taille du pincement n'est pas donnée par l'unique longueur du problème à savoir la largeur $2a$ de la bande mais par le produit $H^* = 2a \frac{\delta K_c}{K_c^0}$ où $\frac{\delta K_c}{K_c^0}$ n'est pas nécessairement petit ou proche de l'unité comme on le verra

dans la présentation des résultats expérimentaux. De manière générale, lorsque un front rencontre une hétérogénéité quelconque, H^* constitue l'échelle de la déformation dans la direction de propagation.

On introduit la fonction $f_{a,b}$ paramétrée par a et b :

$$f_{a,b}(u) = \left(1 + \frac{u-b}{a}\right) \ln \left|1 + \frac{u-b}{a}\right| + \left(1 - \frac{u-b}{a}\right) \ln \left|1 - \frac{u-b}{a}\right| \quad (4.30)$$

Dans le cas d'une bande de largeur $2a$ centrée en $b = 0$, on a :

$$\delta h_1(x) = \frac{1}{\pi} H^* f_{a,0}(x) + c_1 \quad (4.31)$$

L'équation donnant δh étant linéaire, on trouve par superposition linéaire, la forme d'un front lorsqu'il y a deux bandes de largeur $2a$ distantes de $2b$:

$$\delta h_2(x) = \frac{1}{\pi} H^* [f_{a,-b}(x) + f_{a,b}(x)] + c_2 \quad (4.32)$$

Dans la suite, nous allons donner l'expression de quelques grandeurs élémentaires caractérisant la forme du front.

Limite $a \rightarrow 0$ Etudions maintenant la limite $a \rightarrow 0$ avec $H = cst.$ A partir l'équation 4.27, on trouve :

$$\delta h'(x) = \frac{2}{\pi} \frac{H^*}{x} \quad (4.33)$$

En introduisant une longueur de coupure à grande échelle L_c , la forme du front s'écrit :

$$\delta h(x) = \frac{2}{\pi} H^* \ln \left| \frac{x}{L_c} \right| \quad (4.34)$$

avec $x < L_c$. Loin de la ligne adhésive, la décroissance de la perturbation est logarithmique et l'action de la bande sur le front est entièrement déterminée par H^* .

Dans la suite de cette partie, nous présentons une série de trois expériences qui permettent de tester les limites de validité de la modélisation qui vient d'être présentée.

2.3 Résultats expérimentaux

2.3.1 Expérience 1 : saturation des déformations

Cette expérience traite de la dépendance de la taille du pincement avec le contraste de ténacité dans un régime où les déformations du front ne sont manifestement pas petites.

Protocole Le substrat utilisé est une lame de verre de dimension $26 \times 76 \text{mm}^2$ avec des motifs présentés dans la figure 4.8. Il s'agit d'une succession de 7 bandes de verre de largeur a croissante, le reste de la surface étant couverte de chrome. Le rapport d'aspect des bandes est toujours le même : Longueur = $4 \times$ Largeur. Ce rapport a été

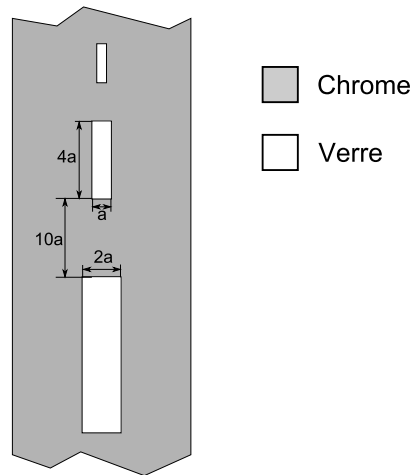
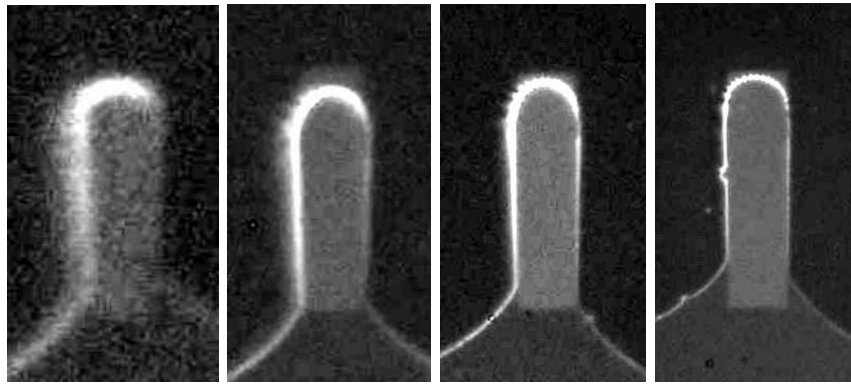


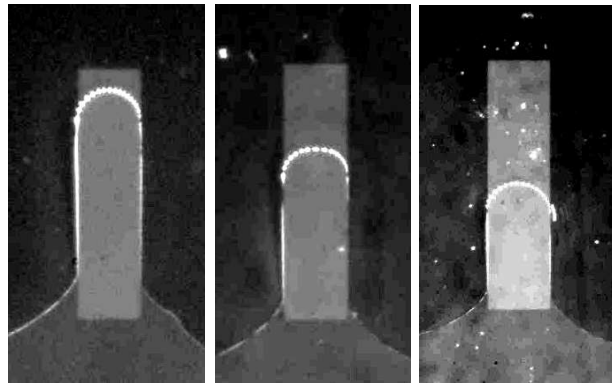
FIGURE 4.8 – Substrat de dimension $26 \times 76 \text{ mm}^2$ présentant une succession de bandes de verre de largeur a croissante, le reste de la surface étant couverte de chrome. La largeur varie sur environ 2 décades : $15.5 \mu\text{m}$, $31.1 \mu\text{m}$, $63.3 \mu\text{m}$, $128 \mu\text{m}$, $256 \mu\text{m}$, $511 \mu\text{m}$ et $1020 \mu\text{m}$ (seules les trois bandes sont représentées). Les bandes ont toutes le même rapport d'aspect : Longueur = $4 \times$ Largeur. La distance entre deux bandes est $10a$ (échelle non respectée sur la figure).

choisi pour que le front puisse atteindre une forme stationnaire sans que l'influence de la longueur de la bande se fasse sentir. La déflexion a été imposée à l'aide de la platine de translation manuelle (voir Fig. 2.10(a)). Toutes les mesures ont été réalisées pour une déflexion fixe et ajustée de telle manière que le front traverse les bandes pendant une durée approximativement identique. Les photos ont été prises à l'aide d'un appareil photo monté sur une binoculaire dont le grossissement a été adapté à la taille de la bande observée.

Relation entre H et H^* Des photos du front se propageant, de haut en bas, à travers la série des 7 bandes adhésives sont présentées dans la figure 4.9. Le front correspond à la ligne blanche et les bandes adhésives sont en gris clairs. Aux forts grossissements, le manque de netteté des photos est dû aux vibrations causées par le mécanisme de l'appareil photo lors d'une prise de vue. A l'oeil, on remarque que la forme du front est très différente de celle prédite par la théorie. En effet, à la transition Chrome-Verre en $x = \pm a$, le front suit une verticale sur une distance comparable à la longueur de la bande alors que la théorie prédit seulement un point singulier où la pente diverge. Nous avons mesuré la taille du pincement pour les 7 bandes adhésives (fig 4.8). On trouve bien que la taille du pincement est proportionnelle à la largeur de la bande et ce, bien que la forme du front ne soit pas prédite par la théorie 4.9. On mesure une pente de 3.3 correspondant à un contraste de ténacité $\frac{\delta K_c}{K_c^0} = 7.5$ et un rapport de ténacité $\frac{K_c^V}{K_c^{Cr}} = 8.5$. Pour des bandes de largeur supérieure à 300 microns, on observe cependant une déviation à la linéarité. Cet effet est clairement visible sur les images de la figure 4.9. Ces résultats sont en accord avec les énergies de fracture mesurées au chapitre précédent. En effet, en utilisant



(a) $2a=15.5\mu\text{m}$ (b) $2a=31.1\mu\text{m}$ (c) $2a=63.3\mu\text{m}$ (d) $2a=128\mu\text{m}$



(e) $2a=256\mu\text{m}$ (f) $2a=511\mu\text{m}$ (g) $2a=1020\mu\text{m}$

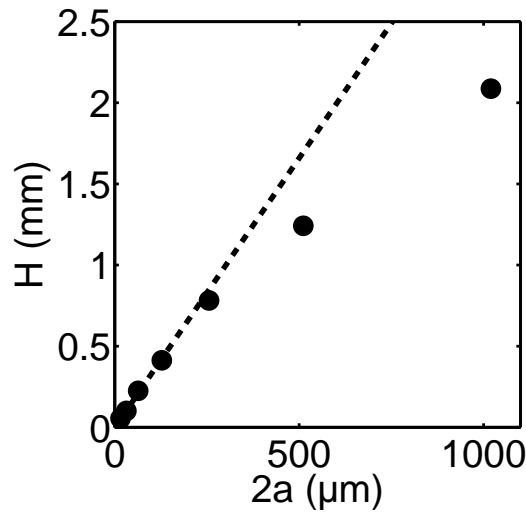


FIGURE 4.9 – Photos en haut : Pincement central du front au niveau d'une bande adhésive de verre de largeur $2a$ croissante de $15.5\mu\text{m}$ (a) à 1.0mm (g). Les bandes de verre (rectangles gris clair) ont un rapport d'aspect constant : Hauteur = $4\times$ Largeur. Le front (ligne blanche) se déplace du haut vers le bas. Figures du bas : La taille du pincement H croit linéairement avec la largeur $2a$ de la bande. On observe un écart à la linéarité pour des largeurs supérieures à quelques centaines de microns.

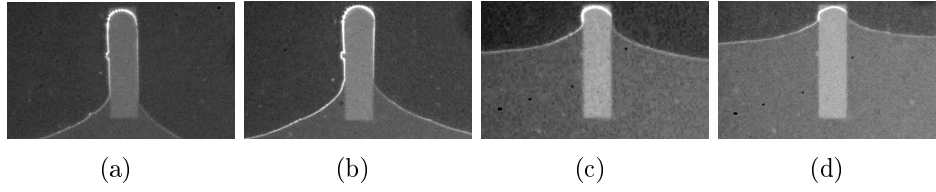


FIGURE 4.10 – Fronts de fissure en présence d'une bande de 128microns de large pour différents temps de collage : 1er collage : 15h (a), 2ème collage : 4j (b), 3ème collage : 15h (c), 4ème collage : 7h. Ces quatre images sont issues d'un même échantillon qui a été collé et décollé plusieurs fois.

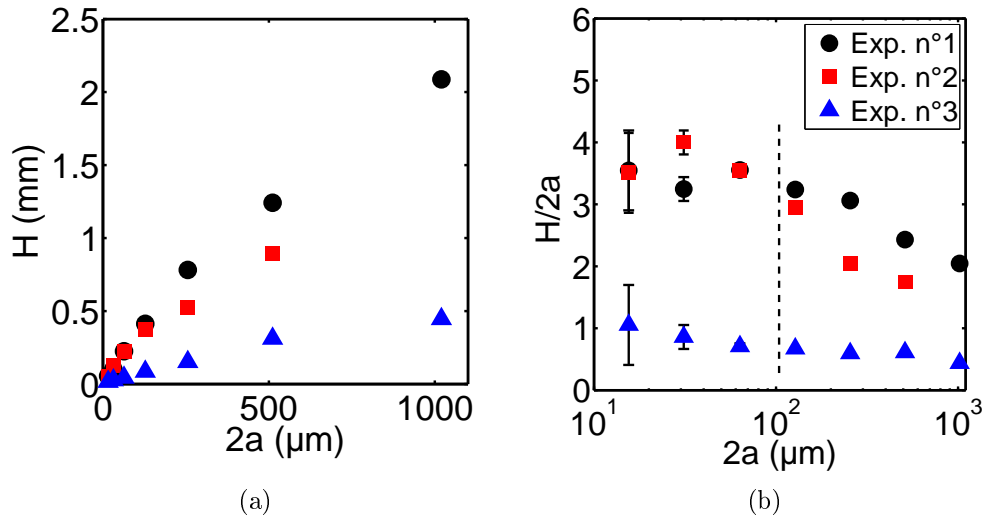


FIGURE 4.11 – Evolution de la taille du pincement H en fonction de la largeur de la bande $2a$. a) Les trois jeux de données sont présentés. ● : temps de collage 15h, premier collage, □ : temps de collage 4j, deuxième collage, △ : temps de collage 7h, troisième collage. b) $H/2a$ en fonction de $2a$. Pour les faibles a , le rapport est constant pour les trois courbes. Il est divisé par deux pour les plus grands a .

la relation 1.38, le rapport de ténacité peut s'écrire en terme d'énergies de fracture :

$$\frac{K_c^V}{K_c^{Cr}} = \sqrt{\frac{\Gamma^V}{\Gamma^{Cr}}} \quad (4.35)$$

Nous avons trouvé des rapports d'énergies de fracture variant entre 40 et 80, ces valeurs correspondent à des rapports de ténacité compris entre 6 et 9.

Modulation du contraste d'adhésion En jouant sur le temps de collage de l'élastomère sur son substrat, il est possible de moduler le contraste de ténacité. Les photos de la figure 4.10 montrent l'allure du front au passage d'une bande de largeur 128 microns. Il s'agit d'un même échantillon qui a été décollé et recollé plusieurs fois avec des temps de collage variables : 1er collage : 15h (Fig. 4.10(a)), 2ème collage : 4j (Fig. 4.10(b)), 3ème collage : 15h (Fig. 4.10(c)), 4ème collage :

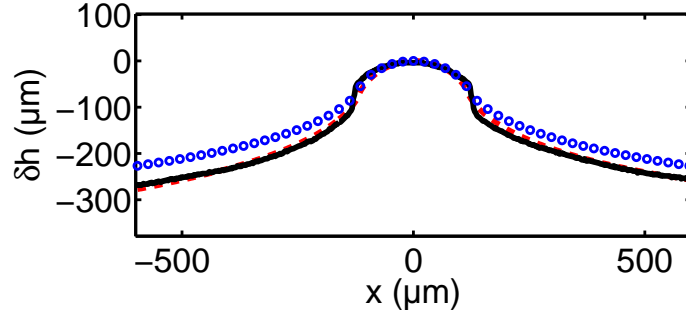


FIGURE 4.12 – Front de fissure (en noir) en présence d’une bande de largeur $2a = 256$ microns. En ajustant uniquement la pointe à l’aide la fonction 4.36 avec $2a = 256$ microns fixé, on obtient les cercles bleus : $\delta K_c/K_c^0 = 0.58$ et $H^* = 148$ microns. En ajustant l’ensemble de la courbe à l’aide de la même fonction 4.36 mais sans fixer la largeur, on obtient la courbe rouge : $\delta K_c/K_c^0 = 0.68$, $2a = 235$ microns et $H^* = 160$ microns.

7h (Fig. 4.10(d)). A partir de ces images, on remarque une constante diminution de l’amplitude du pincement que l’on mesure a posteriori. A partir du même échantillon, nous avons répété deux fois l’expérience présentée dans la figure 4.9 en variant le temps de collage. Les résultats sont présentés dans la figure 4.11(a). Les disques noirs correspondent aux données de la figure 4.9(h), les carrés rouges à un temps de collage de 12h environ, les triangles bleus à un temps de collage de 6h environ. On constate effectivement une diminution de la pente des courbes à l’origine et, donc, une diminution du contraste de ténacité. Dans la figure 4.11(b), le rapport d’aspect des pointes $\frac{H}{2a}$ a été tracé en fonction de $2a$. Pour les faibles largeurs de bande, le rapport d’aspect et, par conséquent, le contraste de ténacité est quasiment constant, compte de tenu de l’incertitude de la mesure aux forts grossissements. Pour les grandes largeurs de bandes, le rapport d’aspect chute de moitié pour les trois courbes. L’échelle de transition est estimée à $200\mu\text{m}$.

2.3.2 Expérience 2 : bande adhésive simple

Nous considérons maintenant des contrastes de ténacité plus faibles afin de tester la validité de l’expression 4.28.

Ajustement près du pincement On étudie maintenant la forme précise du front. L’échantillon, présenté dans la section précédente (Fig. 4.10(c)), a été collé trois fois, la durée du dernier collage est de 7h. La durée de l’expérience étant de 1h, l’état d’adhésion n’a pas évolué significativement. La largeur de la bande est $2a = 256$ microns. La détection du front a été faite manuellement à l’aide d’un logiciel de dessin vectoriel. La forme du front a été ajustée par la fonction suivante :

$$h_{fit}(x) = \frac{2a}{\pi} \frac{\delta K_c}{K_c^0} f_{a,0}(x) \quad (4.36)$$

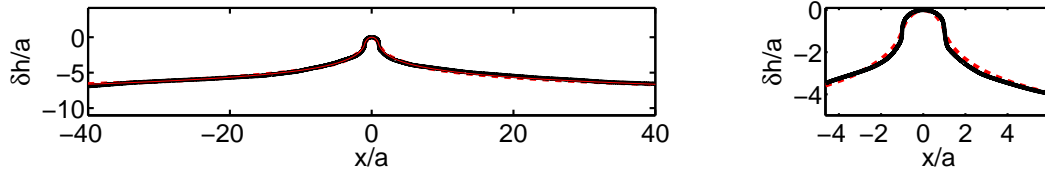


FIGURE 4.13 – A gauche : Fronts de fissure en présence d'une unique bande adhésive d'environ 20 microns de large. La courbe expérimentale est représentée en noir, l'ajustement par la fonction 4.36 en rouge. A droite : zoom sur la pointe. On trouve alors $\delta K_c/K_c^0 = 1.2$, $2a = 19\text{microns}$ et $H^* = 23\text{microns}$.

$f_{a,0}$ étant définie par l'équation 4.30, les paramètres ajustables sont la largeur de la bande $2a$ et le contraste de ténacité $\frac{\delta K_c}{K_c^0}$. En ajustant uniquement la partie du front à l'intérieur de la bande par h_{fit} en fixant $2a = 256 \text{ microns}^2$ (largeur mesurée sur l'image), on trouve : $\frac{\delta K_c}{K_c^0} = 0.58$ et $H^* = 148\text{microns}$. En ajustant l'ensemble du front par h_{fit} en laissant a variable, on obtient : $\delta K_c/K_c^0 = 0.68$, $2a = 235\text{microns}$ et $H^* = 160\text{microns}$.

Décroissance logarithmique Pour étudier la décroissance logarithmique, nous avons utilisé un substrat de quartz de dimension $76 \times 76\text{mm}^2$ sur lequel a été imprimé une bande de verre de 20 microns de large³. Nous sommes donc à des échelles bien plus petites que la situation précédente, cela nous permet d'étudier la forme du front sur des distances plus grandes sans être gêné par la courbure naturelle du front. On a regardé plusieurs intervalles d'analyse $[-40a, 40a]$, $[-40a, -a] \cup [a, 40a]$, $[-40a, -2a] \cup [2a, 40a]$, $[-40a, -5a] \cup [5a, 40a]$, $[-40a, -10a] \cup [10a, 40a]$. Le front a été ajusté de trois manières différentes : à l'aide de $\frac{2a}{\pi} \frac{\delta K_c}{K_c^0} f_{a,0}(x) = \frac{1}{\pi} H^* f_{a,0}(x)$ avec a et $\frac{\delta K_c}{K_c^0}$ comme paramètres d'ajustement, avec seulement $\frac{\delta K_c}{K_c^0}$ comme paramètre d'ajustement et, enfin, à l'aide de $\frac{2}{\pi} H^* \ln|x| + f_0$ avec H^* et f_0 comme paramètres d'ajustement. Les résultats sont consignés dans le tableau 4.1.

2.3.3 Expérience 3 : interaction entre bandes adhésives

Dans cette expérience, nous testons la linéarité du terme d'interaction élastique en comparant la réponse du front à une et deux bandes adhésives.

Protocole Le substrat utilisé pour cette expérience est décrit dans la figure 4.14(a). Il s'agit de deux bandes parallèles de largeur 20 microns et espacées d'une distance de 20 microns. La longueur d'une bande est de 10mm, l'autre, plus longue, fait 15mm. Le substrat est une plaque de quartz de dimension $76 \times 76\text{mm}^2$ bien plus grande que la taille des bandes adhésives. Le fait d'avoir des bandes de taille différentes permet

2. Il n'a pas été possible d'obtenir un ajustement en laissant a variable

3. Le motif est en réalité celui de la figure 4.14(a) mais nous n'allons considérer pour le moment que le front perturbé par une seule bande.

$$1) \frac{1}{\pi} H^* f_{a,0}(x) = \frac{2a}{\pi} \frac{\delta K_c}{K_c^0} f_{a,0}(x)$$

| zone exclue | $\delta K_c / K_c^0$ | 2a (microns) | H^* (microns) |
|---------------|----------------------|--------------|-----------------|
| \emptyset | 1.2 | 19 | 23 |
| $[-a, a]$ | 1.2 | 17 | 20 |
| $[-2a, 2a]$ | 1.2 | 18 | 22 |
| $[-5a, 5a]$ | 1.0 | 22 | 22 |
| $[-10a, 10a]$ | 0.9 | 30 | 27 |

$$2) \frac{1}{\pi} H^* f_{a,0}(x) = \frac{2a}{\pi} \frac{\delta K_c}{K_c^0} f_{a,0}(x) \text{ et } 2a = 20(\text{microns})$$

| zone exclue | $\delta K_c / K_c^0$ | H^* (microns) |
|---------------|----------------------|-----------------|
| \emptyset | 1.1 | 22 |
| $[-5a, 5a]$ | 1.1 | 22 |
| $[-10a, 10a]$ | 1.1 | 22 |

$$3) \frac{2}{\pi} H^* \ln |x| + f_0$$

| zone exclue | f_0 (microns) | H^* (microns) |
|---------------|-----------------|-----------------|
| $[-a, a]$ | 1.4 | 24 |
| $[-2a, 2a]$ | 1.4 | 24 |
| $[-5a, 5a]$ | 1.7 | 24 |
| $[-10a, 10a]$ | 2.2 | 27 |

TABLE 4.1 – Résultats de différents ajustements du front de la figure 4.13. La bande adhésive fait $2a = 20$ microns de large. Pour chaque fonction d'ajustement, une zone centrale (contenant le pincement) de largeur croissante, a été exclue. 1) Ajustement par la fonction : $\frac{1}{\pi} H^* f_{a,0}(x)$. 2) Ajustement par la fonction : $\frac{1}{\pi} H^* f_{a,0}(x)$ en fixant la largeur 20microns. 1) Ajustement par la fonction : $\frac{2}{\pi} H^* \ln |x| + f_0$.

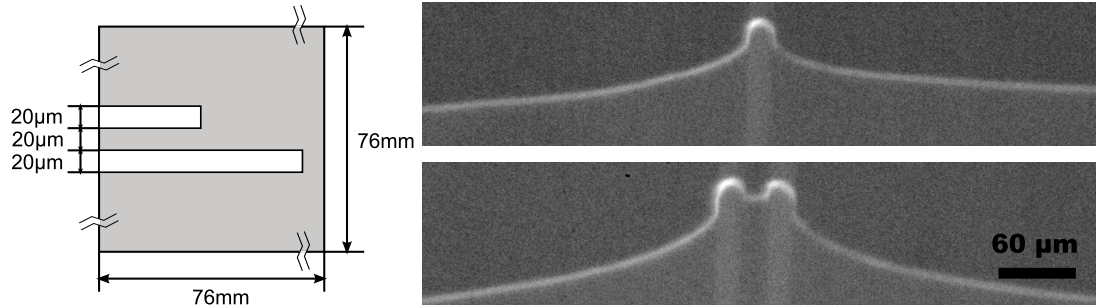


FIGURE 4.14 – A gauche, schéma représentant la surface de la plaque de quartz sur laquelle ont été lithographiées deux bandes de verre parallèles (en blanc) de largeur 20 microns. La surface en gris correspond à une couche de chrome. A noter la différence d'échelle entre les dimensions des motifs (quelques dizaines de microns) et celles de la plaque (quelques dizaines de millimètres). A droite, des images prises par une binoculaire, représentant la forme du front de fissure se propageant du haut vers le bas sur le substrat lithographié dans le cas d'une bande (en haut) ou de deux bandes adhésives (en bas).

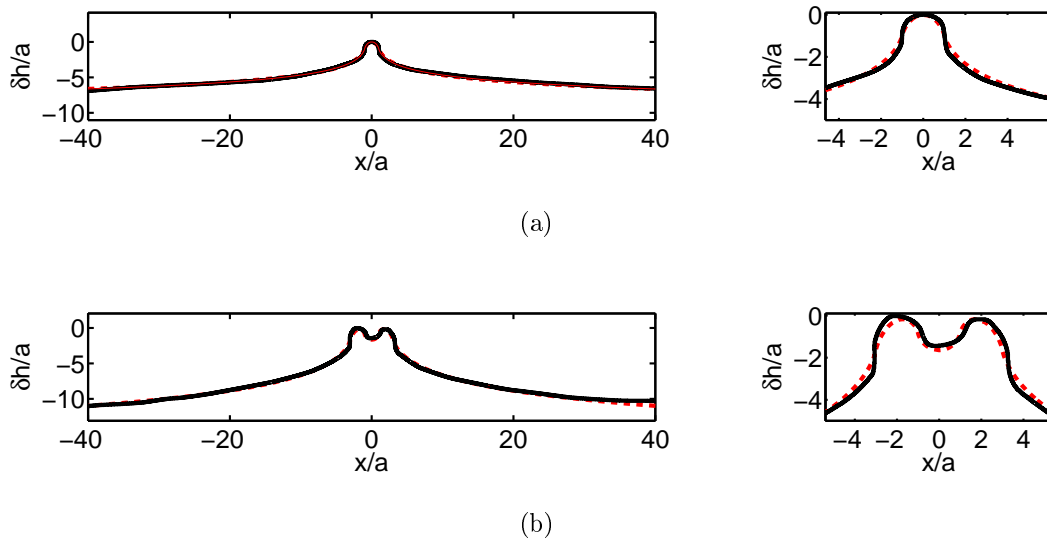


FIGURE 4.15 – Front de fissure en présence des motifs présentés dans la figure 4.14(a). Les données expérimentales sont en noir et les ajustements en rouge. a) Front en présence d'une unique bande adhésive de 20 microns de large. Figure de droite : zoom sur la pointe. On trouve alors $\delta K_c/K_c^0 = 1.2$, $2a = 19$ microns et $H^* = 23$ microns. b) Front en présence de deux bandes adhésives (même échantillon). En utilisant la fonction $\frac{a}{\pi} \frac{\delta K_c}{K_c^0} (f_{-a,0} + f_{a,0})$, on obtient l'ajustement rouge qui donne un contraste de ténacité $\delta K_c/K_c^0 = 1.2$, une largeur de bande $2a = 19$ microns et une épaisseur de front $H^* = 23$ microns en très bon accord avec les valeurs trouvées dans le cas d'une bande adhésive.

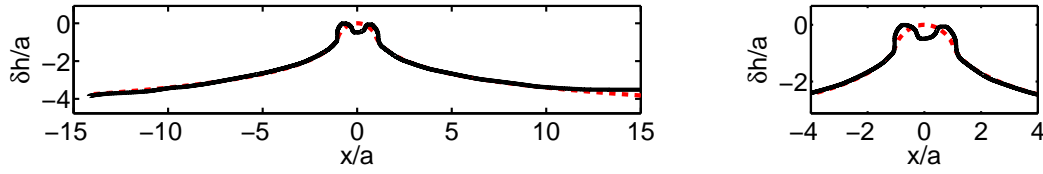


FIGURE 4.16 – Front de fissure en présence des motifs présentés dans la figure 4.14(a). En utilisant la fonction $f_{a,0}$, on obtient un contraste de ténacité effectif de $\delta K_c/K_c^0 = 1.5$ et une demi-largeur effective des deux bandes de $a = 28\text{micron}$.

d'étudier le passage du front successivement sur deux bandes puis une bande au cours d'une même expérience. On s'affranchit ainsi des variabilités des propriétés mécaniques et de surface d'échantillon à échantillon. La forme du front en présence d'une bande a été analysée comme dans le paragraphe 2.3.2. Dans le cas d'une double bande, les données sont ajustées par la fonction :

$$h_{fit}(x) = \frac{2a}{\pi} \frac{\delta K_c}{K_c^0} [f_{a,-a}(x) + f_{a,a}(x)] \quad (4.37)$$

avec pour paramètres d'ajustement $\frac{\delta K_c}{K_c^0}$ et a .

La figure 4.16 témoigne du très bon ajustement de la forme du front à la fois au niveau du pincement et de la décroissance logarithmique. Les valeurs des paramètres d'ajustement sont $2a = 19\text{microns}$, $\delta K_c/K_c^0 = 1.2$ et $H^* = 23\text{microns}$ en bon accord avec les valeurs trouvées pour la situation à une bande. On peut attribuer une largeur de bande et une ténacité effective au cas bibande en n'ajustant que les queues du front à l'aide de la fonction :

$$h_{fit}(x) = \frac{2}{\pi} H^* \ln |x| + h_0 \quad (4.38)$$

où H^* et h_0 sont les paramètres à ajuster. L'ajustement correspond à la courbe rouge de la figure 4.16. L'ajustement des queues est très satisfaisant et on trouve une largeur de bande effective $2a_{eff} = 58 \text{ microns}$, un contraste de ténacité effectif $(\delta K_c/K_c^0)_{eff} = 0.79$ et une épaisseur de front $H^* = 46\text{microns}$. On remarque ainsi que $(\delta K_c/K_c^0)_{eff}$ est égale au contraste de ténacité réel moyenné sur la largeur de la double bande :

$$(\delta K_c/K_c^0)_{eff} = \frac{2a\delta K_c/K_c^0 + 2a\delta K_c/K_c^0}{6a} = 0.79 \quad (4.39)$$

Par contre, le principe de superposition est mis en défaut pour des contrastes d'adhésion plus élevés. En effet, dans la figure 4.17(a) est représenté en rouge la forme d'un front en présence d'une seule bande. La forme a été dupliquée et décalée d'une largeur de bande si bien que l'on voit deux pointes mais elles sont issues du même front. On peut ensuite additionner les deux pointes pour obtenir la forme en bleu sur la même figure. Cette forme est à comparer avec la forme du front en

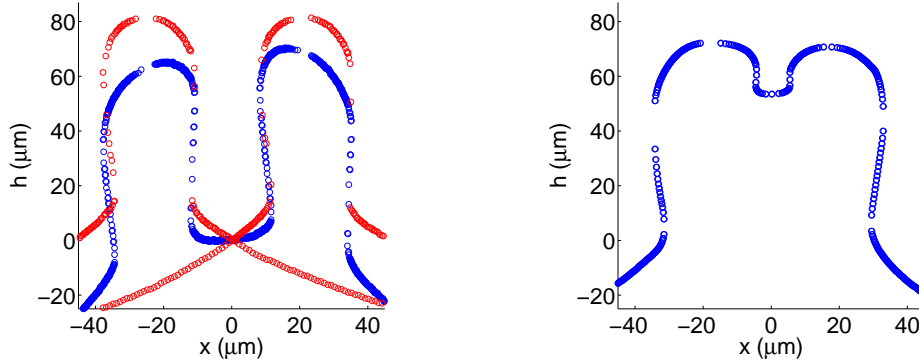


FIGURE 4.17 – À gauche, en rouge : front de fissure en présence d’une bande adhésive de 20 microns de large. Le front a été dupliqué et décalé de 20 microns si bien que l’on observe deux pincements identiques sur la figure. En bleu : front résultant de la somme des deux fronts rouges. À droite : front de fissure expérimental en présence de deux bandes parallèles de 20 microns de large séparées de 20 microns. On constate que les courbes bleues des deux figures n’ont pas la même forme.

présence de deux bandes (Fig. 4.17(a)). Si le principe de superposition s’appliquait, alors les deux courbes bleues devraient se superposer. On constate que ce n’est pas le cas : la superposition linéaire des solutions prévoit un entrejambe beaucoup plus grand que ce qu’il n’est en réalité. Cet exemple suggère ainsi qu’il existe une pente critique des déformations en dessous de laquelle la forme du front n’est plus décrite par l’équation 4.28. Dans le chapitre suivant, le front se propage sur un substrat couvert de motifs répartis aléatoirement. Si on suppose que la pente critique varie comme $\delta K_c/K_c^0$, cela conduit à une densité critique de motifs $\eta_c \sim (\delta K_c/K_c^0)^{-1}$. Des études sont en cours pour voir si des changements interviennent au niveau de la morphologie et de la dynamique du front au voisinage de cette densité.

La partie suivante réalise une synthèse des situations envisagées dans les deux premières parties : une modulation de la ténacité, à la fois dans la direction de propagation, et dans la direction transversale. En s’intéressant au franchissement d’un défaut unique, elle constitue un tremplin pour le chapitre suivant où une étude sur la statistique du front en présence d’un ensemble de défauts est présentée.

3 Défaut isolé

3.1 Dynamique en bout de bande

La dernière partie de ce chapitre est consacrée à la dynamique du front lorsqu’il atteint le bout d’une bande adhésive. Les étapes du processus sont illustrées par la série de photos de la figure 4.18. Photo A : forme stationnaire d’un front en présence d’une bande adhésive de largeur $200\mu\text{m}$. La bande apparaît très clairement en haut de la photo D. Au niveau des zones plus foncées, l’élastomère est décollé du substrat. Photo B : la base du pincement subit un étranglement juste en dessous du bout de la bande, dans la partie chromée, alors que la pointe s’est simplement translaturée ver-

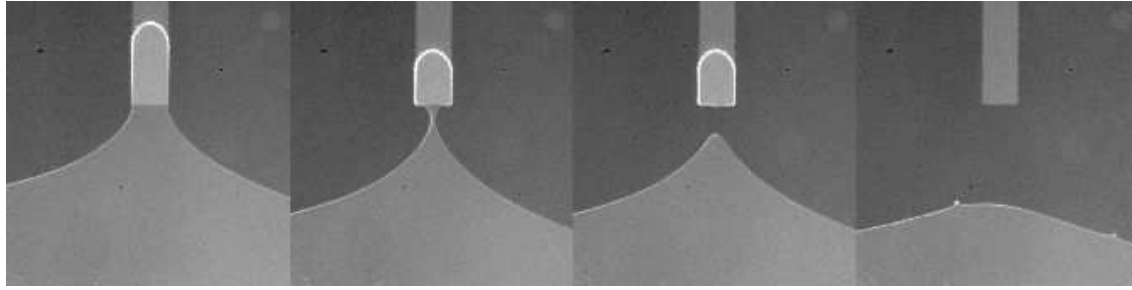


FIGURE 4.18 – Photos prises au cours de la propagation d'un front de fissure en présence d'une bande adhésive en verre. La bande, d'une largeur de $200\mu\text{m}$, est clairement visible sur la dernière photo. Première photo : forme du front de fissure en régime stationnaire. La présence du bord de bande n'influence pas encore sa forme. Deuxième photo : filamentation. Un étranglement de la base du pincement est observé dans la région chromée tandis que la pointe, toujours sur la bande de verre, est simplement translatée verticalement. Troisième photo : coexistence de deux zones de contact disjointes. La région claire correspond à l'aire d'accroche d'un filament en arrière du front principal. Quatrième photo : relaxation des déformations. Une fois le filament décroché, il ne reste plus qu'un seul front dont la forme perturbée relaxe vers un front rectiligne au cours du temps.

ticalement en gardant la même forme. Photo C : l'étranglement se poursuit jusqu'à la séparation du front en deux fronts disjointes. Le contour blanc apparaissant en bout de bande correspond à l'aire d'accroche d'un filament en arrière du front principal. Cette configuration, qui peut durer plusieurs minutes, est particulière dans le sens que la bande adhésive contribue toujours au pincement du front principal alors qu'elle n'est plus en contact avec lui. Cette interaction à distance est rendue possible par la présence du filament. Photo D : lorsque le filament se détache, l'interaction à distance disparaît, la dynamique est alors celle de la relaxation d'une déformation élasticité du front qui se propage dans une interface homogène.

L'étude de la formation d'un filament, parfois appelée fibrillation, est intéressante

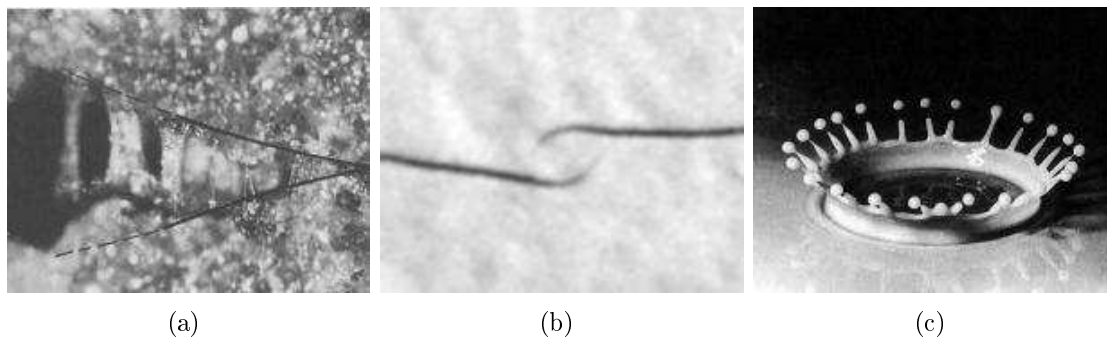


FIGURE 4.19 – a) Des filaments apparaissent lors de la rupture d'un matériau visco-élastique [124]. b) Chemins empruntés par deux pointes de fissure en interaction. c) Ejection de gouttes issue d'une couronne d'Edgerton. Cette situation apparaît lorsqu'une goutte d'un liquide, ici du lait, impacte un film mince de ce même liquide.

à plus d'un titre [26, 43, 72]. La formation de filament contribue à l'essentiel du travail nécessaire pour décoller un adhésif. Cela constitue donc un effet particulièrement optimisé pour obtenir de bons adhésifs. De manière assez surprenante, l'apparition de filaments s'observe aussi dans le décollement d'adhésif dit réversible comme les célèbre Post-It. D'un point de vue plus théorique, la filamentation du front est un exemple où deux interfaces en interaction se rapprochent l'une de l'autre avant de fusionner. Il existe d'autres exemples dans la littérature. Dans le domaine de la fracture des plaques, un phénomène équivalent est celui de la rencontre, non pas de deux fronts, mais de deux pointes de fissure. Lorsqu'elles se propagent en parallèle dans la même direction, les deux fissures ont tendance à se rapprocher l'une de l'autre jusqu'à ce qu'une languette se détache du reste de la plaque. Cet effet décrit bien la situation qui apparaît lorsqu'on veut décoller du papier peint : la tendance générale est qu'il se décolle plutôt par petites languettes plutôt qu'en pans entiers. Lorsque les deux fissures se propagent suivant une même ligne mais en sens contraire, les pointes de fissure présentent la particularité de décrire une manœuvre d'évitement avant de rentrer en contact par les flans. Peut-être de manière plus évidente encore, la filamentation fait aussi écho à la formation de gouttes à partir d'une surface libre. L'exemple le plus simple connu de tous est le goutte à goutte d'un robinet mal fermé. Beaucoup d'études portent sur la dynamique juste avant le détachement complet de la goutte car elle constitue un exemple de singularité en temps fini [33, 131]. D'autres études portent sur la formation d'une collection de gouttes consécutive à un impact sur une surface liquide. L'exemple le plus fameux est certainement la couronne de Edgerton qui apparaît après l'impact d'une goutte sur un film mince du même liquide, en l'occurrence du lait. Le déferlement d'une vague est aussi un mécanisme de production d'un très grand nombre de gouttelettes, appelé aérosol, et qui joue un rôle très important en météorologie. Enfin la fusion de membranes lipidiques ou la coalescence de disques de cristaux liquides constituent aussi des exemples de singularité en temps fini. Nous allons voir dans le paragraphe suivant que c'est une propriété partagée par la filamentation.

3.2 Filamentation

Nous avons étudié le processus de filamentation, en utilisant le substrat aux bandes adhésives de largeur variable, déjà présenté dans la partie précédente. En jouant sur la platine de translation manuelle, le front est amené rapidement au niveau d'une bande particulière, puis, la déflexion est diminuée afin de ralentir la propagation avant le début de la filamentation. Cela permet ainsi de suivre toute la dynamique avec une fréquence d'échantillonnage, 2Hz, accessible pour un appareil photo. Le processus est décrit par la taille de l'étranglement, $\Delta X(t)$ à un instant t et par l'instance de rupture t_r de l'étranglement 4.20(a). La figure 4.20(b) regroupe l'ensemble des données obtenues sur toutes les bandes et montre que la taille de l'étranglement croît comme une loi de puissance avec $\Delta t^{\frac{1}{2}}$ où $\Delta t = t_r - t$ quelque soit la largeur $2a$ de la bande. En normalisant ΔX par $2a$ et Δt par $\tau = t_r$, toutes les données se regroupent très bien sur une courbe maîtresse d'équation : $1.17\Delta t^n$ avec $n = 0.47 \approx \frac{1}{2}$. Autant la normalisation par la largeur paraît naturelle, autant, il n'est

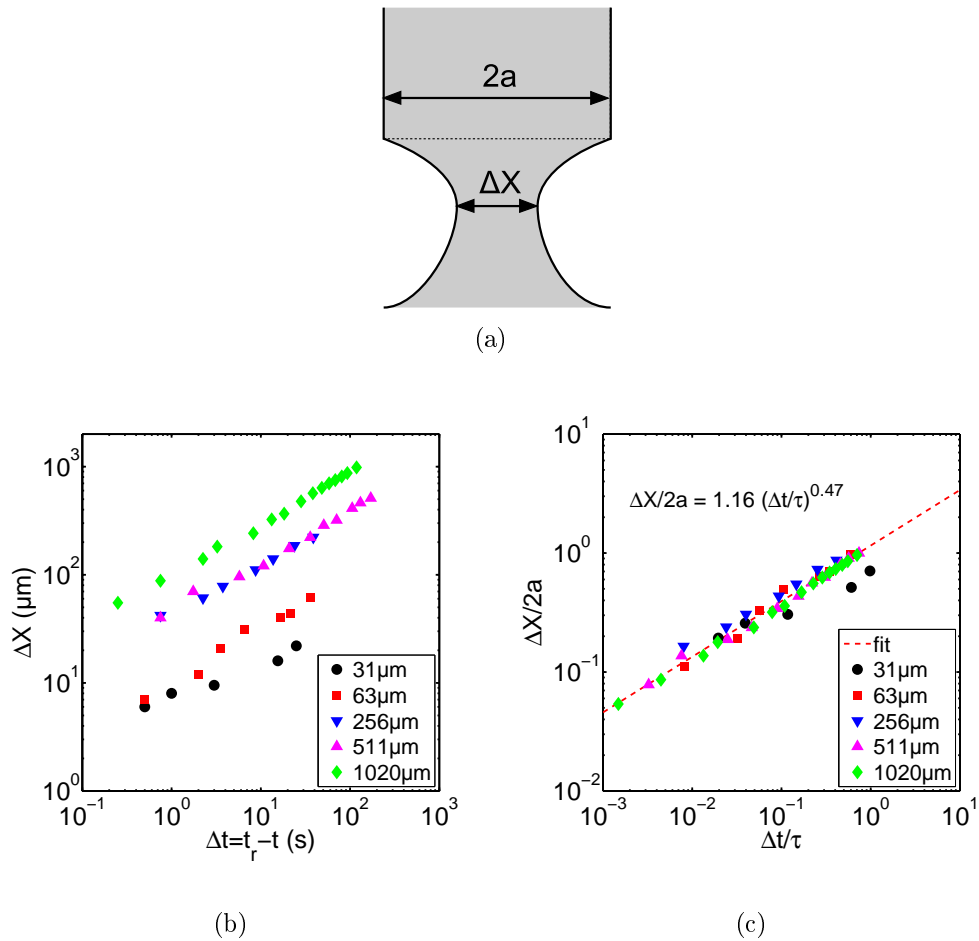


FIGURE 4.20 – a) Schématisation de l'étranglement du front de fissure en bout de bande. $2a$ est la largeur de la bande et ΔX la taille de l'étranglement. b) Evolution de ΔX en fonction de $\Delta t = t_r - t$ où t_r est l'instant de la rupture de l'étranglement. c) Rassemblement des données sur une courbe maîtresse : $\Delta X/2a = 1.17 (\Delta t/\tau)^{0.47}$ où $\tau = t_r$.

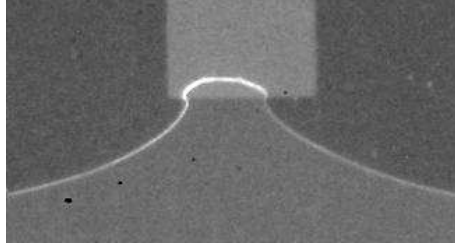


FIGURE 4.21 – Lorsque le contraste de ténacité est trop faible, il n’y a pas de filamentation.

pas encore clair pourquoi une normalisation de Δt par t_r donne de bons résultats. Un autre temps caractéristique apparaît dans ce problème $2a/v_m$. Cependant nous n’avons pas de mesures fiables de la vitesse moyenne si bien que nous n’avons pas pu trancher en faveur d’un temps caractéristique plutôt qu’un autre. La filamentation n’a lieu que pour des valeurs élevées du contraste de ténacité. Par exemple, le front de la figure 4.21 qui correspond au front du paragraphe 2.3.2, ne présente pas de filament en bout de bande : son contraste de ténacité n’est que de ~ 0.6 . La largeur de la bande n’a pas d’influence sur la filamentation alors que des vitesses de propagation élevées ont tendance à inhiber le processus. Une étude en vitesse serait nécessaire pour éclaircir ce dernier point.

Pour conclure, nous avons montré que la filamentation correspond à une singularité en temps fini : la vitesse d’étranglement diverge pour $t = t_r$. L’étude d’une dynamique singulière constitue un moyen d’investigation des problèmes de rupture ou d’adhésion car elles sont, en général, indépendantes du détail microscopique du système étudié.

3.3 Relaxation de la déformation

Nous avons enfin étudié la relaxation finale du front une fois que le filament s’est décroché. La figure 4.22(a) montre l’évolution de la forme du front au cours des 100 premières secondes de la relaxation. La dynamique de la relaxation est issue de la compétition entre deux termes : l’un est lié à l’élastique du front, l’autre aux processus de dissipation étudiés au chapitre précédent. Il est possible d’écrire une équation du mouvement en reprenant les résultats concernant la dépendance du FIC avec la vitesse du front :

$$K(\delta\dot{h}) = K_0 \left(1 + \Phi(\delta\dot{h}) \right) \quad (4.40)$$

où K_0 est le FIC à l’équilibre et Φ la fonction de dissipation. A l’aide de l’équation 4.20, l’équation du mouvement s’écrit de manière générale :

$$\Phi(\delta\dot{h}) = \frac{1}{2\pi} VP \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\delta h(x') - \delta h(x)}{(x' - x)^2} dx' \quad (4.41)$$

Le cas où Φ est une fonction linéaire a déjà été résolue dans le contexte d’une ligne de mouillage [87] :

$$\delta h = \pi^{-1} H^* \ln \left| \frac{x^2 + (ct)^2}{L^2} \right| \quad (4.42)$$

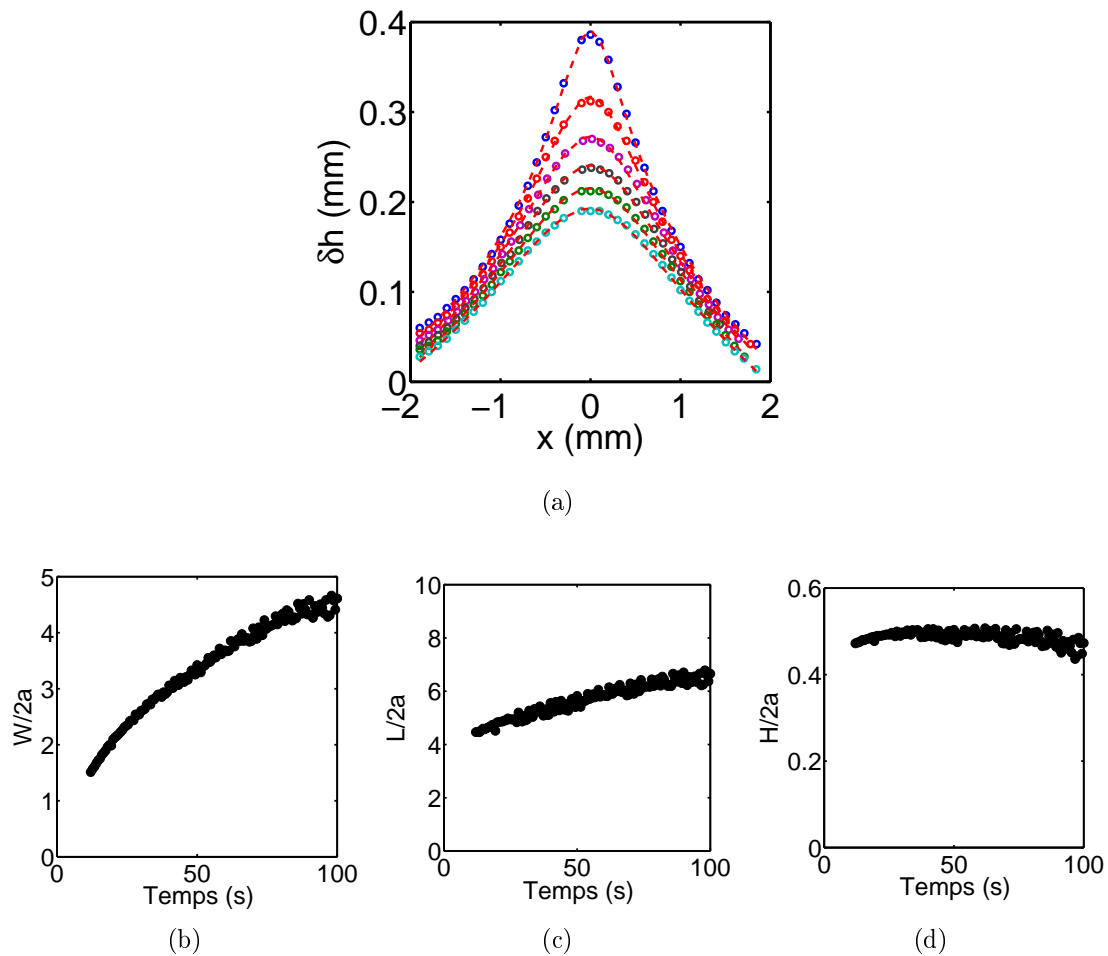


FIGURE 4.22 – a) 100 premières secondes de l'évolution de la déformation du front après le décrochement du filament. Les lignes correspondent à un ajustement par la fonction $H \ln \frac{x^2+W^2}{L^2}$. b), c) et d) Evolution des paramètres d'ajustement de la fonction en fonction du temps, $2a$ étant la largeur de la bande.

où L est une longueur de coupure à grande échelle, c une vitesse caractéristique associée aux processus de dissipation, H^* l'échelle de longueur dans la direction de propagation. D'après les expériences de relaxation que nous avons présentées au chapitre précédent, il n'est pas possible de se prononcer sur la nature de la dissipation. Nous avons donc utilisé l'expression 4.42 comme fonction d'ajustement :

$$\delta h_{fit} = H \ln \frac{x^2 + W^2}{L^2} \quad (4.43)$$

Cette fonction ajuste très bien les fluctuations du front en fonction du temps comme le montre la figure 4.22(a). Cependant, à la différence des résultats trouvés dans le cas d'une ligne de mouillage, W et L ont une dépendance non linéaire avec le temps à la différence de H . Des analyses sont en cours pour comprendre l'origine de cette dépendance, en vérifiant notamment s'il ne s'agit pas d'un artefact de l'ajustement.

4 Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons montré dans la première partie qu'une hétérogénéité provoquait l'apparition d'états d'équilibre surstable, métastable et instable alors que l'interface homogène ne présente que des états d'équilibre stables. Il s'en suit une dynamique de la ligne présentant des phases de piégeage et des phases d'avalanche.

La deuxième partie a porté sur les déformations du front. Nous avons mis en évidence un paramètre important : le contraste de ténacité $\frac{\delta K_c}{K_c}$. Bien que le problème que nous étudions ne fait pas intervenir d'autre échelle de longueur que la taille de l'hétérogénéité a , cette échelle n'est pas suffisante pour rendre compte des déformations du front dans la direction de propagation. Il existe, en réalité, une autre échelle $H^* = 2a \frac{\delta K_c}{K_c}$ qui ne s'identifie pas à a dans la mesure où le contraste de ténacité peut être modulé sur plus d'une décade (0.6-7). Les études du comportement du front en présence d'une ou de deux bandes tendent à prouver que pour des échelles grandes devant H^* , $x > H^*$, l'élasticité du front introduite par Gao *et al.* décrit bien les formes obtenues. Ce résultat n'a rien d'évident dans la mesure où l'on est en présence d'une fissure interfaciale se propageant en mode mixte. Par contre, pour des échelles $x < H^*$, une description fine de la déformation au voisinage d'un défaut nécessite l'introduction de termes non-linéaires dans l'expression du FIC.

L'étude de la dynamique en bout de bande nous apprend que le contraste de ténacité est tel que le front peut se diviser en sous-fronts disjoints. La filamentation est apparue comme une singularité à temps fini, la vitesse de l'étranglement variant comme $\Delta t^{-\frac{1}{2}}$.

Chapitre 5

Front de fissure dans une interface désordonnée

La plupart des matériaux sont hétérogènes : ils présentent des inclusions, des cavités ou des inhomogénéités chimiques réparties au hasard dans le volume. Alors que le chapitre précédent s'est focalisé sur la forme et la dynamique du front à l'échelle d'une hétérogénéité unique, dans ce chapitre, nous nous approchons un peu plus d'une situation réelle, en considérant la propagation du front dans une interface présentant un grand nombre d'hétérogénéités réparties aléatoirement. La question porte alors sur la statistique aux grandes échelles spatiales et temporelles. A la différence des matériaux naturels, notre échantillon possède un désordre très bien contrôlé que nous caractérisons dans la première partie. La seconde partie est consacrée à la dynamique diffusive d'un point du front alors que la dernière partie s'intéresse plus spécifiquement à la morphologie du front.

1 Conditions expérimentales

1.1 Présentation des substrats

Les substrats présentent une zone texturée consistant en une déposition aléatoire de motifs en verre, le reste de la surface étant couverte de chrome. Les coordonnées (x, y) de chaque motif ont été tirées au hasard suivant une loi uniforme en utilisant un générateur de nombres aléatoires. En permettant le recouvrement, le désordre ne présente pas de corrélation spatiale au-delà de la taille caractéristique du motif. Les caractéristiques des substrats que nous avons utilisés sont présentées dans le tableau 5.1, ils diffèrent par leur taille, la taille de la zone texturée et le taux de couverture η , défini comme le rapport entre la surface de verre et la surface de la zone texturée. A noter que les substrats 1 et 2 présentent des motifs carrés de $70\mu\text{m}$ de côté, très espacés, alors les autres substrats présentent des disques d'environ $20\mu\text{m}$ de diamètre plus concentrés. Sur la plupart des substrats, une bande adhésive de $200\mu\text{m}$ a été lithographiée en avant de la zone désordonnée. La mesure du rapport d'aspect du pincement du front constitue alors une estimation du contraste de ténacité.

| N° | Dimensions (mm ²) | | N | η (%) | Longueurs caractéristiques (μm) | | |
|----|-------------------------------|---------------|---------------------|------------|--|-------|-------|
| | Substrat | Zone texturée | | | a | L_m | l_c |
| 1 | 26×76 | 25×25 | 1.3 10 ³ | 1 | 70 | 710 | 7000 |
| 2 | 26×76 | 25×25 | 6.7 10 ³ | 5 | 70 | 342 | 1300 |
| 3 | 26×76 | 25×25 | 3.3 10 ⁵ | 20 | 18 | 44 | 58 |
| 4 | 76×76 | 26×26 | 1.0 10 ⁶ | 35 | 15 | 26 | 55 |
| 5 | 76×76 | 76×26 | 1.0 10 ⁶ | 20 | 18 | 44 | 58 |

TABLE 5.1 – Caractéristiques des substrats. Les substrats N°1, 2 et 3 sont des lames de verre alors que le substrat N°4 est en quartz. Les motifs sont des carrés de $a = 70\mu\text{m}$ de côté (substrats N°1 et 2) ou des disques de $a = 20\mu\text{m}$ de diamètre (substrats N°3 et 4). η est le taux de couverture, $L_m \sim a/\sqrt{\eta}$ la distance moyenne entre motifs et $l_c \sim a/\eta$ la distance moyenne entre motifs dans la direction verticale.

1.2 Propriétés statistiques du désordre

Afin de caractériser la zone texturée à travers ses propriétés statistiques, nous avons réalisé une simulation numérique. Elle consiste en une déposition de N carrés de a pixels de côté sur une grille de L pixels de côté dont une réalisation est présentée dans la figure 5.1(a). Les coordonnées de chaque motif sont tirés aléatoirement suivant une distribution uniforme et le recouvrement de motif est autorisé. On note s l'aire d'un motif, S l'aire de la zone texturée. La figure 5.1(b) montre que η ne dépend que du paramètre Ns/S :

$$\eta = 1 - \exp\left(-N\frac{s}{S}\right) \quad (5.1)$$

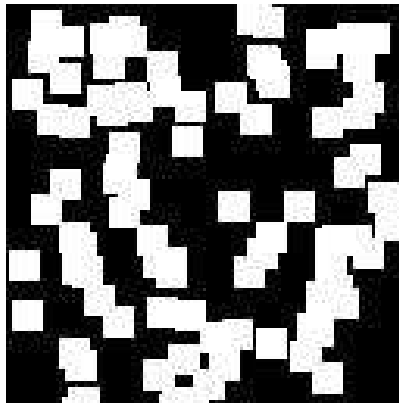
Une autre caractéristique statistique du substrat est la distance moyenne entre deux défauts l dans une direction particulière. Pour des raisons qui paraîtront évidentes dans la suite du chapitre, nous avons choisi la direction verticale, celle qui correspond à la direction de propagation du front de fissure. A l'aide de la simulation numérique, nous avons réalisé une déposition aléatoire de $N = 2000$ motifs carrés de 16px de côté couvrant une surface à $\eta = 37\%$. En effectuant 10 réalisations de ce désordre, nous avons trouvé que la distribution des longueurs l est une exponentielle :

$$P(l) = \frac{1}{l_c} \exp\left(-\frac{l}{l_c}\right) \quad (5.2)$$

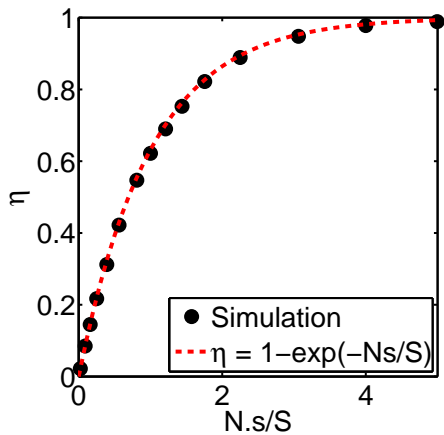
où l_c est une longueur caractéristique qui varie comme \sqrt{s}/η .

Passons maintenant aux propriétés statistiques de la ténacité. En pratique les carrés blancs correspondent à des motifs de verre de ténacité K_c^V le reste de la surface correspond à du chrome de ténacité K_c^{Cr} :

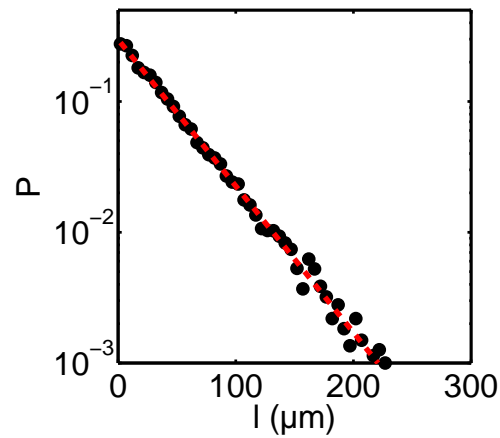
$$K_c(x, y) = \begin{cases} K_c^V & \text{si le pixel en (x,y) est blanc,} \\ K_c^{Cr} & \text{sinon.} \end{cases} \quad (5.3)$$



(a)



(b)



(c)

FIGURE 5.1 – a) Répartition de carrés de 10px de côté. Les coordonnées du centre de chaque carré sont tirées aléatoirement suivant une loi uniforme. b) Taux de couverture des motifs η en fonction de Ns/S où N est le nombre de motifs, s l'aire d'un carré et S l'aire du substrat. Les données de la simulation numériques (\bullet) se superposent à la courbe $\eta = 1 - \exp(-Ns/S)$ (en tireté). c) Distribution de la distance l entre deux motifs dans la direction verticale (Simulation numérique). Le taux de recouvrement est $\eta = 37\%$ et pour des carrés de $18\mu\text{m}$ de côté (échelle $1\text{px}=1\mu\text{m}$). La distribution est une exponentielle dont la longueur caractéristique l_c varie comme \sqrt{s}/η où s est l'aire du motif.

| Nom | Substrats N° | v_m (nm.s ⁻¹) | F_{ech} (s ⁻¹) | $\frac{\delta K_c}{K_c^0}$ |
|-----|--------------|-----------------------------|------------------------------|----------------------------|
| A | 1 | 300-470 | 0.1 | 3 |
| B | 2 | 280-460 | 0.1 | 3 |
| C | 3 | 150 | 0.1 | - |
| D | 4 | 300 | 0.1 | 6-7 |
| E | 4 | 15 | 0.03 | 3 |
| F | 5 | 3600 | 0.1 | - |

TABLE 5.2 – Détails expérimentaux des expériences A à F. v_m est la vitesse moyenne du front, F_{ech} le nombre de photos prises par seconde (fréquence d'échantillonnage). Une bande adhésive a été imprimée sur le substrat avant la zone texturée (sauf pour les expériences C et F), ce qui permet d'évaluer le contraste de ténacité $\frac{\delta K_c}{K_c^0}$.

La moyenne de la ténacité s'écrit :

$$m_{K_c} = K_c^{Cr} \left(1 + \eta \frac{\delta K_c}{K_c^{Cr}} \right) \quad (5.4)$$

et la déviation standard :

$$\sigma_{K_c} = K_c^{Cr} \left(\sqrt{\eta(1-\eta)} \frac{\delta K_c}{K_c^{Cr}} \right) \quad (5.5)$$

1.3 Présentation des expériences

Le tableau 5.2 présente les caractéristiques expérimentales des expériences analysées dans ce chapitre. Les expériences A et B présentent la particularité d'avoir une densité de défauts très faible. A cause d'une fréquence d'échantillonnage trop faible, les données de l'expérience F ne sont pas utilisées pour l'étude de la dynamique.

2 Dynamique diffusive biaisée

La dynamique du front de fissure est étudiée à travers l'évolution de la position d'un point du front. Le front étant discrétisé en pixels, une expérience de décollement fournit un ensemble d'environ 1000 séries temporelles $h(x_0, t)$ où x_0 est la position d'un pixel du front constitué de plusieurs milliers de points. Les séries sont échantillonnées à 0.1 ou 0.03Hz pour un déplacement typique d'une dizaine de millimètres. Deux exemples de séries temporelles correspondant aux expériences B et C sont présentées dans la figure 5.2. Les photos des figures 5.2(a) et 5.2(b) montrent un front de fissure se propageant de haut en bas à travers une interface désordonnée où les motifs de verre sont aussi visibles. Les figures 5.2(c) et 5.2(d) présentent, pour un x_0 donné, une partie de série temporelle des expériences correspondantes. Les deux séries sont caractérisées par une dérive globale de $h(x_0, t)$ égale à la vitesse moyenne du front. Dans le cas d'un désordre dilué, des avancées rapides du front suivies de relaxation sont clairement visibles. Pour une désordre plus dense, la relaxation n'est pas résolue en temps, à la place, on observe des séquences de piégeages (pentes

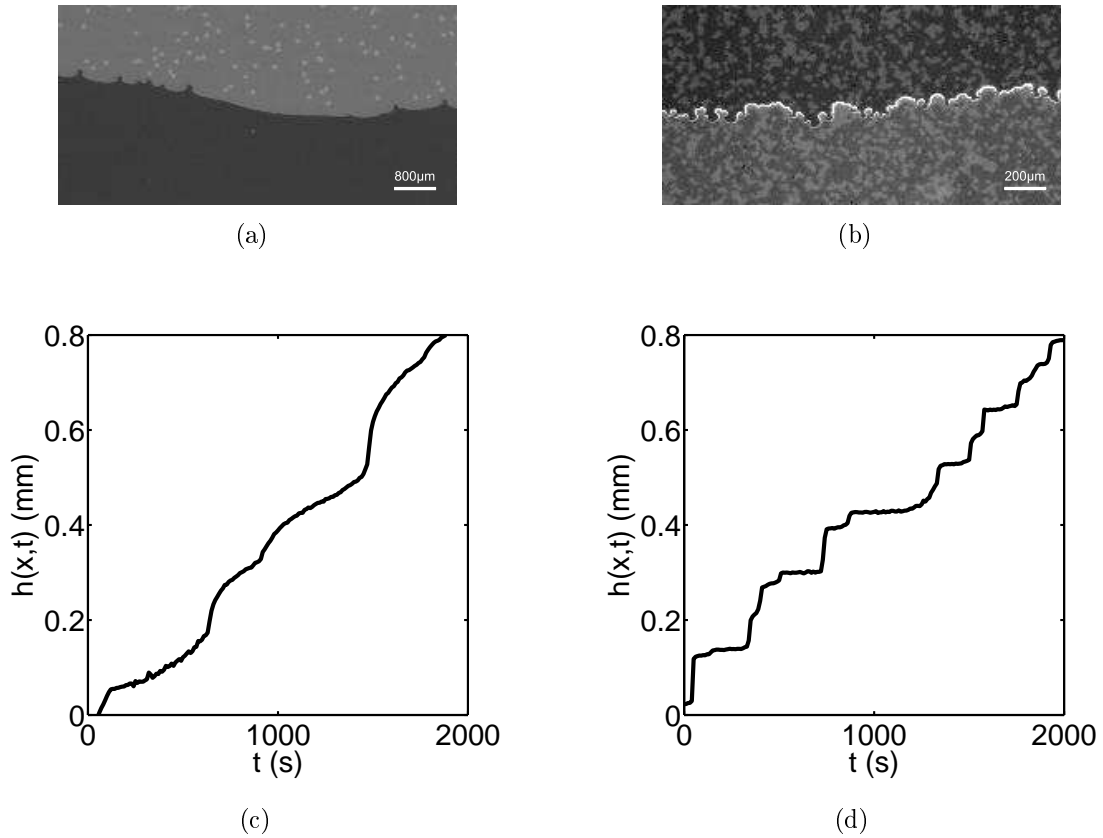


FIGURE 5.2 – Les figures de gauche se rapportent au substrat N°2 (désordre dilué), celles de droite au substrat N°4 (désordre dense). a) et b) Photos du front de fissure se propageant de haut en bas. La photo b) a été prise à travers une binoculaire avec un éclairage directif ce qui explique l'inversion de contraste par rapport à la photo a) (Cf chapitre 2). c) et d) Evolution de $h(x_0, t)$ avec x_0 fixé en fonction du temps. Les pentes faibles ou nulles correspondent à une phase de piégeage du point, les pentes verticales à une phase d'avalanche.

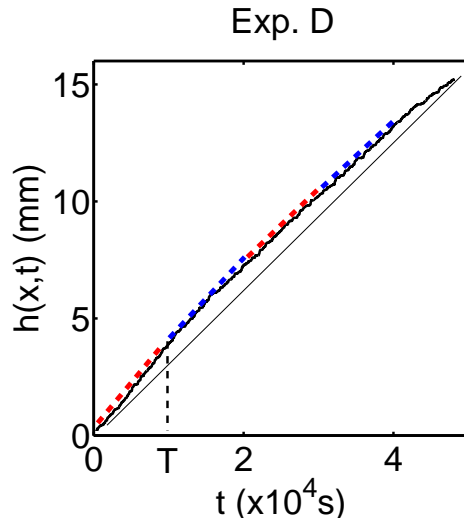


FIGURE 5.3 – Position d’un point du front $h(x_0, t)$ en fonction du temps (ligne noire). La vitesse moyenne v_m dépendant du temps, la dérive est supprimée par des ajustements (en tireté rouge et bleu) quadratiques dans une fenêtre temporelle de durée T inférieure à la durée totale du signal.

nulles) et de dépiégeages (pentes verticales). L’information importante étant justement ces séquences de piégeages-dépiégeages, nous avons développé une procédure pour éliminer le mouvement de dérive.

2.1 Extraction des fluctuations

Pour accéder à une valeur de la vitesse moyenne, il ne suffit pas de faire un ajustement linéaire sur une série temporelle suffisamment longue. En effet, quand la vitesse de déflexion \dot{d} est constante, la vitesse moyenne du front varie comme $\sim \dot{d}/\sqrt{d}$: le front décélère à mesure que la déflexion augmente. De plus, des conditions expérimentales variant légèrement avec le temps (température, humidité, ...) ainsi que de possibles inhomogénéités des propriétés mécaniques et de surface de l’échantillon, peuvent être responsables d’une variation de la vitesse moyenne. En pratique ces variations sont toujours très lentes comparées aux fluctuations de vitesse à l’échelle des défauts. Il est alors possible de faire une hypothèse d’adiabaticité : la vitesse moyenne du front sera considérée comme constante sur une échelle de temps T beaucoup plus grande qu’une échelle de temps typique comme, par exemple, la durée d’une séquence de piégeage-dépiégeage. Comme on le verra dans la suite, cette hypothèse est bien vérifiée. La méthode que nous avons employée pour éliminer la dérive consiste à soustraire à $h(x, t)$ un polynôme d’ordre 2 dont les coefficients sont déterminés par un ajustement dans une fenêtre temporelle T :

$$\delta h(x_0, t) = h(x_0, t) - [a_0 + a_1 t + a_2 t^2] \quad (5.6)$$

Cela revient à effectuer un ajustement quadratique par morceau comme illustré par la figure 5.3. Nous obtenons ainsi un nouvel ensemble de séries temporelles $\delta h(x_0, t)$ de durée T dont un exemple est présenté dans la figure 5.4. Les avalanches

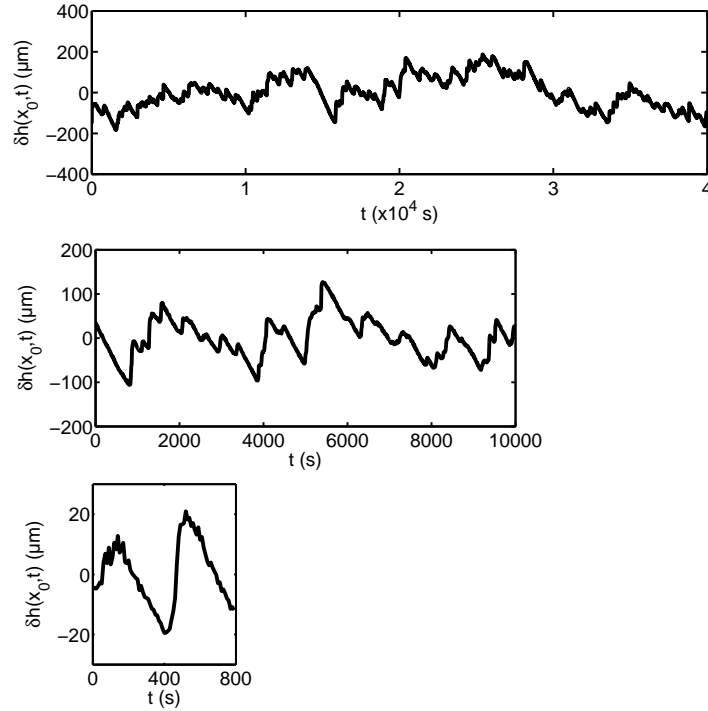


FIGURE 5.4 – Signal redressé par ajustement dans une fenêtre de durée $T = 40000$ s. Parties du signal de durée $\Delta t = 40000$ s (a), $\Delta t = 10000$ s (b) et $\Delta t = 800$ s (c).

correspondent à des vitesses positives rapides alors que les piègeages correspondent des vitesses négatives égales à $-v_m$ où v_m est la vitesse moyenne du front.

2.2 Statistiques temporelles des fluctuations

Bien que la dynamique du front puisse être étudiée à travers les fluctuations de vitesse, nous avons préféré étudier les fluctuations de positions pour deux raisons. Premièrement, la fréquence d'échantillonnage est trop faible pour que l'on puisse avoir accès à la vitesse instantanée du front qui peut prendre des valeurs élevées au moment du dépiégeage. Deuxièmement, nous allons montrer que les distributions de δh exhibent une échelle de longueur δh_c qui ne dépend ni de la fréquence d'échantillonnage, ni de la durée de la série temporelle.

2.2.1 Distributions de fluctuations de positions

Les distributions de δh dépendent a priori de la durée de la série temporelle. Par exemple, pour le mouvement brownien, il est connu que le déplacement quadratique moyen varie comme $\sqrt{\Delta t}$ où Δt est la durée pendant laquelle la particule diffuse. Nous allons donc découper les séries temporelles en sous-séries de durée $\Delta t < T$ et redéfinir à chaque fois l'origine de manière à ce que $\delta h(x_0, t = 0) = 0$. Nous avons regardé l'influence du choix de T et du degré du polynôme sur la forme des distributions. Nous avons fait ces tests sur l'expérience C, Fig. 5.5. On a aussi vérifié que le choix de T n'avait pas d'influence sur les distributions à temps courts.

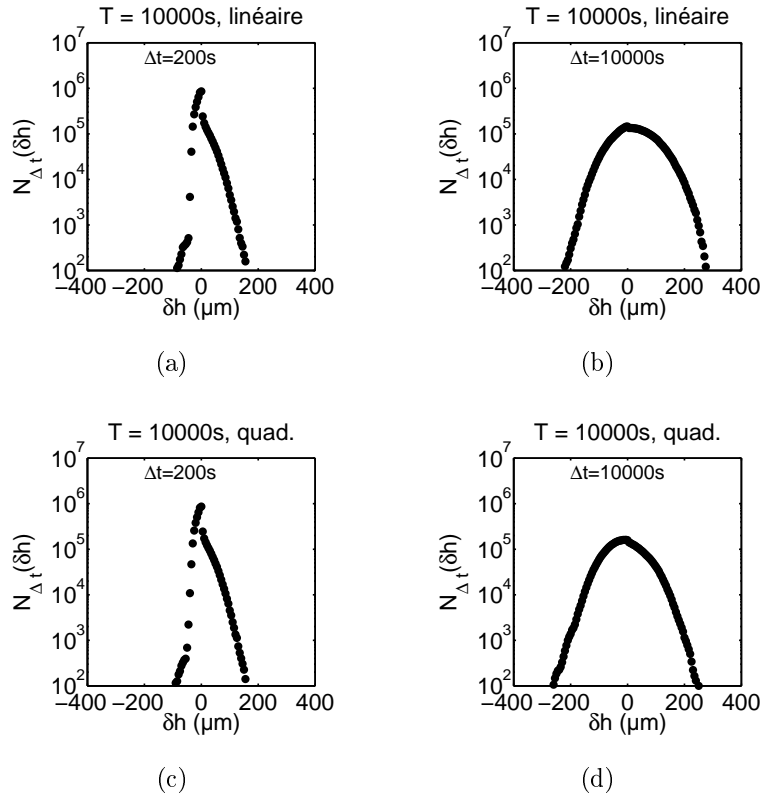


FIGURE 5.5 – Distributions de δh pour $\Delta t = 200\text{s}$ (a et c) et $\Delta t = 10000\text{s}$ (b et d). Les fluctuations ont été extraites par un ajustement linéaire (a et b) ou quadratique (c et d) de $h(t)$. Pour Δt petit, le degré de l’ajustement ne modifie pas la distribution alors que pour des Δt plus importants, une légère modification de la forme et un décalage de la valeur moyenne sont observés.

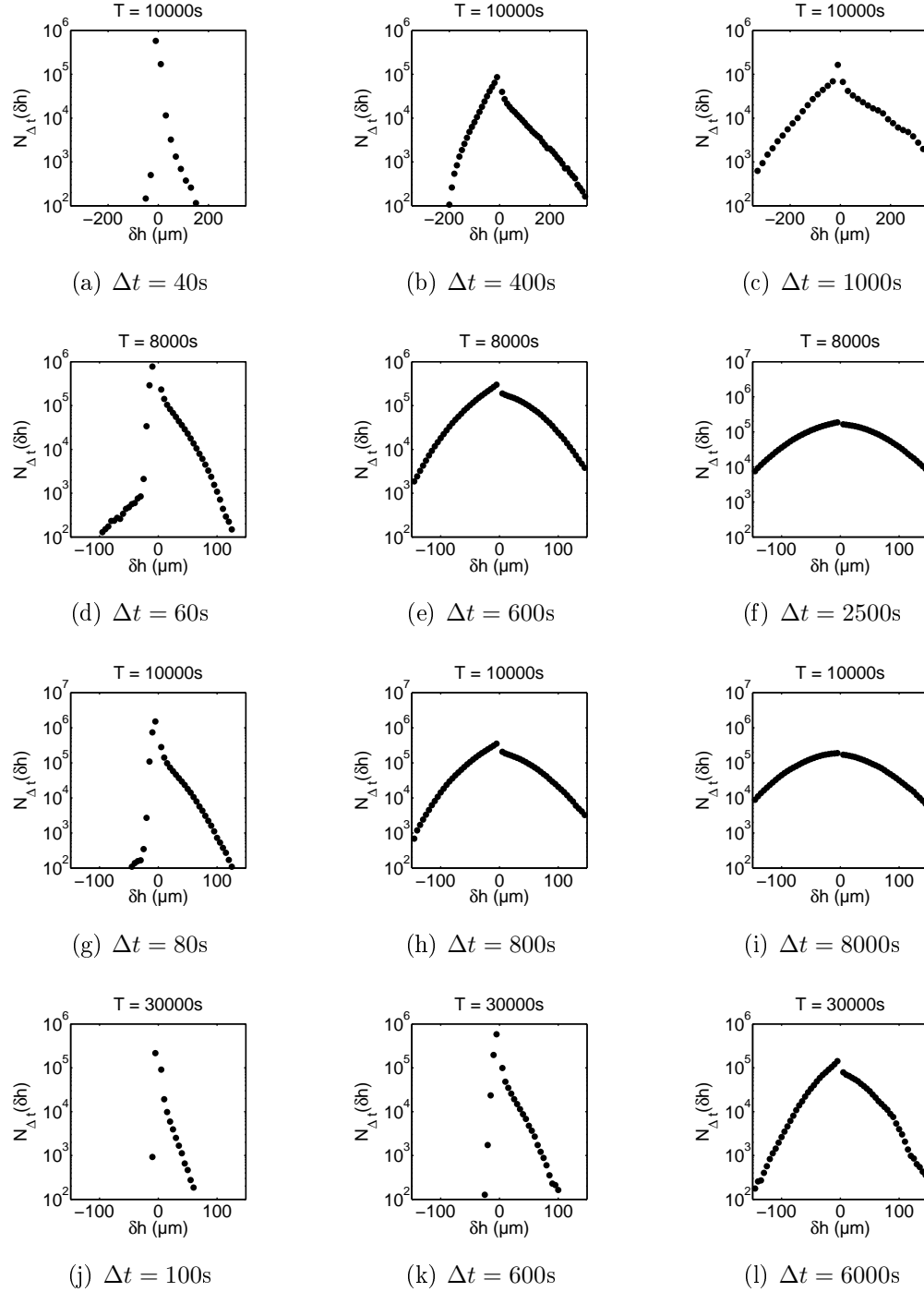


FIGURE 5.6 – Distributions des fluctuations $\delta h(x, t)$ du front à x fixé pour les expériences B (1^{ère} ligne), D (2^{ème} ligne), C (3^{ème} ligne) et E (4^{ème} ligne). Le taux de couverture vaut respectivement : 5%, 35%, 20% et 35%. Les vitesses moyennes valent respectivement : 450, 300, 150 et 15nm.s⁻¹. $\delta h(x, t)$ est extrait du signal brut $h(x, t)$ par un ajustement quadratique dans une fenêtre temporelle de durée T inférieure à la durée totale du signal. Les distributions sont calculées en considérant des sous-signaux de durée $\delta t < T$ avec $\delta h(x, t = 0) = 0$.

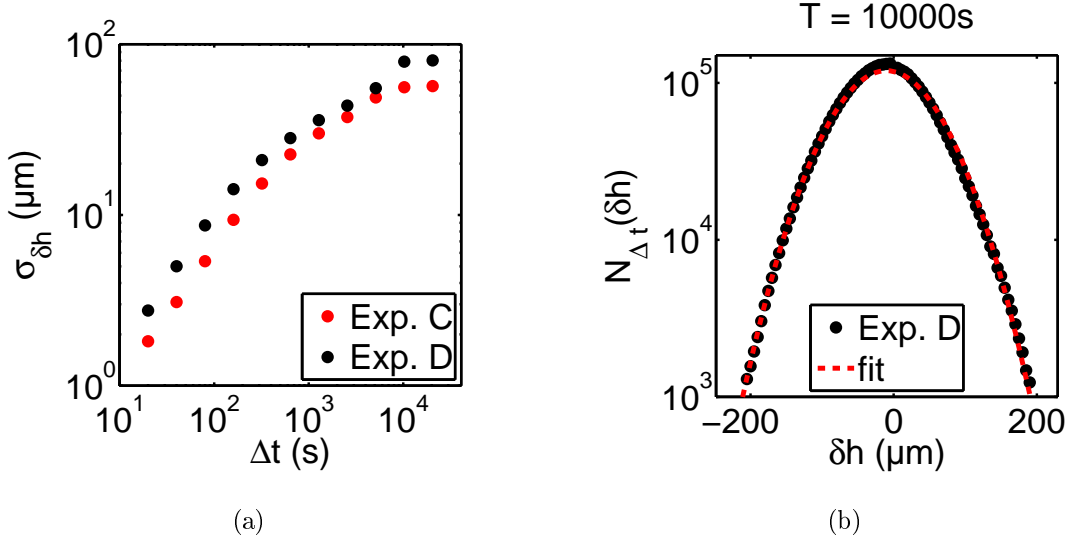


FIGURE 5.7 – a) Ecart quadratique moyen des distributions de δh en fonction de Δt pour les expériences C et D (b). Aux temps courts, l’amplitude des fluctuations a une croissance quasi-linéaire. La croissance ralentit pour des temps plus longs. b) Distribution de $\delta h(x, t)$ de l’expérience D pour $\Delta t = 10^3s$ et $T = 10^3s$. Pour des signaux longs intégrant un grand nombre de séquences de piégeages et d’avalanches, la distribution est une loi gaussienne. En ajustant une parabole en échelle lin-log, un quadratique moyen de $93\mu m$ a été trouvé.

Nous avons calculé les distributions de δh pour les expériences B (Fig. 5.6, a à c), D (Fig. 5.6, d à f), C (Fig. 5.6, g à i) et E (Fig. 5.6, j à l). Il n’y a pas assez de données pour traiter l’expérience A. Pour des séries d’une durée de l’ordre de $\Delta t \sim 100s$, les distributions sont très dissymétriques. Les fluctuations négatives ont une faible amplitude mais sont plus probables. Cette discontinuité est le reflet de la dissymétrie dans la séquence de piégeage-dépiégeage. On observe aussi que les queues de la distribution pour la partie positive sont relativement rectilignes traduisant une décroissance exponentielle. Ce comportement est semblable aux distributions de vitesses de l’expérience de Schmittbuhl *et al.* [84, 85, 127]. Des séries de plus grandes durées sont composées d’une succession de séquences de piégeage-avalanche et produisent des distributions plus symétriques avec toutefois une discontinuité à $\delta h = 0$ qui perdure. L’évolution de la déviation standard des distributions des expériences C et D est représentée dans la figure 5.7(a). On observe une croissance quasi linéaire des fluctuations puis un changement de régime vers $\Delta t = 1000s$. Aux temps longs, les distributions tendent vers une distribution gaussienne comme le montre la figure 5.7(b).

2.2.2 Queues exponentielles

Nous avons ajusté la queue pour $\delta h > 0$ par une exponentielle (Fig. 5.8(a)) : $N_{\Delta t}(\delta h) \sim \exp(-\delta h/\delta h_c)$, où δh_c est une taille caractéristique des fluctuations. Bien que la gamme où les queues ont un comportement exponentiel est relativement

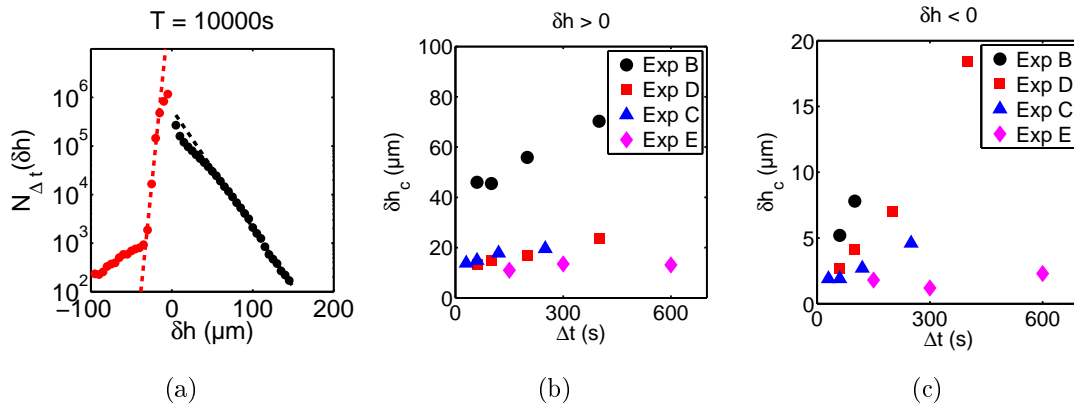


FIGURE 5.8 – a) Distribution de $\delta h(x, t)$ de l'expérience C pour $\Delta t = 120s$. Un ajustement des queues de la distribution par une exponentielle donne deux tailles caractéristiques : $\delta h_c = 2.7\mu m$ (pour $\delta h < 0$, en rouge) et $\delta h_c = 18\mu m$ (pour $\delta h > 0$, en noir). La taille caractéristique des fluctuations négatives (Fig. b) et positives (Fig. c) est représentée en fonction de Δt pour les expériences B, C, D et E. c) Pour les fluctuations positives, la taille caractéristique est indépendante de Δt .

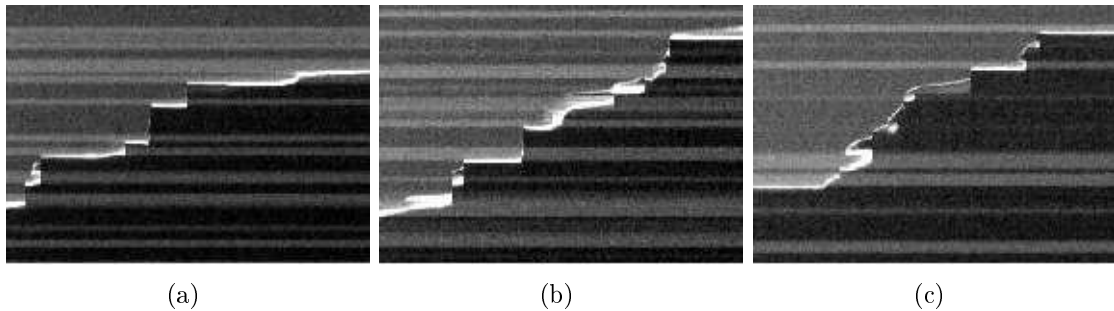


FIGURE 5.9 – Diagrammes spatiotemporels d'un point du front de fissure (temps en abscisse, espace en ordonnée). Les trois diagrammes correspondent à trois positions différentes sur le front. Le temps est représenté en abscisse, l'espace en ordonnée. Les lignes horizontales plus claires qui ressemblent à des codes barres sont les hétérogénéités.

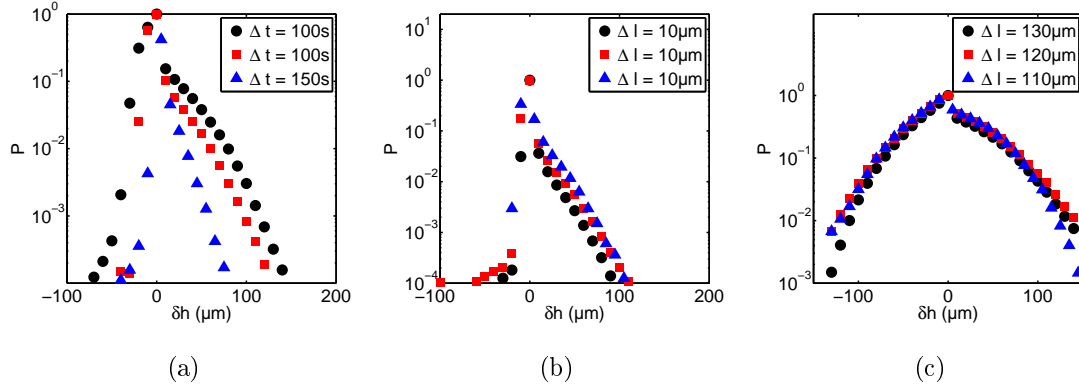


FIGURE 5.10 – Distributions de $\delta h(x_0, t)$ pour les expériences D ($\eta = 35\%$, $v_m = 0.30\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$), C ($\eta = 20\%$, $v_m = 0.15\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$) et E ($\eta = 35\%$, $v_m = 0.015\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$). Les substrats des expériences D et E sont les mêmes, le substrat de l'expérience C est légèrement moins dense. Les distributions se superposent lorsque les déplacements moyens du front $\Delta l = v_m \Delta t$ sont les mêmes.

limitée, on remarque sur la figure 5.8(b) que δh_c est relativement indépendant de Δt . En particulier, il n'y a clairement pas de dépendance linéaire du type $\delta h_c = v_c \Delta t$ qui traduirait l'existence non pas d'une taille caractéristique mais d'une vitesse caractéristique v_c . Il est plus difficile de caractériser une décroissance exponentielle à mesure que Δt augmente et que la distribution tend vers une loi gaussienne. Il est possible que l'existence de queues exponentielles soit directement liée aux propriétés statistiques du désordre, en particulier, de la distribution exponentielle de la distance entre motif. La figure 5.9 présente trois diagrammes spatio-temporels issus de l'expérience D. À la différence des graphes de la figure 5.2, ces diagrammes ont été construits directement à partir des photos du front. Cela permet de visualiser en même temps les disques de verre qui apparaissent ici sous la forme de lignes horizontales plus claires. À noter, qu'à certains instants le diagramme n'est pas univalué : cela correspond à la formation des filaments étudiée au chapitre précédent. On remarque surtout que les zones de piégeage correspondent très souvent aux bords d'un disque et que les sauts correspondent en réalité à un déplacement d'un bord de disque à un autre. Nous avons vu au début de ce chapitre que les distributions des distances entre les motifs étaient justement des exponentielles. Le lien entre la distance caractéristique l_c entre motifs et δh_c n'est pas direct si l'on se réfère au tableau 5.1.

2.2.3 Loi d'échelle des distributions

Les distributions présentées dans la figure 5.6 semble suivre la même évolution au cours du temps. Par exemple, la distribution pour $\Delta t = 800\text{s}$ pour l'expérience C est très similaire à celle de l'expérience D pour $\Delta t = 600\text{s}$. La vitesse moyenne de l'expérience C étant plus faible que celle de l'expérience D, il paraît naturelle que l'évolution des distributions ne se fassent pas au même rythme. Il est cependant possible d'obtenir une bonne superposition des distributions si elles sont repérées, non

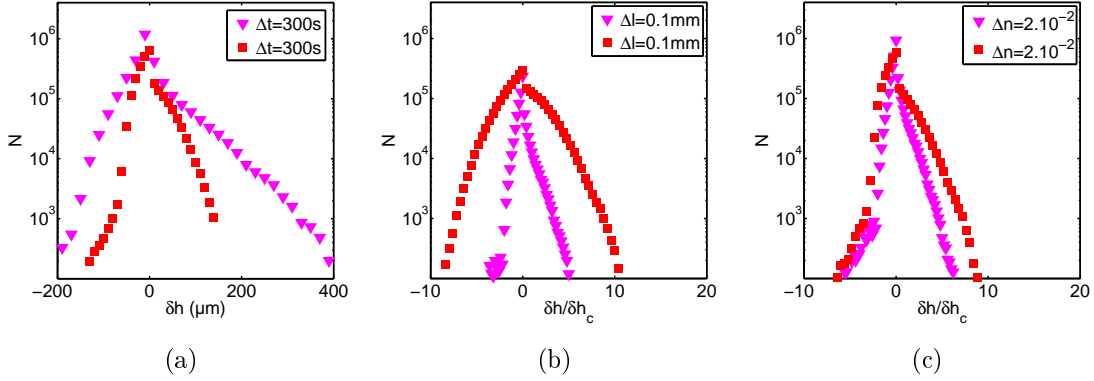


FIGURE 5.11 – Distributions de $\delta h(x_0, t)$ pour les expériences B ($\eta = 35\%$, $v_m = 0.45\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$) et C ($\eta = 20\%$, $v_m = 0.15\mu\text{m}\cdot\text{s}^{-1}$). A noter que le substrat de l'expérience B est beaucoup moins dense que celui de l'expérience C. La distribution de l'expérience B est beaucoup plus étalée que celle de l'expérience C (a). On n'observe pas de superposition des deux distributions lorsque les fluctuations sont normalisées par l'échelle caractéristique δh_c et pour un même $\Delta l = 0.1\mu\text{m}$. Par contre, elles se superposent relativement bien lorsque la quantité adimensionnée $\Delta n = v_m\Delta/\delta h_c = 2.10^{-2}$ est la même pour les deux distributions.

pas par Δt mais par $\Delta l = v_m\Delta t$, comme le montre les figures 5.10(b) et 5.10(c). Δl correspond à la distance moyenne parcourue par le front pendant Δt . Les distributions des expériences D, C et E ont la particularité d'avoir un taux de recouvrement sensiblement égal à la différence de l'expérience B. Il est cependant possible de superposer des distributions de densités différentes si δh et Δl sont normalisés par δh_c , issue de l'ajustement des queues exponentielles 5.11. Nous avons introduit le paramètre sans dimension Δn qui est probablement relié au nombre d'hétérogénéités rencontrées par le front pendant un temps Δt . Ces résultats laissent penser que les distributions sont de la forme :

$$N(\delta h, \Delta t) \sim f\left(\frac{\delta h}{\delta h_c}, \frac{v_m\Delta t}{\delta h_c}\right) \quad (5.7)$$

où f est une fonction directement liée à la nature du désordre des substrats à savoir, dans notre cas, une répartition aléatoire, sans corrélation spatiale, de motifs monodisperses. La vitesse moyenne v_m et la taille caractéristique δh_c sont en réalité des fonctions complexes liées aux caractéristiques mécaniques de l'échantillon et aux propriétés statistiques du contraste de ténacité. Une étude plus approfondie est nécessaire pour établir ce lien.

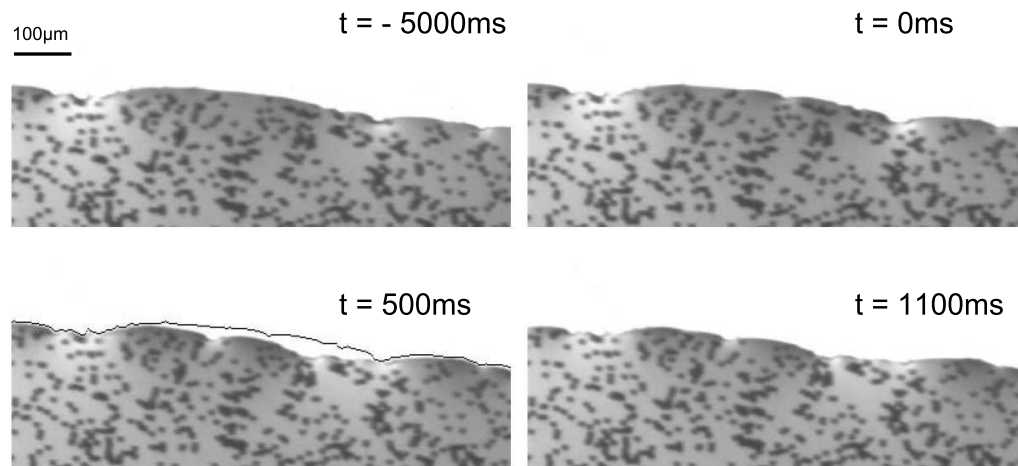
2.3 Discussions

D'autres réalisations expérimentales portent sur la propagation d'un front en présence de désordre. Nous nous référerons à l'expérience de Schmittbuhl *et al.* [127] qui étudie la propagation d'une fissure à l'interface de deux plaques de plexiglas

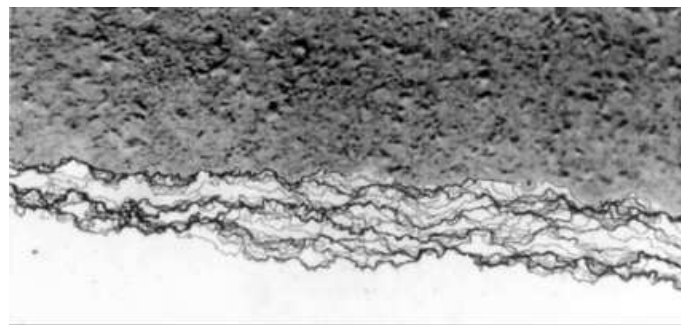
qui ont été sablées avant d'être thermocollées et de celle de Moulinet *et al.* [94] qui étudient la propagation d'un front de mouillage sur un substrat désordonné. La comparaison avec cette expérience est plus facile qu'avec celle de Schmittbuhl *et al.* parce que le désordre gélé est le même que le nôtre, il s'agit d'une répartition aléatoire de motif qui module spatialement la mouillabilité du substrat.

La forme des distributions de déplacement de notre expérience sont similaires aux distributions de vitesses de l'expérience de Schmittbuhl *et al.* [84,85]. Les vitesses sont calculées en mesurant les déplacements locaux pour un temps fixé, égal à la période d'échantillonnage, et sont donc proportionnelles aux déplacements. En particulier, les queues des distributions semblent exponentielles. Par contre, lorsque les vitesses sont calculées en mesurant non plus le déplacement mais la durée pour parcourir une distance fixée, égale à la taille d'un pixel, les distributions sont qualitativement différentes [83]. Elles présentent une décroissance algébrique. La dynamique associée correspond à une propagation du front par avalanches dont la distribution de taille décroît aussi algébriquement. Ces avalanches sont définies comme étant des régions où le front s'est déplacé localement à une vitesse plus élevée qu'un certain seuil. En ce qui concerne l'expérience de mouillage, une propagation par avalanches est aussi mise en évidence mais avec une distribution de tailles qui décroît légèrement plus vite qu'une loi de puissance. A noter que les vitesses ont été calculées à partir des mesures de déplacements locaux du front pendant un pas de temps fixé égale à la période d'échantillonnage. La période d'échantillonnage ainsi que la vitesse moyenne du front n'affecte pas les distributions de taille des avalanches. Que ce soit pour l'expérience de Schmittbuhl *et al.* ou de Moulinet *et al.*, la distribution de tailles de ces avalanches dans la direction transverse et dans la direction de propagation ne sont pas caractérisées par un même exposant ce qui est cohérent avec l'hypothèse d'un front auto-affine (voir partie suivante).

La figure 5.12 montre la position de la ligne de mouillage à différents instants. Les tâches sombres correspondent à des motifs de chrome de 10 microns de côté couvrant 22% de la surface totale. Entre $t = -5000\text{ms}$ et $t = 0\text{ms}$, la ligne est piégée. Durant un laps de temps relativement court de 500ms, la ligne se décroche sur une longueur bien supérieure à la distance moyenne en motifs pour se trouver à nouveau piégée un peu plus loin. Dans notre expérience, de tels décrochements de la ligne n'ont pas été observés. Lorsque l'on compare les fronts de la figure 5.12, on constate que nous ne sommes pas de le même régime de densité mais surtout le front est bien plus déformé par les défauts que son équivalent en mouillage. Une hypothèse que nous allons vérifier dans des expériences futures est que notre contraste d'énergie de surface est bien plus élevé que la plupart des autres expériences, il est possible que ce régime inhibe l'apparition d'une dynamique invariante d'échelle. Il est intéressant de remarquer que les séries temporelles de notre expérience sont ressemblantes de celle de Moulinet *et al.* [77]. Une différence importante est que leurs séries temporelles ont été moyennées sur une longueur de front plus grande que la longueur capillaire alors que dans notre cas il s'agit du mouvement du front moyenné sur une longueur plus petite que la taille d'un défaut. Une série temporelle moyennée sur une plus grande longueur de front brouille les séquences de piégeage-dépiégeage et constitue un argument en faveur de l'absence de mouvement cohérent de la ligne sur une



(a)



(b)

FIGURE 5.12 – a) Expérience de Moulinet *et al.* [94] où un front de mouillage se propage, de haut en bas, sur un substrat hétérogène (tâches noires). Cette séquence d’images montre que le front reste immobile sur une longue période mais pendant un intervalle de temps relativement court, certaines parties de front peuvent subir des avalanches correspondant à des avancées rapides. La taille de ces avalanches est nettement plus grande que la distance moyenne entre hétérogénéités. b) Expérience de Schmittbuhl *et al.* [127] où une fissure interfaciale se propage entre deux plaques de Plexiglas qui ont été sablées avant d’être thermcollées. Le front se déplace de bas en haut et ses positions successives ont été superposées (intervalle de temps : 200ms, largeur de l’image : 5mm). On remarque de même que certaines parties du front ont subi des avancées rapides. A noter la présence de surplombs.

distance plus grande que la taille d'un défaut ou de la distance entre défaut.

3 Morphologie d'une fissure dans un milieu hétérogène

3.1 Courbes auto-affines

Des études théoriques et numériques suggèrent que les fronts de fissure ont la propriété d'être auto-affine. Dans le cas d'une fissure interfaciale $h(x)$, l'amplitude typique des fluctuations du front Δh lorsque l'on s'est déplacé d'une distance Δx suit la loi d'échelle :

$$\Delta h \sim \Delta x^\zeta \quad (5.8)$$

où ζ est appelé l'exposant de rugosité. Il est compris entre 0 et 1. Il existe de nombreuses méthodes pour évaluer Δh : calculs des moments de $h(x)$, du spectre de puissance, analyse en ondelettes. Il est en général nécessaire d'utiliser un ensemble d'estimateurs pour avoir une détermination précise de l'exposant de rugosité. Pour tester l'auto-affinité de nos fronts expérimentaux, nous n'en avons retenu que deux :

1. La déviation standard σ_h d'une portion de front de longueur ΔL :

$$\sigma_h(\Delta L) = \sqrt{\langle (h(x) - \bar{h})^2 \rangle_x} \quad (5.9)$$

où $\langle \dots \rangle_x$ désigne la moyenne sur x et $\bar{h} = \langle h(x) \rangle_x$. Si le front est auto-affine :

$$\sigma_h \sim \Delta L^\zeta \quad (5.10)$$

2. Le spectre de puissance S_q :

$$S_q = h_q h_{-q} \quad (5.11)$$

où h_q est la transformée de Fourier de $h(x)$. Pour un front auto-affine : $S_q \sim q^{-1-2\zeta}$. En terme de longueur d'onde λ , la loi d'échelle précédente s'écrit aussi

$$S_\lambda \sim \lambda^{1+2\zeta} \quad (5.12)$$

La principale difficulté consiste à extraire les fluctuations du front à partir d'une forme indéterminée.

3.2 Extraction des fluctuations

On considère toujours un front $h(x, t)$ dont la position moyenne est $\bar{h}(t) = \langle h(x, t) \rangle_x$:

$$h(x, t) - \bar{h}(t) = \delta h(x, t) + H(x, t) \quad (5.13)$$

$H(x, t)$ est la forme du front si l'interface était homogène et peut varier lentement avec le temps (voir Chap. 3). $\delta h(x, t)$ sont les fluctuations dont on va étudier la

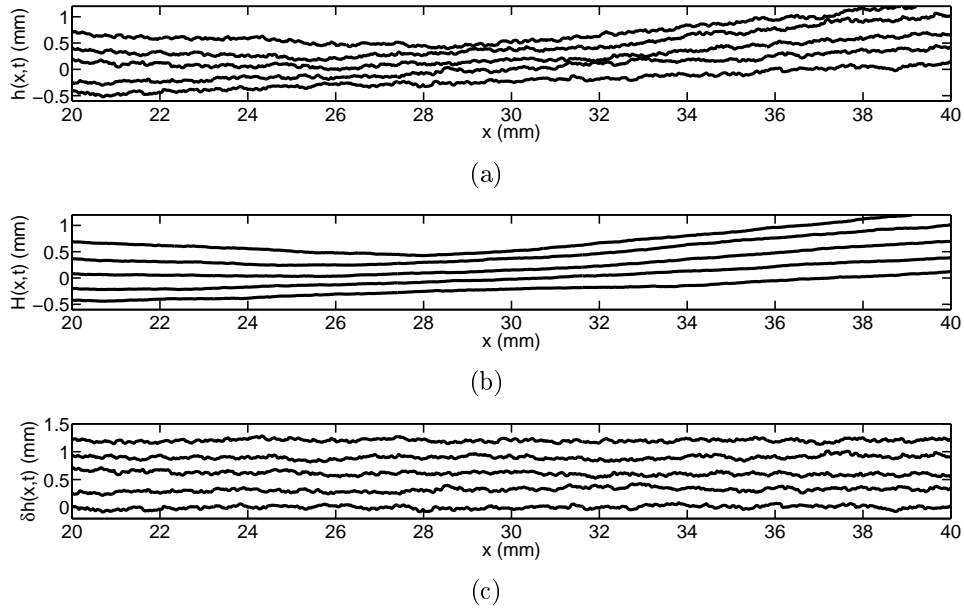


FIGURE 5.13 – a) Fronts de fissure $h(x, t_0)$ issus de l'expérience F. Les fronts sont en réalité distants les uns des autres de quelques millimètres. b) Fronts moyens $H(x, t_0)$ associés aux fronts précédents obtenus par moyennage de $N=100$ fronts successifs correspondant à un temps de moyennage de 10^3 s. La durée de l'expérience est de 10^4 s. c) Fluctuations des fronts $\delta h(x, t_0) = h(x, t_0) - H(x, t_0)$.

statistique. $H(x, t)$ n'est pas une fonction connue a priori et il existe plusieurs méthodes pour l'estimer. Certaines méthodes s'appuient sur une estimation de la forme par un ajustement polynomial de la courbe globale ou par un ajustement par morceau. Ces méthodes conduisent à des résultats qui sont difficiles à interpréter. En effet, si le degré du polynôme est suffisant pour supprimer la forme sous-jacente du front, le fait d'augmenter son degré peut conduire à supprimer les fluctuations de grandes longueurs d'ondes. De manière générale, l'utilisation d'un ajustement joue l'effet d'un filtrage de type passe-haut. Cet effet de filtre influe sur les courbes de rugosité s'il n'existe pas une séparation d'échelle nette entre les variations déterministes du front et ses fluctuations. De plus, l'ajustement d'une courbe probabiliste par un polynôme rend les paramètres d'ajustement très sensibles aux fluctuations qui peuvent surgir sur les bords du domaine considéré. Pour pallier ses difficultés, nous avons choisi d'estimer la forme déterministe par une méthode de moyennage temporel. En supposant que la fonction $H(x, t)$ reste quasiment constante sur une échelle de temps T_{moy} , nous pouvons écrire :

$$\langle h(x, t) - h_m(t) \rangle_{T_{moy}} = H(x, t) \quad (5.14)$$

où $\langle \dots \rangle_{T_{moy}}$ est une moyenne sur une durée T_{moy} et $h_m(t)$ est une moyenne suivant x . Les fluctuations se moyennent à zéro si T_{moy} est suffisamment grand. Nous avons regardé l'influence de T_{moy} , ou de manière équivalente le nombre de fronts N utilisés dans la moyenne, sur la statistique de δh . Nous avons d'abord calculé les corrélations

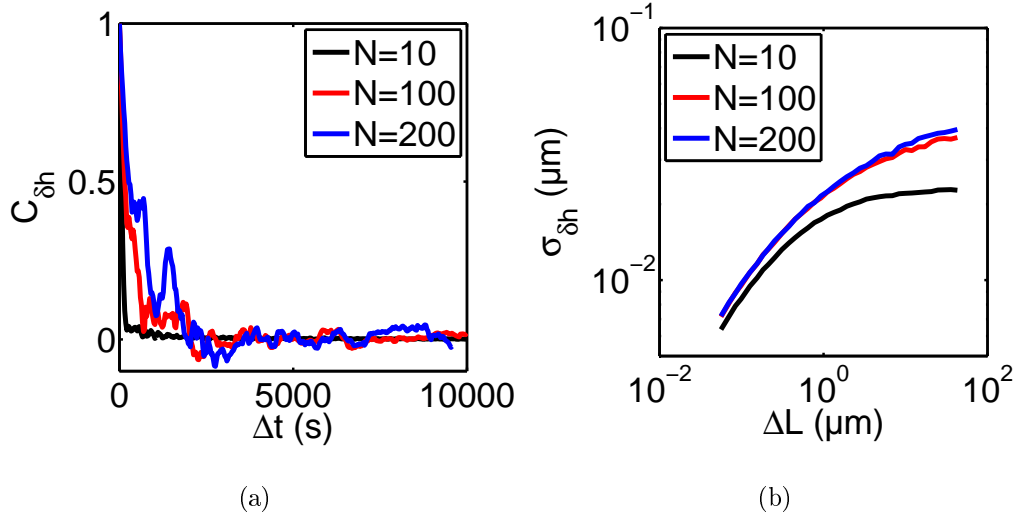


FIGURE 5.14 – a) $C_{\delta h}(\Delta t) \sim \langle \delta h(x, t + \Delta t) \cdot \delta h(x, t) \rangle_{x,t}$ tracé en fonction de Δt . Les trois courbes correspondent à différents nombres N de fronts moyennés pour évaluer le front moyen $H(x, t_0)$. Le temps de décorrélation des fronts augmente avec N . b) Déviation standard $\sigma_{\delta h}(\Delta L)$ des fluctuations $\delta h(x, t_0)$ en fonction de la longueur ΔL du front. Une saturation est observée lorsque le nombre de fronts moyennés est trop petit.

temporelles :

$$C_{\delta h}(\Delta t) = \frac{\langle \delta h(x, t + \Delta t) \cdot \delta h(x, t) \rangle_{x,t}}{\langle \delta h(x, t) \rangle_{x,t}^2} \quad (5.15)$$

Sur la figure 5.14(a), les corrélations temporelles décroissent rapidement vers zéro lorsque la durée de moyennage est trop petite. Pour $N = 10$, deux fronts séparés d'une durée $\Delta t > 500$ s sont quasiment indépendants. Lorsque N augmente, le temps de décorrélation augmente de même. Cet effet s'interprète en remarquant que pour une faible durée de moyennage, le front moyen contient encore des fluctuations de grandes longueurs qui ont des dynamiques plus lentes. Après soustraction, les grandes longueurs d'ondes disparaissent du signal δh . Dans ce cas, le temps de moyennage est en réalité égal au temps de décorrélation. La conséquence de cet effet est visible sur la courbe $\sigma_h(\Delta L)$ (Fig. 5.14(b)). Pour de petites durées de moyennage, l'amplitude des fluctuations atteint un régime de saturation au delà d'une certaine échelle, ici pour $\Delta L \approx 2$ mm. Cette saturation disparaît lorsque la durée de moyennage augmente.

Cette méthode d'extraction des fluctuations offre l'avantage de ne pas introduire artificiellement des fluctuations de grande longueur d'onde. Elle est d'autant plus efficace que le temps de moyennage est grand. La seule limitation est donc liée à l'évolution lente de la forme déterministe du front qui empêche de prendre T aussi grand que l'on veut. Une solution pourrait être d'employer une technique mixte associant un moyennage temporel et un ajustement polynomial.

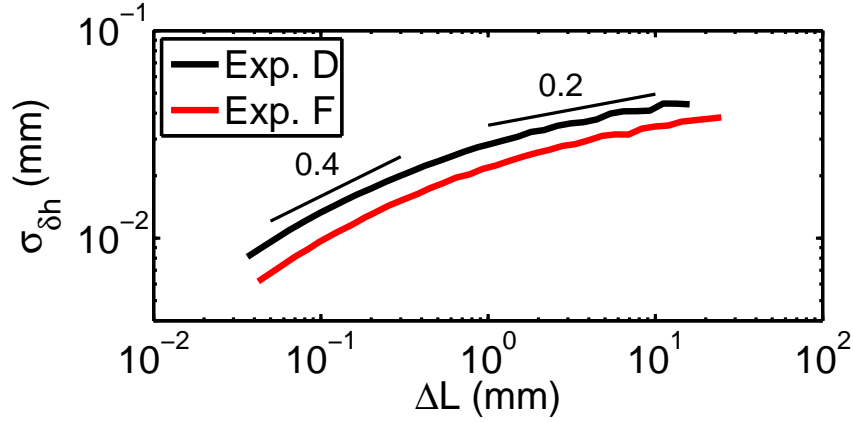


FIGURE 5.15 – Déviation standard $\sigma_{\delta h}(\Delta L)$ des fluctuations $\delta h(x, t_0)$ en fonction de la longueur ΔL du front pour les expériences D et F. $N = 500$ et $N = 200$ pour les expériences D et F respectivement.

3.3 Tests d'auto-affinité

La déviation standard des fluctuations est évaluée de la manière suivante. Une expérience fournit un nombre N_f de fronts $\delta h(x, t_0)$. Ils sont découpés en sous-fronts $\delta h_n(x)$ de longueur ΔL , leur nombre étant $N_{sf} = N_f \frac{L}{\Delta L}$. On calcule ensuite la déviation standard pour chaque sous-front que l'on moyenne enfin sur l'ensemble des sous-fronts :

$$\sigma_{\delta h}(\Delta L) = \frac{1}{N_{sf}} \sum_{n=1}^{N_{sf}} \sigma_{\delta h_n} \quad (5.16)$$

$\sigma_{\delta h_n}$ est donné par l'expression 5.9.

Le spectre de puissance $S(q)$ de δh est calculé de la manière suivante :

$$S(q) = \frac{1}{N_f} \sum_{n=1}^{N_f} S_n(q) \quad (5.17)$$

où l'expression du spectre de puissance S_n du $n^{\text{ième}}$ front δh_n est donnée par l'expression 5.11. La figure 5.15 représente l'évolution de $\sigma_{\delta h}$ avec ΔL pour les expériences D et F. Aucune loi d'échelle n'est obtenue : l'exposant de rugosité variant de 0.5 à 0.2 à mesure que la taille du front augmente. La figure 5.16 montre le spectre de puissance de $h(x, t)$ et $\delta h(x, t)$ en fonction de λ . Comme attendu, la présence d'une courbure se superposant aux fluctuations modifie de manière importante le spectre aux grandes longueurs d'onde et donne l'impression qu'il existe une loi d'échelle : $S(\lambda) \sim \lambda^{1.5}$. Par contre, lorsque seules les fluctuations sont analysées, les conclusions sont les mêmes que pour l'évolution de la déviation standard, il n'y a pas de loi d'échelle : l'exposant variant de 1.5 à 1 ce qui correspond à une variation de l'exposant de rugosité de 0.35 à 0. Ces résultats traduisent la difficulté d'obtenir un comportement auto-affine d'un front de fissure sur plusieurs échelles de longueurs.

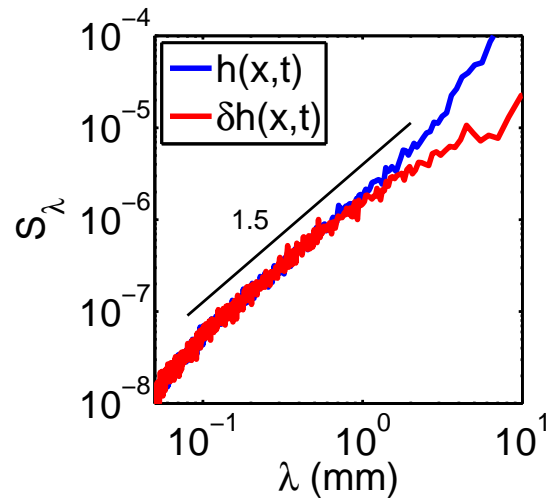


FIGURE 5.16 – Spectres de puissance S_λ de $h(x, t_0)$ et de $\delta h(x, t_0)$ en fonction de la longueur d’onde λ pour l’expérience F. Lorsqu’elle n’est pas éliminée, la courbure du front redresse, de manière artificielle, la courbe du spectre aux grandes longueurs d’ondes. Pour indication, une loi de puissance avec un exposant 1.5 est tracée.

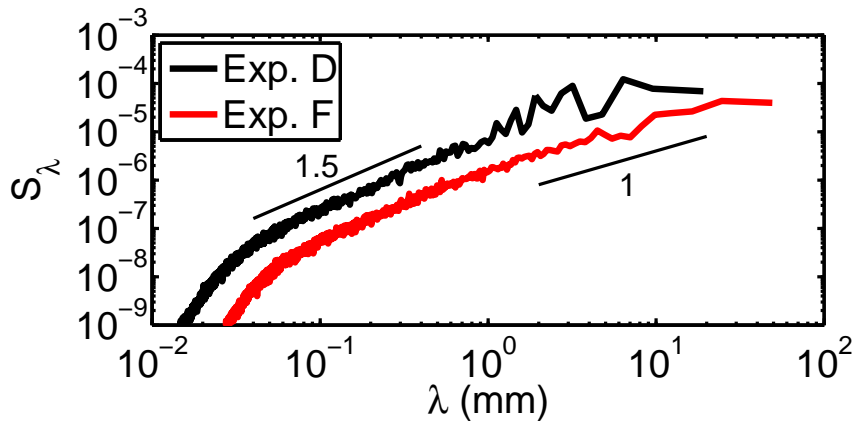


FIGURE 5.17 – Spectre de puissance S_λ de $\delta h(x, t_0)$ en fonction de la longueur d’onde λ pour les expériences D et F. Pour indication, des lois de puissance avec un exposant 1 et 1.5 ont été tracées.

4 Discussions

Les courbes de rugosité, $\sigma_{\delta h}(\Delta L)$ et S_λ , révèlent un comportement que l'on retrouve dans d'autres études cependant le changement de régime aux grandes longueurs d'onde donne lieu à différentes interprétations qui ne sont pas forcément incompatibles les unes avec les autres.

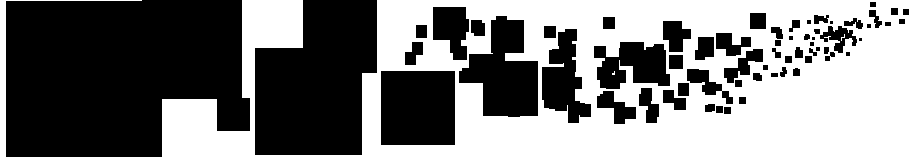
1. l'extraction des fluctuations ne correspond pas à un problème technique limité au sujet que nous traitons, il constitue au contraire un vrai problème de traitement du signal qui n'admet pas de solutions simples [54, 106, 129]. Malgré le soin particulier que nous avons apporté à l'extraction des fluctuations, il n'est pas exclu que le faible exposant de rugosité aux grandes échelles soit le résultat d'un filtrage accidentel des grandes longueurs d'ondes.
2. l'absence de loi d'échelle sur un nombre suffisant de décade peut être attribuée à des longueurs de coupure à petite et grande échelle trop proche l'une de l'autre. Les effets de taille finie contribuent de la même manière à faire saturer les fluctuations aux grandes longueurs d'onde [68]. En outre, une mauvaise connaissance des caractéristiques du désordre peut conduire aussi à une difficulté de détermination d'une longueur de coupure aux petites échelles [120].
3. certaines courbes de rugosité sont interprétées en faisant appel à plusieurs exposants de rugosité [120].

Le mérite de l'étude de rugosité que nous avons menée est que nous pouvons, sans ambiguïté, rejeter l'interprétation en terme d'une transition entre deux régimes de rugosité différente. Par contre, pour le moment, il n'est pas vraiment possible de trancher sur une origine de la saturation lié un filtrage défaillant aux grandes échelles ou à un effet de taille finie. Pour autant, ces résultats ne constituent que des résultats préliminaires. En effet, le dispositif expérimental peut être largement amélioré.

1. Concernant la partie de traitement du signal, il est possible de raffiner les méthodes d'extraction des fluctuations (techniques mixtes, augmentation du temps de moyennage, ...)
2. Le dispositif expérimental a subi des améliorations tout au long de cette étude. D'autres améliorations peuvent être envisagées pour obtenir une meilleure stabilité au niveau de l'application de la déflexion afin de minimiser les déformations du front moyen au cours du temps.
3. L'extraction des fluctuations est rendue difficile parce que la courbure naturelle du front contribue de manière trop importante aux grandes échelles. Deux améliorations sont envisagées : la première, très simple, consiste à coller sur le dos de l'élastomère une plaque rigide. L'élastomère sera moins courbé longitudinalement au cours du pelage et donc, à cause de l'effet anticlastique, le front sera plus rectiligne. L'autre solution consiste à modifier les conditions aux limites en modulant la ténacité du substrat au niveau des bords de l'échantillon. Par exemple, il est possible d'imprimer deux bandes de chrome longitudinales qui auront tendance à inverser la courbure du front.
4. La stabilité du front moyen est dépendante de l'homogénéité des propriétés de surface. En diminuant les échelles, tailles des motifs et de la zone texturée, il

est plus facile de maîtriser l'état de l'interface.

Conclusion



Cette thèse propose une vue d'ensemble du comportement d'un front de fissure, de l'échelle des processus dissipatifs, $r_d \sim \Gamma/E$, jusqu'à l'échelle L de l'échantillon. La présence d'une ou de plusieurs hétérogénéités à l'interface ajoute deux échelles de longueurs au problème : la taille a d'une hétérogénéité et la distance moyenne L_m entre hétérogénéités. D'un point de vue expérimental, l'atout majeur du dispositif que nous avons mis en place est de connaître certaines échelles, r_d ou L , et d'en contrôler d'autres, a et L_m .

De l'échelle de la dissipation à l'échelle de l'échantillon

Les expériences de relaxation nous ont permis d'étudier les interactions physico-chimiques à l'intérieur de la zone de dissipation. Nous avons montré que l'énergie de fracture de l'interface PDMS-Verre est d'un ordre de grandeur plus grand que celle de l'interface PDMS-Chrome.

$$\Gamma^V \sim 5\text{J.m}^{-2} \text{ et } \Gamma^{Cr} \sim 0.1\text{J.m}^{-2}$$

Les hautes valeurs d'énergie ne peuvent pas être imputées aux seules interactions de Van der Waals, nous avons avancé la possibilité de liaisons hydrogènes multiples. Ces interactions sont inhibées par la présence d'une couche de chrome de quelques nanomètres. L'étude de la dynamique nous apprend que le protocole de préparation des interfaces avant collage et les conditions de température et d'humidité modifiaient notablement les processus dissipatifs. Pour l'interface PDMS-Verre, le taux de restitution de l'énergie G dépend de la vitesse de propagation v suivant une loi connue dans le domaine de l'adhésion :

$$G(v) = \Gamma (1 + (v/v^*)^n)$$

La valeur de l'exposant $n \sim 4$ se compare relativement bien avec les valeurs trouvées dans la littérature. Pour avoir une caractérisation quantitative des deux interfaces,

il est nécessaire d'avoir une meilleure maîtrise des conditions expérimentales. Enfin, la phénoménologie mise à jour rappelle celle de la rupture corrosive, notamment celle des verres.

A l'échelle d'un défaut

L'examen des déformations du front à l'échelle d'une hétérogénéité ont révélé l'importance du contraste de ténacité $\frac{\delta K_c}{K_c^0}$. Le problème d'élasticité ne fournit pas d'autre échelle de longueur que celle introduite par l'hétérogénéité mais, en réalité, étant donné que le contraste de ténacité peut être varié sur plus d'une décade, il apparaît une autre longueur :

$$H = a \frac{\delta K_c}{K_c^0}$$

H donne l'échelle des déformations du front dans la direction de propagation. Lorsque l'on se place à des échelles $x > H$, l'élasticité du front proposée par Gao et al. est bien vérifiée expérimentalement. Par contre pour $x < H$, il est nécessaire de prendre en compte dans le développement du FIC des termes d'ordre supérieur pour une description fine des déformations. Dans ce régime de grande déformation, nous avons pu ainsi observer et étudier la filamentation du front.

De l'échelle des défauts à la taille de l'échantillon

A l'échelle d'un grand nombre d'hétérogénéités, une approche statistique de la ligne s'impose pour décrire la dynamique et la morphologie du front en présence d'une interface désordonnée. A la différence d'autres expériences étudiant la même classe d'objet, la dynamique semble influencée par la présence d'une échelle caractéristique introduite par les hétérogénéités. Nous pensons que la grandeur d'intérêt n'est pas la vitesse instantanée du front mais plutôt les fluctuations de position δh . Nous proposons la forme suivante pour la distribution des fluctuations de position :

$$N(\delta h, \Delta t) \sim f \left(\frac{\delta h}{\delta h_c}, \frac{v_m \Delta t}{\delta h_c} \right)$$

où v_m est la vitesse moyenne du front, Δt la durée de la propagation et δh_c l'échelle caractéristique des fluctuations. Une étude plus approfondie où la densité et la vitesse moyenne varient sur une plus grande gamme est nécessaire pour confirmer ce résultat. En ce qui concerne la morphologie du front, l'amplitude des fluctuations n'est pas non plus invariante d'échelle, il n'est cependant pas possible d'attribuer ce comportement à un effet de taille finie ou à un problème de traitement du signal. Des améliorations du dispositif expérimental sont envisagées pour trancher la question.

Perspectives

Améliorations du dispositif expérimental Nous envisageons l'ajout d'un dispositif interférométrique afin de connaître la façon dont l'élastomère se raccorde au substrat 5.18(b). Ce dispositif offre ainsi la possibilité d'une mesure locale du

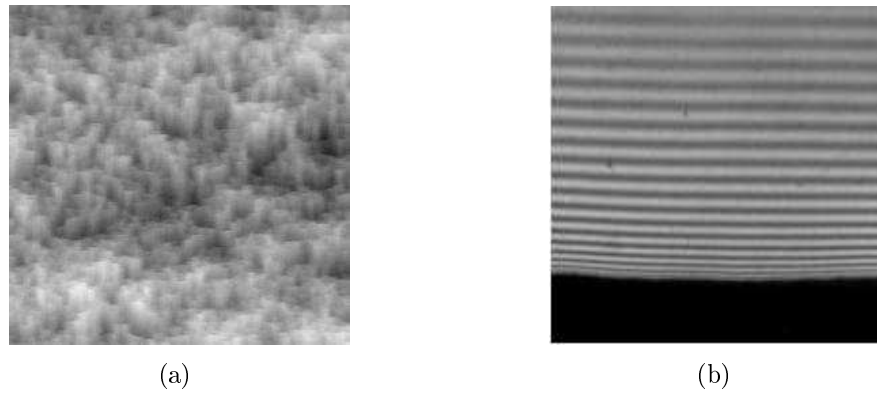


FIGURE 5.18 – a) Diagramme spatio-temporel des fluctuations de position d’un front se propageant dans une interface hétérogène. Le temps est en ordonnée, la position le long du front en abscisse. Les fluctuations dans la direction de propagation sont en blanc (taille de l’image 4mm). b) Des franges d’interférence apparaissent dans la zone décollée lorsqu’un éclairage cohérent est utilisé.

FIC. Il est aussi souhaitable d’ajouter un capteur de force afin de mesurer précisément l’énergie injectée dans l’échantillon sans avoir recours à une loi de comportement pour calculer le taux de restitution de l’énergie ou le facteur d’intensité des contraintes. En vue d’étudier spécifiquement l’influence du mode mixte, il est possible d’ajouter un dispositif qui impose à la fois une déflexion et une traction du PDMS. Enfin un ensemencement du PDMS avec des traceurs permettrait d’avoir une mesure du champ de déplacement dans le volume ou au voisinage de l’interface. Cette technique demande cependant une phase de développement expérimentale certainement plus complexe que les améliorations précédentes.

Exploration de différents régimes d’adhésion et de vitesses Dans l’esprit de l’étude sur la filamentation, on peut regarder le comportement du front vis-à-vis d’une ligne en tireté parallèle à la direction de propagation introduisant une longueur d’onde λ bien définie. En variant la vitesse moyenne, λ et H , il est possible de réaliser un ensemble de mesure complétant ce qui a été fait au chapitre 4. D’un point de vue plus théorique, cela correspond à tester l’équation du mouvement de la fissure en imposant une perturbation locale et périodique dans le temps.

Il pourra être intéressant de sortir du régime quasi-statique et considérer cette perturbation oscillante comme un possible générateur d’onde le long du front de la fissure (Crack front waves). Il est cependant plus que probable qu’il faille beaucoup changer nature de l’échantillon (traitement de l’interface, choix des matériaux) pour être dans le bon régime. D’une manière générale, l’utilisation d’autres matériaux que le PDMS et l’exploration d’une gamme de vitesse beaucoup plus large permettrait de tester le degré de généralité des résultats qui sont présentés dans ce travail.

Dans la perspective d’étude des milieux désordonnés, ce travail n’a pas abordé la dynamique en terme d’avalanche. L’étude que nous envisageons de mener consiste à regarder la dynamique non plus uniquement à l’échelle du pixel mais pour des tailles de front variables en faisant varier le paramètre H c’est-à-dire en faisant varier le

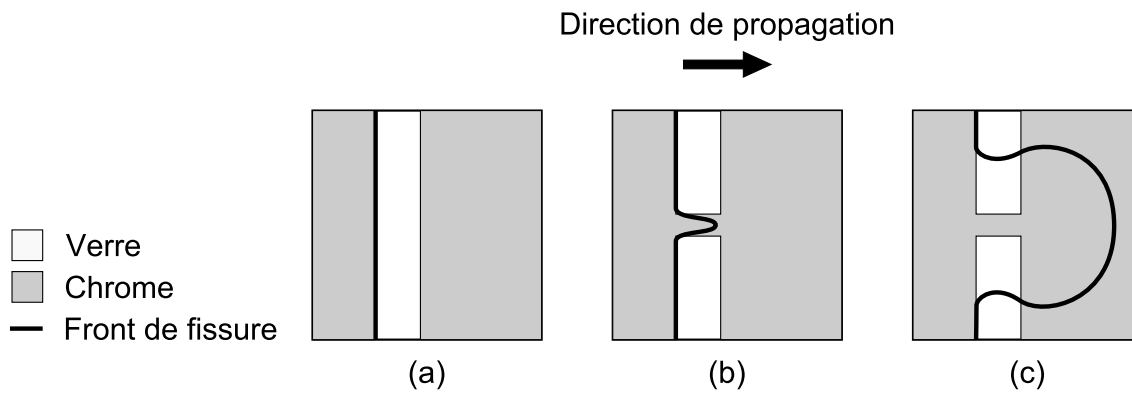


FIGURE 5.19 – a) Situation d'un front piégé par une bande de verre "idéale". b) La bande de verre présente un défaut, un "canal" de chrome, où le front, toujours piégé, est légèrement déformé c) Le front n'est plus piégé lorsque le défaut est trop important.

régime d'adhésion. Plus précisément, nous voulons savoir s'il existe une modification qualitative du comportement de la ligne lorsque $H \sim L_m$ ou de manière équivalente lorsque $\eta \frac{\delta K_c}{K_c^0} \sim 1$ où η est le taux de couverture.

Du micro au macro La dynamique du front peut être étudiée suivant un point de vue quelque peu différent. La question que l'on peut se poser est : comment la dynamique devient de plus en plus complexe à mesure que le nombre de défauts imprimés sur le substrat augmente ? Ou alors est-ce qu'il existe une mémoire de la dynamique à l'échelle de quelques défauts lorsque l'on ne s'intéresse plus qu'à la dynamique globale de la ligne à l'échelle macroscopique. Cette question pourrait être abordée par l'étude du franchissement d'une ligne adhésive par le front de fissure (Fig. 5.19). Si la bande adhésive présente un défaut, par exemple un "canal" en chrome, on peut imaginer la situation où le front puisse suffisamment se déformer et continuer sa propagation de l'autre côté de la barrière. Essayer de comprendre cette situation à grande échelle, en ne considérant que des grandeurs moyennées, est non trivial. Cette situation est liée aux problèmes traitant des événements rares ayant des conséquences à l'échelle macroscopique. L'expérience que nous envisageons permettrait d'explorer cette problématique.

Annexe A

Article

J. CHOPIN, D. VELLA ET A. BOUDAUD
The liquid blister test
Proc. R. Soc. A, 464 :2887, 2008.

The Liquid Blister Test

BY JULIEN CHOPIN, DOMINIC VELLA AND AREZKI BOUDAUD

*Laboratoire de Physique Statistique de l'ENS, UMR8550 du CNRS
24, rue Lhomond, 75231 Paris Cedex 05, France*

We consider a thin elastic sheet adhering to a stiff substrate by means of the surface tension of a thin liquid layer. Debonding is initiated by imposing a vertical displacement at the centre of the sheet and leads to the formation of a delaminated region, or ‘blister’. This experiment reveals that the perimeter of the blister takes one of three different forms depending on the vertical displacement imposed. As this displacement is increased, we observe first circular, then undulating and finally triangular blisters. We obtain theoretical predictions for the observed features of each of these three families of blisters. The theory is built upon the Föppl-von Kármán equations for thin elastic plates and accounts for the surface energy of the liquid. We find good quantitative agreement between our theoretical predictions and experimental results, demonstrating that all three families are governed by different balances between elastic and capillary forces. Our results may bear on micrometric tapered devices and other systems where elastic and adhesive forces are in competition.

Keywords: Adhesion; elastic plate theory; elastocapillarity; developable surfaces; buckling

1. Introduction

Adhesion is paramount in a range of industrial applications and biological situations. On the one hand, highly optimized adhesives are used to assemble components or to repair broken objects. In electronics and in coating applications, an elastic film often adheres to a substrate through molecular forces (see Xia *et al.*, 1999, for example). On the other hand, geckos and insects use a combination of Van der Waals and capillary forces to adhere to substrates and walk upside down (Autumn *et al.*, 2002; Huber *et al.*, 2005; Gorb, 2005).

While industrial applications generally seek permanent bonding, life usually requires reversible bonding. In both cases the strength of bonding is, therefore, a quantity of considerable interest. The most common measure of the strength of bonding is the work of adhesion $\Delta\gamma$, i.e. the energy per unit area needed to create two new interfaces when separating the two adhering objects. Many of the experimental methods developed to measure the work of adhesion rely on some combination of adhesive and elastic forces. For example, in the JKR test (Johnson *et al.*, 1971) the deformation of a soft sphere is used to infer the value of $\Delta\gamma$. Similarly, in the ‘peel test’, the work of adhesion is determined from the force required to peel a bonded film from a rigid substrate (Obreimoff, 1930; Kendall, 1975).

As well as providing convenient techniques for measuring the work of adhesion, the interaction of elastic and surface forces gives rise to a rich variety of physical

phenomena. In the peeling geometry, for example, fingering instabilities have been observed for both viscous (McEwan & Taylor, 1966) and elastic (Ghatak *et al.*, 2000; Adda-Bedia & Mahadevan, 2006) substrates. This ‘elastocapillarity’ has also been studied in the capillary-induced coalescence of an ensemble of flexible strips or rods (Bico *et al.*, 2004; Kim & Mahadevan, 2006; Py *et al.*, 2007).

Here, we consider a thin sheet adhering to a stiff substrate. In this situation, debonding can either be initiated from the periphery (as when peeling an adhesive strip) or from a point beneath the sheet. Both of these methods have commonly been used as a way of measuring the adhesive energy of polymer coatings on rigid substrates. In the latter situation, a shaft penetrating the substrate is used to push the sheet from below. This causes the formation of an internal delamination blister and so is commonly referred to in the literature as the blister test (Dannenberg, 1961; Briscoe & Panesar, 1991). This is distinct from the delamination observed in many manufacturing processes, which is driven by pre-stresses in the plate (Gioia & Ortiz, 1997).

The experiment presented in this article is similar to the blister test except that the adhesion is mediated by the surface tension of a liquid — hence this experiment may be thought of as the ‘liquid blister test’. More precisely, an elastic disk is bound to a substrate by a very thin liquid layer and loaded from below by means of a central indenter. The experimental setting allows us to go beyond the standard blister test and to unravel previously unreported regimes where the blister is not axisymmetric. We find an instability driven by orthoradial compression in an annulus, but the selection of the wavelength is different from that found in other systems (Mora & Boudaoud, 2006; Huang *et al.*, 2007). At very large displacements, we find that the blister takes a conical shape reminiscent of the developable cones observed in crumpled paper (Ben Amar & Pomeau, 1997; Cerda *et al.*, 1999).

The paper is organized as follows. In §2, we detail the experimental setup and characterize experimentally the main regimes. These regimes are identified by the shape of the blister edge (circular, undulating or triangular) and depend on the displacement imposed by the indenter. In §3, we model the system as a thin elastic plate adhering to a stiff substrate with a constant work of adhesion. Using this model we study the properties of the blisters in each of the three regimes and compare the results to our experimental data. Finally, in §4, we summarize our findings and discuss some of their implications.

2. The experiment

(a) *Experimental setup*

The system, see figure 1, consists of a thin elastic sheet adhering to a rigid glass plate (of dimensions $330 \times 300\text{mm}^2$) by means of a thin liquid layer. The experiments reported here were performed with ethanol (surface tension $\gamma = 21\text{mNm}^{-1}$), but we also used silicon oils with no noticeable effect on the results. Ethanol was used for its ease of cleaning (compared to silicon oils) and the insensitivity of its surface tension to contaminants (compared to water). The plate had a hole of diameter 16mm drilled in its centre, which allows for the equilibration of air pressure between the two sides of the sheet. We use a micrometric screw positioned beneath the hole as an indenter. Its cylindrical end is capped with a hemisphere and has a

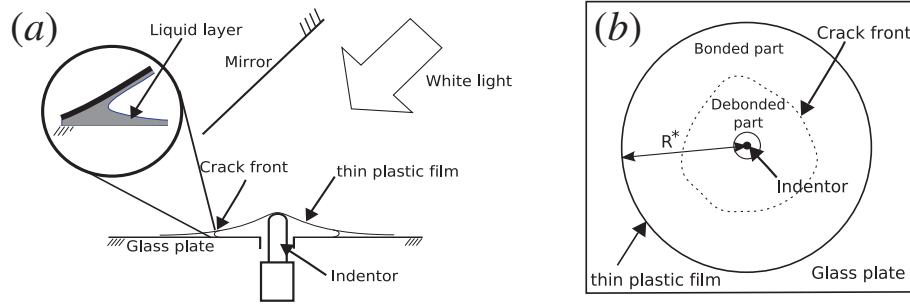


Figure 1. Experimental setup. Side (a) and plan (b) views. (a) A thin plastic sheet (see Table 1) of radius R^* adheres to a glass plate ($330 \times 300\text{mm}^2$). The adhesion is mediated by ethanol. A hole of 16mm diameter is drilled in the middle of the plate for an indenter (cylinder of 6.3mm in diameter, capped by a hemisphere) that can produce displacements of up to 2cm. (b) When moving the indenter upwards, a delamination blister is nucleated and a crack front propagates (dashed line).

| | E (GPa) | ν | h (μm) | B (μJ) | $2R^*$ (mm) |
|---------|-----------|-------|-----------------------|-----------------------|---------------|
| LDPE | 0.2 | 0.4 | 30; 100 | 0.50 | 120; 175; 275 |
| PP (i) | 2.1 | 0.4 | 40 | 13 | 120; 175; 275 |
| PP (ii) | 1.2 | 0.4 | 100 | 120 | 120; 175; 275 |
| PA | 2.7 | 0.4 | 200 | 2100 | 175 |

Table 1. Properties of the sheets used: Young's modulus E , Poisson ratio ν , thickness h , bending stiffness B and disk diameter $2R^*$. LDPE stands for Low Density PolyEthylene, PP for PolyPropylene, PA for PolyAmide-Nylon6. The values of E were averaged over two orthogonal directions as these materials are anisotropic (anisotropy in the range 10–20%).

diameter of 6.3mm. The screw allows a vertical positioning of the cap within $1\mu\text{m}$ over a 2cm range. The hemispherical cap of the indenter pushes the sheet causing debonding of the sheet and nucleation of the blister. As in the delamination literature, we shall use the term ‘crack front’ to designate the frontier between the bonded and the debonded parts of the sheet. Upon debonding, the sheet and the glass substrate remain wetted by the liquid, as shown schematically in the inset of figure 1a. The work of adhesion therefore corresponds to the energy required to create two air/ethanol interfaces of surface tension γ , and we have $\Delta\gamma = 2\gamma$. The present study is restricted to equilibrium states; the indenter was always displaced quasi-statically.

We used circular sheets made of three types of plastic material: Low Density PolyEthylene (LDPE), PolyPropylene (PP) and PolyAmide (PA), supplied by Goodfellow. Their mechanical and geometrical properties are given in table 1. Typically, the Young's modulus E is of the order of 1GPa and the thickness is in the range 30–200 μm , resulting in a bending stiffness

$$B \equiv \frac{Eh^3}{12(1-\nu^2)}, \quad (2.1)$$

in the range 0.5–2000 μJ . The diameter, $2R^*$, of the sheets were in the range 12–27.5cm. The initial volume of ethanol used as adhesive is in the range 20–1000 μl depending on the radius of the disk, which corresponds to a liquid layer thickness

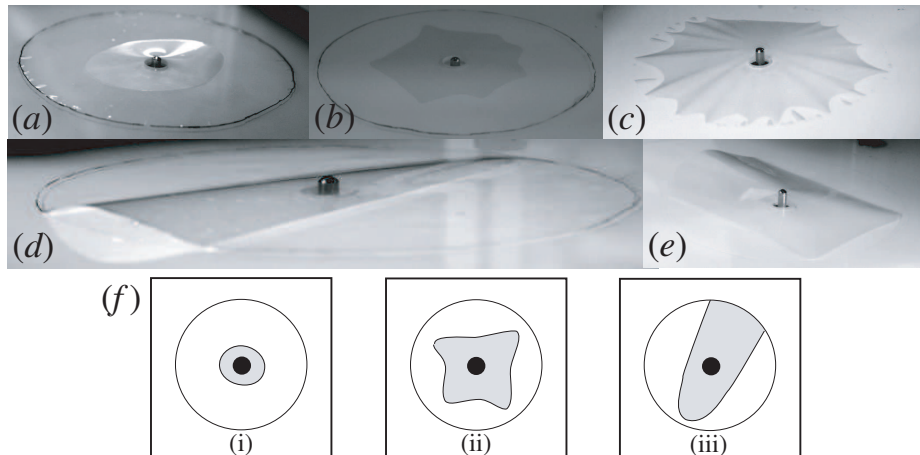


Figure 2. The different regimes for the blister shape (sheets of diameter $2R^* = 180\text{mm}$). (a) A roughly circular crack front at small indenter height ($d = 3\text{mm}$, LDPE sheet, thickness $h = 30\mu\text{m}$). (b) At moderate indenter height ($d = 1.5 - 6\text{mm}$), the crack front becomes unstable and oscillates with a centrimetric wavelength (PP, $h = 100\mu\text{m}$). (c) The undulation might evolve into a star shape ($d = 10\text{mm}$, LDPE sheet, thickness $h = 30\mu\text{m}$). (d) The crack front becomes triangular after the tip of one ‘finger’ has reached the edge ($d = 3\text{mm}$, PP, $h = 100\mu\text{m}$). (e) Sometimes the crack front becomes rectangular ($d = 3\text{mm}$, PP, $h = 100\mu\text{m}$), instead of triangular. (f) Schematics of the blister as seen from above.

in the range $1-50\mu\text{m}$. We found that most results were insensitive to the volume of ethanol, except in an intermediate regime that will be discussed below. We therefore did not systematically measure the quantity of ethanol used. Care was taken when laying the sheet on the substrate, in order to avoid pre-stress and to spread a uniform liquid layer.

To aid visualisation, the underside of the plate was painted in white. The blister is lit uniformly using a halogen lamp. Top views of blisters are taken using a digital camera, with a mirror inclined at 45° with respect to the glass plate. A home-made image processing method is used to detect the position of the crack front.

Figure 2 shows images of the blisters as seen from the side. Three main regimes are observed and are shown schematically in figure 2f. At small indenter height d , the blister is roughly circular. At moderate d , the crack front oscillates. When the thickness of the ethanol layer is small, the undulations develop into a star shape at higher d . This undulating regime is the only one which is sensitive to the volume of the adhesive liquid. When d is further increased, one of the fingers of the debonded region reaches the edge. The crack front then becomes an open curve, which is generally triangular, but sometimes rectangular. We focus in the following on the more generic regimes, i.e. circular, undulating and triangular blisters.

(b) *The mean radius of a closed blister*

The blister is approximately circular at small indenter height d and undulates for larger values of d . We measured the mean radius R of the blister as a function of d in both of these regimes. We found $R(d)$ to be linear, with an offset of order $10\mu\text{m}$ for

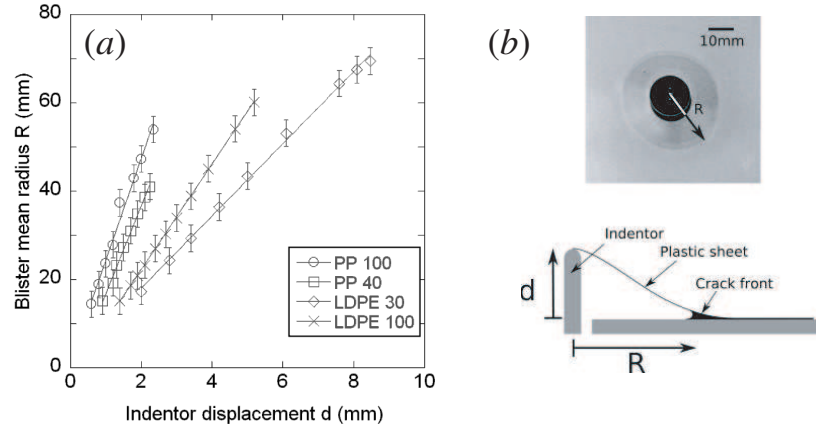


Figure 3. (a) Mean radius of a closed blister R vs. indenter height d . The symbols (inset) correspond to material type and sheet thickness as given in Table 1; all sheets had a radius $R^* = 175\text{mm}$. (b) Top view and side schematic of a circular blister.

$d = 0$. This offset is due to a small indeterminacy in measuring the displacement when the indenter touches the sheet. Figure 3 therefore shows the curves $R(d)$ shifted to ensure that they pass through the origin. The linear dependence $R(d)$ also holds approximately when the blister crack front is undulating, and it is insensitive to the radius of the sheet R^* (data not shown). Thus, the slope $R'(d)$ appears to depend only on the thickness of the sheet, on its mechanical properties and possibly on the properties of the liquid. This dependency will be clarified after the theoretical analysis.

(c) The instability

It appears that the blister loses axisymmetry for sufficiently large displacements $d > d_c$. The threshold height d_c at which the circular crack front starts to undulate is highly sensitive to both the thickness of the liquid layer and the preparation of the sheet on the substrate. d_c tends to decrease for thick fluid layers or when the sheet is not perfectly flat initially. We were not able to determine this threshold d_c in a reproducible manner. However, we were able to reproducibly measure the wavelengths of the undulations for the thinnest sheets. Figure 4 shows these experimental results. We note that the wavelength of instability increases with sheet stiffness but seems rather insensitive of the radius of the sheet.

(d) The triangular blister

As the undulating crack front approaches the periphery of the sheet, a few undulations grow larger with a finger-like shape, as in figure 2c. With further increases in the indenter height d , one of the fingers reaches the edge first. This causes the other fingers to retract, and the crack front becomes an open curve. If the ethanol layer is not too thin ($\gtrsim 20\mu\text{m}$), the edge of the blister relaxes to a triangular shape

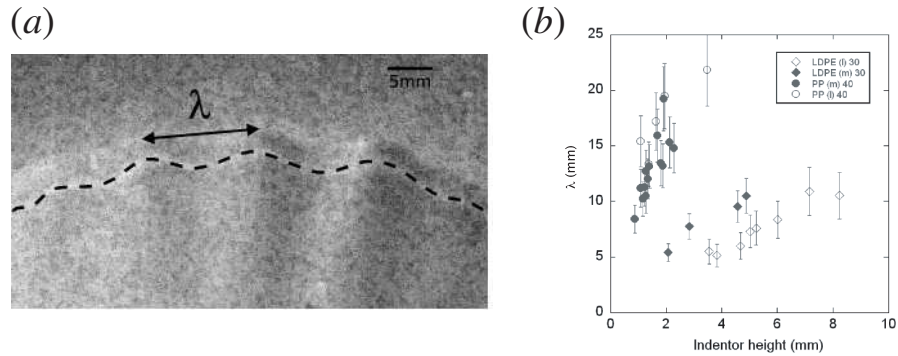


Figure 4. The instability: undulations of the blister edge. (a) Top view of a portion of the crack front (LDPE, $h = 30\mu\text{m}$, $2R^* = 175\text{mm}$, $d = 8\text{mm}$). (b) Wavelength λ of the undulations as a function of the indenter height d . In these experiments, we used $30\mu\text{m}$ thick LDPE sheets (diamonds) and $40\mu\text{m}$ thick PP (circles). For each material, we used two sheet diameters $2R^*$: 175mm (filled symbols) and 275mm (empty symbols).

rounded at one tip (figure 5a). This scenario is made possible by the visible sliding of the sheet along the substrate in the adhering region. Upon further increasing d , the angle at the tip of the blister at first increases but the tip disappears at sufficiently large values of d . The crack front then consists of two non-intersecting straight lines running between the sheet edges. We do not consider this regime here because of its irreproducibility and instead focus on the range of indenter heights for which the rounded tip (B in figure 5a) is within a few mm of the edge of the sheet (C).

We measured the angle $\beta \simeq 4\alpha$, as defined in figure 5a, as a function of the indenter displacement d . This measurement is well-defined and insensitive to the curved shape of the tip. However, we plot the effective angle at the tip, 2α , as a function of tip displacement in figure 5b. In contrast to the earlier results for circular and undulating blisters, the radius of the sheet R^* is an important parameter for triangular blisters. As a general trend, the opening angle increases when the bending stiffness B increases or when the radius R^* decreases. We also measured the radius of curvature, r_c , of the crack front at the tip as we shall use it in the theoretical section. Typical values of r_c are in the range 1–4cm.

3. Theory and comparison with experiments

The theoretical approach adopted here is to first parametrize the blister in a given regime by a single parameter. For example, we use the blister radius, R , as the relevant parameter for circular blisters and the apex angle, 2α , for triangular blisters. This allows us to calculate the deformation field in the elastic sheet using thin plate theory (Mansfield, 1989). Once the deformation field is known, the elastic energy of deformation can then be calculated as a function of this parameter. Adding the surface energy $\Delta\gamma A$, where A is the area of the blister, we obtain the total energy of deformation \mathcal{E} . The preferred value of the parameter may then be determined by minimizing the energy \mathcal{E} with respect to variations in this parameter.

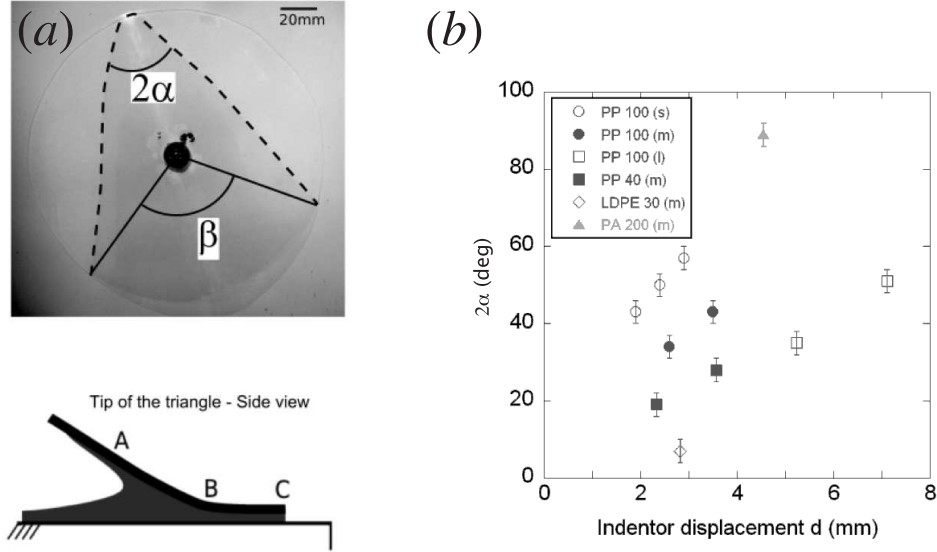


Figure 5. The triangular blister. (a) Top: plan view defining the angles α and β . Bottom: schematic of a horizontal cross section at the tip of the blister, showing the meniscus (A), tip of the blister (B) and edge of the sheet (C). The distance AB is in the millimetric range. (b) Angle of the tip of the triangle 2α as a function of the indenter height d . The sheets were made of the three plastics (PP, LDPE and PA) with thickness in the range 30 – 200 μ m. Three disk diameters were chosen: 120mm (s), 175mm (m), 275mm (l).

(a) *The circular blister*

(i) *General theory*

In an axisymmetric geometry, the Föppl-von Kármán equations governing the vertical displacement w as a function of the radial co-ordinate r become (see Mansfield, 1989, for example)

$$B \frac{d}{dr} \left\{ r \frac{d}{dr} \left[\frac{1}{r} \frac{d}{dr} (r w') \right] \right\} + r q(r) = \frac{d}{dr} (\phi' w') \quad (3.1)$$

and

$$\frac{d}{dr} \left\{ r \frac{d}{dr} \left[\frac{1}{r} \frac{d}{dr} (r \phi') \right] \right\} = -\frac{1}{2} E h \frac{d}{dr} (w'^2). \quad (3.2)$$

Here the bending stiffness B is given in (2.1), q is a load distribution and the Airy function ϕ is a potential for the stress:

$$\sigma_{rr} = \frac{1}{r} \frac{d\phi}{dr} \quad \text{and} \quad \sigma_{\theta\theta} = \frac{d^2\phi}{dr^2}. \quad (3.3)$$

For a blister of radius R , we introduce dimensionless variables

$$\rho \equiv r/R, \quad W \equiv w/R, \quad Q \equiv qR/Eh, \quad \Phi \equiv \phi/EhR^2. \quad (3.4)$$

Within the blistered region ($\rho \leq 1$) we assume a point force acts at the origin so that $Q(\rho) = Q\delta(\rho)/2\pi\rho$.

Substituting the dimensionless variables in (3.4) into (3.1) and (3.2) and integrating once with respect to ρ we find that (Jensen, 1991)

$$\epsilon\rho\frac{d}{d\rho}\left[\frac{1}{\rho}\frac{d}{d\rho}(\rho W')\right] + \frac{Q}{2\pi} = \Phi'W' \quad (3.5)$$

and

$$\rho\frac{d}{d\rho}\left[\frac{1}{\rho}\frac{d}{d\rho}(\rho\Phi')\right] = -\frac{1}{2}W'^2, \quad (3.6)$$

where

$$\epsilon \equiv \frac{B}{EhR^2} = \frac{1}{12(1-\nu^2)}\frac{h^2}{R^2}. \quad (3.7)$$

For the values of h and R relevant in our experiments, $\epsilon \ll 1$. We therefore expect that the effects of bending may be neglected in comparison with stretching. Furthermore, this assumption should be valid throughout the sheet except in small boundary layers near $\rho = 0, 1$.

In fact, bending dominates stretching for small vertical displacements and there is a transition between bending and stretching behaviours at intermediate displacements. Cotterell & Chen (1997) consider a related problem but their analysis is valid only for $d/h \lesssim 10$. The transition between bending and stretching has also been studied by Wan (1999), albeit under the assumption that the radial and tangential stresses in the membrane are equal and constant. An exact analysis of the two-dimensional problem is presented in Appendix A and shows that the effect of bending is small provided that the vertical displacement at the centre is large in comparison with the sheet thickness, h . This is true for all but the very early stages of our experiment and so we shall consider here only the ‘membrane limit’ $\epsilon = 0$.

Setting $\epsilon = 0$ in (3.5) we find

$$\Phi'W' = \frac{Q}{2\pi}, \quad (3.8)$$

which is to be solved along with (3.6) and the boundary conditions

$$W(0) = d/R \equiv W_0, \quad W(1) = 0, \quad \Phi'(0) = 0. \quad (3.9)$$

(We note that we may arbitrarily set $\Phi(0)$ to zero because only Φ' enters our equations.) A fourth boundary condition is required to close the system. This boundary condition should be on the horizontal displacement,

$$u_r = \frac{r}{Eh}(\sigma_{\theta\theta} - \nu\sigma_{rr}), \quad (3.10)$$

at the edge of the blister where σ_{rr} and $\sigma_{\theta\theta}$ are the radial and circumferential tensions in the sheet and are given by (3.3). However, there are two plausible conditions on $u_r(R)$. If the sheet does not slide outside the blister, then $u_r(R) = 0$. If sliding is permitted then we also need to solve the equilibrium equations outside, and we require only continuity of displacements at the blister edge, $u_r(R^+) = u_r(R^-)$. In practice, we might expect some combination of these conditions to be realized. We shall therefore consider both of these possibilities in the following.

(ii) *No sliding*

If the horizontal displacement at the blister edge is constrained to be zero, the constitutive equation (3.10) and the definition of the Airy stress function (3.3) yield the fourth boundary condition

$$\Phi''(1) - \nu\Phi'(1) = 0. \quad (3.11)$$

We look for solutions of (3.6) and (3.8) of the form $W = W_0(1 - \rho^a)$, $\Phi = b\rho^c$, and find that

$$W = W_0(1 - \rho^{2/3}), \quad \Phi = \frac{3}{16}W_0^2\rho^{4/3} \quad (3.12)$$

This solution is well known and is given, in slightly modified notation, in Mansfield (1989). However, this solution does not satisfy the boundary condition in (3.11) unless $\nu = 1/3$. For values of $\nu \approx 1/3$, a perturbation of (3.12) allows us to satisfy this boundary condition, as shown in Appendix B. However, the perturbative solution only changes the final result of the analysis (the predicted blister radius R) by less than 3% for $\nu = 0.4$, which is a typical value in our experiments. We shall therefore use only the solution in (3.12) in the main text.

The deformation field in (3.12) gives rise to dimensional stresses (see Eq. 3.3),

$$\sigma_{rr} = Eh\frac{W_0^2}{4}\rho^{-2/3}, \quad \sigma_{\theta\theta} = Eh\frac{W_0^2}{12}\rho^{-2/3} \quad (3.13)$$

in the sheet. The stretching energy within the blister is then given by

$$\mathcal{E}_{stretch} = \frac{1}{2} \int \sigma_{\alpha\beta}\epsilon_{\alpha\beta} dA = \frac{\pi}{Eh} \int_0^R r(\sigma_{rr} - \nu\sigma_{\theta\theta})^2 dr = \frac{\pi(5 - 3\nu)}{48} \frac{Ehd^4}{R^2}, \quad (3.14)$$

where the components of the stress tensor, $\sigma_{\alpha\beta}$, are related to the components of the strain tensor, $\epsilon_{\alpha\beta}$, by the linear elastic constitutive relation (Mansfield, 1989).

Combining the stretching energy in the sheet with the change in surface energy associated with a blister of radius R , we find that the total energy of the system is

$$\mathcal{E} = \frac{\pi(5 - 3\nu)}{48} \frac{Ehd^4}{R^2} + \pi\Delta\gamma R^2. \quad (3.15)$$

Choosing R such that $\partial\mathcal{E}/\partial R = 0$ then gives that

$$R = \frac{1}{2} \left\{ \left(\frac{5}{3} - \nu \right) \frac{Eh}{\Delta\gamma} \right\}^{1/4} d. \quad (3.16)$$

(iii) *Sliding*

If sliding is allowed beyond the blister, we only require the continuity of horizontal displacement at $\rho = 1$,

$$\Phi''(1^+) - \nu\Phi'(1^+) = \Phi''(1^-) - \nu\Phi'(1^-). \quad (3.17)$$

Within the blister, it is convenient to introduce

$$\psi(\eta) \equiv \rho\Phi'(\rho), \quad \eta \equiv \rho^2. \quad (3.18)$$

Along with (3.5), this substitution simplifies (3.6) to

$$\frac{d^2\psi}{d\eta^2} = -\frac{Q^2}{32\pi^2}\psi^{-2}, \quad (3.19)$$

which integrates to

$$\frac{d\psi}{d\eta} = \frac{Q}{4\pi} \left(\frac{A\psi + 1}{\psi} \right)^{1/2}. \quad (3.20)$$

We then consider the region outside the blister ($\rho > 1$) where, by assumption, we have that $W' = 0$. However, there is a non-trivial stress function Φ in this part of the sheet. The most general solution of (3.6) for Φ is $\Phi' = a\rho + b/\rho$. Requiring that $\sigma_{rr}(\infty) = 0$ gives $a = 0$. The constant $b = \psi(1)$ by the continuity of σ_{rr} at $\rho = 1$, so that

$$\Phi' = \psi(1)/\rho. \quad (3.21)$$

The continuity of displacement (3.17) then gives $\psi'(1) = 0$, which in turn determines $A = -1/\psi(1)$ in (3.20). Integrating (3.20) analytically, subject to $\Phi'(0) = 0$, we find that

$$\frac{\pi}{2}\eta = -\sqrt{\tilde{\psi}(1-\tilde{\psi})} + \tan^{-1} \sqrt{\frac{\tilde{\psi}}{1-\tilde{\psi}}}, \quad (3.22)$$

where $\tilde{\psi} = \psi/\psi(1)$. This equation gives $\tilde{\psi}$ implicitly in terms of η . We may also integrate (3.5) to obtain W as a function of $\tilde{\psi}$, rather than η . We find

$$W = W_0 \left[\frac{1}{2} - \frac{1}{\pi} \sin^{-1}(2\tilde{\psi} - 1) \right], \quad \psi(1) = W_0^2/\pi^2. \quad (3.23)$$

The stretching energy for the total deformation of the sheet may be calculated analytically to be

$$\mathcal{E}_{stretch} = \frac{1}{2\pi} \frac{Ehd^4}{R^2}, \quad (3.24)$$

independently of the Poisson ratio ν . Adding this to the surface energy and minimizing the total energy with respect to variations in R , as in the previous section, we find that

$$R = \left(\frac{1}{2\pi^2} \frac{Eh}{\Delta\gamma} \right)^{1/4} d. \quad (3.25)$$

(iv) *Experimental results*

We first note that both equations (3.16) and (3.25) reproduce the linear dependence of the blister radius R on the indenter displacement d observed in experiments. Both models also predict that the constant of proportionality is itself proportional to $s \equiv (Eh/\Delta\gamma)^{1/4}$. To go further, we rescale the experimental data of figure 3 using the prefactor s . This rescaling allows a collapse of the data as shown in figure 6. The slope of the experimental data is 0.5 ± 0.1 , which lies between the slopes $(5/3 - \nu)^{1/4}/2 \approx 0.53$ and $(2\pi^2)^{-1/4} \approx 0.47$ given by model 1 (no sliding outside the blister) and model 2 (sliding allowed), respectively. The vertical scatter in the rescaled data are most likely due to the relatively large errors in the value of Young's modulus (10-20%) caused by the inhomogeneity and anisotropy of the

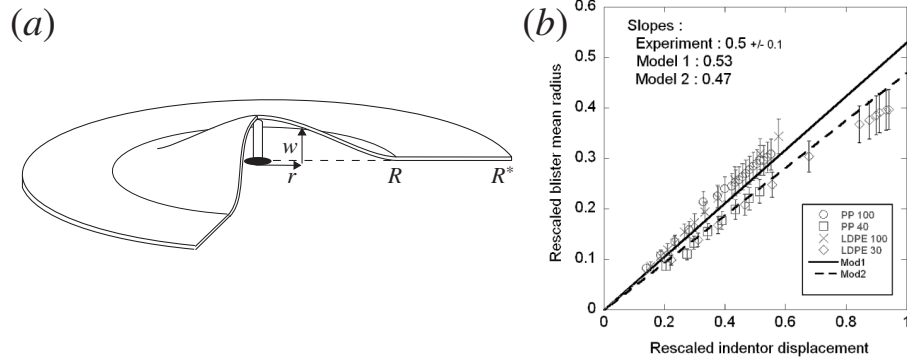


Figure 6. The axisymmetric blister. (a) Geometry and notation (b) Non-dimensional mean radius of the blister R/R^* as a function of non-dimensional rescaled indenter height $d/[R^*(Eh/\Delta\gamma)^{1/4}]$, where E is Young's modulus, $\Delta\gamma$ is twice the surface tension of ethanol, h is the thickness of the sheet and R^* its radius. The theoretical line predicted by model 1 (no sliding outside the blister) has a slope of 0.53 (solid line), while model 2 (allowing the outside to slide) gives a slope of 0.47 (dashed line).

sheet. Although we could not visualize sliding in circular blisters, we believe that it is more likely to occur when the contact is lubricated by a relatively thick ethanol layer; solid friction would prevent sliding if the ethanol layer is very thin. This observation has implications for the instability of the circular blister as discussed in the next section.

The scaling in (3.16) and (3.25) has been observed previously in the conventional blister test (Briscoe & Panesar, 1991) with a theoretical analysis presented by Wan & Mai (1995). However, we note that the coefficient there is slightly different since the analysis of Wan & Mai (1995) explicitly assumes that the beam deflection takes the form of a cone $W = W_0(1 - \rho)$. Here we have determined both W and Φ from the fully coupled problem.

(b) Instability

(i) Theory

In the absence of sliding, we are unable to propose any instability mechanism. However, when sliding is allowed, we find that the azimuthal stress, as resulting from (3.21),

$$\sigma_{\theta\theta} = -Eh/\pi^2 (d/r)^2 < 0, \quad (3.26)$$

is compressive outside the blister. (Note that there is always azimuthal traction inside, see e.g. Eq. 3.13.) This compressive stress could lead to a buckling instability that we analyse here.

We suppose that this instability gives rise to a vertical displacement of size H with wavelength λ , which we assume decays over some radius \tilde{R} . The bending energy of these fluctuations should be of size $BH^2\tilde{R}^2/\lambda^4$. A compressive energy within the sheet is released by going out of the plane. The perturbation to the stretching

energy has typical size $-|\sigma_{\theta\theta}|H^2\tilde{R}^2/\lambda^2$. Finally the undulation of the crack front incurs an energy penalty. The amplitude of the contact line oscillations is H/W_0 where W_0 is the slope of the blister, and we find an energy penalty $\Delta\gamma(H/W_0)^2$ coming from the perturbation to the area of the blister. Adding these three energy terms, we find that

$$\mathcal{E} \sim H^2\tilde{R}^2 \left(\frac{B}{\lambda^4} - \frac{|\sigma_{\theta\theta}|}{\lambda^2} + \frac{\Delta\gamma}{W_0^2\tilde{R}^2} \right). \quad (3.27)$$

We see that if the term in brackets is positive then increasing the perturbation amplitude H increases the total energy and so is discouraged: the system is stable. Conversely if this term is negative, energy may be released by increasing the perturbation amplitude: the system is unstable. For the system to remain stable we therefore require that

$$|\sigma_{\theta\theta}| \lesssim \frac{B}{\lambda^2} + \frac{\Delta\gamma\lambda^2}{W_0^2\tilde{R}^2} \equiv f(\lambda). \quad (3.28)$$

The minimum value of the function $f(\lambda)$ is attained with

$$\lambda = \lambda_c \sim \left(\frac{BW_0^2\tilde{R}^2}{\Delta\gamma} \right)^{1/4} \sim h \left(\frac{Eh}{\Delta\gamma} \right)^{1/4} \left(\frac{d}{h} \right)^{1/2} \left(\frac{\tilde{R}}{R} \right)^{1/2}. \quad (3.29)$$

The equation (3.28) then requires that $|\sigma_{\theta\theta}| \lesssim \min f$ for stability, i.e

$$|\sigma_{\theta\theta}| \lesssim \left(\frac{B\Delta\gamma}{W_0^2\tilde{R}^2} \right)^{1/2}. \quad (3.30)$$

Using the expression for $\sigma_{\theta\theta}$ in (3.26) evaluated at $r = R$ (where the compression is largest) we may write the condition of stability as

$$d/R \lesssim h/\tilde{R}. \quad (3.31)$$

This scenario involves fluctuations of the sheet on both sides of the crack front. The compressive stress $\sigma_{\theta\theta}$ outside the blister is comparable to the stress inside as long as $r \sim R$ (3.26), suggesting that the driving mechanism for the instability acts on a scale $\tilde{R} \simeq R$. The condition (3.31) then implies that the system is unstable as soon as $d \gtrsim h$.

(ii) *Experimental results*

As seen above, the system is unstable whenever sliding occurs. This accounts for the sensitivity of the experimental threshold to the preparation of the sheet and the thickness of the liquid layer: sliding is facilitated by the lubrication of a thicker layer.

Following (3.29), we rescale the experimental data for the wavelength by plotting $\lambda/[h(Eh/\Delta\gamma)^{1/4}]$ as a function of d/h . Figure 7 shows a satisfactory collapse of the data onto a master curve. The power-law dependence is found to be 0.32 ± 0.05 , which is weaker than the predicted $1/2$ power. This might be attributed to the approximation $\tilde{R} = R$. In fact, \tilde{R} can be smaller than R when the stress field feels

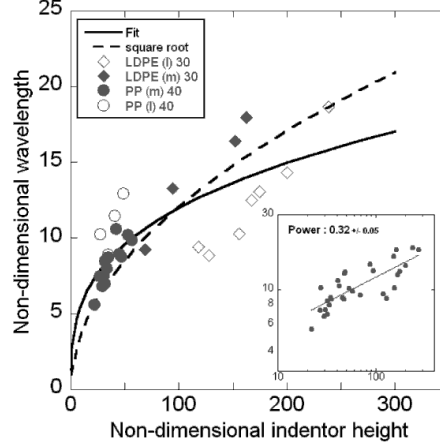


Figure 7. The instability. Non-dimensional wavelength $\lambda/[h(Eh/\Delta\gamma)^{1/4}]$ as a function of the non-dimensional indenter height d/h . The data and symbols of figure 4 are replotted here. The data collapse on a master curve which can be fitted by a power law (inset and solid curve) with an exponent of 0.32 ± 0.05 . The dashed curve shows a best fit to the predicted square root dependence.

the outer boundary of the sheet — an effect neglected when we determined the stress function (3.21). Note that other mechanisms of wavelength selection (such as those studied in Mora & Boudaoud, 2006; Huang *et al.*, 2007) would lead to no dependence on the Young's modulus and so cannot account for our results.

(c) Triangular blisters

(i) Theory

Our earlier analysis of a circular blister was based on neglecting the energy due to bending. This simplification was valid for two reasons: firstly the energetic cost of bending is much smaller than that of stretching and secondly an axisymmetric configuration necessarily induces stretching. When the crack front becomes an open curve, the system has more freedom and thus can avoid expensive stretching. Our analysis for triangular blisters assumes that the sheet does not undergo in-plane stretching and so has a developable conical shape (see also Ben Amar & Pomeau, 1997; Cerda *et al.*, 1999).

A theoretical idealization of a triangular blister is shown in figure 8a. Here we treat the angle at the tip of the triangle, 2α , as the unknown parameter to be determined. We use a cylindrical polar co-ordinate system, (r, θ) , centred on the tip of the isocetes triangle. (Note that r is dimensional, since the non-dimensionalisation used in earlier sections is now redundant.) The only developable shape compatible with a triangular crack front is a cone, so that

$$w(r, \theta) = d \frac{r}{R^*} f(\theta) \quad (3.32)$$

for some unknown function $f(\theta)$. Here, we shall only consider $\theta \geq 0$ — the symmetry of the sheet shows that in fact f depends only on $|\theta|$.

The bending energy of the sheet is then given by

$$\begin{aligned}\mathcal{E}_{bend} &\approx B \int_0^\alpha d\theta \int_{r_c}^{2R^*} dr r (\nabla^2 w)^2 \\ &= \frac{Bd^2}{R^{*2}} \log \frac{2R^*}{r_c} \int_0^\alpha (f'' + f)^2 d\theta,\end{aligned}\quad (3.33)$$

where r_c is some cut-off length that we assume is unimportant in the following.

Requiring the bending energy in (3.33) to be stationary with respect to variations in f , we find that

$$f^{(iv)} + 2f^{(ii)} + f = 0. \quad (3.34)$$

Equation (3.34) has solutions of the form $f(\theta) = (A\theta + B)\sin\theta + (C\theta + D)\cos\theta$ where A, B, C, D are constants to be determined from the boundary conditions, which correspond to continuity of displacement and slope:

$$f(0) = 1, \quad f'(0) = 0, \quad f(\alpha) = 0, \quad f'(\alpha) = 0. \quad (3.35)$$

Thus the cone profile is given by

$$f(\theta) = \cos\theta + \frac{(\alpha + \sin\alpha \cos\alpha)(\sin|\theta| - |\theta| \cos|\theta|) - \theta \sin\theta \sin^2\alpha}{\alpha^2 - \sin^2\alpha}. \quad (3.36)$$

We shall adopt the same approach as earlier writing down the total energy of the system and minimizing this with respect to variations in the angle α . The bending energy is given by

$$\mathcal{E}_{bend} \approx \frac{Bd^2}{R^{*2}} \frac{2\alpha + \sin 2\alpha}{\alpha^2 - \sin^2\alpha} \log \frac{2R^*}{r_c}. \quad (3.37)$$

Using elementary geometry, the change in surface energy of this configuration relative to the flat state is

$$\mathcal{E}_{surf} = \Delta\gamma R^{*2} (2\alpha + \sin 2\alpha), \quad (3.38)$$

where R^* is the radius of the sheet.

Adding the two energies in (3.37) and (3.38), we find that the angle α should be chosen to minimize

$$g(\alpha) \equiv 2\alpha + \sin 2\alpha + \delta \frac{2\alpha + \sin 2\alpha}{\alpha^2 - \sin^2\alpha}, \quad (3.39)$$

where

$$\delta \equiv \frac{Bd^2}{\Delta\gamma R^{*4}} \log \frac{2R^*}{r_c}. \quad (3.40)$$

For minima we require $g'(\alpha) = 0$, which can easily be solved numerically, yielding the solid curve shown in figure 8b. For $\alpha \ll 1$, the leading order behaviour of $g(\alpha)$ may be used to show that the total included angle at the apex of the triangle (measured in degrees) is

$$2\alpha_c \approx \frac{360}{\pi} (9\delta)^{1/4}. \quad (3.41)$$

This formula works with a precision of 5% as long as $\delta < 0.01$.

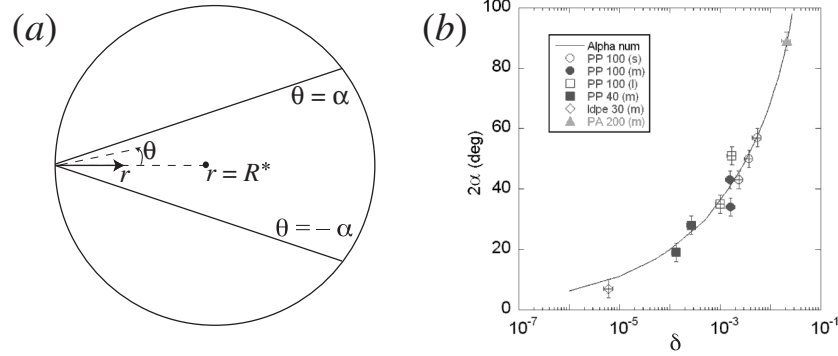


Figure 8. The triangular blister. (a) Theoretical idealization of the triangular blisters observed at large displacements. (b) Angle at the tip of the triangle, 2α , as a function of $\delta = Bd^2/[\Delta\gamma R^{*4}] \log 2R^*/r_c$ where B is the bending stiffness, $\Delta\gamma = 2\gamma$ is twice the surface tension of the liquid, R^* is the radius of the sheet and r_c is a cut-off which corresponds to the radius of curvature of the tip. We measured $\beta = 4\alpha$ for three types of plastic material (PP, LDPE, PA) with thicknesses ranging between $30\mu\text{m}$ for LDPE and $200\mu\text{m}$ for PA. Three sizes of disk were chosen : 120mm (s), 175mm (m), 275mm (l). The solid curve shows the theoretical prediction obtained by minimizing (3.39).

(ii) *Experimental results*

In figure 8, we plot the angle at the tip of the triangle as a function of the non-dimensional variable δ defined by (3.40). We took the cut-off length r_c to be the radius of curvature of the crack front at the tip of the triangle. There is good agreement with the theoretical curve, showing that this regime is ruled by a balance between bending and capillary forces.

4. Conclusion

In this article we have considered a thin sheet adhering to a stiff substrate by means of the surface tension of a liquid. We have investigated, experimentally and theoretically, the debonding of the sheet under an imposed central displacement. This is the generic debonding mode whenever the sheet is not peeled from an edge. We uncovered three main regimes dependant on the central displacement. For small vertical displacements, the debonded area is axisymmetric. This regime was known previously in the context of the conventional blister test (Dannenbergh, 1961; Briscoe & Panesar, 1991) where there is no liquid. The presence of a liquid in our system allows sliding and so we derived a new analytical solution to account for this. In the second regime, the crack front undulates, and we determined a characteristic wavelength for the undulations. Finally, the crack front is triangular, and the shape of the sheet is approximately a developable cone. Overall, our theory is in good agreement with experiments suggesting that the present framework might serve as a reference for the adhesion of elastic sheets.

Our study may also be relevant to small scale biological and technological systems (Autumn *et al.*, 2002; Xia *et al.*, 1999; Mastrangelo & Hsu, 1993): capillary and van der Waals forces become increasingly important at small scales. The delamination of thin films in general is slightly different than that studied here. In general settings, debonding is driven by in-plane pre-stress and so there is a compressive azimuthal stress in the debonded part also. However, we expect our result for the wavelength in the undulating regime to hold for the stability of delamination blisters, which apparently has not been investigated previously. Much more work is required to fully understand the patterns generated by the competition between elastic and adhesive forces.

We are grateful to Mokhtar Adda-Bedia for fruitful discussions. D.V. is partially supported by the Royal Commission for the Exhibition of 1851.

Appendix A. Analysis of a Two-Dimensional Blister

In this Appendix we consider the two-dimensional version of the axisymmetric blister problem considered in §3a. In this geometry it is possible to make considerable analytical progress. We shall address the question of how the bending stiffness of the sheet (neglected in our axisymmetric calculation for simplicity) affects the blister radius.

In this two-dimensional geometry we find that $\phi = \sigma_{xx}y^2/2$ for some tension σ_{xx} . The first Föppl-von Kármán equation then takes the form

$$B \frac{d^4 w}{dx^4} = \sigma_{xx} \frac{d^2 w}{dx^2}. \quad (\text{A } 1)$$

Using the non-dimensionalizations defined in (3.4) and letting

$$\mu^2 \equiv \epsilon^{-1} \frac{\sigma_{xx}}{Eh} \quad (\text{A } 2)$$

we find that

$$\frac{d^4 W}{dX^4} = \mu^2 \frac{d^2 W}{dX^2}, \quad (\text{A } 3)$$

which is to be solved with the continuity of slope and displacement

$$W(0) = W_0, \quad W'(0) = 0, \quad W(1) = W'(1) = 0. \quad (\text{A } 4)$$

The solution of (A 3) with boundary conditions (A 4) is

$$W(X) = W_0 \frac{(1 - |X|) \cosh \frac{1}{2}\mu + \mu^{-1} [\sinh \mu (|X| - \frac{1}{2}) - \sinh \frac{1}{2}\mu]}{\cosh \frac{1}{2}\mu - 2\mu^{-1} \sinh \frac{1}{2}\mu}. \quad (\text{A } 5)$$

Determining the value of σ_{xx} , and hence μ , requires an additional condition. This condition is the relationship between the strain ϵ_{xx} and the tension σ_{xx} (Mansfield, 1989)

$$\epsilon_{xx} = \frac{dU}{dX} + \frac{1}{2} \left(\frac{dW}{dX} \right)^2 = \frac{\sigma_{xx}(1 - \nu^2)}{Eh}. \quad (\text{A } 6)$$

Integrating this relationship between $X = 0$ and $X = 1$ and assuming that the sheet is fixed ($U(0) = U(1) = 0$) at the boundaries shows that

$$\frac{2\sigma_{xx}(1-\nu^2)}{Eh} = \int_0^1 W'(X)^2 dX = W_0^2 \frac{2 + \cosh \mu - 3\mu^{-1} \sinh \mu}{2 (\cosh \frac{1}{2}\mu - 2\mu^{-1} \sinh \frac{1}{2}\mu)^2} \equiv W_0^2 f_1(\mu). \quad (\text{A } 7)$$

For our purposes, it is useful to eliminate σ_{xx} from (A 7) in favour of μ by using (A 2). Introducing

$$\omega \equiv \frac{W_0^2}{2(1-\nu^2)\epsilon} = 6 \frac{d^2}{h^2}, \quad (\text{A } 8)$$

we find that μ satisfies

$$\mu^2/\omega = f_1(\mu), \quad (\text{A } 9)$$

which has solution $\mu = \mu_c(\omega)$. (The advantage of using ω rather than W_0^2/ϵ is that ω is independent of the blister radius R , which is as yet unknown. ω measures the vertical displacement relative to the sheet thickness and so is a natural control parameter.)

We continue by considering the limits of small and large ω , which, as we shall see, correspond to small and large values of μ , respectively. From the asymptotic behaviour of $f_1(\mu)$ for small and large μ we find that

$$\mu_c \approx \omega^{1/2} \times \begin{cases} \sqrt{6/5}, & \omega \ll 1 \\ 1, & \omega \gg 1. \end{cases} \quad (\text{A } 10)$$

Note that the two cases $\omega \ll 1$ and $\omega \gg 1$ give rise to only very slight variations in the asymptotic relations for μ_c .

To determine the blister radius, R , we must calculate the deformation energies of the sheet. The bending energy is given by

$$\mathcal{E}_{bend} = B \int_0^R w''(x)^2 dx = \frac{BW_0^2}{R} f_2(\mu); \quad f_2(\mu) \equiv \frac{\mu}{2} \frac{\sinh \mu - \mu}{(\cosh \frac{1}{2}\mu - 2\mu^{-1} \sinh \frac{1}{2}\mu)^2}. \quad (\text{A } 11)$$

The stretching energy is given by

$$\mathcal{E}_{stretch} = \sigma_{xx} \int_0^R w'(x)^2 dx = EhR\epsilon W_0^2 \mu^2 f_1(\mu), \quad (\text{A } 12)$$

with $f_1(\mu)$ as defined in (A 7). We can therefore write the total (elastic) energy as

$$\mathcal{E}/(EhR) = \epsilon W_0^2 [f_2(\mu_c) + \mu_c^2 f_1(\mu_c)] = 2\epsilon^2(1-\nu^2)\omega g(\omega) \quad (\text{A } 13)$$

where

$$g(\omega) \equiv f_2[\mu_c(\omega)] + \mu_c(\omega)^2 f_1[\mu_c(\omega)]. \quad (\text{A } 14)$$

and μ_c is given by the solution of (A 9) for a given value of ω .

Finally, we can now include the surface energy to determine the size of the blister. The surface energy gained is $2\Delta\gamma R$ so that the total energy of the system is

$$\mathcal{E} = 2\Delta\gamma R + 2(1-\nu^2)EhR\epsilon^2\omega g(\omega). \quad (\text{A } 15)$$

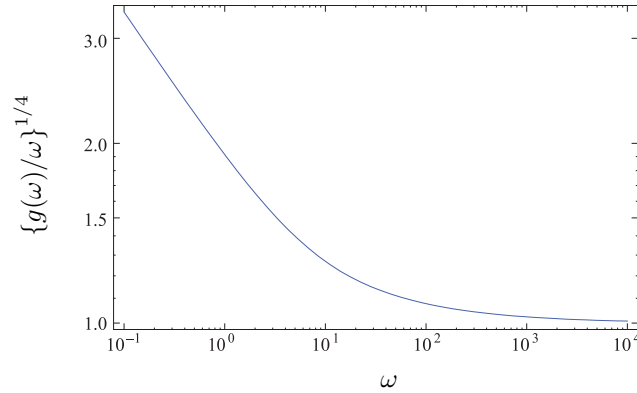


Figure 9. The function $\{g(\omega)/\omega\}^{1/4}$ plotted on logarithmic scales. From (A 16) we see that this function determines the evolution of the blister aspect ratio, R/d , as d changes with the material properties of the system fixed.

Recalling that $\epsilon \propto R^{-2}$ we may then minimize this expression by varying R . We find that the value of R at which the energy is minimized may be written

$$\frac{R}{d} = \left(\frac{3Eh}{4\Delta\gamma(1-\nu^2)} \right)^{1/4} \left(\frac{g(\omega)}{\omega} \right)^{1/4}. \quad (\text{A } 16)$$

The function $\{g(\omega)/\omega\}^{1/4}$, which determines R/d via (A 16), is plotted in figure 9. We note that as $\omega \rightarrow \infty$, $g(\omega)/\omega \rightarrow 1$ so that

$$\frac{R}{d} \approx \left(\frac{3Eh}{4\Delta\gamma(1-\nu^2)} \right)^{1/4} \quad (\text{A } 17)$$

and we obtain the same scaling relationship as for the axisymmetric analysis. We observe that $\omega > 100$ is sufficient for the relationship (A 17) to hold to within 10%. Furthermore, this corresponds to $d \gtrsim 4h$ — a condition that is easily satisfied in our experiments. We therefore expect that our neglect of bending effects in §3a should be valid except in the earliest stages of the experiment.

For completeness, we note that for $\omega < 100$ the prefactor is bigger and indeed that the scaling $R \sim d$ no longer holds. For $\omega \ll 1$ we find that $g(\omega) \approx 12$ so that

$$\frac{R}{d} \approx \left(\frac{3Eh}{2\Delta\gamma(1-\nu^2)} \right)^{1/4} \sqrt{\frac{h}{d}}. \quad (\text{A } 18)$$

Appendix B. Membrane solution with $\nu \neq 1/3$

In this Appendix we consider again the membrane solution for the blister given in §3a. Recall that (3.12) was used as the solution of the membrane equations but does not satisfy the no-slip boundary condition at the blister edge (3.11) unless $\nu = 1/3$. Here, we look for a small perturbation to the approximate solution (3.12) and find that

$$W \approx W_0 \left(1 - \rho^{2/3} + \Delta\nu[\rho^2 - \rho^{2/3}] \right), \quad \Phi \approx \frac{3}{16} W_0^2 \rho^{4/3} \left(1 + \Delta\nu \left[2 + \frac{3}{2} \rho^{4/3} \right] \right), \quad (\text{B } 1)$$

where

$$\Delta\nu \equiv \frac{3\nu - 1}{17 - 15\nu}. \quad (\text{B } 2)$$

Typically in our experiments $\nu = 0.4$, which corresponds to $\Delta\nu \approx 0.02$ justifying our assumption of a small perturbation.

Using the value of Φ in (B 1) to calculate the stretching energy in the sheet we find, to leading order in $\Delta\nu$, that

$$\mathcal{E}_{stretch} \approx \frac{\pi}{16} \left(\frac{5}{3} - \nu\right) EhR^2W_0^4 (1 + 6\Delta\nu). \quad (\text{B } 3)$$

Performing the same total energy minimization as earlier we find that the radius of the blister is

$$R \approx \frac{1}{2} \left\{ \left(\frac{5}{3} - \nu\right) \frac{Eh}{\Delta\gamma} \right\}^{1/4} d \left[1 + \frac{3}{2}\Delta\nu + O(\Delta\nu^2) \right] \quad (\text{B } 4)$$

Using $\nu = 0.4$ we find that the correction to the blister radius provided by (B 4) of the earlier expression (3.16) is $< 3\%$.

References

- ADDA-BEDIA, M. & MAHADEVAN, L. 2006 Crack front instability in a confined elastic film. *Proc. R. Soc. A* **462**, 3233–3251.
- AUTUMN, K., SITTI, M., LIANG, Y. A., PEATTIE, A. M., HANSEN, W. R., SPONBERG, S., KENNY, T. W., FEARING, R., ISRAELACHVILI, J. N. & FULL, R. J. 2002 Evidence for van der Waals adhesion in gecko setae. *Proc. Nat. Acad. Sci. USA* **99**, 12252–12256.
- BEN AMAR, M. & POMEAU, Y. 1997 Crumpled paper. *Proc. R. Soc. A* **453**, 729–755.
- BICO, J., ROMAN, B., MOULIN, L. & BOUDAUD, A. 2004 Elastocapillary coalescence in wet hair. *Nature (London)* **432**, 690.
- BRISCOE, B. J. & PANESAR, S. S. 1991 The application of the blister test to an elastomeric adhesive. *Proc. R. Soc. A* **433**, 23–43.
- CERDA, E., CHAÏEB, S., MELO, F. & MAHADEVAN, L. 1999 Conical dislocations in crumpling. *Nature* **401**, 46–49.
- COTTERELL, B. & CHEN, Z. 1997 The blister test — Transition from plate to membrane behaviour for an elastic material. *Int. J. Fracture* **86**, 191–198.
- DANNENBERG, H. 1961 Measurement of adhesion by a blister method. *J. Appl. Polymer Sci.* **5**, 125–133.
- GHATAK, A., CHAUDHURY, M. K., SHENOY, V. & SHARMA, A. 2000 Meniscus instability in a thin elastic film. *Phys. Rev. Lett.* **85**, 4329–4333.
- GIOIA, G. & ORTIZ, M. 1997 Delamination of compressed thin films. *Adv. Appl. Mech.* **33**, 119.

- GORB, S. N. 2005 Uncovering insect stickiness: Structure and properties of hairy attachment devices. *Am. Entomol.* **51**, 31–35.
- HUANG, J., JUSZKIEWICZ, M., DE JEU, W. H., CERDA, E., EMRICK, T., MENON, N. & RUSSELL, T. P. 2007 Capillary wrinkling of floating thin polymer films. *Science* **317**, 650–653.
- HUBER, G., MANTZ, H., SPOLENAK, R., MECKE, K., JACOBS, K., GORB, S. N. & ARZT, E. 2005 Evidence for capillarity contributions to gecko adhesion from single spatula nanomechanical measurements. *Proc. Nat. Acad. Sci. USA* **102**, 16293–16296.
- JENSEN, H. M. 1991 The blister test for interface toughness measurement. *Eng. Frac. Mech.* **40**, 475–486.
- JOHNSON, K. L., KENDALL, K. & ROBERTS, A. D. 1971 Surface energy and the contact of elastic solids. *Proc. R. Soc. A* **324**, 301–313.
- KENDALL, K. 1975 Thin-film peeling — the elastic term. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **8**, 1449–1452.
- KIM, H.-Y. & MAHADEVAN, L. 2006 Capillary rise between elastic sheets. *J. Fluid Mech.* **548**, 141–150.
- MANSFIELD, E. H. 1989 *The Bending and Stretching of Plates*. Cambridge University Press.
- MASTRANGELO, C. H. & HSU, H. 1993 Mechanical stability and adhesion of microstructures under capillary forces—part ii: experiments. *J. Microelectromech. Sys.* **2**, 44–55.
- MCEWAN, A. D. & TAYLOR, G. I. 1966 The peeling of a flexible strip attached by a viscous adhesive. *J. Fluid Mech.* **26**, 1–15.
- MORA, T. & BOUDAUD, A. 2006 Buckling of swelling gels. *Eur. Phys. J. E.* **20**, 119–124.
- OBREIMOFF, J. W. 1930 The splitting strength of mica. *Proc. R. Soc. A* **127**, 290–297.
- PY, C., BASTIEN, R., BICO, J., ROMAN, B. & BOUDAUD, A. 2007 3d aggregation of wet fibers. *EPL* **77**, 44005.
- WAN, K.-T. 1999 Fracture mechanics of a shaft-loaded blister test — Transition from a bending plate to a stretching membrane. *J. Adhesion* **70**, 209–219.
- WAN, K.-T. & MAI, Y.-W. 1995 Fracture mechanics of a shaft-loaded blister of thin flexible membrane on rigid substrate. *Int. J. Fracture* **74**, 181–197.
- XIA, Y., ROGERS, J. A., PAUL, K. E. & WHITESIDES, G. M. 1999 Unconventional methods for fabricating and patterning nanostructures. *Chem. Rev.* **99**, 1823–1848.

Bibliographie

- [1] M. Adda-Bedia. Path prediction of kinked and branched cracks in plane situations. *Physical Review Letters*, 93(18) :185502, October 2004.
- [2] M. Adda-Bedia and L. Mahadevan. Crack-front instability in a confined elastic film. *Proc. R. Soc. A*, 462 :3233, 2006.
- [3] M. Alava, P. Nukala, and S. Zapperi. Statistical models of fracture. *Advances in Physics*, 55 :349–476, 2006.
- [4] M. Amestoy and J. B. Leblond. Crack paths in plane situations .2. detailed form of the expansion of the stress intensity factors. *International Journal of Solids and Structures*, 29(4) :465–501, 1992.
- [5] E. H. Andrews and A. J. Kinloch. Mechanics of adhesive failure .1. *Proceedings of the Royal Society of London Series A-mathematical Physical and Engineering Sciences*, 332(1590) :385–399, 1973.
- [6] A.-L Barabási and H.E. Stanley. *Fractal concepts in surface growth*. Cambridge University Press, Cambridge, 1995.
- [7] E. Barthel and G. Haiat. Approximate model for the adhesive contact of viscoelastic spheres. *Langmuir*, 18(24) :9362–9370, 2002.
- [8] D. Bonamy. Intermittency and roughening in the failure of brittle heterogeneous materials. *Journal of Physics D : Applied Physics*, 42 :214014, 2009.
- [9] D. Bonamy, L. Ponson, S. Prades, E. Bouchaud, and C. Guillot. Scaling exponents for fracture surfaces in homogeneous glass and glassy ceramics. *Physical Review Letters*, 97(13), 2006.
- [10] E. Bouchaud. Scaling properties of cracks. *Journal Of Physics-Condensed Matter*, 9(21) :4319–4344, 1997.
- [11] E. Bouchaud, J.P. Bouchaud, D.S. Fisher, S. Ramanathan, and J.R. Rice. Can crack front waves explain the roughness of cracks? *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50 :1703, 2002.
- [12] E. Bouchaud, G. Lapasset, and J. Planès. Fractal dimension of fractured surfaces : A universal value? *Europhysics Letters*, 13 :73, 1990.
- [13] J. P. Bouchaud, E. Bouchaud, G. Lapasset, and J. Planes. Models of fractal cracks. *Physical Review Letters*, 71(14) :2240–2243, 1993.
- [14] A.F. Bower and M. Ortiz. Solution of three-dimensional crack problems by a finite perturbation method. *J. Mech. Phys. Solids*, 38 :443, 1990.

- [15] A.F. Bower and M. Ortiz. A three-dimensional analysis of crack trapping and bridging by tough particles. *J. Mech. Phys. Solids*, 39 :815, 1991.
- [16] G.A.D. Briggs. Effect of surface-topography on adhesion of elastic solids. *Journal of Physics D-Applied Physics*, 10 :2453, 1977.
- [17] K. B. Broberg. *Cracks and Fracture*. Academic Press, 1999.
- [18] H. R. Brown. Effects of chain pull-out on adhesion of elastomers. *Macromolecules*, 26(7) :1666–1670, 1993.
- [19] R. Bruinsma and G. Aeppli. Interface motion and nonequilibrium properties of the random-field ising-model. *Physical Review Letters*, 52(17) :1547–1550, 1984.
- [20] R. J. Charles. Dynamic fatigue of glass. *Journal of Applied Physics*, 29(12) :1657–1662, 1958.
- [21] E. Charrault, C. Gauthier, P. Marie, and R. Schirrer. Experimental and theoretical analysis of a dynamic jkr contact. *Langmuir*, 25 :5847, 2009.
- [22] M. K. Chaudhury and G. M. Whitesides. Direct measurement of interfacial interactions between semispherical lenses and flat sheets of poly(dimethylsiloxane) and their chemical derivatives. *Langmuir*, 7(5) :1013–1025, 1991.
- [23] P. Chauve and P. Le Doussal. Exact multilocal renormalization group and applications to disordered problems. *Physical Review E*, 64(5), 2001.
- [24] J. Chopin, D. Vella, and A. Boudaoud. The liquid blister test. *Proc. R. Soc. A*, 464 :2887, 2008.
- [25] J. Cognard. *Science et technologie du collage*. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2000.
- [26] A. J. Crosby, H. Shull, K. R. Lakrout, and C. Creton. Deformation and failure modes of adhesively bonded elastic layers. *Journal of Applied Physics*, 88 :5, 2000.
- [27] P. Daguier, S. Henaux, E. Bouchaud, and F. Creuzet. Quantitative analysis of a fracture surface by atomic force microscopy. *Phys. Rev. E*, 53 :5637, 1996.
- [28] P. Daguier, B. Nghiem, E. Bouchaud, and F. Creuzet. Pinning and depinning of crack fronts in heterogeneous materials. *Phys Rev Lett*, 78 :1062, 1997.
- [29] D. Dalmas, E. Barthel, and D. Vandembroucq. Crack front pinning by design in planar heterogeneous interfaces. *Journal Of The Mechanics And Physics Of Solids*, 57(3) :446–457, 2009.
- [30] D. Dalmas, A. Lelarge, and D. Vandembroucq. Crack propagation through phase separated glasses : effect of the characteristic size of disorder. *Phys Rev Lett*, 101 :255501, 2008.
- [31] M. Deruelle, M. Tirrell, Y. Marciano, H. Hervet, and L. Leger. Adhesion energy between polymer networks and solid-surfaces modified by polymer attachment. *Faraday Discussions*, 98 :55–65, 1994.

- [32] S. F. Edwards and D. R. Wilkinson. The surface statistics of a granular aggregate. *Proceedings of the Royal Society of London Series A-mathematical Physical and Engineering Sciences*, 381(1780) :17–31, 1982.
- [33] J. Eggers. Nonlinear dynamics and breakup of free-surface flows. *Reviews of Modern Physics*, 69(3) :865–929, 1997.
- [34] F. Erdogan and G.C. Sih. On the crack extension in plates under plane loading and transverse shear. *Journal of Basic Engineering*, 85 :519–527, 1963.
- [35] D. Ertas and M. Kardar. Critical dynamics of contact line depinning. *Phys. Rev. E*, 49 :R2532–R2535, 1994.
- [36] F. Family and T. Viscek. Scaling of the active zone in the eden process on percolation networks and the ballistic deposition model. *J. Phys. A*, 18 :L75, 1985.
- [37] E. Favier, W. Lazarus, and J. B. Leblond. Statistics of the deformation of the front of a tunnel-crack propagating in some inhomogeneous medium. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 54(7) :1449–1478, 2006.
- [38] J.D. Ferry. *Viscoelastic Properties of Polymers*. Wiley, New-York, 1970.
- [39] J. Fineberg and M. Marder. Instability in dynamic fracture. *Physics Reports*, 67 :141–144, 1999.
- [40] K. N. G. Fuller and D. Tabor. Effect of surface-roughness on adhesion of elastic solids. *Proceedings Of The Royal Society Of London Series A-Mathematical Physical And Engineering Sciences*, 345(1642) :327–342, 1975.
- [41] K.N.G. Fuller and A.D. Roberts. Rubber rolling on rough surfaces. *Journal of Physics D-Applied Physics*, 14 :221, 1981.
- [42] H. Gao and J. R. Rice. *J. Appl. Mech.*, 56 :828, 1989.
- [43] C. Gay and L. Leibler. Theory of tackiness. *Physical Review Letters*, 82(5) :936–939, 1999.
- [44] A.N. Gent and J. Schultz. *J. Adhesion*, 3 :281–94, 1972.
- [45] A. Ghatak and M. K. Chaudhury. Adhesion-induced instability patterns in thin confined elastic film. *Langmuir*, 19(7) :2621–2631, 2003.
- [46] A. Ghatak, M. K. Chaudhury, V. Shenoy, and A. Sharma. Meniscus instability in a thin elastic film. *Physical Review Letters*, 85(20) :4329–4332, 2000.
- [47] N. J. Goldstein and M. J. Salganik. Brittle-fracture of solids with arbitrary cracks. *International Journal of Fracture*, 10(4) :507–523, 1974.
- [48] J. A. Greenwood and K. L. Johnson. The mechanics of adhesion of viscoelastic solids. *Philosophical Magazine A-physics of Condensed Matter Structure Defects and Mechanical Properties*, 43(3) :697–711, 1981.
- [49] L. Grenet. *Bull. Soc. Encour. Ind. Nat.*, 4 :838, 1899.
- [50] A. A. Griffith. The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions Of The Royal Society A-Mathematical Physical And Engineering Sciences*, 221 :163–198, 1921.

- [51] T. Halpin-Healy and Y. C. Zhang. Kinetic roughening phenomena, stochastic growth directed polymers and all that - aspects of multidisciplinary statistical-mechanics. *Physics Reports-review Section of Physics Letters*, 254(4-6) :215–415, March 1995.
- [52] J.-M. Haussonne, C. Carry, P. Bowen, and J. Barton. *Traité des Matériaux : Tome 16, Céramiques et verres*. Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, 2005.
- [53] H. J. Hermann and S. Roux, editors. *Statistical Physics for the Fracture of Disordered Media*. Elsevier, Amsterdam, 1990.
- [54] K. Hu, P. C. Ivanov, Z. Chen, P. Carpena, and H. E. Stanley. Effect of trends on detrended fluctuation analysis. *Physical Review E*, 6401(1) :011114, July 2001.
- [55] C. Y. Hui, J. M. Baney, and E. J. Kramer. Contact mechanics and adhesion of viscoelastic spheres. *Langmuir*, 14(22) :6570–6578, 1998.
- [56] D. A. Huse and C. L. Henley. Pinning and roughening of domain-walls in ising systems due to random impurities. *Physical Review Letters*, 54(25) :2708–2711, 1985.
- [57] M.A. Hussain and Pu S.L. Underwood J.H. Strain energy release rate for crack under combined mode i and mode ii. *Fract. Anal. ASTM STP*, 560 :2–28, 1974.
- [58] J. W. Hutchinson and Z. Suo. Mixed mode cracking in layered materials. *Advances in Applied Mechanics edited*, 29 :63–191, 1992.
- [59] C.E. Inglis. Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners. *Transactions of the Institution of Naval Architects*, 55 :219, 1913.
- [60] G.R. Irwin. Analysis of stresses and strains near the end of a crack traveersing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, 24 :361–364, 1957.
- [61] G.R. Irwin and J.A. Kies. Fracturing and fracture dynamics. *Weld. J. Res. Suppl.*, 31 :95–100, 1952.
- [62] G.R. Irwin and J.A. Kies. Critical energy rate analysis of fracture strength. *Weld. J. Res. Suppl.*, 33 :193, 1954.
- [63] J. F. Joanny and P. G. DeGennes. A model for contact-angle hysteresis. *Journal of Chemical Physics*, 81(1) :552–562, 1984.
- [64] K.L. Johnson, K Kendall, and A.D. Roberts. Surface energy and the contact of elastic solids. *Proc. Roy. Soc. A*, 324 :301, 1971.
- [65] M. Kardar. Nonequilibrium dynamics of interfaces and lines. *Physics Reports-review Section of Physics Letters*, 301(1-3) :85–112, July 1998.
- [66] M. Kardar, G. Parisi, and Y. C. Zhang. Dynamic scaling of growing interfaces. *Physical Review Letters*, 56(9) :889–892, March 1986.
- [67] E. Katzav, M. Adda-Bedia, M. Ben Amar, and A. Boudaoud. Roughness of moving elastic lines : Crack and wetting fronts. *Phys. Rev. E*, 76 :051601, 2007.
- [68] E. Katzav, M. Adda-Bedia, and B. Derrida. Fracture surfaces of heterogeneous materials : A 2d solvable model. *EPL*, 78 :46006, 2007.

- [69] D. A. Kessler, H. Levine, and Y. H. Tu. Interface fluctuations in random-media. *Physical Review A*, 43(8) :4551–4554, 1991.
- [70] A.J. Kinloch. *Adhesion and Adhesives : Science and Technology*. Chapman and Hall, 1987.
- [71] J. Koplik and H. Levine. Interface moving through a random background. *Physical Review B*, 32(1) :280–292, 1985.
- [72] H. Lakrout, P. Sergot, and C. Creton. Direct observation of cavitation and fibrillation in a probe tack experiment on model acrylic pressure-sensitive-adhesives. *Journal of Adhesion*, 69(3-4) :307–359, 1999.
- [73] M. Lamblet. *Modulation de l'adhésion aux interfaces Polydimethylsiloxane-Adhésif acrylique*. PhD thesis, Université Paris 6, 2005.
- [74] L. Landau, E Lifchitz, and Kosevich A. *Théorie de l'élasticité*. 1990.
- [75] H. Larralde and R. C. Ball. The shape of slowly growing cracks. *Europhysics Letters*, 30(2) :87–92, 1995.
- [76] B. Lawn. *Fracture of brittle solids*. Cambridge University Press, Cambridge, second edition, 1993.
- [77] P. Le Doussal, K. J. Wiese, S. Moulinet, and E. Rolley. Height fluctuations of a contact line : a direct measurement of the renormalized disorder correlator. *EPL*, 87 :56001, 2009.
- [78] J.-B. Leblond. *Mécanique de la rupture fragile et ductile*. Lavoisier, 2003.
- [79] F. Lechenault, G. Pallares, M. George, C. Rountree, E. Bouchaud, and M. Ciccotti. Effects of finite probe size on self-affine roughness measurements. *Phys Rev Lett*, 104 :025502, 2010.
- [80] L. Leger and C. Creton. Adhesion mechanisms at soft polymer interfaces. *Philosophical Transactions Of The Royal Society A-Mathematical Physical And Engineering Sciences*, 366(1869) :1425–1442, 2008.
- [81] B. Lorenz and B. N. J. Persson. Interfacial separation between elastic solids with randomly rough surfaces : comparison of experiment with theory. *Journal of Physics-condensed Matter*, 21(1), 2009.
- [82] K.J. Måløy, A. Hansen, E.L. Hinrichsen, and S. Roux. Experimental measurements of the roughness of brittle cracks. *Phys Rev Lett*, 68 :213, 1992.
- [83] K.J. Måløy, S. Santucci, J. Schmittbuhl, and R. Toussaint. Local waiting time fluctuations along a randomly pinned crack front. *Phys Rev Lett*, 96 :045501, 2006.
- [84] K.J. Måløy and J. Schmittbuhl. Dynamical event during slow crack propagation. *Phys Rev Lett*, 10 :105502, 2001.
- [85] K.J. Måløy, J. Schmittbuhl, A. Hansen, and G. G. Batrouni. Scaling and dynamics of an interfacial crack front. *International Journal Of Fracture*, 121(1-2) :9–22, 2003.
- [86] B.B. Mandelbrot, D.E. Passoja, and A.J. Paullay. Fractal character of fracture surfaces of metals. *Nature*, 308 :721, 1984.

- [87] J. A. Marsh and A. M. Cazabat. Dynamics of contact line depinning from a single defect. *Physical Review Letters*, 71(15) :2433–2436, 1993.
- [88] D. Maugis. Subcritical crack-growth, surface-energy, fracture-toughness, stick slip and embrittlement. *Journal Of Materials Science*, 20(9) :3041–3073, 1985.
- [89] D. Maugis. *Contact, Adhesion and Rupture of Elastic Solids*, volume 130 of *Solid-State Sciences*. Springer, Berlin, 2000.
- [90] D. Maugis and M. Barquins. Fracture mechanics and adherence of viscoelastic bodies. *J. Phys. D : Appl. Phys.*, 11 :1989, 1978.
- [91] J.C McDonald and G.M. Whitesides. Poly(dimethylsiloxane) as a material for fabricating microfluidic devices. *Accounts of Chemical Research*, 35 :491, 2002.
- [92] D. McLean. *Grain Boundaries in Metals*. Clarendon, Oxford, 1957.
- [93] L. H. Milligan. *J. Soc. Glass Technol.*, 13 :351, 1929.
- [94] S. Moulinet, C. Guthmann, and E. Rolley. Roughness and dynamics of a contact line of a viscous fluid on a disordered substrate. *European Physical Journal E*, 8(4) :437–443, 2002.
- [95] T.M. Mower and A.S. Argon. Experimental investigations of crack trapping in brittle heterogeneities solides. *Mechanics of materials*, 19 :343, 1995.
- [96] K.P. Mróz and Z. Mróz. On crack path evolution rules. *Engineering Fracture Mechanics*, 77 :1781–1807, 2010.
- [97] G.D. Nadkarni and S. Garoff. *Europhysics Letters*, 20 :523, 1992.
- [98] O. Narayan and D. S. Fisher. Threshold critical-dynamics of driven interfaces in random-media. *Physical Review B*, 48(10) :7030–7042, September 1993.
- [99] J. Nase. *Debonding of viscoelastic materials : from a viscous liquid to a soft elastic solid*. PhD thesis, Université Paris 6, 2009.
- [100] T. Nattermann, S. Stepanow, L. H. Tang, and H. Leschhorn. Dynamics of interface depinning in a disordered medium. *Journal De Physique Ii*, 2(8) :1483–1488, August 1992.
- [101] V. S. Nikolayev and D. A. Beysens. Equation of motion of the triple contact line along an inhomogeneous surface. *Europhys. Lett.*, 64 :763, 2003.
- [102] P.K.V.V Nukala, M.J. Zapperi, S. Alava, and S Simunovic. Crack roughness in the two-dimensional random threshold beam model. *Physical Review E*, 78 :046105, 2008.
- [103] I.B. Obreimoff. The splitting strength of mica. *Proc. Roy. Soc. A*, 127 :290, 1930.
- [104] T. Ondarçuhu and M. Veyssie. Relaxation modes of the contact line of a liquid spreading on a surface. *Nature*, 352(6334) :418–420, 1991.
- [105] E. Orowan. *Z. Kristallogr. (A)*, 89 :327, 1934.
- [106] J. Oystein, H. Bakke, and A. Hansen. Accuracy of roughness exponent measurement methods. *Physical Review E*, 76, 2007.

-
- [107] P.C. Paris and F. Erdogan. A critical analysis of crack propagation laws. *Journal of Basic Engineering*, 85 :528–534, 1963.
- [108] P.C. Paris, M.P. Gomez, and W.P. Anderson. A rational analytic theory of fatigue. *The Trend in Engineering*, 13 :9–14, 1961.
- [109] A. Paterson, M. Fermigier, P. Jenffer, and L. Limat. Wetting on heterogeneous surfaces - experiments in an imperfect hele-shaw cell. *Physical Review E*, 51(2) :1291–1298, 1995.
- [110] N. Pindra, V. Lazarus, and J. B. Leblond. The deformation of the front of a 3d interface crack propagating quasistatically in a medium with random fracture properties. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 56(4) :1269–1295, 2008.
- [111] N. Pindra, V. Lazarus, and J. B. Leblond. Geometrical disorder of the fronts of a tunnel-crack propagating in shear in some heterogeneous medium. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 58(3) :281–299, 2010.
- [112] Y. Pomeau and J. Vannimenus. Contact angle on heterogeneous surfaces : weak heterogeneities. *Journal of Colloid and Interface Science*, 104 :477, 1984.
- [113] A. Prevost, E. Rolley, C. Guthmann, and M. Poujade. Dynamics of the contact line on rough substrates. *Physica B*, 284 :145–146, 2000.
- [114] I Prigogine. *Introduction à la thermodynamique des processus irréversibles*. Dunod, Paris, 1967.
- [115] S. Ramanathan, D. Ertas, and D. S. Fisher. Quasistatic crack propagation in heterogeneous media. *Physical Review Letters*, 79(5) :873–876, 1997.
- [116] J. R. Rice. Thermodynamics of quasi-static growth of griffith cracks. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 26(2) :61–78, 1978.
- [117] J. R. Rice. 1st-order variation in elastic fields due to variation in location of a planar crack front. *Journal of Applied Mechanics-transactions of the Asme*, 52(3) :571–579, 1985.
- [118] A. Rosso and W. Krauth. Roughness at the depinning threshold for a long-range elastic string. *Physical Review E*, 65(2), 2002.
- [119] S. Roux, D. Vandembroucq, and F. Hild. Effective toughness of heterogeneous brittle materials. *European Journal of Mechanics A-solids*, 22(5) :743–749, September 2003.
- [120] S. Santucci, M. Grob, R. Toussaint, J. Schmittbuhl, A. Hansen, and K.J. Må løy. *non publié*, 2009.
- [121] S. Santucci, K. J. Må løy, A. Delaplace, J. Mathiesen, A. Hansen, J. O. H. Bakke, J. Schmittbuhl, L. Vanel, and P. Ray. Statistics of fracture surfaces. *Physical Review E*, 75(1) :016104, January 2007.
- [122] S. Santucci, L. Vanel, and S. Ciliberto. Slow crack growth : Models and experiments. *European Physical Journal-special Topics*, 146 :341–356, July 2007.

- [123] F. Saulnier, T. Ondarçuhu, A. Aradian, and E. Raphael. Adhesion between a viscoelastic material and a solid surface. *Macromolecules*, 37(3) :1067–1075, 2004.
- [124] R. A. Schapery. Theory of crack initiation and growth in viscoelastic media .1. theoretical development. *International Journal Of Fracture*, 11(4) :549–562, 1975.
- [125] J. Scheibert, A. Prevost, J. Frelat, P. Rey, and G. Debregeas. Experimental evidence of non-amontons behaviour at a multi-contact interface. *Europhysics Letters*, 83(3) :34003, 2008.
- [126] J. Schmittbuhl, A. Hansen, and G. G. Batrouni. Roughness of interfacial crack fronts : Stress-weighted percolation in the damage zone. *Physical Review Letters*, 90(4), 2003.
- [127] J. Schmittbuhl and K. J. Måløy. Direct observation of a self-affine crack propagation. *Physical Review Letters*, 78(20) :3888–3891, 1997.
- [128] J. Schmittbuhl, S. Roux, J. P. Vilotte, and K. J. Måløy. Interfacial crack pinning - effect of nonlocal interactions. *Physical Review Letters*, 74(10) :1787–1790, 1995.
- [129] J. Schmittbuhl, J. P. Vilotte, and S. Roux. Reliability of self-affine measurements. *Physical Review E*, 51(1) :131–147, 1995.
- [130] H. Q. She, D. Malotky, and M. K. Chaudhury. Estimation of adhesion hysteresis at polymer/oxide interfaces using rolling contact mechanics. *Langmuir*, 14(11) :3090–3100, 1998.
- [131] X. D. Shi, M. P. Brenner, and S. R. Nagel. A cascade of structure in a drop falling from a faucet. *Science*, 265(5169) :219–222, 1994.
- [132] K. R. Shull. Contact mechanics and the adhesion of soft solids. *Materials Science & Engineering R-Reports*, 36(1) :1–45, January 2002.
- [133] P. Silberzan, S. Perutz, E.J. Kramer, and M.K. Chaudhury. Study of the self-adhesion hysteresis of a siloxane elastomer using the jkr method. *Langmuir*, 10 :2466, 1994.
- [134] I.N. Sneddon. *Proc. R. Soc.*, 187 :229, 1946.
- [135] S. Suresh. *Fatigue of Materials*. Cambridge University Press, 1998.
- [136] L. Vanel, S. Ciliberto, P. P. Cortet, and S. Santucci. Time-dependent rupture and slow crack growth : elastic and viscoplastic dynamics. *Journal of Physics D-applied Physics*, 42(21) :214007, November 2009.
- [137] Emilie Verneuil. *Ecoulements et adhésion : rôle des microstructurations*. PhD thesis, Université Paris 6, 2005.
- [138] W. Weibull. *A Statistical theory of the strength of materials*. G. litografiska anstalts förlag, Stockholm, 1939.
- [139] H.M. Westergaard. Bearing pressures and cracks. *Journal of Applied Mechanics, Transactions ASME*, 61 :A49–A53, 1939.
- [140] S. Wiederhorn. *Environment sensitive mechanical behaviour*. Gordon and Breach, New-York, 1966.

- [141] M. Williams. On the stress distribution at the base of a stationary crack. *Journal of Applied Mechanics*, 24 :109–114, 1957.
- [142] A. Zehnder. Lecture notes on fracture mechanics. <http://ecommons.library.cornell.edu/handle/1813/3075>.

Abstract

Interfaces (wetting fronts, cracks, magnetic domain walls, etc ...) which propagate in a heterogeneous environment exhibit morphological and dynamical properties whose understanding is still imperfect. To address this problem, we designed an experiment where a crack front propagates at the interface of a glass slide and an elastomer, the PDMS. The slide is coated with a nanometer thick chromium layer with well defined areas where the glass surface outcrops. This chemical texturing of the substrate make the interface chemically heterogeneous by a spatial modulation of the fracture energy.

By performing relaxation experiments, the fracture energy of the PDMS-glass and PDMS-chromium interfaces are measured. The processes occurring in the dissipation zone are characterized and an equation of motion of the crack is proposed.

We then characterize the static and dynamic response of the front for simple heterogeneities. In the case of small crack front deformation, a good agreement with the elasticity front introduced by Gao *et al.* is achieved. We study in detail the effects of high fracture energy contrasts on the front shape. In particular, this regime exhibits filamentation, a process which we characterize the dynamics. Preliminary results on the relaxation of the deformation are also presented.

Finally, we present a statistical study of the front when it propagates in an interface where a large number of glass patterns are randomly deposited. We are interested, first, in the local fluctuations of the crack front position as a fonction of time and, secondly, in the roughness of the front.

Keywords : fracture, adhesion, filamentation, viscoelastic rupture, elastic instability, heterogeneous materials, crack front

Résumé

Les interfaces (fronts de mouillage, fissures, etc...) se propageant dans un milieu hétérogène présentent des propriétés morphologiques et dynamiques dont la compréhension reste encore imparfaite.

Nous avons monté une expérience de pelage où un front de fissure se propage à l'interface d'une lame de verre et d'un élastomère, le PDMS. La lame, préalablement recouverte d'une couche nanométrique de chrome, présente des zones bien définies où la surface de verre affleure. L'interface est ainsi rendue hétérogène par une modulation spatiale de l'énergie de fracture. L'utilisation des techniques de lithographie optique permet un très grand contrôle de la taille et la répartition des hétérogénéités.

En réalisant des expériences de relaxation, les énergies de fracture des interfaces PDMS-Verre et PDMS-chrome sont mesurées. Les processus dissipatifs sont caractérisés et une équation du mouvement de la fissure est proposée.

Nous caractérisons ensuite la réponse statique et dynamique du front vis-à-vis d'hétérogénéités élémentaires. Dans le cas de faible déformation, un bon accord avec l'élasticité de front introduite par Gao et al. est trouvé. Nous étudions, en détail, les effets de forts contrastes de fracture sur la forme du front. En particulier, il apparaît dans ce régime, un processus de filamentation dont nous caractérisons la dynamique. Des résultats préliminaires sur la relaxation de la déformation sont aussi présentés.

Enfin une étude statistique du front se propageant dans une interface où un grand nombre de motifs de verre ont été répartis aléatoirement est présentée. Les fluctuations locales de la position du front en fonction du temps ainsi que la rugosité du front sont également traitées.

Mots clés : fracture, adhésion, filamentation, rupture viscoélastique, instabilité élastique, matériaux hétérogènes, front de fissure