

MEDIDA DE LA VELOCIDAD DE PROPAGACIÓN DE GRIETAS EN SILICIO MONOCRISTALINO

S. Chocron, F. Gálvez, M. Elices

Universidad Politécnica de Madrid
Departamento de Ciencia de Materiales
E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos. c/ Prof. Aranguren s/n, 28040 Madrid

Resumen. El objetivo de la presente investigación es hallar la variación de la velocidad de propagación de grieta en silicio monocristalino en función de la energía disponible en la punta de la grieta. El trabajo presentado en este artículo consiste en duplicar los experimentos realizados por el grupo del profesor M. Marder, de la Universidad de Tejas en Austin, como un primer paso hacia experimentos más elaborados y complicados que diluciden los mecanismos íntimos que, a escala microscópica, provocan el arranque y la bifurcación de grietas. Estos experimentos también servirán para contrastar los modelos analíticos y de dinámica molecular que se desarrollan en la actualidad y que se encuentran con grandes dificultades a la hora de estimar las fuerzas interatómicas.

Abstract. The objective of this research is to find the crack propagation velocity in a single crystal of Silicon as a function of the energy available in the crack tip. The work presented in this paper consists in duplicating the tests performed by Professor M. Marder and his group of the University of Texas at Austin, as a first step to go for more complicated and elaborated ones that would elucidate the microscopic scale mechanisms responsible for crack propagation and bifurcation. These experiments will also be used to check the analytical and molecular dynamics models now being developed with great troubles when trying to estimate interatomic forces.

1. INTRODUCCIÓN

El estudio teórico del comportamiento a fractura de los materiales se puede plantear desde varios puntos de vista. El más usual en el campo de la ingeniería es considerar la materia como un medio continuo caracterizado por su ecuación constitutiva y criterio de rotura o fractura. La investigación en propagación de grietas dentro del marco de la mecánica de medios continuos ha sido muy exitosa, pero de momento no ha logrado responder a ciertas preguntas fundamentales como por qué razón y en qué momento las grietas se bifurcan o por qué parece haber ciertas velocidades de propagación de grieta “prohibidas” [1]. Desde mediados de los años 1980 se está intentando responder a este tipo de preguntas desde un segundo punto de vista: la simulación del proceso de fractura a escala atómica. En estas simulaciones se parte de potenciales interatómicos conocidos y se intenta reproducir el comportamiento a fractura medido en el laboratorio.

Por supuesto, al ser modelos atómicos, la simulación necesita cantidades enormes de memoria y tiempo de proceso por lo que es crítico seleccionar un ensayo que sea a la vez factible numérica y experimentalmente y que permita contrastar los potenciales interatómicos conocidos. La selección del silicio monocristalino para los ensayos parte de esa idea: es una red ordenada fácil de reproducir numéricamente, con una treintena de

potenciales interatómicos publicados y un material muy barato por ser muy común en la industria de la electrónica. Una de las formas de comprobar si dichos potenciales describen correctamente el comportamiento mecánico hasta fractura del material es predecir con ellos la velocidad de propagación de grieta en función de la carga aplicada para compararla con la experimental.

Este artículo se centra en el método experimental de la determinación de la velocidad de propagación de grieta en el silicio monocristalino, así como en la comparación de los resultados obtenidos con los resultados del grupo de investigación de la Universidad de Tejas en Austin [2]. Estas medidas son un primer paso que espera ampliarse con la medida de la velocidad de propagación a bajas y altas temperaturas (-100 C y 500 C).

2. DISPOSITIVO EXPERIMENTAL

2.1 Obleas de Silicio Monocristalino

Las obleas de Silicio tienen la gran ventaja de ser una red bastante perfecta con estructura de diamante y con una densidad de dislocaciones bajísima gracias al crecimiento epitaxial. Las obleas seleccionadas están dopadas con Boro y son de tipo p {100}. El espesor está entre las 500 y las 550 μm y la resistividad es de 0.005

a 0.20 Ω cm. El diámetro es de 10 cm. El proveedor fue Silicon Quest Int'l.

2.2 Entalla y pregrieta

Durante el ensayo de medida de velocidad la grieta se hace crecer en un plano del tipo $\{110\}$, uno de los planos de clivaje del silicio. Para forzar la propagación en dicho plano se entalla previamente la probeta con hilo de diamante de 0.13 mm de diámetro. Después se somete la probeta a choque térmico bañándola alternativamente en agua a 97 C y a 0 C. Así se consigue una pregrieta de unos 3 cm con un radio en fondo de grieta de tamaño prácticamente atómico.

2.3 Sujeción de la probeta

Una vez que la probeta está preagrietada cualquier pequeño golpe o fuerza puede disparar la grieta, bastaría con desplazar las caras de la grieta 1 μ m. Para evitar que esto ocurra durante los ensayos la oblea de silicio se pega con cianoacrilato de curado lento (Loctite 480) a un marco muy rígido de acero (ver Figura 1).

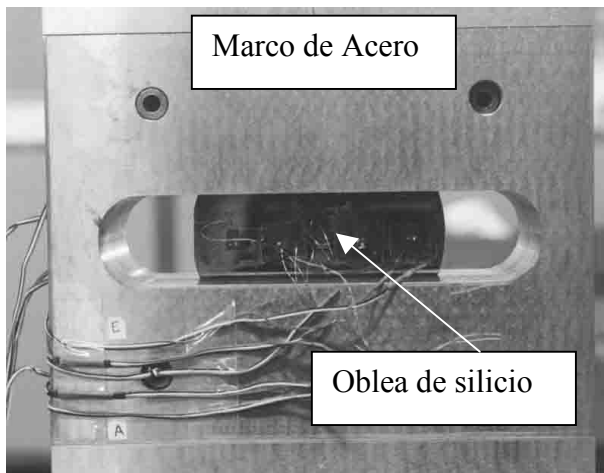


Figura 1: Oblea de silicio en el marco de acero. La oblea está instrumentada para calibración de fuerza.

Durante el ensayo la carga de la máquina hidráulica se transmite a la oblea a través del marco y el pegamento, siendo la fuerza neta que soporta la oblea muy pequeña frente a la que soporta el marco.

El ensayo equivale por tanto a un desplazamiento constante en los bordes de arriba y abajo aplicado sobre una probeta DCB, ver Figura 2. El factor de intensidad de tensiones vale, supuesta la oblea infinitamente larga [3]:

$$K_I = \frac{E u}{\sqrt{(1-\nu^2)} H} \quad (1)$$

Donde $E = 168.9$ GPa es el módulo elástico del silicio, $\nu = 0.272$ es su coeficiente de Poisson, u el desplazamiento al que se somete cada una de las caras de la oblea y H la mitad del espesor de la oblea.

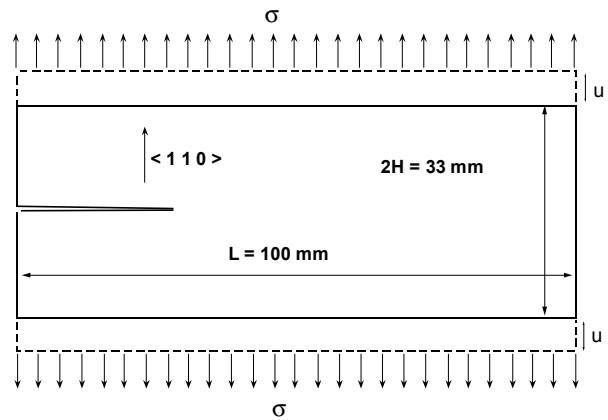


Figura 2: Esquema del ensayo

3. ENSAYOS DE CALIBRACIÓN

3.1 Calibración de Fuerza

La Figura 1 muestra una oblea de silicio durante el ensayo de calibración de fuerza. Este ensayo consiste en instrumentar la oblea de silicio, *sin grieta*, con 5 bandas extensométricas en su línea media. Registrando la fuerza en función de la deformación se consigue la curva de la Figura 3 que muestra el promedio de lecturas obtenido con cada una de las bandas, así como la aproximación lineal de dicho promedio. Dicha curva permite obtener también la distancia que se separan las caras de arriba y de abajo en función de la fuerza sin más que multiplicar la deformación por la distancia entre las caras (33 mm). Cuando los ensayos son *con grieta*, por ejemplo para medir la velocidad de propagación de la grieta, la curva de la Figura 3 sigue siendo válida ya que la presencia de la oblea no cambia el comportamiento del marco al ser este muy robusto (espesor total del marco 76 mm). Así la fuerza medida durante el ensayo permite en cada instante conocer el desplazamiento relativo de las caras del marco o lo que es lo mismo la K_I (o G_I , energía disponible en la punta de la grieta).

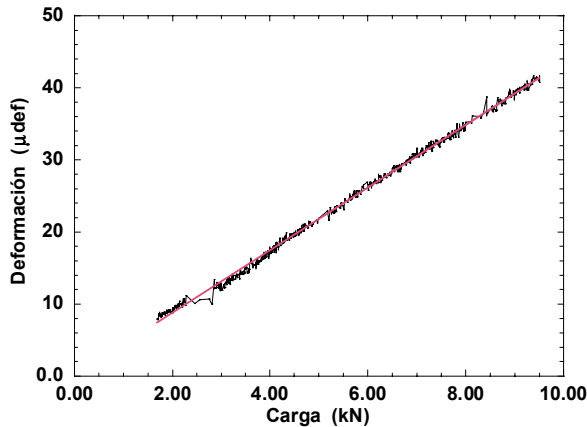


Figura 3: Curva de calibración de fuerza

3.2 Medida de K_{IC}

Se realizaron tres medidas de K_I crítica, para comparar los resultados obtenidos con la literatura. Se obtuvieron valores entre 0.6 y 1.1 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$, mientras que en la literatura [2] figuran valores entre 0.7 y 1.1 $\text{MPa}\cdot\text{m}^{0.5}$. Es imposible distinguir el momento de la rotura de la oblea de Silicio en el registro carga-desplazamiento. La carga no baja en el momento de la rotura ya que la mayor parte de la carga está siendo soportada por el marco y no por la propia oblea. La medida de K_{IC} es por tanto aproximada: la rotura se detecta por el ruido producido por la grieta en su propagación.

3.3 Calibración de Resistencia

La medida de la velocidad de grieta se hace indirectamente a través de la variación de la resistencia eléctrica de la oblea de silicio. Se evaporaron dos contactos de aluminio de 500 nm de espesor sobre la oblea de silicio, ver Figura 4.

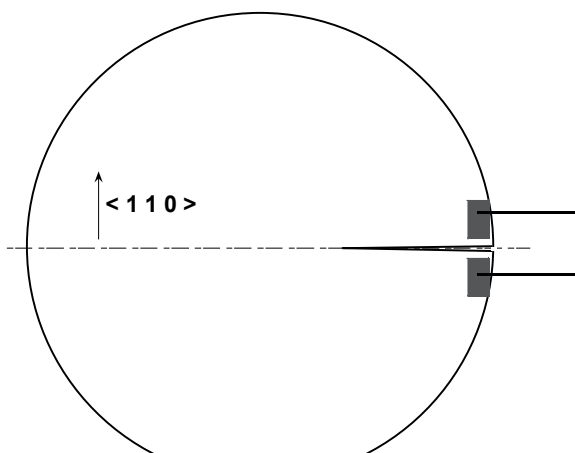


Figura 4: Oblea de silicio con grieta y contactos

Los contactos permiten conectar la oblea a una rama de un puente de Wheatstone (Figura 5) así, a medida que crece la longitud de la grieta durante el ensayo, la resistencia de la oblea al paso de corriente será mayor y el puente dará una salida que, grabada en un osciloscopio de alta velocidad, permite medir la velocidad de la grieta.

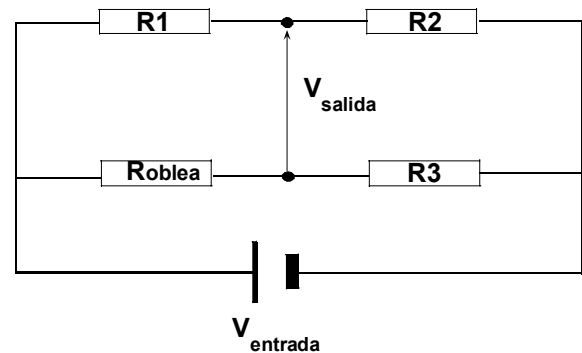


Figura 5: Puente de Wheatstone usado durante la calibración de resistencia y la medida de velocidad.

Previamente a los ensayos es necesario realizar una calibración de la resistencia de la oblea en función de la longitud de grieta. La calibración permite asignar a cada voltaje de salida una longitud de grieta. En este trabajo se usaron $R_1=10\ \Omega$, $R_2=470\ \Omega$, $R_3=470\ \Omega$, $V_{\text{entrada}}=12\ \text{V}$. La entalla de calibrado se realizó con hilo de diamante de $0.13\ \mu\text{m}$, midiendo, a medida que se cortaba la oblea, la salida en el puente. La curva de calibración obtenida se presenta en la Figura 6. Se observa que hasta longitudes de grieta de 90 mm, el 90% del diámetro de la oblea, la variación de V_{salida} es suficiente para estimar la longitud de la grieta.

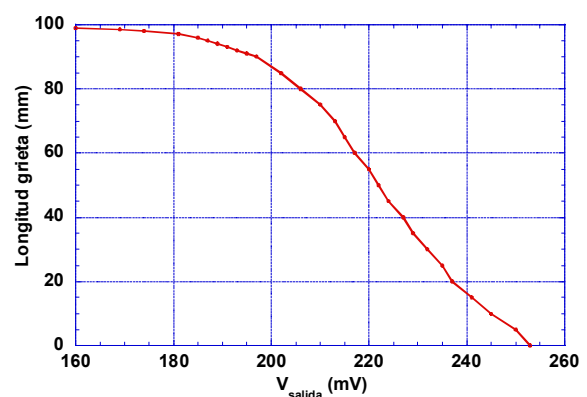


Figura 6: Calibración de la longitud de la grieta en función de la salida del puente de Wheatstone.

4. RESULTADOS

Se realizaron cinco ensayos, cargando el marco y la probeta en control de posición a una velocidad de 0.1 mm/min en una máquina Instron 1275, con una célula de carga de 25 kN. El control del disparo se hizo con la señal de la derivada analógica, ya que el osciloscopio no tenía suficiente sensibilidad para disparar el trigger con la salida directa del puente. El ruido ambiente registrado por el osciloscopio complicó muchísimo los ensayos: el “trigger”, responsable de poner en marcha la grabación de la variación de tensión en el puente de Wheatstone, se disparaba a destiempo durante el ensayo. En consecuencia de los cinco ensayos sólo se consiguió una medida de la velocidad de la grieta. El registro del osciloscopio puede observarse en la Figura 7. El osciloscopio se utilizó al límite de sus posibilidades: 4 datos por microsegundo (100 μ s por división). La curva de la Figura 7 tiene por tanto 4000 puntos en dirección horizontal y 250 píxeles en resolución vertical (100 mV por división, 1 división = 25 píxeles). De todo el registro obtenido sólo interesa una pequeña parte de la curva que es el codo que va de 460 a 500 μ s, donde la resistencia del oblea está variando con el tiempo. A partir de los 505 μ s la oblea está completamente fracturada y su resistencia se hace infinito, correspondiente a la recta horizontal que va desde los 505 μ s hasta los 1000 μ s.

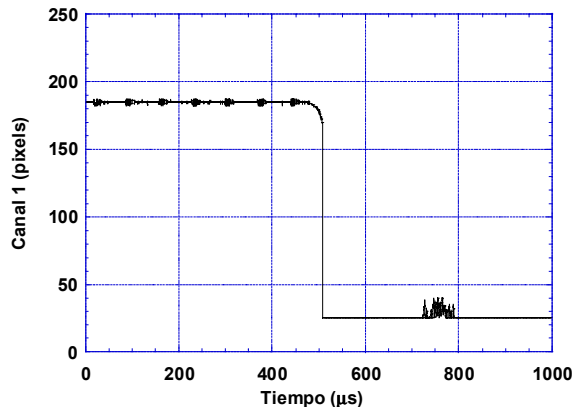


Figura 7: Registro del Canal 1 del osciloscopio durante el ensayo válido

No se muestra el registro del Canal 2 debido a que el ruido hace este registro totalmente inútil, salvo para disparar el “trigger”.

Usando la curva de calibración de la Figura 6 podemos obtener la longitud de grieta en función del tiempo, como se muestra en la Figura 8. En ella se observa que la grieta se inicia alrededor de los 475 μ s. La pendiente de la curva va aumentando, o lo que es lo mismo la grieta se va acelerando hasta los 490 μ s (60 mm de grieta). A partir de este momento la grieta se está

propagando a velocidad constante durante 10 o 15 μ s, es decir, un estado estacionario a una velocidad de 2.2 km/s, que es la velocidad de propagación estacionaria objeto de esta investigación. La rotura en este ensayo se produjo a una carga de 9 kN que aproximadamente, a partir de la Figura 3, significa una energía disponible en la punta de la grieta de $G_I = 6 \text{ J/m}^2$, un resultado muy similar al encontrado por el equipo del profesor M. Marder, como se puede ver en la Figura 9. Dicha Figura muestra tanto los datos obtenidos como el error en los mismos mediante una envolvente superior y otra inferior. Es de destacar que la reproducibilidad y el error en los datos es bastante grande, debido al ruido y a los errores debidos a la digitalización del osciloscopio.

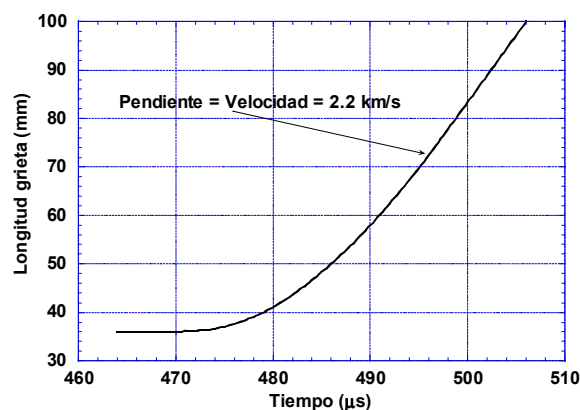


Figura 8: Curva longitud de grieta en función del tiempo.

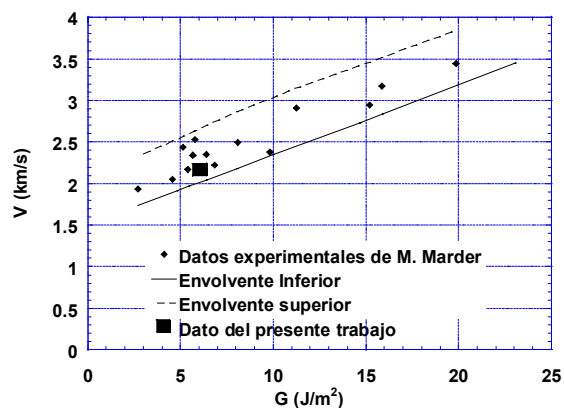


Figura 9: Datos experimentales conseguidos por el equipo de M. Marder, y dato conseguido en este trabajo.

5. CONCLUSIONES

En este trabajo se han duplicado en parte los ensayos realizados por el grupo del profesor M. Marder de la Universidad de Tejas en Austin. Se han encontrado grandes dificultades a la hora de “cazar” la grieta durante su propagación. Estas dificultades serán

superadas con el uso de un osciloscopio más sofisticado y moderno.

Se espera que estos ensayos clarifiquen si realmente existe una velocidad mínima como parecen indicar los datos experimentales de la Figura 9. En efecto obsérvese que no se consiguen propagar grietas a velocidades menores de 2 km/s. Este fenómeno se conoce en la literatura como un “gap”: la velocidad de propagación salta de 0 a 2 km/s de forma discontinua. Hasta ahora el “gap” sólo ha conseguido justificarse parcialmente mediante modelos discretos (analíticos y numéricos, ver [1]). Pero es posible que el “gap” provenga de otro tipo de efectos, o que desaparezca a bajas o altas temperaturas. En un futuro próximo está previsto hacer más ensayos, tanto a temperatura ambiente como a bajas y altas temperaturas que permitan descartar que el “gap” es de origen térmico, como parecen indicar los modelos numéricos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen la ayuda, colaboración y aprecio del profesor Michael Marder y de su colaborador Robert Deegan del grupo de Dinámica No Lineal de la Universidad de Tejas en Austin.

También agradecemos la ayuda del profesor Enrique Calleja de la E.T.S.I. Telecomunicaciones de la UPM por permitirnos utilizar sus instalaciones para la evaporación de los contactos de aluminio. Gracias también a Alicia Fraile por realizar esas evaporaciones para nosotros.

REFERENCIAS

-
1. D. Holland, M. Marder, Cracks and Atoms, *Advanced Materials*, **11**, N. 10, 1999
 2. Jens Andreas Hauch, Dynamic Fracture in Brittle Materials, Ph.D. Thesis, The University of Texas at Austin, Dec 1998
 3. M. Elices, Mecánica de la Fractura Aplicada a Sólidos Elásticos Bidimensionales, Publicaciones de la E.T.S.I. Caminos, Canales y Puertos, 1998