

Mécanique de la rupture dans les cristaux fonctionnels

par

Wala eddine GUETTOUCHE

MÉMOIRE PAR ARTICLE PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE
SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE LA
MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE DE LA MÉCANIQUE
M. Sc. A.

MONTRÉAL, LE 13 MARS 2025

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Wala eddine GUETTOUCHE, 2025



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY
CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ
PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Ricardo J. Zednik, directeur de mémoire
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Lucas Hof, président du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Mohammad Jahazi, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 11 MARS 2025

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens tout d'abord à exprimer ma profonde gratitude à Professeur Ricardo J. Zednik, mon encadrant, pour son accompagnement tout au long de ce projet. Son expertise et ses précieux conseils ont été essentiels à l'aboutissement de ce travail. Je le remercie également de m'avoir donné l'opportunité de vivre cette belle expérience, qui m'a permis d'enrichir mes connaissances scientifiques et de gagner en autonomie.

Je souhaite également remercier les membres du laboratoire PULÉTS, ainsi que le Professeur Bélanger. Les échanges et les moments partagés avec eux ont permis de créer une ambiance de travail agréable et motivante.

Je remercie aussi l'ÉTS pour l'environnement académique enrichissant qu'elle offre, propice à l'apprentissage et à la recherche, ainsi que le Conseil de recherches en sciences naturelles et en génie du Canada (CRSNG) pour le financement accordé, qui a permis la réalisation de cette recherche.

Enfin, je souhaite exprimer ma reconnaissance infinie à mes parents et à ma famille pour leur soutien inconditionnel, leur patience et leurs encouragements constants. Leur présence et leur confiance en moi ont été une source précieuse de motivation tout au long de ce parcours.

Mécanique de la rupture dans les cristaux fonctionnels

Wala eddine GUETTOUCHE

RÉSUMÉ

Le silicium, matériau semi-conducteur, est au cœur des avancées technologiques modernes, notamment dans les domaines de l'électronique, des MEMS (systèmes micro-électromécaniques) et des cellules solaires. Sa structure cristalline et ses propriétés mécaniques en font un matériau de choix pour de nombreuses applications. Cependant, sa fragilité intrinsèque et sa sensibilité à la propagation des fissures posent des défis majeurs, en particulier dans des conditions opérationnelles exigeantes où les contraintes thermiques et mécaniques peuvent compromettre la fiabilité des dispositifs. Comprendre les mécanismes de rupture du silicium, en particulier sous l'effet du dopage et de la température, est donc essentiel pour améliorer la durabilité et la performance des composants électroniques.

Cette étude explore le comportement de la rupture anisotrope du silicium monocristallin dopé au bore en fonction de la température et de l'orientation cristallographique. À l'aide d'essais d'indentation Vickers réalisés entre 25°C et 90°C, nous analysons l'évolution de la ténacité à la rupture, de l'énergie de fracture et de la dureté. Les résultats mettent en évidence une forte anisotropie, avec une énergie de rupture maximale dans l'orientation [100] et minimale dans l'orientation [110], suggérant une propagation préférentielle des fissures dans cette dernière direction. Par ailleurs, l'augmentation de la température entraîne une diminution progressive des propriétés mécaniques.

Dans ce travail, le silicium dopé au bore présente un comportement de fracture distinct de celui du silicium non dopé. Contrairement aux observations précédentes sur le silicium pur, où la ténacité à la fracture augmente avec la température en raison de l'activation des dislocations, nos résultats suggèrent que le dopage au bore limite la mobilité des dislocations et contribue ainsi à la réduction de l'énergie de fracture à température élevée.

Ces résultats sont essentiels pour la conception et la durabilité des composants électroniques en silicium. Toutefois, des recherches complémentaires sont nécessaires pour mieux comprendre les effets des dopants sur la fracture du silicium, en intégrant autres méthodes d'analyses.

Mots-clés: Mécanique de la rupture, silicium, énergie de la rupture, indentation Vickers, anisotropie

Fracture mechanics in functional crystals

Wala eddine GUETTOUCHE

ABSTRACT

Silicon, a semiconductor material, is at the core of modern technological advancements, particularly in electronics, microelectromechanical systems (MEMS), and solar cells. Its crystalline structure and mechanical properties make it a material of choice for numerous applications. However, its intrinsic brittleness and sensitivity to crack propagation pose significant challenges, especially under demanding operational conditions where thermal and mechanical stresses can compromise device reliability. Understanding the fracture mechanisms of silicon, particularly under the influence of doping and temperature, is therefore crucial for improving the durability and performance of electronic components.

This study investigates the anisotropic fracture behavior of boron-doped single-crystal silicon as a function of temperature and crystallographic orientation. Using Vickers indentation tests conducted between 25°C and 90°C, we analyze the evolution of fracture toughness, fracture energy, and hardness. The results highlight strong anisotropy, with maximum fracture energy in the [100] orientation and a minimum in the [110] orientation, suggesting preferential crack propagation in the latter direction. Additionally, increasing temperature leads to a progressive decrease in mechanical properties.

In this study, boron-doped silicon exhibits a distinct fracture behavior compared to undoped silicon. Unlike previous observations on pure silicon, where fracture toughness increases with temperature due to dislocation activation, our results suggest that boron doping limits dislocation mobility and thereby contributes to the reduction of fracture energy at elevated temperatures.

These findings are essential for the design and durability of silicon-based electronic components. However, further research is needed to better understand the effects of dopants on silicon fracture by integrating additional analytical methods.

Keywords: Fracture Mechanics, Silicon, Fracture Energy, Vickers Indentation, Anisotropy

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LITTÉRATURE	3
1.1 Généralités	3
1.1.1 Les matériaux fonctionnels	3
1.1.2 Silicium	4
1.1.2.1 La structure cristalline.....	5
1.1.2.2 Les propriétés élastiques	6
1.2 Approche de la mécanique de la rupture.....	8
1.2.1 Modes de propagation d'une fissure.....	9
1.2.2 Une vue atomique de la rupture	10
1.2.3 Hypothèses de Griffith.....	11
1.2.4 Facteur d'intensité des contraintes et taux de libération d'énergie	13
1.3 Mécanique de la rupture dans les matériaux anisotropes :	15
1.4 Mesure de la ténacité par indentation	15
1.5 La ténacité à rupture du silicium monocristallin.....	17
1.6 Facteurs influant sur la rupture du silicium	19
1.6.1 Température	20
1.6.2 Environnement.....	23
CHAPITRE 2 MÉTHODOLOGIE	27
2.1 Objectif global	27
2.2 L'approche	28
2.3 Supposition	28
2.4 Test et matériaux.....	28
2.5 Microscope VHX-7000.....	30
2.6 La relation entre la contrainte et la déformation dans le silicium.....	31
2.7 Solution analytique des contraintes à proximité de la pointe de fissure:	32
2.8 L'énergie de rupture théorique	34
CHAPITRE 3 ANISOTROPIC FRACTURE ENERGY OF P-TYPE SILICON USING MICROINDENTATION: INFLUENCE OF TEMPERATURE AND CRYSTALLOGRAPHIC ORIENTATION	35
3.1 ABSTRACT.....	35
3.2 Introduction.....	36
3.3 Materials and experimental method.....	38
3.4 Results and discussion	41
3.5 CONCLUSION.....	47
CONCLUSION.....	49
RECOMMANDATIONS	51

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES	53
Tableau 3.1 Measured fracture toughness and fracture energy in various orientations at 25°C, 50°C, and 90°C.....	44

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1 Dopage du Silicium : Différence entre les types n et p	4
Figure 1.2 Représentation schématique de la structure cristalline de silicium	5
Figure 1.3 Représentations orthogonales de la densité atomique des plans cristallins du silicium : {100}, {111} et {110}	6
Figure 1.4 Variation des constantes élastiques du silicium dans le plan (100) en fonction de l'orientation cristallographique : (a) Module de Young et (b) Coefficient de Poisson	7
Figure 1.5 Évolution du module de Young du silicium en fonction de la température et de l'orientation cristallographique	8
Figure 1.6 Modes de rupture	10
Figure 1.7 Énergie potentielle et force appliquée en fonction de la distance interatomique	12
Figure 1.8 Distribution des Champs de Contraintes aux abords du front de fissure	14
Figure 1.9 Schémas des mécanismes de fissuration sous indentation Vickers : (a) Fissures de Palmqvist et (b) Fissures médianes	17
Figure 1.10 Variation de la ténacité à la rupture du silicium monocristallin en fonction de la température	22
Figure 1.11 Morphologie de fracture à 60°C et 80°C	23
Figure 2.1 Image du micro-indenteur Clemex relié avec la plaque chauffante	29
Figure 2.2 Illustration schématique de la gaufrette de silicium (001) (a) Présentation de l'axe cristallographique [110] (b) Identification des différents plans cristallographiques	30
Figure 2.3 Microscope VHX-7000	31
Figure 3.1 Elastic constants of silicon in the (100) plane as a function of crystallographic orientation: (a) Young's Modulus and (b) Poisson's Ratio	41

Figure 3.2	Micrographs of Vickers indentations on single-crystal silicon at different temperatures (25°C, 50°C, 90°C) and orientations. The angle is between the $\langle 110 \rangle$ direction and the indenter diagonal. (a), (b), and (c): Indentations at $\theta=0^\circ$ and temperatures of 25°C, 50°C, and 90°C, respectively. (d), (e), and (f): Indentations at $\theta=45^\circ$ and temperatures of 25°C, 50°C, and 90°C, respectively.....	42
Figure 3.3	Orientation-dependent fracture energy of single-crystal silicon at various temperatures: the angle is measured between the $\langle 110 \rangle$ crystallographic direction and the indenter diagonal.....	43
Figure 3.4	Fracture energy variation with temperature for different crystallographic planes in SCS	46

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

σ_f	La contrainte à la rupture, MPa (Méga Pascal)
E_b	L'énergie de liaison, J (Joule)
σ_c	Contrainte cohésive. MPa (Méga Pascal)
E	Module de Young isotrope, GPa (Giga Pascal)
$G_1; G_{1c}$	Taux de libération d'énergie en mode I; Taux critique de libération d'énergie dynamique en mode I, J/m ² (Joule par unité de surface de fissure)
$K_1; K_{1c}$	Facteur d'intensité des contraintes mode I; Ténacité à la rupture en mode I, MPa√m (Mégapascal racine carrée de mètre)
σ_{ij}	Tenseur de la contrainte, MPa (Méga Pascal)
ε_{ij}	Tenseur des déformations
p	Charge appliquée lors de l'indentation, gf (gram-force)
H	Dureté, GPa (Giga Pascal)
a	Demi-longueur de la diagonale de l'empreinte, μm (micromètre)
c	Longueur de fissure depuis le centre de l'empreinte, μm (micromètre)
$\mu_1; \mu_2$	Solution par paire de racines non conjuguées de l'équation biharmonique
μ_j	La composante du champ de déplacement au voisinage du front de fissure
S_{ij}	Tenseur de souplesse, GPa ⁻¹ (1/ Giga Pascal)
$E_{\{hkl\}}^{(uvw)}$	Le module de Young directionnel, GPa (Giga Pascal)
$v_{\{hkl\}}^{\alpha\beta}$	Le coefficient de Poisson anisotrope
$\xi_{\{hkl\}}^{(uvw)}$	Module de Young anisotrope équivalent, GPa (Giga Pascal)

INTRODUCTION

Le développement technologique a profondément transformé notre quotidien en le rendant plus simple et plus efficace. Cependant, ces avancées n'auraient pas été possibles sans l'introduction de matériaux fonctionnels dans les processus de fabrication. Par exemple, le développement de l'intelligence artificielle repose largement sur l'évolution des processeurs, qui sont devenus plus rapides et plus performants grâce aux progrès réalisés dans les semi-conducteurs, un type de matériau fonctionnel.

Les matériaux fonctionnels trouvent des applications variées dans de nombreux domaines, tels que l'énergie, l'automobile, les télécommunications et la microélectronique. Leur fiabilité est un enjeu crucial, car elle conditionne la performance et la longévité des dispositifs dans lesquels ils sont intégrés. De plus, ces matériaux sont fréquemment soumis à des conditions de service sévères – températures extrêmes, charges cycliques, environnements corrosifs – qui peuvent entraîner l'initiation et la propagation de fissures. La rupture de ces matériaux peut entraîner des conséquences catastrophiques.

Traditionnellement, la mécanique de la rupture s'appuie sur des concepts tels que le facteur d'intensité de contrainte (K) et l'énergie de libération de fissure (G) pour prédire le comportement des matériaux. Cependant, bien que ces approches soient robustes pour les matériaux homogènes et isotropes, elles montrent leurs limites lorsqu'il s'agit de matériaux fonctionnels. Ces derniers présentent souvent une microstructure complexe, une anisotropie marquée et des propriétés mécaniques variables en fonction des conditions environnementales. Le silicium, par exemple, est un matériau clé dans les semi-conducteurs, mais son comportement mécanique est complexe et dépend fortement de sa structure cristalline et des conditions de sollicitation.

La problématique centrale de ce mémoire est de comprendre les mécanismes de rupture spécifiques aux matériaux fonctionnels, notamment le silicium. Pour ce faire, plusieurs questions de recherche seront abordées : Comment les propriétés microstructurales et les conditions de service affectent-elles leur comportement à la rupture ? Quelles sont les limites des modèles existants et comment peuvent-ils être adaptés ou améliorés pour mieux prédire la

rupture des matériaux fonctionnels ? Afin d'y répondre, une approche combinant analyses théoriques et expérimentations pratiques sera adoptée.

Cette étude revêt une importance particulière, car elle s'inscrit dans une démarche visant à relever les défis posés par la rupture des matériaux fonctionnels. En améliorant la compréhension des mécanismes de rupture de ces matériaux, il sera possible de concevoir des matériaux plus durables et plus sûrs, réduisant ainsi les risques de défaillance et les coûts associés. De plus, cette recherche contribuera à l'avancement des connaissances dans le domaine de la mécanique de la rupture.

CHAPITRE 1

REVUE DE LITTÉRATURE

1.1 Généralités

1.1.1 Les matériaux fonctionnels

Les matériaux fonctionnels, situés à l'intersection de la physique, de la chimie et de l'ingénierie des matériaux, constituent une classe innovante de substances conçues et optimisées pour répondre à des besoins technologiques avancés. Contrairement aux matériaux classiques, principalement sélectionnés pour leurs propriétés mécaniques, les matériaux fonctionnels se distinguent par leur capacité à réagir à des stimuli externes (champs électriques, magnétiques, lumière, température, etc.) par des modifications réversibles de leurs propriétés.

Ces matériaux se caractérisent également par leur aptitude à interagir activement avec leur environnement ou à remplir des fonctions spécifiques, telles que la conduction électrique ou thermique, la réponse magnétique, la piézoélectricité, la luminescence, ou encore la mémoire de forme. Grâce à ces propriétés uniques, ils trouvent des applications dans des domaines variés, tels que l'électronique, la nanotechnologie, l'énergie, la médecine et l'environnement. Les semi-conducteurs représentent l'une des catégories les plus importantes de matériaux fonctionnels, jouant un rôle clé dans l'évolution technologique des dernières décennies. Leur particularité réside dans leurs propriétés électriques, qui se situent entre celles des conducteurs et des isolants. Ces matériaux sont essentiels pour le bon fonctionnement des dispositifs électroniques modernes, tels que les transistors, les circuits intégrés, les diodes et les capteurs. Parmi les matériaux semi-conducteurs, le silicium (Si) est le plus couramment utilisé dans l'industrie, en raison de sa grande disponibilité ainsi que de ses caractéristiques électroniques et mécaniques.

Pour améliorer ses propriétés de conductivité et ses caractéristiques électroniques, le silicium est soumis à un procédé de dopage, consistant à introduire de petites quantités d'impuretés

dans le matériau. Ce processus est essentiel pour la fabrication de composants électroniques tels que les transistors et les diodes, car il permet de moduler la concentration d'électrons ou de trous, ajustant ainsi la conductivité du silicium. Par exemple, l'ajout de phosphore dans le silicium génère un excédent d'électrons, formant un matériau de type n (chargé négativement), tandis que l'introduction de bore crée un excédent de trous, produisant un matériau de type p (chargé positivement). L'association de ces deux types de dopage permet la formation de jonctions p-n, cruciales pour le fonctionnement de nombreux dispositifs électroniques modernes. Figure 1.1 illustre la différence entre les types n et p.

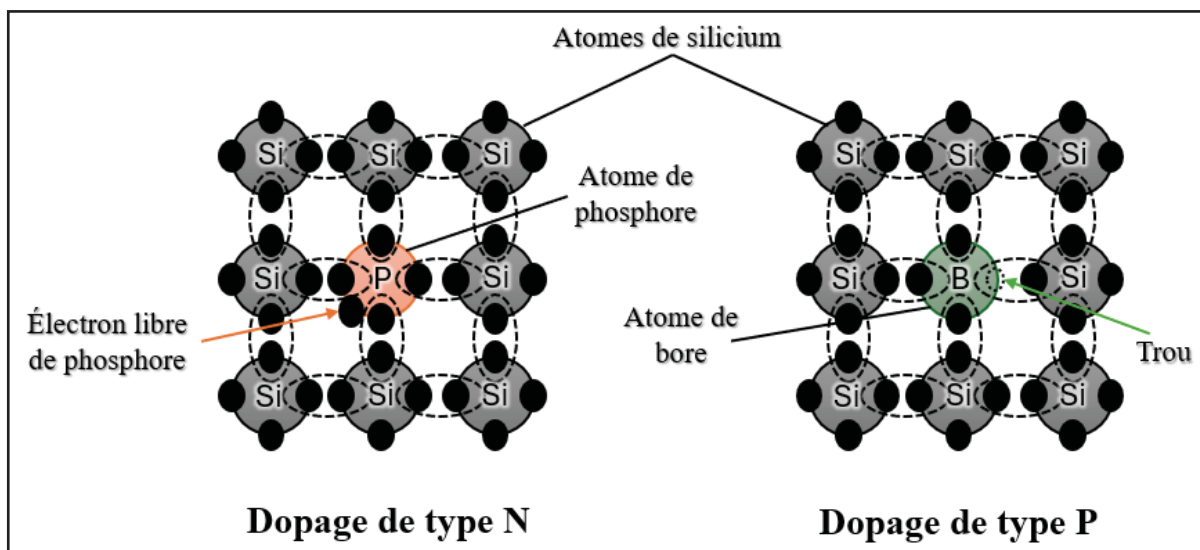


Figure 1.1 Dopage du Silicium : Différence entre les types n et p

1.1.2 Silicium

Le silicium (Si) est un matériau semi-conducteur du groupe IV qui joue un rôle crucial dans les avancées technologiques ayant façonné la vie moderne. Il représente environ 95 % de l'industrie des semi-conducteurs en raison de ses propriétés électriques et mécaniques, ainsi que de son coût abordable en tant que deuxième élément le plus abondant sur Terre après l'oxygène (Lee, 2018). Le silicium est largement utilisé dans diverses applications, notamment les MEMS (systèmes micro-électro-mécaniques) et les cellules solaires. Cette partie mettra en lumière la structure cristalline du silicium et les propriétés élastiques.

1.1.2.1 La structure cristalline

La structure cristalline du silicium joue un rôle fondamental dans la compréhension de ses propriétés électroniques et mécaniques. Cet élément semi-métallique du groupe 14 du tableau périodique adopte une structure cristalline de type diamant, caractérisée par un réseau cubique à faces centrées (CFC) avec un paramètre de maille de 0,54 nm (Emsley, 2001). Chaque maille élémentaire contient huit atomes, avec une base composée de deux atomes situés aux positions $[0\ 0\ 0]$ et $[\frac{1}{4}\ \frac{1}{4}\ \frac{1}{4}]$. Dans cette configuration, chaque atome de silicium forme des liaisons covalentes solides avec quatre voisins, assurant la stabilité et la rigidité du réseau (Kelly, 2000). La Figure 1.2 montre une représentation schématisée de la structure cristalline de silicium.

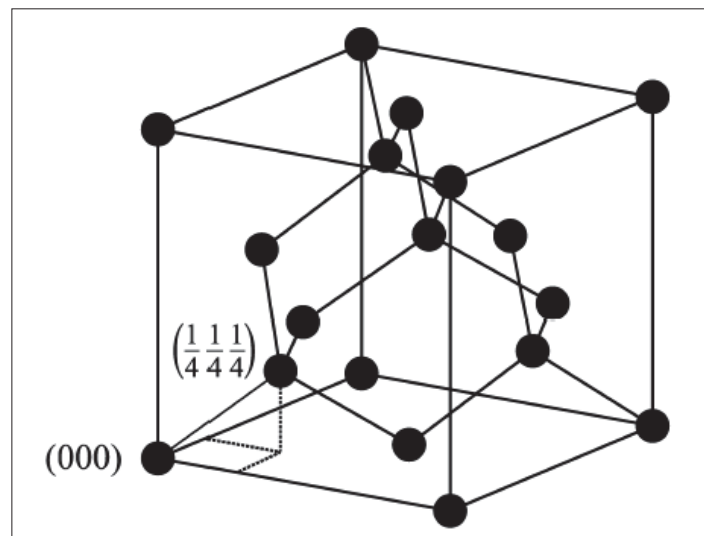


Figure 1.2 Représentation schématisée de la structure cristalline de silicium
Tiré des travaux de Bouffaron (2008)

Les dislocations glissent de préférence sur les plans de densité atomique élevée, comme les plans $\{111\}$, qui sont les plus compactés avec un espacement interatomique de 0,235 nm. Cette différence de densité entre les plans est illustrée dans la Figure 1.3, qui présente une vue orthogonale de plusieurs plans cristallographiques.

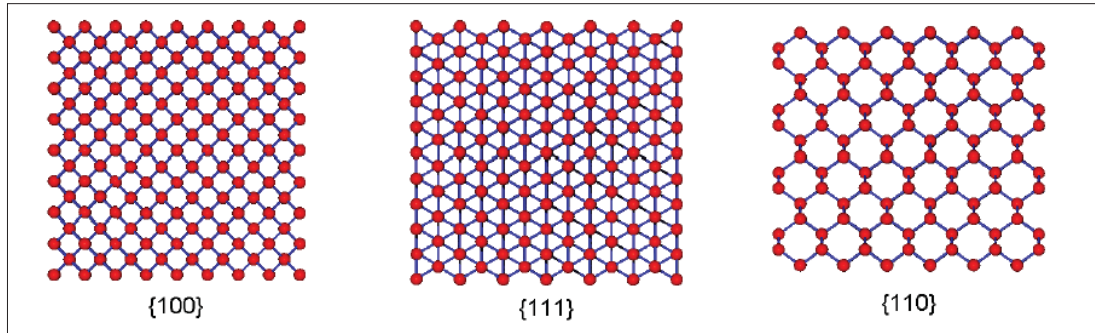


Figure 1.3 Représentations orthogonales de la densité atomique des plans cristallins du silicium : $\{100\}$, $\{111\}$ et $\{110\}$
Tiré des travaux de Bouffaron (2008)

1.1.2.2 Les propriétés élastiques

Le silicium monocristallin est un matériau anisotrope, ce qui signifie que ses propriétés mécaniques, comme le module de Young, le module de cisaillement et le coefficient de Poisson, varient selon l'orientation cristallographique. En raison de la symétrie cubique de son réseau cristallin de type diamant, les propriétés élastiques du silicium peuvent être décrites par trois constantes de souplesse indépendantes : $S_{11} = 0.767 \times 10^{-11} \text{Pa}^{-1}$, $S_{12} = -0.213 \times 10^{-11} \text{Pa}^{-1}$ et $S_{44} = 1.256 \times 10^{-11} \text{Pa}^{-1}$, mesurées pour la première fois par McSkimin et al. (1951). À partir de ces constantes, il est possible de calculer les propriétés élastiques pour des orientations cristallographiques arbitraires $\langle hkl \rangle$ en utilisant la loi de Hooke généralisée.

Le module de Young du silicium varie entre 130 et 188 GPa selon l'orientation cristallographique. Le coefficient de Poisson ν , présente également une anisotropie marquée, avec des valeurs comprises entre 0,048 et 0,40. La variation des propriétés élastiques du silicium dans le plan (100) illustrée par la Figure 1.4, montre que le module de Young atteint sa valeur maximale de 169 GPa dans la direction $\langle 110 \rangle$ et minimale de 130 GPa dans la direction $\langle 110 \rangle$. Le coefficient de Poisson présente un maximum de 0,28 dans la direction $\langle 100 \rangle$ et un minimum de 0,06 dans la direction $\langle 110 \rangle$.

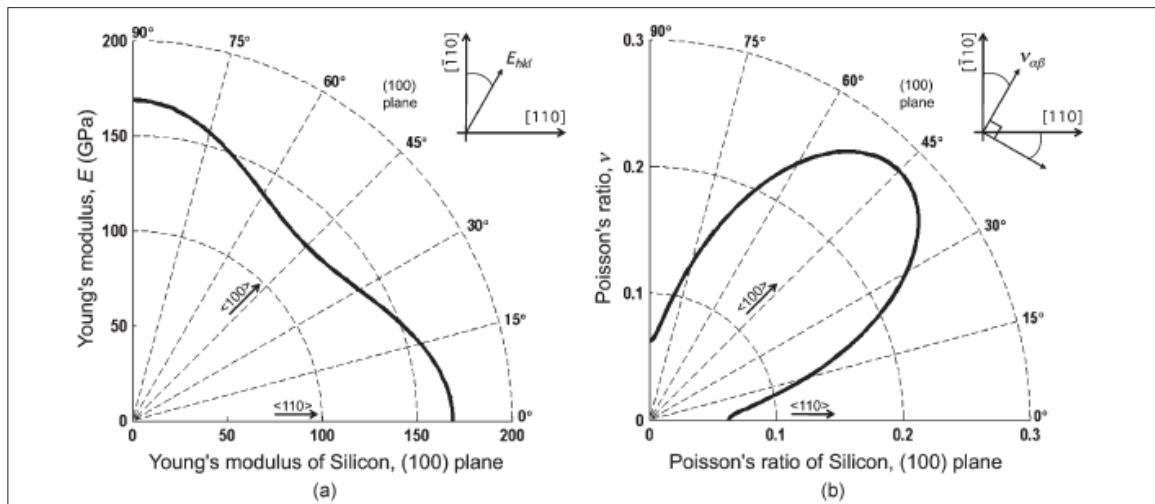


Figure 1.4 Variation des constantes élastiques du silicium dans le plan (100) en fonction de l'orientation cristallographique :
 (a) Module de Young et (b) Coefficient de Poisson
 Tiré des travaux de Hopcroft, Nix, & Kenny, 2010

Ces propriétés élastiques ne sont pas seulement dépendantes de l'orientation, mais également sensibles à des facteurs externes comme la température et le dopage. Par exemple, une augmentation de la température entraîne une diminution progressive du module de Young (Liu, 2021; Vanhellefont, Swarnakar, & Van Der Biest, 2014). La Figure 1.5 présente l'évolution du module de Young du silicium en fonction de la température pour différentes orientations cristallographiques. Concernant le dopage, une diminution de 1 à 3 % des propriétés élastiques est généralement observée pour des niveaux de dopage élevés, bien que cela soit souvent ignoré dans les calculs pour la conception des dispositifs en silicium (Hopcroft et al., 2010).

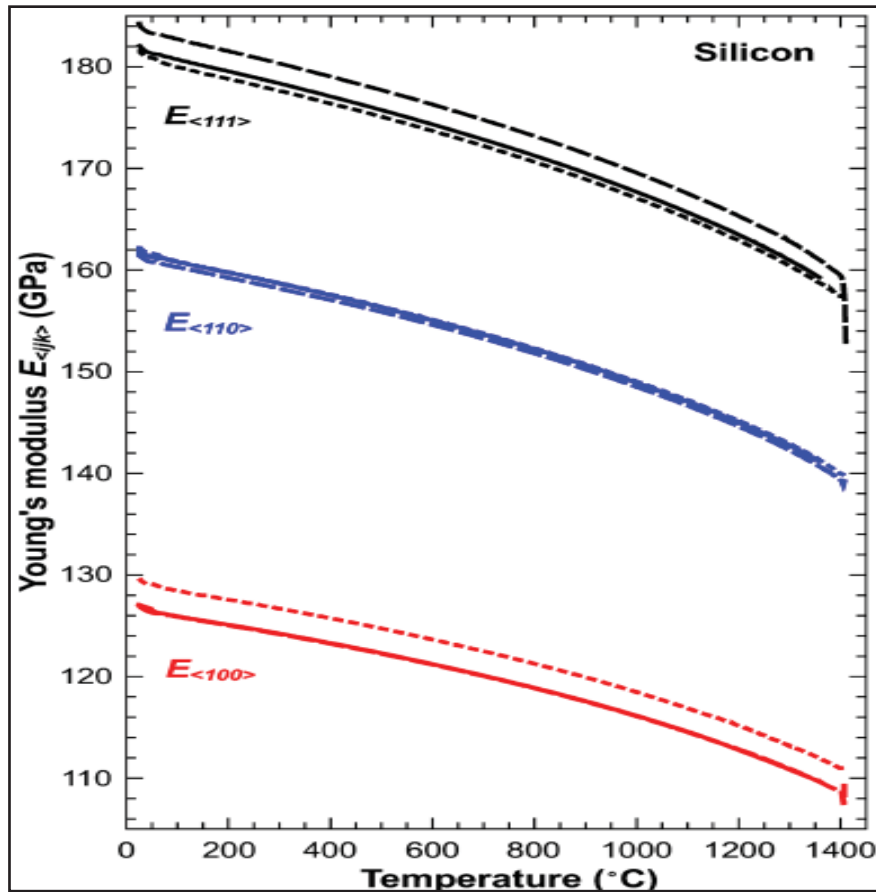


Figure 1.5 Évolution du module de Young du silicium en fonction de la température et de l'orientation cristallographique
Tiré des travaux de Vanhellemont, Swarnakar, & Van Der Biest, (2014)

1.2 Approche de la mécanique de la rupture

La mécanique de la rupture est une branche de la mécanique des matériaux qui étudie le comportement des solides en présence de fissures, contrairement aux théories traditionnelles qui supposent que le matériau est homogène et sans défaut. Cette branche s'intéresse à la réalité des imperfections et à leurs effets sur la résistance des matériaux. Elle cherche à expliquer les mécanismes de rupture, à comprendre les raisons pour lesquelles les matériaux cèdent, et à anticiper les conditions critiques menant à leur défaillance, en tenant compte des propriétés intrinsèques des matériaux et des contraintes environnementales.

Dans cette section, la rupture à l'échelle atomique sera abordée. La théorie de Griffith sera présentée, suivie d'une introduction aux paramètres d'intensité des contraintes, au concept de taux de libération d'énergie et à la mécanique de la rupture des matériaux anisotropes. Avant cela, les différents modes de chargement seront également explorés.

1.2.1 Modes de propagation d'une fissure

En mécanique des ruptures, la propagation des fissures est généralement classée en trois modes distincts, illustrés à la Figure 1.6.

Le mode I, ou mode d'ouverture normale, correspond à une séparation des faces de la fissure perpendiculairement à son plan. Ce mode, le plus couramment étudié, intervient souvent dans les applications pratiques.

Le mode II, appelé mode de glissement plan, se produit lorsque des contraintes de cisaillement agissent parallèlement au plan de la fissure et perpendiculairement au front de fissure, provoquant un glissement dans le plan.

Le mode III, ou mode de glissement anti-plan, est caractérisé par des contraintes de cisaillement hors du plan, entraînant un glissement relatif des faces de la fissure parallèlement au front de fissure.

Dans les situations réelles, les fissures ne se propagent que rarement selon un mode pur. Elles sont généralement soumises à une combinaison de deux ou trois modes de rupture.

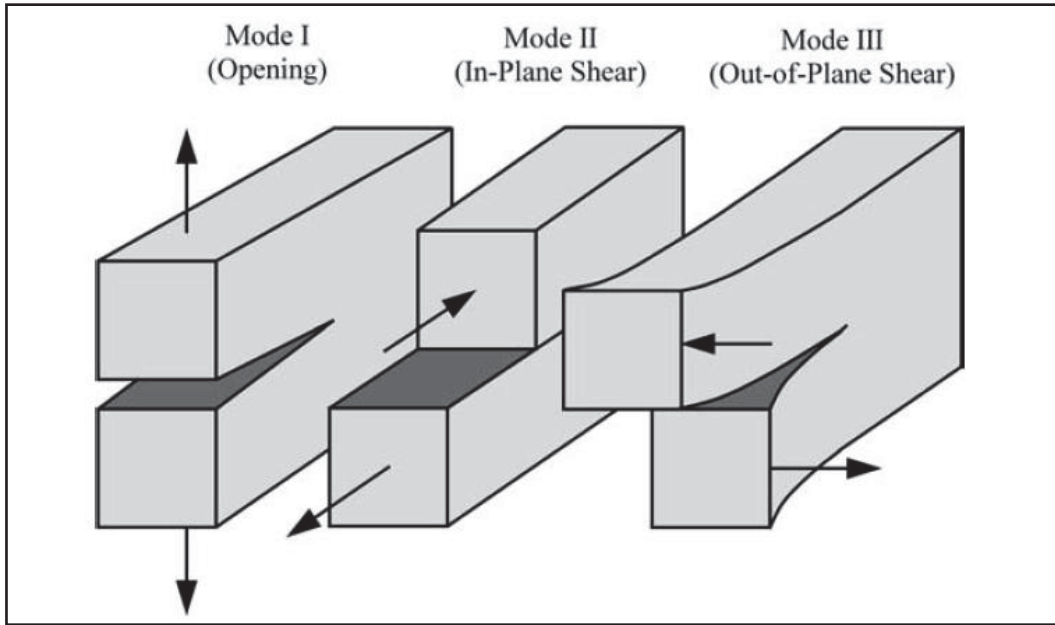


Figure 1.6 Modes de rupture
Tiré des travaux Anderson (2005, p. 43)

1.2.2 Une vue atomique de la rupture

À l'équilibre, les atomes dans un matériau sont séparés par une distance caractéristique x_0 , où les forces attractives et répulsives sont équilibrées, et l'énergie potentielle du système est à son minimum. Lorsqu'une contrainte de traction externe est appliquée, les liaisons atomiques sont étirées, augmentant la distance de séparation entre les atomes. Pour provoquer une fracture, la contrainte appliquée doit excéder les forces cohésives qui résistent à la séparation des liaisons. L'énergie nécessaire pour rompre une liaison est appelée l'énergie de liaison E_b . Cette énergie est quantifiée comme le travail effectué pour séparer les atomes de leur distance d'équilibre x_0 à une distance infinie, rompant ainsi la liaison. Mathématiquement, elle peut être exprimée par:

$$E_b = \int_{x_0}^{\infty} P dx \quad (1.1)$$

où P est la force appliquée et x_0 est la distance d'équilibre.

En modélisant les interactions atomiques, la contrainte cohésive σ_c peut être approximée par :

$$\sigma_c = \frac{E\lambda}{\pi x_0} \quad (1.2)$$

où λ représente une distance définie dans la Figure 1.7, E correspond au module d'élasticité (module de Young). Si l'on suppose que λ est approximativement égale x_0 , alors :

$$\sigma_c \approx \frac{E}{\pi} \quad (1.3)$$

Cette équation fournit une estimation simple de la résistance cohésive théorique d'un matériau. Dans la Figure 1.7, les courbes schématiques illustrent les changements de l'énergie potentielle et de la force en fonction de la séparation entre les atomes.

1.2.3 Hypothèses de Griffith

Griffith (1920) a remarqué que les résistances à la rupture expérimentales des matériaux fragiles sont généralement bien inférieures à la résistance cohésive théorique présentée dans la section précédente. Il a montré que la rupture d'un matériau fragile est contrôlée par la présence de microfissures ou de défauts, qui agissent comme des concentrateurs de contraintes. Il a établi une relation entre la taille des fissures, l'énergie de surface et la contrainte critique à laquelle une fissure se propage de manière instable. Pour calculer la résistance à la rupture, Griffith a proposé qu'une fissure dans un matériau peut se propager si l'énergie libérée par la propagation de la fissure dépasse l'énergie nécessaire pour créer une nouvelle surface. Griffith a trouvé que :

$$\sigma_f = \sqrt{\frac{2E\gamma}{\pi a}} \quad (1.4)$$

avec σ_f est la contrainte à la rupture, γ est l'énergie de surface, a est la longueur de la fissure. La théorie de Griffith repose sur l'hypothèse d'un comportement purement fragile du matériau. Dans les matériaux ductiles, ou dans ceux où une partie de l'énergie est dissipée par déformation plastique, la théorie sous-estime souvent la contrainte à la rupture.

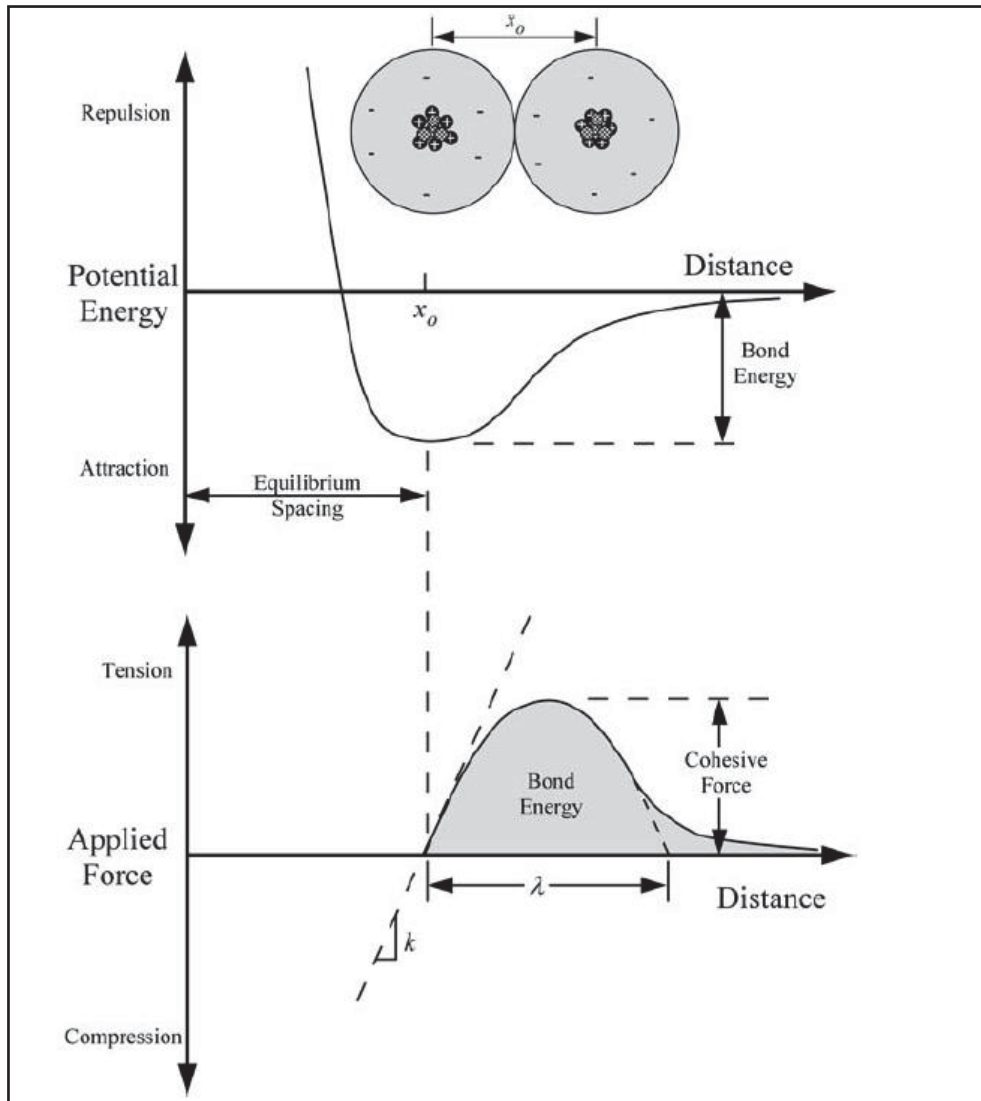


Figure 1.7 Énergie potentielle et force appliquée en fonction de la distance interatomique
Tiré des travaux Anderson (2005, p. 26)

1.2.4 Facteur d'intensité des contraintes et taux de libération d'énergie

Sur la base la solution de Westergaard (1939), Irwin (1957) a proposé une méthode pour étudier les champs de contraintes et de déplacements autour du front de fissure dans un matériau isotrope et élastique linéaire. En utilisant un système de coordonnées polaires dont l'origine est placée à la pointe de la fissure comme montré dans la Figure 1.8, il est possible de déterminer quel champ de contraintes dans un corps élastique linéaire fissuré suit cette configuration :

$$\sigma_{xy} \approx \left(\frac{K}{\sqrt{2\pi r}} \right) f_{xy}(\theta) \quad (1.5)$$

En effet, si le facteur d'intensité des contraintes K est connu, il devient possible de calculer toutes les composantes des contraintes σ_{xy} , des déformations et des déplacements en fonction des coordonnées r et θ . Ce facteur unique dépend de la charge appliquée et de la géométrie de la fissure. Selon Irwin (1957), la propagation de la fissure se produit lorsque le facteur d'intensité des contraintes atteint une valeur critique K_c (appelée dans ce cas ténacité à la rupture).

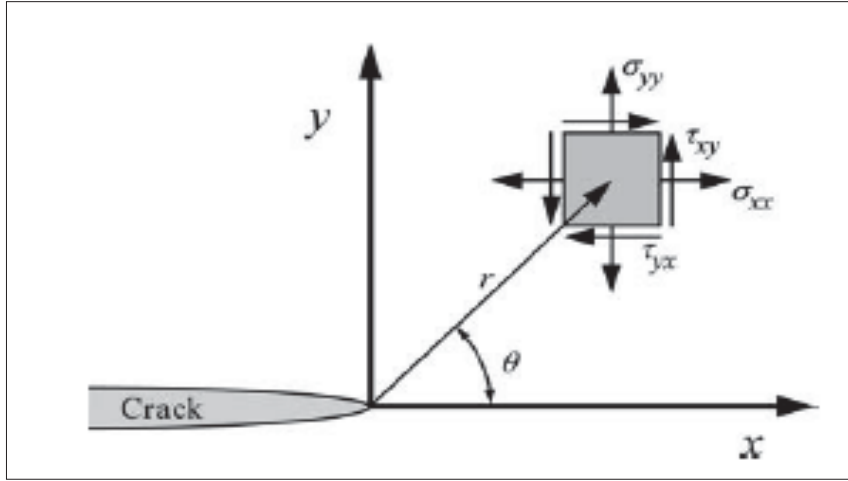


Figure 1.8 Distribution des Champs de Contraintes
aux abords du front de fissure
Tiré des travaux Anderson (2005, p. 43)

Le deuxième concept repose sur la considération de l'équilibre énergétique global lors de l'extension d'une fissure. Ce concept, proposé initialement par Griffith (1920), a été enrichi par Irwin (1956) avec l'introduction du terme "taux de libération d'énergie (G)" et décrit la quantité d'énergie libérée par unité de surface de la fissure lorsqu'elle se propage dans un matériau. L'expression fondamentale pour G est donnée par :

$$G = - \frac{\partial U}{\partial A} \quad (1.6)$$

Avec U est l'énergie potentielle du système et A est la surface de la fissure. La propagation de la fissure se produit lorsque G atteint une valeur critique G_c .

Pour une plaque de dimension infinie en matériau fragile, la relation directe entre G et K dans des conditions élastiques linéaires, en supposant le mode I et en situation de déformation plane, est donnée par l'équation suivante (Irwin, 1958) :

$$G_I = \frac{K_I^2(1 - \nu^2)}{E} \quad (1.7)$$

Avec ν est le coefficient de Poisson du matériau. Cette relation demeure cruciale pour examiner les mécanismes de rupture des matériaux fragiles dans des conditions d'élasticité linéaire.

1.3 Mécanique de la rupture dans les matériaux anisotropes :

Le comportement de rupture des matériaux anisotropes, tels que les composites, le bois et les matériaux fonctionnels, suscite un intérêt croissant en raison de leur utilisation de plus en plus répandue dans divers secteurs industriels. Cependant, les théories et concepts mentionnés précédemment négligent l'anisotropie intrinsèque de ces matériaux, en supposant qu'ils sont isotropes. Dans ces matériaux anisotropes, les propriétés mécaniques varient en fonction de l'orientation cristallographique, ce qui complique l'analyse et la prévision de la propagation des fissures. Les premières recherches menées par les scientifiques proposent des solutions, mais celles-ci restent limitées à des cas spécifiques. Sih, Paris et Irwin (1965) ont contribué de manière significative à l'étude des fissures dans des matériaux anisotropes en développant des solutions analytiques générales à l'aide des variables complexes. Leurs recherches ont mis en évidence qu'une singularité de contrainte de l'ordre de $r^{-\frac{1}{2}}$ (où r représente la distance radiale depuis le front de fissure) est toujours présente à la pointe des fissures. Ils ont également montré que, pour des plaques infinies, les facteurs d'intensité de contrainte des matériaux isotropes et anisotropes sont identiques, simplifiant ainsi l'étude théorique des fissures dans des systèmes complexes. De plus, en intégrant les propriétés d'anisotropie des matériaux, ils ont généralisé l'équation du taux de libération d'énergie, permettant ainsi une meilleure compréhension des mécanismes de fracture dans ces matériaux.

1.4 Mesure de la ténacité par indentation

L'essai d'indentation est considéré comme l'une des techniques les plus appropriées et les plus largement utilisées pour évaluer la ténacité des matériaux fragiles. Cette méthode est appréciée pour sa simplicité, sa rapidité et sa capacité à être réalisée de matériau. De plus, la préparation

des échantillons ne nécessite que le polissage de la surface étudiée, ce qui la rend peu coûteuse (Ponton & Rawlings, 1989).

La mesure de la ténacité à partir de la longueur des fissures induites par l'essai d'indentation a été introduite pour la première fois par Palmqvist (1957), qui travaillait exclusivement sur les carbures cimentés. Cependant, cette méthode a initialement été peu adoptée en raison des incertitudes liées à son application et à sa fiabilité pour évaluer la ténacité de différents matériaux. (Niihara, Morena, & Hasselman, 1982). Lawn et al. (1980) proposent un modèle reliant la ténacité et la longueur de fissure en s'appuyant sur une analyse approfondie des fissures radiales créées sous l'effet de l'indentation. Ce modèle s'appuie sur une étude du champ de contraintes élasto-plastiques sous l'empreinte sous l'indenteur, dans le cas de l'utilisation d'un indenteur pointu tel que celui de Vickers. Ils ont supposé que le volume de la zone plastique créée par l'indentation soit équivalent à celui d'une cavité sphérique soumise à une pression interne. Cette hypothèse leur a permis d'utiliser la solution élasto-plastique de Hill (1950) pour décrire l'expansion d'une cavité sphérique. Ainsi, Lawn et al. ont dérivé la relation suivante pour mesurer la ténacité :

$$K_{Ic} = 0,0139(E/H)^{1/2}(p/c^{3/2}) \quad (1.8)$$

p représente la charge appliquée lors de l'indentation, E correspond au module de Young, H désigne la dureté, et c est la distance totale mesurée du centre de l'indentation à l'extrémité de la fissure. Lawn et al. ont démontré que cette relation est valable dans le cas d'indentations Vickers avec des fissures bien développées, où la valeur de c/a supérieures à environ 2 (a représentant la demi-longueur de la diagonale de l'empreinte). Antis et al. ont examiné de manière critique l'équation (1.8) en utilisant divers matériaux céramiques, tels que des verres, des verres-céramiques, des céramiques polycristallines et des monocristaux, afin d'établir une calibration pratique de l'équation de ténacité à l'indentation pour une application généralisée à d'autres céramiques présentant un comportement similaire.

Dans la littérature, de nombreuses corrélations permettent de calculer la ténacité à la rupture. Celles-ci se répartissent en deux catégories principales: celles basées sur la formation de

fissures radiales de type Palmqvist et celles correspondant à des fissures de type radial-médian. La Figure 1.9 illustre la différence entre ces deux modèles. Pour distinguer ces deux types, le rapport c/a peut être utilisé comme critère. Lorsque c/a est supérieur à 2,5, la fissure est classée comme de type radial-médian. À l'inverse, si c/a est inférieur à 2,5, elle est considérée comme de type Palmqvist (Niihara, Morena, & Hasselman, 1982).

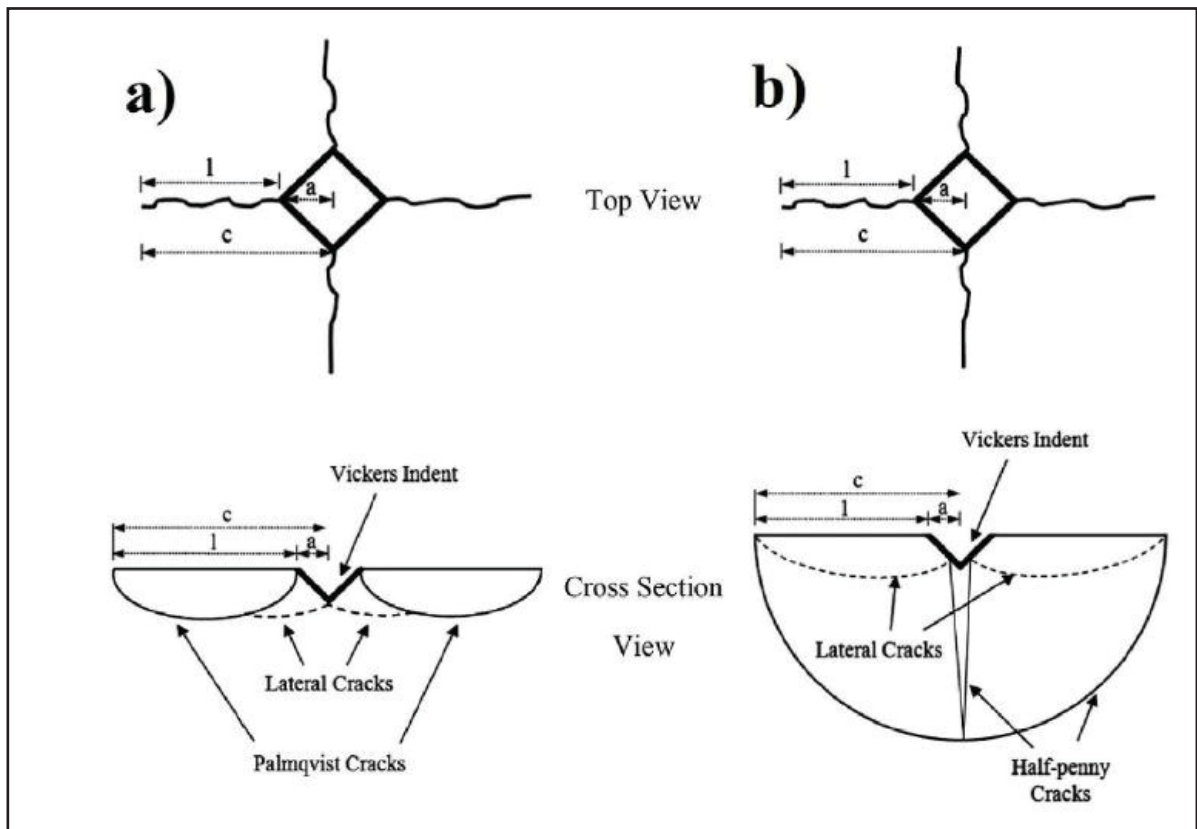


Figure 1.9 Schémas des mécanismes de fissuration sous indentation Vickers : (a) Fissures de Palmqvist et (b) Fissures médianes
Tiré des travaux Moradkhani, Panahizadeh, & Hoseinpour, (2023)

1.5 La ténacité à rupture du silicium monocristallin

Le silicium monocristallin est largement utilisé pour la fabrication de composants électroniques et de microprocesseurs. Comprendre ses mécanismes de rupture et évaluer sa ténacité sont essentiels pour garantir la qualité et la durabilité des structures en silicium. Parmi

les méthodes expérimentales utilisées à cet effet figure l'indentation. Rickhey et ses collaborateurs ont mesuré la ténacité du silicium (Si) et du germanium (Ge) sur le plan cristallin (100) à l'aide d'une méthode basée sur la mesure de la longueur des fissures générées par l'indentation Vickers. Leur approche constitue une extension de la méthode proposée par Hyun et al. (2015). Ils ont trouvé des valeurs de $0,77 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour le du silicium et $0,53 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour le germanium (Rickhey, Marimuthu, Lee, Lee, & Hahn, 2015). Jae-il Jang et al. ont déterminé la ténacité et examiné comment l'angle du pénétrateur pyramidal triangulaire (avec une plage variant de $35,3^\circ$ à $85,0^\circ$) affecte la ténacité, en utilisant la technique de nano-indentation sur des monocristaux du silicium (Si) et du germanium (Ge), Jae-il Jang et al. ont constaté que la longueur de la fissure diminuait avec l'augmentation de l'angle du pénétrateur (Jang & Pharr, 2008). Dukino et Swain (1992) ont déterminé la ténacité de plusieurs matériaux, dont les monocristaux du silicium (Si) et du germanium (Ge), en mesurant la longueur des fissures radiales créées par des indenteurs Vickers et Berkovich, puis ont comparé les résultats obtenus avec les deux méthodes. D'après Rickhey et al. (2019), dans la littérature, on trouve que la ténacité à la rupture pour le mode I du silicium varie entre $0,75$ et $1,29 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour le plan $\{100\}$, entre $0,68$ et $1,19 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ pour le plan $\{110\}$, et également entre $0,62$ et $1,22 \text{ MPa}$ pour le plan $\{111\}$. Une explication possible de cette disparité significative, est que de nombreuses études supposent qu'ils se comportent comme des matériaux isotropes, ignorant ainsi leur anisotropie intrinsèque, et même cas pour les recherches mentionnées précédemment ne tiennent pas compte de leur anisotropie inhérente (Rickhey, Marimuthu, Lee, & Lee, 2019).

Les matériaux monocristallins, tels que le silicium, présentent une anisotropie, ce qui signifie que leurs propriétés mécaniques, comme la ténacité, dépendent fortement de l'orientation cristallographique. Ces dernières années, les scientifiques ont mis en avant l'étude des mécanismes de rupture en tenant compte de l'anisotropie inhérente à ces matériaux. Ebrahimi et Kalwani (1999) ont étudié les effets de l'anisotropie sur le comportement de rupture du matériau à travers des tests d'indentation Vickers réalisés sur les plans (100), (001) et (111) de monocristaux de silicium, dans différentes directions cristallographiques. Leurs travaux ont mis en évidence que la ténacité, l'énergie de rupture et la dureté varient selon les directions cristallographiques, démontrant ainsi l'impact des orientations cristallographiques sur le

processus de rupture des matériaux anisotropes comme le silicium. Ils ont également observé que l'angle d'inclinaison des plans de clivage par rapport au plan de l'indentation influence de manière significative la trajectoire de la fissure. De manière similaire, Li et al. (2005) ont examiné l'effet des orientations cristallographiques sur la rupture du silicium à travers des essais de traction uniaxiale. Ils ont remarqué que les valeurs de ténacité à la rupture variaient entre 1 et 2 MPa \sqrt{m} selon la direction des contraintes appliquées. Leur étude a également révélé que les plans cristallographiques $\{111\}$ and $\{110\}$ sont les plans de clivage préférés. Tanaka, Higashida, Nakashima, Takagi, et Fujiwara (2003) ont exploré aussi l'effet de l'anisotropie du silicium sur sa ténacité à la rupture, en effectuant des essais d'indentation sur le plan cristallin (001) du silicium à l'aide d'un pénétrateur conique, ils ont remarqué que, bien que le pénétrateur soit isotrope dans n'importe quelle direction sur le plan d'indentation, les fissures se propagent préférentiellement sur les plans $\{110\}$. Cette observation suggère que le plan $\{110\}$ est le plus propice à la propagation des fissures, agissant ainsi comme le plan de clivage principal du silicium. Pour valider cette hypothèse, Tanaka et al. ont utilisé la méthode de dynamique moléculaire pour calculer l'énergie de surface du silicium. Ils ont déterminé que l'énergie de surface est la plus faible sur le plan $\{110\}$ avec une valeur de 1,50 J/m², et maximale sur le plan $\{100\}$ avec 2,26 J/m². Ces résultats ont permis de conclure que la ténacité de la rupture est effectivement minimale sur le plan $\{110\}$, en accord avec leurs observations expérimentales.

1.6 Facteurs influant sur la rupture du silicium

Le comportement de la rupture du silicium dépend de plusieurs facteurs, tels que l'orientation cristallographique, déjà abordée, ainsi que de la température et des conditions environnementales. Cette section se concentre sur l'impact de la température et des conditions environnementales sur le comportement de la rupture du silicium, en particulier à l'échelle micrométrique.

1.6.1 Température

La ténacité à la rupture, qui représente la capacité d'un matériau à résister à la propagation d'une fissure, est influencée par la température en raison de l'activation des dislocations (Masolin, Bouchard, Martini, & Bernacki, 2013). De nombreux dispositifs en silicium fonctionnent à des températures élevées, rendant essentielle l'étude et la compréhension des effets de la température sur la ténacité à la rupture de ce matériau. La fragilité intrinsèque du silicium le rend sujet au clivage, entraînant une défaillance immédiate dès que des fissures se propagent à partir des défauts existants, notamment à température ambiante. Cependant, à des températures élevées, l'activation des dislocations peut introduire une certaine plasticité localisée, modifiant à la fois la résistance à la propagation des fissures et le mode de rupture (Nakao, Ando, Shikida, & Sato, 2008). Par ailleurs, pour de telles applications, il est essentiel de garantir un comportement mécanique cohérent, en particulier en maintenant des propriétés linéaires-élastiques en préservant la stabilité des propriétés électroniques. Cela exige une compréhension précise de la transition fragile-ductile du silicium, afin d'optimiser à la fois la conception et les performances des dispositifs.

Des études montrent que la transition fragile-ductile du silicium se produit généralement dans une plage de températures comprise entre 545 et 805 °C, en fonction des conditions expérimentales, de l'orientation cristalline et de la taille des spécimens (Jaya et al., 2016). La transition fragile-ductile du silicium se manifeste par une transition marquée de la ténacité, passant d'une valeur inférieure à $1 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ en dessous de la température de transition à une valeur supérieure à $3 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ au-dessus de cette température, suite à la relaxation des concentrations de contraintes au niveau de la pointe de la fissure due à la mobilité des dislocations (Brede, 1993).

Dans le cas du silicium à l'échelle micrométrique, des travaux plus récents ont montré qu'elle peut également se produire à des températures plus basses, comprises entre 200 et 300 °C (Kang & Saif, 2013; Korte, Barnard, Stearn, & Clegg, 2011). Avec l'intégration croissante du silicium dans les structures microélectromécaniques (MEMS), les recherches à l'échelle micrométrique suscitent un intérêt particulier. Jaya et al. (2016) ont réalisé une série

d'expériences sur des microstructures en silicium $\langle 100 \rangle$, fabriquées à l'aide d'un faisceau d'ions focalisés. Ils ont observé une augmentation progressive de la ténacité à la rupture avec l'élévation de la température, atteignant une augmentation notable de 23 % à 150 °C par rapport à la température ambiante. Par ailleurs, leurs travaux ont mis en évidence l'impact significatif de la taille des échantillons sur les propriétés mécaniques du silicium, en montrant qu'à l'échelle micrométrique, ce matériau présente une augmentation marquée de la ductilité par rapport aux échelles plus grandes, même à des températures modérées. Lauener et al. (2018) à travers des essais de fissuration par indentation sur des piliers, ont rapporté une ténacité à la rupture stable dans la plage de température comprise entre la température ambiante et 150 °C. Nakao et al. (2008) ont étudié des films de silicium entaillés avec une orientation de surface (100), où l'axe de traction était aligné avec la direction $\langle 100 \rangle$, à des températures allant jusqu'à 500 °C. Ils ont observé une transition dans le mode de fracture et l'activité des dislocations en dessous de 300 °C. Ils ont également noté que la résistance à la rupture restait constante à $1,28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ jusqu'à 60 °C, mais qu'elle augmentait significativement à partir de 70 °C. La variation de la ténacité en fonction de la température est illustrée dans la Figure 1.10. L'analyse des échantillons fracturés au microscope électronique à balayage a révélé que, à 60°C, les fissures se propageaient parallèlement au plan (110). En revanche, à 80 °C, elles se formaient au point le plus bas de l'entaille et s'étendaient le long du plan de rupture (111), comme indiqué dans la Figure 1.11.

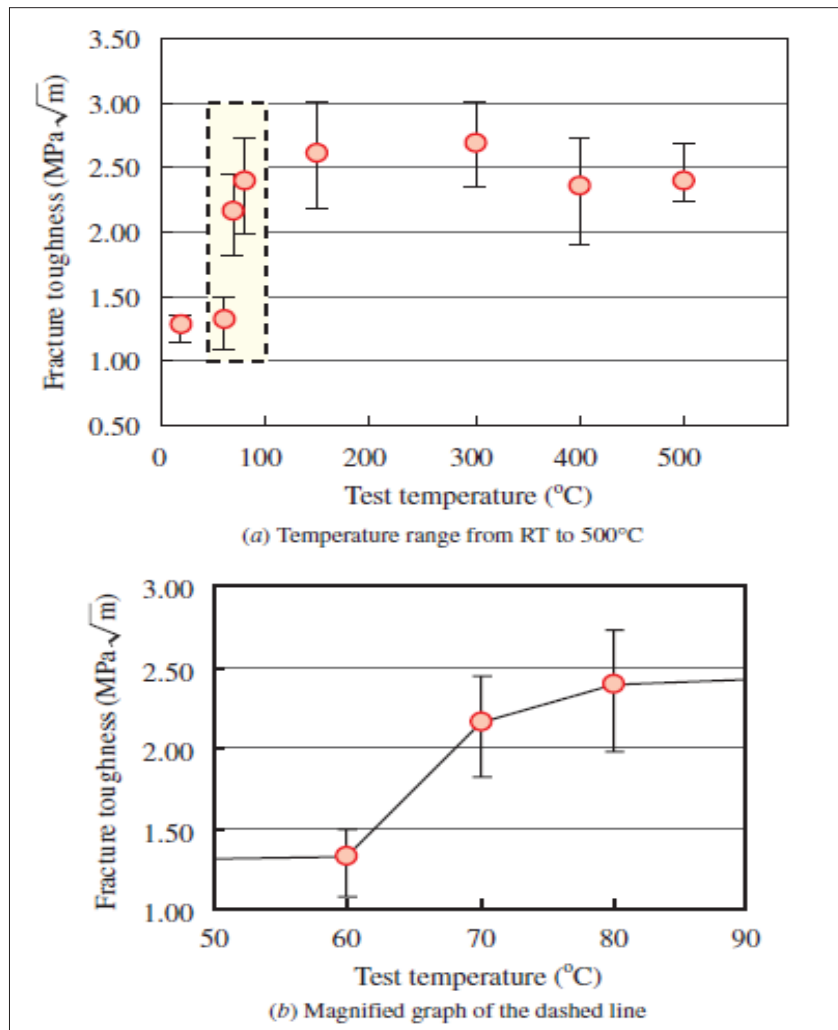


Figure 1.10 Variation de la ténacité à la rupture
du silicium monocristallin en fonction de la température
Tiré des travaux Nakao et al. (2008)

Des observations en microscopie électronique en transmission (TEM) ont montré que les dislocations commencent à s'allonger à partir de 80 $^{\circ}\text{C}$. Ce comportement, associé au fait que les surfaces de rupture sont majoritairement composées de plans (111), connus comme des plans de glissement pour le silicium monocristallin, indique que l'augmentation du mouvement des dislocations avec la température est à l'origine du changement de mode de fracture ou de direction des fissures.

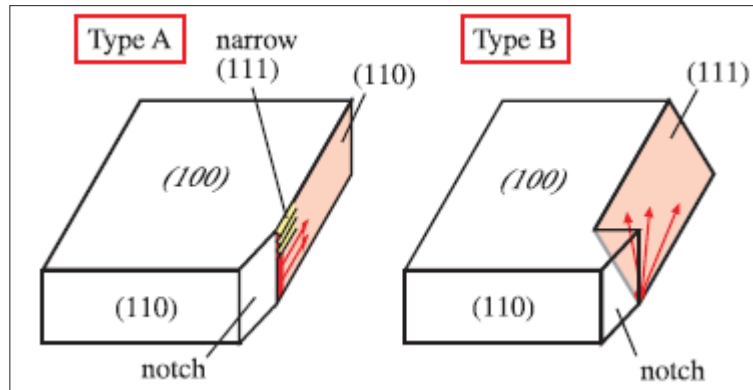


Figure 1.11 Morphologie de fracture à 60°C et 80°C
Tiré des travaux Nakao et al. (2008)

Les variations observées dans l'évaluation de la ténacité, que ce soit dans ces travaux ou dans la littérature, peuvent être principalement attribuées à plusieurs facteurs, parmi lesquels : la taille des échantillons utilisés, les méthodes expérimentales mises en œuvre, la direction cristallographique étudiée et, de manière plus générale, l'absence d'une méthode standardisée pour l'évaluation de la ténacité. Un autre facteur à considérer est que, dans certains tests précédents, les entailles des échantillons ont été fabriquées à l'aide d'un faisceau d'ions focalisés. Cette méthode peut introduire des contraintes résiduelles à la pointe de l'entaille, ce qui peut conduire à une surestimation des valeurs de ténacité (Norton, Falco, Young, Severs, & Todd, 2015). Malheureusement, ces facteurs peuvent influencer notre compréhension du comportement à la rupture du silicium dans des applications réelles.

1.6.2 Environnement

En plus de la température, divers facteurs environnementaux peuvent influencer le comportement de fracture du silicium. Contrairement à la température, ils n'affectent pas directement la ténacité à la rupture, mais jouent un rôle essentiel dans la durée de vie en fatigue, ce qui peut avoir un impact significatif sur la fiabilité des dispositifs en silicium. Connally et Brown (1992) ont mené une étude à l'aide d'un résonateur électrostatiquement actionné fonctionnant à une fréquence d'environ 12 kHz. Cette étude a révélé que la fréquence naturelle du résonateur diminuait avec le temps, un phénomène interprété comme une manifestation de

la croissance sous-critique des fissures. Parallèlement, une diminution du rythme de variation de cette fréquence a été observée, suggérant un ralentissement de la vitesse de croissance des fissures à mesure que leur longueur augmentait. Les auteurs ont également mis en évidence l'influence de l'humidité : en air sec, la fréquence du résonateur restait stable, tandis qu'en présence d'humidité, elle diminuait significativement. Ces observations indiquent que l'eau peut accélérer, voire initier, la propagation des fissures.

Ces résultats étaient inattendus, car le silicium est un matériau fragile qui, à basse température, ne présente pas d'activité de dislocation et ne bénéficie pas de mécanismes d'augmentation extrinsèque de la ténacité. Selon les connaissances conventionnelles sur la fatigue à l'échelle macroscopique, le silicium ne devrait pas être sujet à la fatigue. Depuis lors, les chercheurs ont exploré diverses explications afin de comprendre les mécanismes à l'origine du comportement de fatigue observé dans le silicium à l'échelle micrométrique.

Tsuchiya et ses collaborateurs ont étudié l'influence de l'environnement sur le comportement à la fatigue des résonateurs en silicium monocristallin, testés à une fréquence de 9 kHz, leurs résultats montrent également que l'environnement de test affecte fortement la résistance à la fracture et la durée de vie en fatigue. Dans un environnement humide, la résistance moyenne à la rupture est réduite d'environ 10 % par rapport à celle en environnement à faible humidité. En présence d'air, cette résistance chute à 70-80 % de la valeur mesurée dans des conditions sous vide. Les auteurs ont attribué ces effets à un mécanisme d'oxydation au site d'initiation des fissures, favorisant la propagation des fissures et accélérant la défaillance (Tsuchiya, 2005; Tsuchiya, Tabata, Sakata, & Taga, 1998). Komai, Minoshima, & Inoue, (1998) ont investigué l'influence de l'eau sur le comportement en fatigue du silicium monocristallin soumis à des tests de flexion. En atmosphère de laboratoire (air sec), aucun signe de dommage par fatigue n'a été observé, même après 5×10^4 cycles. Cependant, dans un environnement aqueux, les durées de vie en fatigue ont drastiquement diminué. Les analyses effectuées par microscope à force atomique (AFM) ont révélé l'apparition de rainures nanoscopiques et des dommages concentrés le long de la direction longitudinale (112), ce qui indique une propagation des fissures sur le plan {111}. Ces observations ont conduit les auteurs à conclure qu'une interaction synergique entre les charges de fatigue et l'exposition à l'eau était responsable de

l'initiation et de la propagation des fissures sur le plan $\{111\}$, menant finalement à la défaillance du composant. Ces résultats soulignent l'impact critique de l'environnement aqueux sur la durabilité des structures en silicium monocristallin.

Cette revue de la littérature met en évidence que les mécanismes de fatigue des structures de taille microscopique en silicium sont principalement liés à des phénomènes de surface. La présence de couches épaisses d'oxyde de silicium favorise l'initiation et la propagation des fissures par des processus de fissuration assistés à la fois par l'environnement et par les contraintes cycliques. Ces fissures, initialement sous-critiques, atteignent finalement une longueur critique, ce qui entraîne une propagation instable (Alsem, Pierron, Stach, Muhlstein, & Ritchie, 2007).

CHAPITRE 2

MÉTHODOLOGIE

2.1 Objectif global

La rupture du silicium (Si) constitue une cause majeure des défaillances dans les dispositifs électroniques. Ces fractures accidentelles, souvent initiées par des défauts microscopiques qui engendrent des fissures se propageant sous l'effet de contraintes extérieures, peuvent compromettre les performances des dispositifs et conduire à des pannes catastrophiques. Par conséquent, une étude approfondie du comportement de la mécanique de la rupture de ce matériau, en particulier dans le silicium dopé, est essentielle pour comprendre les mécanismes de fracture, notamment dans des conditions opérationnelles, et pour concevoir des solutions adaptées.

L'objectif principal de cette étude est d'analyser le comportement de la rupture anisotrope du silicium monocristallin dopé au bore dans des conditions opérationnelles, en mettant l'accent sur l'influence de l'orientation cristallographique et de la température. Ce travail vise à fournir des données utiles pour la conception et à assurer la fiabilité à long terme des appareils électroniques.

Pour atteindre cet objectif global, quatre sous-objectifs spécifiques ont été définis :

- Adapter les principes fondamentaux de la mécanique de la rupture existants dans la littérature pour les appliquer au silicium, en tenant compte de l'anisotropie intrinsèque de ce matériau.
- Combiner les données expérimentales de l'indentation pour quantifier les effets d'anisotropie sur l'énergie de rupture dans le silicium.
- Caractérisation des propriétés mécaniques en mesurant la dureté et l'énergie de rupture dans différentes orientations cristallographiques et à diverses températures allant jusqu'à 90 °C, tout en examinant l'impact du dopage au bore sur les propriétés de fracture du silicium.

2.2 L'approche

Cette étude vise à analyser le comportement de la rupture du silicium monocristallin dopé au bore (type p), en étudiant l'influence de l'orientation cristallographique et la variation de la température sur l'énergie de rupture. Pour cela, des fissures contrôlées ont été générées à l'aide d'un testeur de microdureté automatisé Clemex, équipé d'un indenteur Vickers. L'observation et la mesure des fissures ont été réalisées à l'aide d'un microscope numérique VHX-7000. Les données recueillies ont permis de calculer la ténacité à la fracture en appliquant une version modifiée de l'équation d'Antis. L'énergie de fracture a ensuite été déterminée en s'appuyant sur les équations issues des travaux d'Irwin, en tenant compte de l'anisotropie intrinsèque du matériau et en se basant sur la ténacité calculée. La méthodologie adoptée est détaillée dans les sections suivantes.

2.3 Supposition

- Le monocristal de silicium est considéré comme un matériau homogène, continu et anisotrope, présentant une fragilité caractéristique.
- Il est supposé que l'extension des fissures reste relativement linéaire et que leur propagation s'arrête lorsqu'elles atteignent leur longueur maximale.
- L'effet de la température et de dopage sur les propriétés élastiques, telles que le module d'élasticité et le coefficient de Poisson, n'a pas été pris en compte.

2.4 Test et matériaux

Dans le cadre de cette étude, des gaufres de silicium ultraplates de 6 pouces, fournies par Ted Pella Inc, ont été utilisés. Ils possédaient une résistivité comprise entre 10 et 20 Ohm·cm, et étaient dopés au bore à une concentration de 10^{15} atomes/cm³. Leur épaisseur était de $525\text{ }\mu\text{m}\pm 20$. Ces gaufres présentaient une surface unique polie en finition miroir. Afin de faciliter leur insertion dans la machine d'indentation, ils ont été découpés en petits fragments à l'aide d'un outil de gravure et d'une pince.

Les essais d'indentation ont été réalisés à l'aide d'un système de microdureté automatisé Clemex, équipé d'un micro-indenteur Vickers, d'un microscope optique et d'un système d'analyse automatique d'empreintes pour mesurer la dureté. Les indentations ont été effectuées sur le plan cristallin (100) à trois températures différentes: $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, $50^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$, et $90^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}$. Pour atteindre ces températures, une plaque chauffante PTC (*positive temperature coefficient*) équipée d'un contrôleur PID (*Proportional – Integral – Derivative*) a été intégrée au système Clemex. Un thermocouple, avec une précision $\pm 1^{\circ}\text{C}$ a été utilisée pour vérifier que la température cible était atteinte. La Figure 2.1 présente une image du micro-indenteur Clemex relié avec la plaque chauffante.

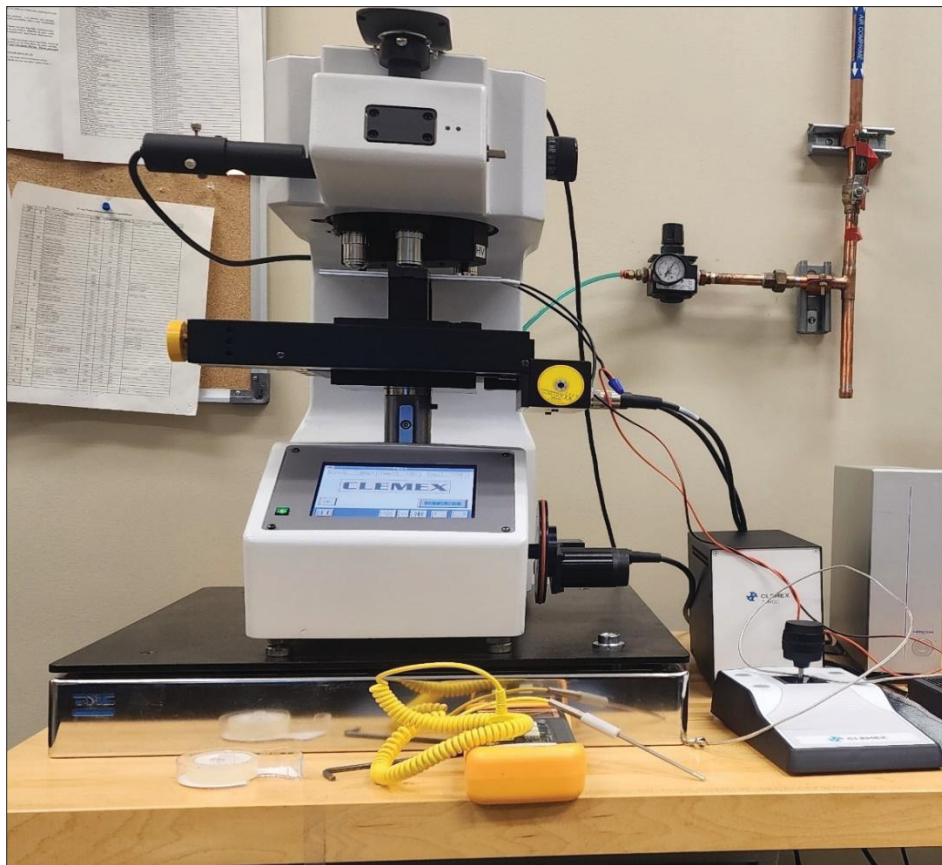


Figure 2.1 Image du micro-indenteur Clemex relié avec la plaque chauffante

Afin de tester l'influence de l'orientation cristalline sur le comportement de la rupture, des tests d'indentation ont été effectués dans plusieurs directions, dans une plage d'angles de 0° à

45° par rapport à la direction $\langle 110 \rangle$ et à la diagonale de l'indenteur (voir la figure 2.2). Une charge de 100 gf a été appliquée pour les angles compris entre 0° et 15°. Cette charge a été réduite à 50 gf pour les angles allant jusqu'à 45°, afin de garantir des données fiables. La distance entre les empreintes a été maintenue à plus de dix fois la longueur des fissures pour éviter toute interaction entre les indentations.

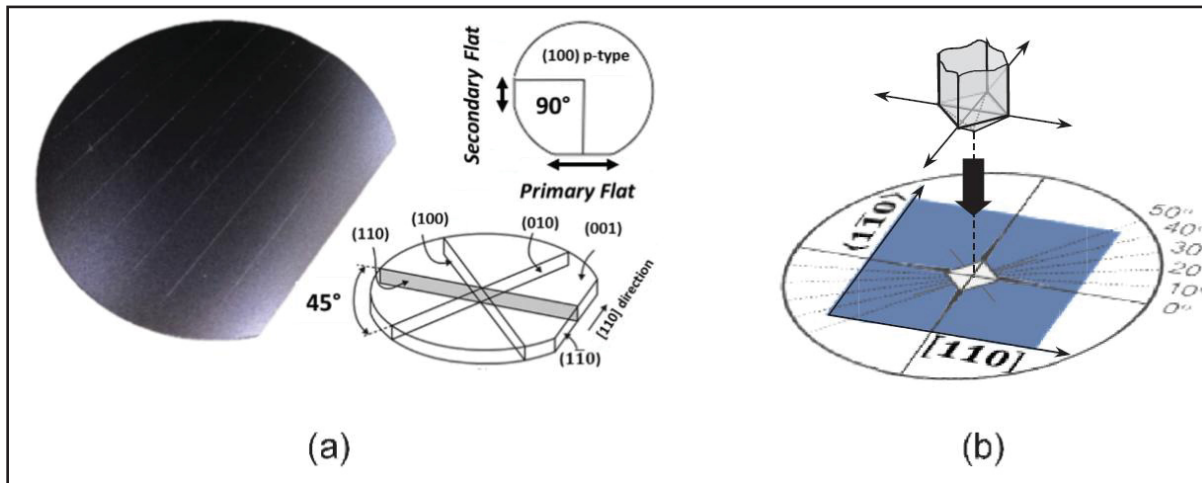


Figure 2.2 Illustration schématique de la gaufrette de silicium (001)

(a) Présentation de l'axe cristallographique $[110]$

(b) Identification des différents plans cristallographiques

Tiré des travaux Moulin (2021)

2.5 Microscope VHX-7000

Pour étudier le comportement à la rupture des matériaux fonctionnels, en particulier le silicium, une méthode d'indentation a été employée. Cette méthode établit une corrélation entre la longueur des fissures générées sous l'empreinte d'indentation et la ténacité à la rupture. Les longueurs des fissures ont été mesurées à l'aide d'un microscope numérique VHX7000 4K à ultra-haute précision (voir la Figure 2.3). Cet instrument, en fournissant des images de haute résolution, facilite les analyses expérimentales et permet une observation directe ainsi qu'une mesure précise des fissures.



Figure 2.3 Microscope VHX-7000

2.6 La relation entre la contrainte et la déformation dans le silicium

Le monocristal de silicium est un matériau anisotrope, c'est-à-dire qu'il présente des propriétés mécaniques qui varient en fonction de la direction cristallographique. Contrairement aux matériaux isotropes, où la relation contrainte-déformation est décrite par deux constantes élastiques : le module d'élasticité (E) et le coefficient de Poisson (ν) les matériaux anisotropes nécessitent une description plus complexe. Pour ces derniers, la relation entre contraintes et déformations dans un matériau élastique continu est décrite par la loi de Hooke généralisée suivante (Nye, 1957):

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl}\epsilon_{kl} \text{ ou } \epsilon_{ij} = S_{ijkl}\sigma_{kl} \quad (2.1)$$

où σ_{ij} et ϵ_{ij} représentent respectivement le tenseur des contraintes et celui des déformations de deuxième ordre. Les coefficients C_{ijkl} et S_{ijkl} désignent les tenseurs de rigidité et de souplesse d'ordre 4. Du fait de la symétrie des tenseurs de contrainte et de déformation, et également du tenseur de rigidité (ou de souplesse), le nombre de constantes nécessaires pour décrire ces tenseurs passe de 81 à seulement 21. De plus, en utilisant la notation de Voigt, qui

simplifie les indices ($ij \rightarrow m$ et $kl \rightarrow n$), les matrices de rigidité et de souplesse peuvent être réduites à une forme compacte (6×6).

Le silicium monocristallin possède une structure cristalline cubique, caractérisée par trois axes perpendiculaires de même longueur ($a = b = c$), Grâce à cette symétrie cubique, seules trois constants élastiques suffisent pour décrire son comportement mécanique. Pour le silicium, les valeurs de ces constantes sont : S_{11} , S_{12} , et S_{44} sont $0.767 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$, $-0.213 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$ et $1.256 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$, respectivement.

2.7 Solution analytique des contraintes à proximité de la pointe de fissure:

Lors des essais d'indentation, les fissures se forment aux coins de l'empreinte et se propagent vers l'extérieur sous l'effet des contraintes de traction perpendiculaires à leur surface. Ces fissures se développent selon le mode I. C'est pourquoi notre étude se concentrera principalement sur ce mode de rupture.

En appliquant la méthode des fonctions complexes et en supposant une fissure rectiligne dans un matériau anisotrope, le champ de contraintes à proximité de la pointe de fissure peut être exprimé en coordonnées polaires r et θ , où r représente la distance radiale à partir de la pointe de fissure et θ l'angle par rapport à son axe. Les composantes principales des contraintes dans cette région s'écrivent alors (Sih, Paris, & Irwin, 1965):

$$\sigma_x = \frac{K_1}{\sqrt{2r}} \text{Re} \left[\frac{\mu_1 \mu_2}{u_1 - u_2} \left(\frac{\mu_2}{\sqrt{\cos \theta + u_2 \sin \theta}} - \frac{\mu_1}{\sqrt{\cos \theta + u_1 \sin \theta}} \right) \right] \quad (2.2)$$

$$\sigma_y = \frac{K_1}{\sqrt{2r}} \text{Re} \left[\frac{\mu_1 \mu_2}{u_1 - u_2} \left(\frac{\mu_1}{\sqrt{\cos \theta + u_2 \sin \theta}} - \frac{\mu_2}{\sqrt{\cos \theta + u_1 \sin \theta}} \right) \right] \quad (2.3)$$

$$\tau_{xy} = \frac{K_1}{\sqrt{2r}} \text{Re} \left[\frac{\mu_1 \mu_2}{u_1 - u_2} \left(\frac{1}{\sqrt{\cos \theta + u_2 \sin \theta}} - \frac{1}{\sqrt{\cos \theta + u_1 \sin \theta}} \right) \right] \quad (2.4)$$

Avec σ_x , σ_y et τ_{xy} sont les composantes du champ de contraintes à proximité de la pointe de fissure. K_1 est le facteur d'intensité des contraintes en mode I. μ_1 et μ_2 représentent les racines de l'équation caractéristique :

$$S_{11}\mu^4 - 2S_{16}\mu^3 + (2S_{12} + S_{66})\mu^2 - 2S_{26}\mu + S_{22} = 0 \quad (2.5)$$

ou S_{ij} et $(i, j = 1, 2, 6)$ représentent les coefficients de souplesse dans système orthotopique. Les racines de l'équation (2.5) μ_1 et μ_2 , sont toujours de nature complexe ou imaginaire pure. Le taux de libération d'énergie est un paramètre crucial pour comprendre le comportement des fissures. Cependant, l'influence de l'anisotropie sur les calculs de l'ERR a souvent été ignorée, principalement parce que la propagation des fissures dépend fortement des propriétés directionnelles du matériau. Cette dépendance introduit des défis mathématiques importants, rendant les solutions analytiques difficiles à obtenir. Pour surmonter ces défis, Sih et al. ont proposé une méthode basée sur la fermeture d'un segment de fissure de longueur δ , permettant ainsi de formuler l'ERR comme suit (Sih et al., 1965):

$$G_1 = \lim_{\delta \rightarrow 0} \frac{1}{\delta} \int_0^\delta \sigma_j(\delta - r, 0) \cdot u_j(r, \pi) dr, \quad (j = 1, 2, 3) \quad (2.6)$$

En remplaçant les contraintes et les déplacements dans l'équations (2.6), le taux de libération d'énergie est obtenu comme suit :

$$G_1 = -(\pi/2) K_1^2 S_{22} \text{Im}[(\mu_1 + \mu_2)/\mu_1 \mu_2] \quad (2.7)$$

avec σ_j représente les contraintes présentées dans l'équations (2.2), (2.3) et (2.4) avec $(\sigma_1 = \sigma_x, \sigma_2 = \sigma_y, \sigma_3 = \tau_{xy})$, u_j représente le déplacement.

2.8 L'énergie de rupture théorique

L'énergie de rupture peut être calculée de manière non destructive pour les matériaux fragiles ayant une structure périodique et des liaisons covalentes fortes, comme le silicium monocristallin. Basée sur le modèle de Griffith, cette méthode estime l'énergie nécessaire pour créer deux nouvelles surfaces en déterminant le nombre de liaisons rompues lors de la propagation d'une fissure. Pour le silicium, l'énergie de surface de rupture (γ) varie en fonction de l'orientation cristallographique $\{hkl\}$.

Pour calculer (γ) selon cette méthode pour un plan cristallographique spécifique $\{hkl\}$, on peut l'estimer en multipliant l'énergie de liaison par le nombre de liaisons rompues par unité de surface sur le plan de rupture correspondant. Cette approche conduit à l'expression suivante pour l'énergie de rupture :

$$2\gamma_{\{hkl\}} = \frac{E_b^{SI}}{a_0^2} \cdot \frac{4 \max(h, k, l)}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (2.8)$$

où la constante de réseau du silicium est $a_0 = 0.543 \text{ nm}$, et l'énergie de liaison du silicium à température ambiante est $E_b^{SI} = 226 \text{ kJ/mol}$ (Emsley, 1989).

Des preuves expérimentales appuient cette interprétation concernant la formation des surfaces de rupture. Lawn, Hockey, & Wiederhorn, (1980) ont démontré, à l'aide de la microscopie électronique en transmission, que la déformation plastique reste négligeable à la température ambiante. En outre, les surfaces générées lors de la fracture du silicium peuvent subir des reconstructions atomiques. Cependant, ces reconstructions demeurent négligeables, car la vitesse du processus de fracture limite la réorganisation des atomes en une structure stable. Cette conclusion est corroborée par des mesures électriques qui montrent que la résistivité à travers les fissures peut chuter jusqu'à zéro lorsque les faces des fissures se rejoignent, indiquant une absence significative de reconstruction des surfaces de fracture (Haneman, McAlpine, Busch, & Kaalund, 1996).

CHAPITRE 3

ANISOTROPIC FRACTURE ENERGY OF P-TYPE SILICON USING MICROINDENTATION: INFLUENCE OF TEMPERATURE AND CRYSTALLOGRAPHIC ORIENTATION

Wala eddine Guettouche ¹, Ricardo J. Zednik ¹

¹ Department of Mechanical Engineering, École de Technologie Supérieure
1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada H3C 1K

Article soumis pour publication à *Engineering Failure Analysis*, février 2025

3.1 ABSTRACT

This study investigates the anisotropic fracture behavior of p-type single-crystal silicon on the (001) plane, under varying temperatures and crystallographic orientations, utilizing Vickers indentation experiments. Measurements performed at 25°C, 50°C, and 90°C, reveal a strong dependence of mechanical properties—such as hardness, fracture toughness (K_{1c}), and fracture energy—on both temperature and crystallographic orientation. At room temperature, fracture energy peaks at 7.52 J/m² along the [100] direction, with a minimum of 4.42 J/m² along the [110] direction. As temperature rises to 90°C, fracture energy decreases across all orientations, where values drop to 5.13 J/m² and 3.65 J/m² for the [100] and [110] directions, respectively. In contrast to pure, undoped silicon, the unexpected reduction in fracture energy with increasing temperature is likely due to dislocations pinned by substitutional dopants at elevated temperatures, as well as the weakening of atomic bonds from thermal expansion. This valuable insight is critical for designing silicon-based devices, where understanding the fracture properties at elevated operating temperature is important for ensuring reliability and performance.

Keywords: Silicon; Vickers indentation; hardness; fracture energy; temperature effects

3.2 Introduction

Silicon (Si) constitutes around 95% of the semiconductor industry due to its electronic proprieties, along with its cost-effectiveness (Lee, 2018). Silicon is widely used in various applications, including MEMS (Micro-Electro- Mechanical Systems) and solar cells. For most crystalline materials, the mechanical toughness typically increases with temperature (Masolin et al., 2013), but our understanding of this effect in technologically relevant single crystal doped silicon is limited – most fractographic studies are limited to undoped silicon at room temperature. Silicon-based semiconductor devices typically operate near 70°C for commercial devices and 90°C for industrial applications. The fracture of Si is a leading cause of real-world electronic device failures. Unfortunately, the mechanical properties and fracture behavior of Si are poorly understood at the elevated temperatures at which these devices typically operate. This makes fracture toughness and energy, or the resistance to crack propagation, a critical factor in understanding fracture mechanics in these brittle materials.

Vickers indentation (VI) remains one of the simplest and fastest methods for characterizing the fracture energy (Moulins, Andrusyszyn, Dugnani, & Zednik, 2022). This method is particularly useful for brittle materials with low fracture toughness (Niihara et al., 1982). The use of indentation crack size for toughness measurement was first introduced by Palmqvist (1957). Since then, various researchers have expanded on his approach, proposing alternative analytical solutions (Moradkhani, Panahizadeh, & Hoseinpour, 2023). Among them are the Niihara and Anstis equations (Anstis, Chantikul, Lawn, & Marshall, 1981; Niihara et al., 1982), which have become some of the most widely used, even for silicon (Ebrahimi & Kalwani, 1999; Lemaitre, 1988; Tanaka et al., 2003). However, the Niihara equation appears inappropriate for materials with low fracture toughness, such as single-crystal silicon, where reported K_{1c} values for the {100} crack plane at room temperature ranges from 0.75 to 1.29 MPa \sqrt{m} (Rickhey et al., 2019). Furthermore, there is disagreement regarding the appropriate choice of the constraint factor (Moulins, Dugnani, & Zednik, 2023). On the other hand, the

Anstis equation was proposed as a better fit for silicon as Anstis used silicon to calibrate the toughness equations and accounted for the residual stress intensity term in his formulation. Unfortunately, the anisotropy characteristic of single crystals silicon is neglected in these formulations, and in most indentation fracture studies, single-crystal silicon is often treated as though it were isotropic (Rickhey et al., 2019).

Since dislocation activation influences fracture toughness, numerous researchers have concentrated on investigating it at elevated temperatures (Armstrong & Tarleton, 2015; Jaya et al., 2016; Korte et al., 2011). Research shows that the brittle-to-ductile transition occurs around 600°C (Nakao et al., 2008). In their on-chip tensile experiments, Nakao et al. (2008) tested notched silicon films with (100) surface orientation, where the tensile axis was aligned with the $\langle 100 \rangle$ direction. The fracture toughness was stable at $1.28 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ up to 60°C, but after 70°C, it increased considerably. Jaya et al. (2016) performed a series of experiments on cantilevers of Si $\langle 100 \rangle$ micromachined by focused ion beam (FIB). They observed a gradual increase in fracture toughness with temperature, showing a 23% increase at 150°C compared to room temperature. In contrast, Lauener et al. (2018) reported stable fracture toughness values from room temperature up to 150°C using the pillar indentation splitting test. The discrepancies in these results can largely be attributed to the lack of a standardized method for determining fracture toughness. As Norton et al. (2015) pointed out, the FIB-induced notch introduces residual stresses at the tip and can lead to an overestimation of toughness values. Unfortunately, the impact of crystallographic orientation and doping effect at operational temperatures was not considered in these studies, limiting our understanding of the fracture behavior of doped silicon in real-world applications.

The present paper aims to enhance the understanding of fracture mechanisms in p-doped single-crystal silicon by investigating the effect of crystallographic orientation and analyzing the variation in fracture energy with temperature, up to the typical operational temperature of 90°C.

3.3 Materials and experimental method

The experiments were conducted on boron-doped p-type silicon wafers on the (001) plane. These wafers had a resistivity of 10-20 Ohm-cm, corresponding to a uniform doping concentration of 10^{15} atoms/cm³ of boron, and a thickness of $525 \mu\text{m} \pm 20 \mu\text{m}$. The wafers were one side mirror polished. Indentations were made using an automated Clemex microhardness tester equipped with a Vickers indenter. Indentations were performed at three different temperatures: $25^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, $50^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$, and $90^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$. PTC (positive temperature coefficient) heating plate with a PID (Proportional – Integral – Derivative) controller was integrated into the Clemex system to maintain precise temperature control during indentation. A load of 100 gf was applied for angles ranging from 0° to 15° relative to the $\langle 110 \rangle$ direction and the indenter diagonal, while a reduced load of 50 gf was used for angles up to 45° to minimize chipping and ensure reliable outcomes. Between 10 and 15 indentations were made for each direction, with a distance of at least 10 times the crack length between indents to avoid crack interaction and misleading results. After cooling to room temperature, crack lengths were measured using a VHX-7000 digital microscope. These measurements were used to calculate the fracture toughness using the modified version of the Antis equation (3.1), where the homogeneous Young's modulus (E) in the original equation was replaced with the directional Young's modulus ($E_{\{hkl\}}^{\langle uvw \rangle}$) to account for silicon's anisotropy:

$$K_{1c} = 0.016 \left(\frac{E_{\{hkl\}}^{\langle uvw \rangle}}{H} \right)^{1/2} (P/c^{3/2}) \quad (3.1)$$

Where H is the hardness, P is the Vickers applied load and c is the radial crack length. In this study, variations in the directional Young's modulus due to temperature changes were not considered, nor was the effect of p-type doping on the elastic properties of the material.

The directional Young's modulus $E_{\{hkl\}}^{\langle uvw \rangle}$, in each direction $\langle uvw \rangle$ for any crystallographic plane $\{hkl\}$, can be calculated using the following equation (J. B. Wachtman, Jr, 1973):

$$\frac{1}{E_{\{hkl\}}^{\langle uvw \rangle}} = S_{11} - 2(S_{11} - S_{12} - 0.5S_{66})(m^2n^2 + n^2p^2 + m^2p^2) \quad (3.2)$$

Where m , n and p are the direction cosines which describe the angles between the chosen direction $\langle uvw \rangle$ and the principal crystallographic axes $[100]$, $[010]$, and $[001]$, respectively. S_{ij} are the constants in elastic compliance matrix, for silicon the values of S_{11} , S_{12} , and S_{44} are $0.767 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$, $-0.213 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$, $1.256 \times 10^{-11} \text{ Pa}^{-1}$, respectively (McSkimin, Bond, Buehler, & Teal, 1951).

In this work, the critical energy release rate (ERR), or fracture energy, was determined by assuming that the crack extension remained relatively straight, and that propagation ceased when the maximum crack length was reached. The fracture energy was calculated using the modified Irwin relation, based on data from Vickers indentation tests. This relation allows for the consideration of crystallographic effects on the energy release rate of single crystal silicon. In plan strain condition, the fracture energy (ERR) is given by (G.R. Irwin, 1958; J. B. Wachtman, Jr, 1973; Sih et al., 1965):

$$G_{1c\{hkl\}}^{\langle uvw \rangle} = \frac{\pi K_{1c}^2 (1 - v_{\{hkl\}}^{\alpha\beta})}{\xi_{\{hkl\}}^{\langle uvw \rangle}} \quad (3.3)$$

Where $\xi_{\{hkl\}}^{\langle uvw \rangle}$ is the equivalent direction-dependent anisotropic Young's modulus, and $v_{\{hkl\}}^{\alpha\beta}$ is the anisotropic Poisson's ratio between two orthogonal crystallographic directions α and β within any crystallography plane $\{hkl\}$, and can be calculated by (Brantley, 1973):

$$v_{\{hkl\}}^{\alpha\beta} = -\frac{s_{12} + (S_{11} - S_{12} - 0.5S_{66})(m_\alpha^2 m_\beta^2 + n_\alpha^2 n_\beta^2 + p_\alpha^2 p_\beta^2)}{s_{11} - 2(S_{11} - S_{12} - 0.5S_{66})(m_\alpha^2 n_\alpha^2 + n_\alpha^2 p_\alpha^2 + m_\alpha^2 p_\alpha^2)} \quad (3.4)$$

Where $(m_\alpha, n_\alpha, p_\alpha)$ are the direction cosines of direction α and $(m_\beta, n_\beta, p_\beta)$ are the direction cosines of direction β . Integrating equation (1) into equation (3) we get:

$$G_{1c\{hkl\}}^{\langle uvw \rangle} = \frac{\pi \left(0.016 (E_{\{hkl\}}^{\langle uvw \rangle} / H)^{1/2} (P / c^{3/2}) \right)^2 (1 - \nu_{\{hkl\}}^{\alpha\beta^2})}{\xi_{\{hkl\}}^{\langle uvw \rangle}} \quad (3.5)$$

Equation (3.5) represents the critical energy rates (ERR) for mode 1 under plane strain conditions, modified to incorporate the influence of material elastic anisotropy and crack orientation on the ERR.

From an atomic perspective, fracture in brittle materials results from the breaking of atomic bonds. Single-crystal silicon, with its periodic structure and strong covalent bonds, allows for the estimation of fracture energy using a bond energy approach under the assumption that no surface reconstruction, environmental reactions, or plastic deformation occurs (DelRio, Cook, & Boyce, 2015; King & Antonelli, 2007; Pérez & Gumbsch, 2000; Wolff & Broder, 1959).

The fracture energy for a specific crystallographic plane $\{hkl\}$ can be estimated by multiplying the bond energy by the number of bonds broken per unit area on the corresponding fracture plane. Since fracture energy can be defined as twice the surface energy $\gamma_{\{hkl\}}$, this approach leads to the following expression for fracture energy:

$$2\gamma_{\{hkl\}} = \frac{E_b^{SI}}{a_0^2} \cdot \frac{4 \max(h, k, l)}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}} \quad (3.6)$$

Where the lattice constant of silicon is $a_0 = 0.543$ nm, and the bond energy of silicon at room temperature is $E_b^{SI} = 226$ kJ/mol (Emsley, 1989).

3.4 Results and discussion

Figure 3.1 presents the variation of Young's modulus and Poisson's ratio for silicon within the (100) crystallographic plane, obtained from equations (3.2) and (3.4), respectively. The angles are measured from the $\langle 110 \rangle$ direction. Young's modulus reaches its maximum value of 169 GPa along the $\langle 110 \rangle$ direction, while its minimum value of 130 GPa is observed along the $\langle 100 \rangle$ direction. Conversely, Poisson's ratio exhibits a maximum of 0.28 along the $\langle 100 \rangle$ direction and a minimum of 0.06 along the $\langle 110 \rangle$ direction.

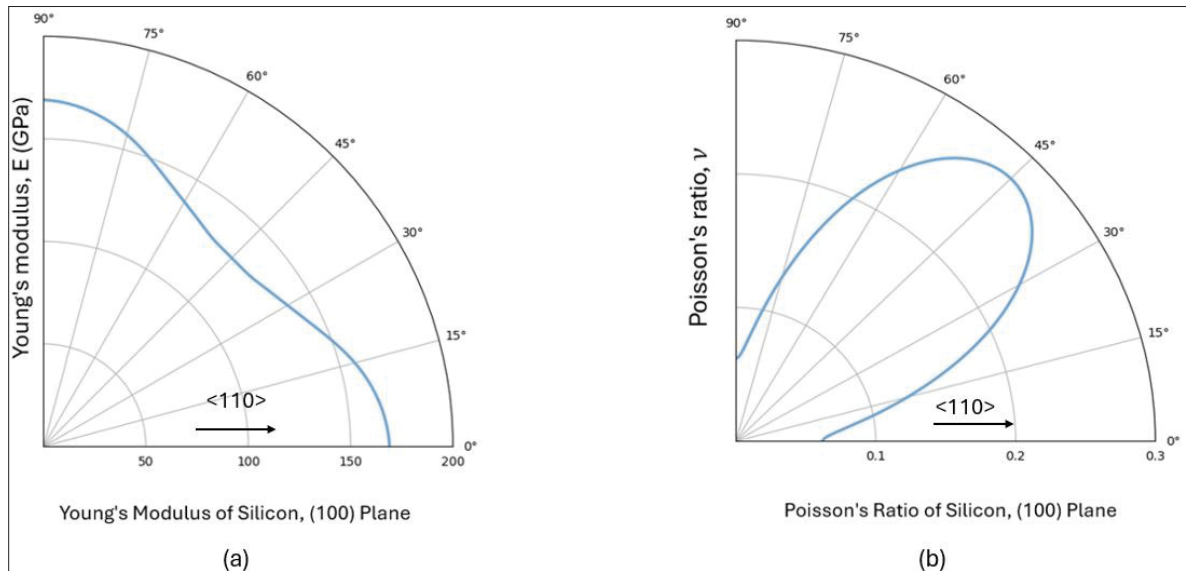


Figure 3.1 Elastic constants of silicon in the (100) plane as a function of crystallographic orientation: (a) Young's Modulus and (b) Poisson's Ratio

Figure 3.2 provides representative micrographic images of the Vickers indentations, while the overall average results are summarized in Table 3.1. These results show a clear dependence on both temperature and orientation, with maximum values consistently observed in the $\langle 100 \rangle$ crystallographic orientation and minimum values in the $\langle 110 \rangle$ direction.

At 25°C, the hardness showed a gradual increase with the orientation angle, ranging from a low value of 11.05 GPa to a peak value of 13.06 GPa. Fracture toughness (K_{1c}) exhibited a 36% increase with the increase of angle, rising from 0.81 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$ to 1.10 $\text{MPa}\sqrt{\text{m}}$, while

fracture energy also showed a 1.7-fold increase, from 4.42 J/m² to 7.52 J/m². At 50°C, the hardness values decrease relative to those at room temperature, ranging from 10.55 GPa at angle 0° to 12.59 GPa at 45°, this angle is between the [110] crystallographic direction and the diagonal of the indenter. Both fracture toughness and fracture energy slightly decrease compared to 25°C but increase with angle up to 45°, indicating that elevated temperatures reduce these mechanical properties.

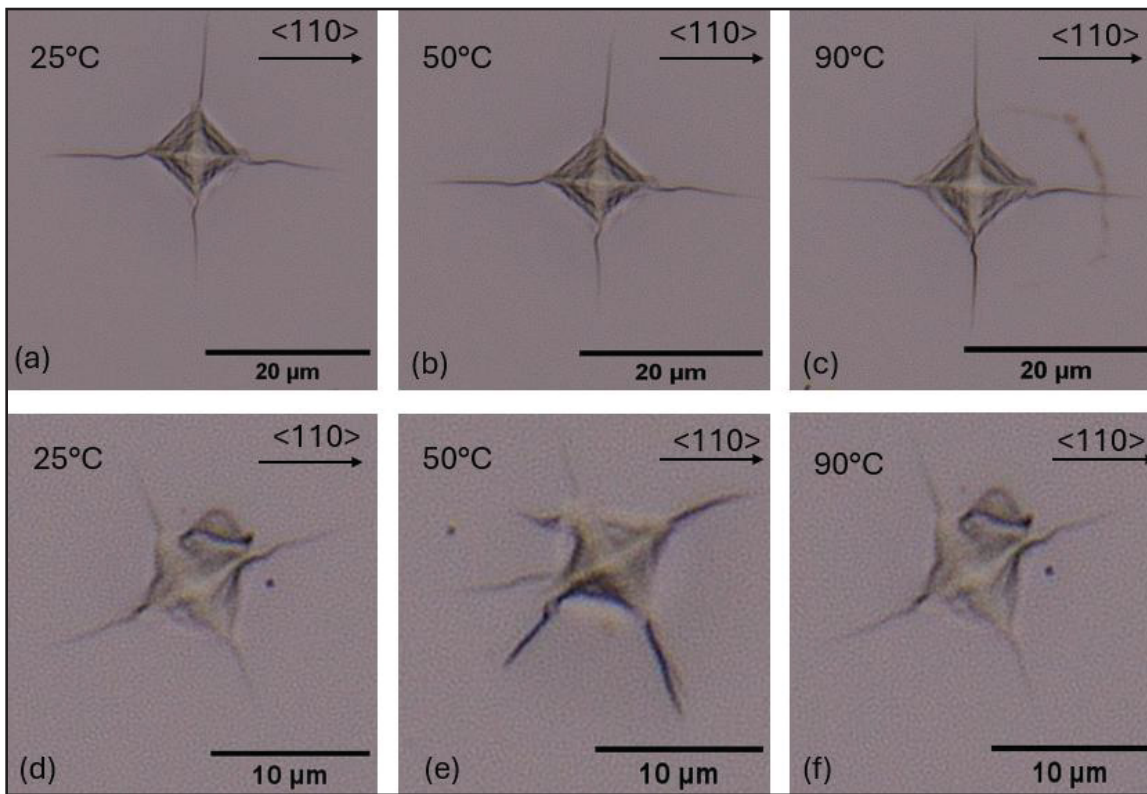


Figure 3.2 Micrographs of Vickers indentations on single-crystal silicon at different temperatures (25°C, 50°C, 90°C) and orientations. The angle is between the <110> direction and the indenter diagonal. (a), (b), and (c): Indentations at $\theta=0^\circ$ and temperatures of 25°C, 50°C, and 90°C, respectively. (d), (e), and (f): Indentations at $\theta=45^\circ$ and temperatures of 25°C, 50°C, and 90°C, respectively

At 90°C, there is a further decrease in hardness is observed. A similar trend is observed for the fracture toughness, reaching $0.90 \text{ MPa}\sqrt{\text{m}}$ at 45° . In the case of fracture energy, an 18% decrease is observed compared to the 25°C value in the $\langle 110 \rangle$ direction, and a 38% decrease in the $\langle 100 \rangle$ direction, with corresponding measurements of 3.65 J/m^2 and 5.13 J/m^2 , respectively. The theoretical fracture energy for pure, undoped silicon was computed using equation (3.6), based on literature values and the corresponding Young's modulus values at 25°C shown in Figure 3.1; values for elevated temperatures are not available in the literature. The fracture energy for undoped silicon exhibits a similar trend, rising from 3.60 J/m^2 along the $\langle 110 \rangle$ crystallographic directions to 5.09 J/m^2 along the $\langle 100 \rangle$ directions. Similar values for boron-doped silicon were not available in the literature.

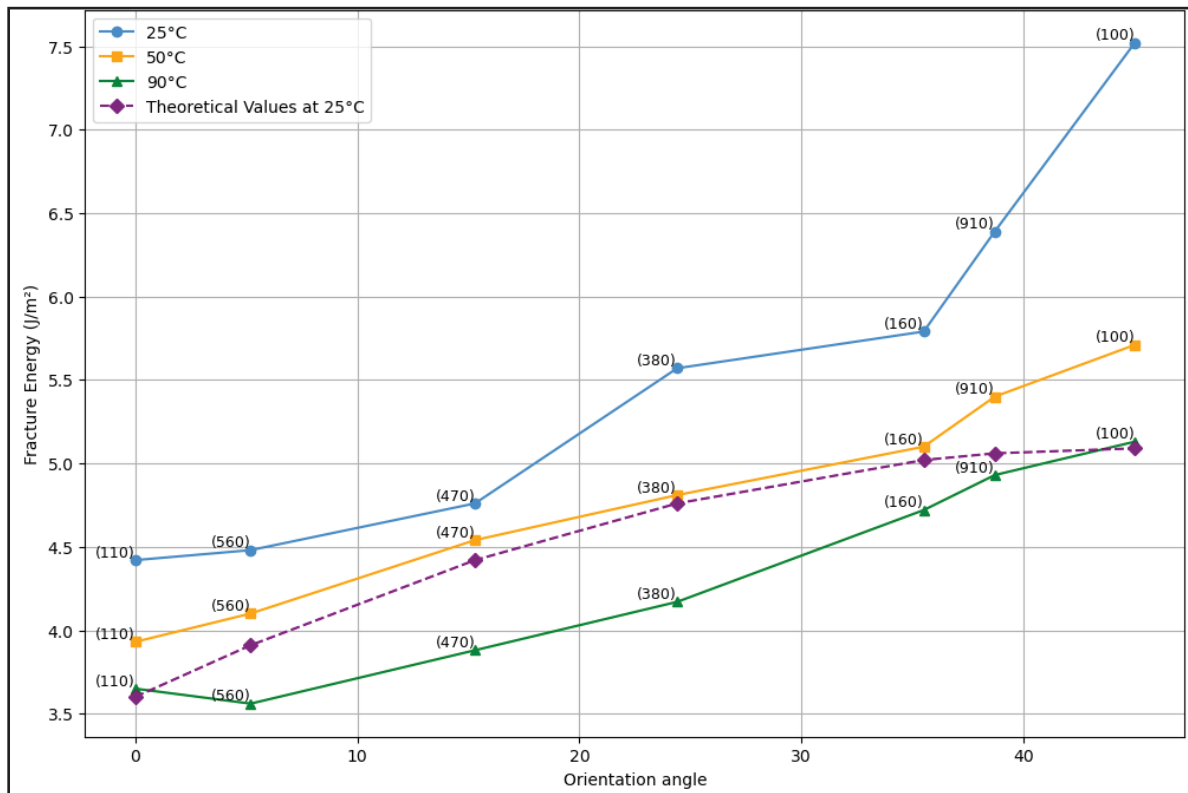


Figure 3.3 Orientation-dependent fracture energy of single-crystal silicon at various temperatures: the angle is measured between the $\langle 110 \rangle$ crystallographic direction and the indenter diagonal

Table 3.1

Measured fracture toughness and fracture energy of boron-doped silicon in various orientations at 25°C, 50°C, and 90°C

		$H_V(GPa)$			$K_{1c}(MPa\sqrt{m})$			$G_{1c}(J/m^2)$		
Angle($\pm 1^\circ$)	Plane	25°C	50°C	90°C	25°C	50°C	90°C	25°C	50°C	90°C
0°	(110)	11.05	10.55	10.16	0.81	0.77	0.74	4.42	3.93	3.65
5°	(560)	11.31	11.03	9.84	0.82	0.78	0.73	4.48	4.10	3.56
15°	(470)	11.74	11.13	10.33	0.85	0.83	0.77	4.76	4.54	3.88
25°	(380)	12.00	11.52	10.85	0.93	0.86	0.80	5.57	4.81	4.17
35°	(160)	12.42	11.97	11.11	0.96	0.90	0.87	5.79	5.10	4.72
40°	(910)	12.75	12.30	11.54	1.01	0.93	0.89	6.39	5.40	4.93
45°	(100)	13.06	12.59	11.80	1.10	0.97	0.90	7.52	5.71	5.13

Figure 3.3 shows the fracture energy of single-crystal silicon measured at three different temperatures (25°C, 50°C, and 90°C) as a function of angular variation, represented on the horizontal axis. Additionally, theoretical values at room temperature are plotted in the same graph for direct comparison. The straight tie-lines were included to help guide the eye but do not have a direct physical interpretation.

The results clearly highlight the anisotropy of fracture energy in single-crystal silicon, showing that fracture energy increases as we move from the (110) plane to the (100) plane. This anisotropic behavior is evident across all tested temperatures, with the (110) plane consistently showing the lowest fracture energy, while the (100) plane exhibits the highest. This suggests that the (100) plane is the most resistant to crack propagation, whereas the (110) plane is the least resistant. Comparing experimental results with theoretical predictions at room temperature, we observe that the experimental values are generally greater; this divergence can be attributed to the fact that the theoretical model does not account for plasticity. In contrast, the experimental values, derived from Vickers indentation fracture data and calculated using the modified Anstis equation, consider the residual stresses caused by plastic deformation.

Additionally, the theoretical curve appears to flatten beyond an angle of 35° , indicating that, theoretically, the fracture energy remains almost constant between 35° and 45° . However, the experimental results show an increase beyond 35° , particularly at room temperature. This indicates that for these planes, there is a greater contribution of plasticity compared to other planes, as shown by the observed distortions beneath the indenter imprint, as illustrated in Figure 3.2.

Surprisingly the experimental data show a significant decrease in the fracture energy of p-type single-crystal silicon as temperature rises, as illustrated in Figure 3.4. This behavior contrasts with previous studies on undoped silicon (Jaya et al., 2016; Lauener et al., 2018; Nakao et al., 2008), where an increase in fracture toughness was observed due to dislocation activation, typically occurring at 60°C to 70°C degrees around the fracture tip, these dislocations absorb more energy before fracture propagation occurs. In the present study it appears that the boron dopant has a significant effect on the mechanical properties.

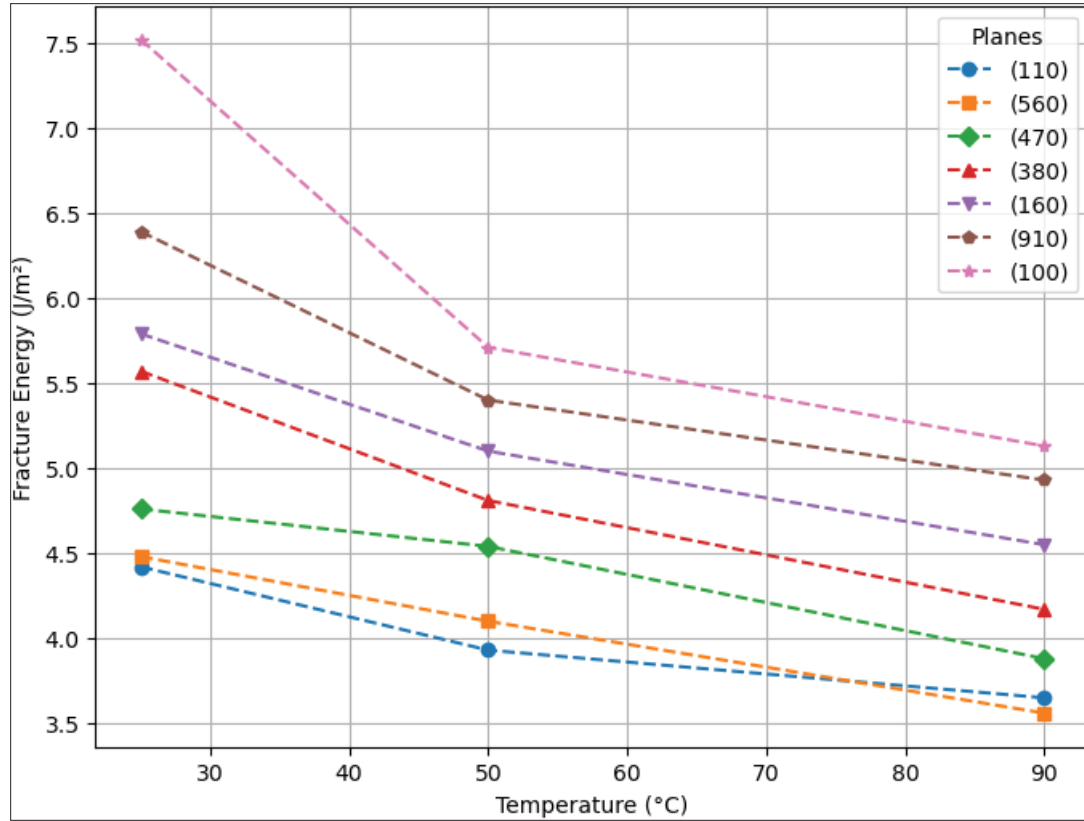


Figure 3.4 Fracture energy variation with temperature for different crystallographic planes in SCS

In the case of boron-doped silicon, the observed reduction in fracture energy with increasing temperature in this study aligns with previous research on p-doped silicon (Hintsala et al., 2017). This suggests that dislocation mobility may be restricted at this temperature range, likely due to the presence of boron atoms that act as obstacles to dislocation motion. Additionally, thermal expansion effects further contribute to the observed reduction in fracture energy, as elevated temperatures stretch and weaken atomic bonds and thereby facilitate crack growth. The contrasting effect of temperature on fracture energy for doped and undoped silicon highlights the need for careful consideration in silicon device design. Additionally, further study is necessary to confirm the underlying mechanism explaining this observation, and explore effects of alternate dopants including other acceptors like indium (In) and aluminium (Al), as well as donors such as arsenic (As), antimony (Sb), or phosphorous (P).

3.5 CONCLUSION

Fracture mechanisms in pure, undoped single crystal silicon have been extensively studied at room temperature, but the fracture behavior of doped silicon under elevated operational temperatures remains poorly understood. In this study, the fracture energy of (100) boron-doped silicon wafers (p-type) over a temperature range from room temperature to 90°C was investigated in different crystallographic orientations using an indentation method.

The Vickers indentation experiments highlight the anisotropic nature of silicon, with the [100] orientation consistently showing the highest fracture energy across various temperatures, while the [110] orientation displays the lowest, leading to preferential crack growth in this direction. Temperature significantly influences the mechanical properties of boron-doped silicon. As temperature rises from 25°C to 90°C, hardness, fracture toughness, and fracture energy decrease, indicating a reduction in the material's resistance to crack propagation. This study reveals unexpected trends in the fracture behavior of boron-doped silicon at operational temperatures, which contrast with prior studies on undoped silicon, where increased fracture energy at elevated temperatures was observed due to dislocation activation.

Controlling fracture behavior is critical to ensuring long-term reliability of electronic devices. Although the mechanical behavior of undoped silicon at room temperature is well understood, this unexpected finding for boron-doped silicon shows that further investigation is warranted. This is particularly important since almost all silicon devices use doped silicon operating above room temperature. Further investigation is therefore necessary to fully explain the observed fracture behavior of doped silicon at the elevated temperatures experienced during typical device operation.

CONCLUSION

L'objectif de cette étude était d'analyser le comportement de la rupture anisotrope du silicium monocristallin dopé au bore sous différentes températures et orientations cristallographiques, en utilisant des essais d'indentation Vickers. L'étude a mis en évidence des tendances marquantes en termes de dépendance à l'orientation et à la température, fournissant ainsi des informations essentielles pour la conception et la fiabilité des dispositifs à base de silicium fonctionnant dans des environnements thermiquement contraignants.

Les résultats ont confirmé l'anisotropie du silicium monocristallin, avec l'orientation [100] présentant systématiquement l'énergie de rupture la plus élevée à toutes les températures testées, tandis que l'orientation [110] affichait la plus faible énergie de rupture. Cette anisotropie suggère que la propagation des fissures est favorisée dans la direction [110], ce qui en fait la direction la plus critique pour la rupture.

Par ailleurs, l'étude a révélé que la température influence de manière significative les propriétés mécaniques du silicium dopé au bore. Avec l'augmentation de la température de 25°C à 90°C, une diminution progressive de la dureté, de la ténacité à la rupture et de l'énergie de rupture a été observée, indiquant une réduction de la résistance du matériau à la propagation des fissures. Ces résultats contrastent avec les études antérieures sur le silicium non dopé, où une augmentation de l'énergie de rupture à des températures élevées avait été observée, attribuée à l'activation des dislocations. Dans le cas du silicium dopé au bore, la réduction de l'énergie de rupture avec l'augmentation de la température pourrait s'expliquer par la restriction de la mobilité des dislocations due à la présence d'atomes de bore, qui agissent comme des obstacles au mouvement des dislocations. De plus, l'expansion thermique affaiblit les liaisons atomiques, facilitant ainsi la propagation des fissures.

Les implications de ces résultats sont importantes pour la conception de composants électroniques à base de silicium, où le contrôle du comportement à la rupture est essentiel pour garantir la fiabilité à long terme. Les orientations cristallographiques et les conditions de température doivent être soigneusement prises en compte lors de la conception de dispositifs.

En conclusion, cette étude contribue à une meilleure compréhension des phénomènes de rupture dans les matériaux fonctionnels notamment le silicium dans des conditions opérationnelles. Ces résultats ouvrent des perspectives d'optimisation pour la conception et la durabilité des composants microélectroniques et mécaniques en silicium. Toutefois, des investigations complémentaires sont requises afin d'approfondir l'influence du dopage et de la température sur le comportement à la rupture, notamment dans des environnements d'exploitation réels.

RECOMMANDATIONS

Le silicium, matériau central de l'industrie des semi-conducteurs, joue un rôle essentiel dans de nombreuses applications technologiques. Cependant, ses propriétés mécaniques, sa nature intrinsèquement fragile, ainsi que l'influence de divers facteurs tels que la température et le dopage, limitent parfois son utilisation optimale. Ce mémoire vise à approfondir la compréhension des mécanismes de rupture du silicium monocristallin dopé au bore, en explorant les effets de l'orientation cristallographique et de la température. Les résultats obtenus constituent non seulement une contribution significative à la littérature scientifique, mais également une ressource précieuse pour la conception mécanique des microsystemes et l'amélioration de la fiabilité des dispositifs à base de silicium. Cette partie présente en outre plusieurs recommandations visant à enrichir cette compréhension et à renforcer la fiabilité des dispositifs en silicium.

Les variations significatives des valeurs expérimentales rapportées dans la littérature pour la ténacité et l'énergie de rupture sont souvent attribuées à des divergences méthodologiques, aux conditions de mesure ou aux modèles d'analyse employés. Pour améliorer la comparabilité des résultats entre les études et renforcer leur validité scientifique, il est crucial d'établir des normes uniformes, notamment en adoptant des modèles analytiques spécifiquement adaptés aux propriétés anisotropes des matériaux et à ceux présentant une faible ténacité, comme le silicium.

Par ailleurs, il serait pertinent d'explorer d'autres orientations cristallographiques du silicium monocristallin. L'étude actuelle analyse le comportement de rupture anisotrope sur le plan (100) à travers différentes orientations et températures, en utilisant des expériences d'indentation Vickers, mettant en évidence des variations significatives dans le comportement de rupture. L'inclusion de plans tels que (111) ou (110), qui pourraient présenter des comportements distincts, permettrait une cartographie plus complète de l'anisotropie mécanique du silicium. Une telle exploration contribuerait également à la conception de dispositifs exploitant les orientations les plus résistantes, afin d'optimiser leur durabilité.

Cette étude met en évidence une diminution significative de l'énergie de fracture du silicium monocristallin dopé au bore à mesure que la température augmente, ce qui contraste avec les observations faites sur le silicium non dopé. Ce comportement pourrait être attribué à une restriction de la mobilité des dislocations causée par la présence d'atomes de bore. Il serait fortement recommandé d'utiliser des techniques telles que la microscopie électronique à balayage et la microscopie électronique en transmission à des températures opérationnelles pour observer directement les interactions entre les dislocations et les atomes de bore, et identifier les mécanismes précis responsables de ces comportements.

Dans la présente étude, seules des charges statiques ont été appliquées. Toutefois, les dispositifs réels sont souvent soumis à des charges dynamiques et à des contraintes thermomécaniques induites par les fluctuations de température. Ces conditions peuvent provoquer l'initiation et la propagation des fissures par des mécanismes de fatigue, réduisant considérablement la durée de vie des composants en silicium. À ce jour, l'impact de la fatigue thermique sur le silicium monocristallin dopé reste insuffisamment exploré. Il est donc recommandé de mener des essais de fatigue combinant des cycles de charge et des variations de température sur une plage étendue, incluant des conditions sous-ambiantes et des températures opérationnelles élevées. Ces études devraient évaluer l'évolution des microfissures ainsi que leurs modes de propagation dans ces conditions. En outre, l'impact de facteurs environnementaux, tels que l'humidité et l'oxydation, devrait être pris en compte afin de simuler des conditions opérationnelles réalistes. Une telle approche permettrait de mieux comprendre le rôle des interactions de surface dans la propagation des fissures.

En répondant à ces recommandations, les recherches futures pourraient fournir une compréhension plus globale du comportement de rupture du silicium dopé, garantissant une fiabilité et des performances accrues dans les systèmes électroniques et mécaniques avancés.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Alsem, D. H., Pierron, O. N., Stach, E. A., Muhlstein, C. L., & Ritchie, R. O. (2007). Mechanisms for Fatigue of Micron-Scale Silicon Structural Films. *Advanced Engineering Materials*, 9(1-2), 15-30. <https://doi.org/10.1002/adem.200600269>
- Anderson, T. L. (2005). *Fracture Mechanics : Fundamentals and Applications*
- Anstis, G. R., Chantikul, P., Lawn, B. R., & Marshall, D. B. (1981). A Critical Evaluation of Indentation Techniques for Measuring Fracture Toughness: I, Direct Crack Measurements. *Journal of the American Ceramic Society*, 64(9), 533-538. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1981.tb10320.x>
- Armstrong, D. E. J., & Tarleton, E. (2015). Bend Testing of Silicon Microcantilevers from 21°C to 770°C. *JOM*, 67(12), 2914-2920. <https://doi.org/10.1007/s11837-015-1618-y>
- Bouffaron, R. (2008). Modélisation et Réalisation de Réseaux Sub-Longueur d'Onde : Application au Contrôle de la Réflectivité Large Bande, Large Incidence (Thèse de doctorat, Institut des Matériaux, de Microélectronique et des Nanosciences de Provence). Consulté sur <https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00353626v2>
- Brede, M. (1993). The brittle-to-ductile transition in silicon. *Acta Metallurgica et Materialia*, 41(1), 211–228. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(93\)90353-t](https://doi.org/10.1016/0956-7151(93)90353-t)
- Brantley, W. A. (1973). Calculated elastic constants for stress problems associated with semiconductor devices. *Journal of Applied Physics*, 44(1), 534-535. <https://doi.org/10.1063/1.1661935>
- Connally, J. A., & Brown, S. B. (1992). Slow Crack Growth in Single-Crystal Silicon. *Science*, 256(5063), 1537-1539. <https://doi.org/10.1126/science.256.5063.1537>
- DelRio, F. W., Cook, R. F., & Boyce, B. L. (2015). Fracture strength of micro- and nano-scale silicon components. *Applied Physics Reviews*, 2(2), 021303. <https://doi.org/10.1063/1.4919540>
- Dukino, R. D., & Swain, M. V. (1992). Comparative Measurement of Indentation Fracture Toughness with Berkovich and Vickers Indenters. *Journal of the American Ceramic Society*, 75(12), 3299-3304. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1992.tb04425.x>
- Ebrahimi, F., & Kalwani, L. (1999). Fracture anisotropy in silicon single crystal. *Materials Science and Engineering: A*, 268(1-2), 116-126. [https://doi.org/10.1016/S0921-5093\(99\)00077-5](https://doi.org/10.1016/S0921-5093(99)00077-5)
- Griffith, A. A. (1920). The phenomena of rupture and flow in solids. *Philosophical Transactions of the Royal Society A*, 221, 163–198

- G.R. IRWIN. (1958). Fracture. In *Elasticity and Plasticity / Elastizität und Plastizität* (p. 551-590). Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg. <https://doi.org/10.1007/978-3-662-43081-1>
- Haneman, D., McAlpine, N. S., Busch, E., & Kaalund, C. (1996). Semiconductor bond rupture phenomena and surface properties. *Applied Surface Science*, 92, 484-490. [https://doi.org/10.1016/0169-4332\(95\)00282-0](https://doi.org/10.1016/0169-4332(95)00282-0)
- Hill, R. (1950). The mathematical theory of plasticity (pp. 97–106). Oxford: Clarendon Press.
- Hintsala, E. D., Bhowmick, S., Yueyue, X., Ballarini, R., Asif, S. A. S., & Gerberich, W. W. (2017). Temperature dependent fracture initiation in microscale silicon. *Scripta Materialia*, 130, 78-82. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.11.016>
- Hopcroft, M. A., Nix, W. D., & Kenny, T. W. (2010). What is the Young's Modulus of Silicon? *Journal of Microelectromechanical Systems*, 19(2), 229-238. <https://doi.org/10.1109/JMEMS.2009.2039697>
- Hyun, H. C., Rickhey, F., Lee, J. H., Kim, M., & Lee, H. (2015). Evaluation of indentation fracture toughness for brittle materials based on the cohesive zone finite element method. *Engineering Fracture Mechanics*, 134, 304–316. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2014.11.013>
- Inglis, C. E. (1913). Stresses in a plate due to the presence of cracks and sharp corners. *Transactions of the Institute of Naval Architects*, 55, 219–241
- Irwin, G. R. (1948). Fracture dynamics. In *Fracturing of metals* (pp. 147–166). Cleveland, OH: American Society for Metals
- Irwin, G. R. (1957). Analysis of stresses and strains near the end of a crack traversing a plate. *Journal of Applied Mechanics*, 24, 361–364
- Irwin, G. R. (1956). Onset of fast crack propagation in high strength steel and aluminum alloys. *Sagamore Research Conference Proceedings*, 2, 289–305.
- J. B. Wachtman, Jr. (1973). DETERMINATION OF ELASTIC CONSTANTS REQUIRED FOR APPLICATION OF FRACTURE MECHANICS TO CERAMICS. In *Fracture Mechanics of Ceramics: Vol. Concepts. Flaws and Fractography* (2^e éd., p. 49-68).
- Jang, J., & Pharr, G. M. (2008). Influence of indenter angle on cracking in Si and Ge during nanoindentation. *Acta Materialia*, 56(16), 4458-4469. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.05.005>
- Jaya, B. N., Wheeler, J. M., Wehrs, J., Best, J. P., Soler, R., Michler, J., ... Dehm, G. (2016). Microscale Fracture Behavior of Single Crystal Silicon Beams at Elevated Temperatures. *Nano Letters*, 16(12), 7597-7603. <https://doi.org/10.1021/acs.nanolett.6b03461>

- Kang, W., & Saif, M. T. A. (2013). In Situ Study of Size and Temperature Dependent Brittle-to-Ductile Transition in Single Crystal Silicon. *Advanced Functional Materials*, 23(6), 713-719. <https://doi.org/10.1002/adfm.201201992>
- Kelly, A., Groves, G. W., & P Kidd. (2000). Crystallography and crystal defects. Wiley.
- King, S. W., & Antonelli, G. A. (2007). Simple bond energy approach for non-destructive measurements of the fracture toughness of brittle materials. *Thin Solid Films*, 515(18), 7232-7241. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2007.02.106>
- Komai, K., Minoshima, K., & Inoue, S. (1998). Fracture and fatigue behavior of single crystal silicon microelements and nanoscopic AFM damage evaluation. *Microsystem Technologies*, 5(1), 30-37. <https://doi.org/10.1007/s005420050137>
- Korte, S., Barnard, J. S., Stearn, R. J., & Clegg, W. J. (2011). Deformation of silicon – Insights from microcompression testing at 25–500°C. *International Journal of Plasticity*, 27(11), 1853-1866. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2011.05.009>
- Lauener, C. M., Petho, L., Chen, M., Xiao, Y., Michler, J., & Wheeler, J. M. (2018). Fracture of Silicon: Influence of rate, positioning accuracy, FIB machining, and elevated temperatures on toughness measured by pillar indentation splitting. *Materials & Design*, 142, 340-349. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2018.01.015>
- Lawn, B. R., Evans, A., & Marshall, D. J. (1980). Elastic/Plastic Indentation Damage in Ceramics: The Median/Radial Crack System. *Journal of the American Ceramic Society*, 63(9-10), 574–581. <https://doi.org/10.1111/j.1151-2916.1980.tb10768.x>
- Lawn, B. R., Hockey, B. J., & Wiederhorn, S. M. (1980). Atomically sharp cracks in brittle solids: An electron microscopy study. *Journal of Materials Science*, 15(5), 1207-1223. <https://doi.org/10.1007/BF00551810>
- Lee, S. (Éd.). (2018). *Advanced Material and Device Applications with Germanium*. InTech. <https://doi.org/10.5772/intechopen.73146>
- Lemaitre, P. (1988). Fracture toughness of germanium determined with the Vickers indentation technique. *Journal of Materials Science Letters*, 7(8), 895-896. <https://doi.org/10.1007/BF00723798>
- Li, X., Kasai, T., Nakao, S., Ando, T., Shikida, M., Sato, K., & Tanaka, H. (2005). Anisotropy in fracture of single crystal silicon film characterized under uniaxial tensile condition. *Sensors and Actuators A: Physical*, 117(1), 143-150. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2004.06.003>
- Liu, Z. (2021). Temperature-Dependent Elastic Constants and Young's Modulus of Silicon Single Crystal [PDF]. *Proceedings of the 11th Mechanical Engineering Design of Synchrotron Radiation Equipment and Instrumentation, MEDSI2020*, 3 pages, 0.567 MB. <https://doi.org/10.18429/JACOW-MEDSI2020-WEPC09>

- Masolin, A., Bouchard, P.-O., Martini, R., & Bernacki, M. (2013). Thermo-mechanical and fracture properties in single-crystal silicon. *Journal of Materials Science*, 48(3), 979-988. <https://doi.org/10.1007/s10853-012-6713-7>
- McSkimin, H. J., Bond, W. L., Buehler, E., & Teal, G. K. (1951). Measurement of the Elastic Constants of Silicon Single Crystals and Their Thermal Coefficients. *Physical Review*, 83(5), 1080-1080. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.83.1080>
- Moradkhani, A., Panahizadeh, V., & Hoseinpour, M. (2023). Indentation fracture resistance of brittle materials using irregular cracks: A review. *Heliyon*, 9(9), e19361. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2023.e19361>
- Moulins, A. (s. d.). *Fractography and crack propagation in functional crystals*.
- Moulins, A., Andrusyszyn, F., Dugnani, R., & Zednik, R. J. (2022). Indentation fracture toughness of semiconducting gallium arsenide at elevated temperatures. *Engineering Failure Analysis*, 137, 106417. <https://doi.org/10.1016/j.engfailanal.2022.106417>
- Moulins, A., Dugnani, R., & Zednik, R. J. (2023). Anisotropic fracture energy and toughness of single crystal gallium arsenide by microindentation. *Engineering Fracture Mechanics*, 292, 109631. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2023.109631>
- Nakao, S., Ando, T., Shikida, M., & Sato, K. (2008). Effect of temperature on fracture toughness in a single-crystal-silicon film and transition in its fracture mode. *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 18(1), 015026. <https://doi.org/10.1088/0960-1317/18/1/015026>
- Niihara, K., Morena, R., & Hasselman, D. P. H. (1982). Evaluation of K_{Ic} of brittle solids by the indentation method with low crack-to-indent ratios. *Journal of Materials Science Letters*, 1(1), 13-16. <https://doi.org/10.1007/BF00724706>
- Norton, A. D., Falco, S., Young, N., Severs, J., & Todd, R. I. (2015). Microcantilever investigation of fracture toughness and subcritical crack growth on the scale of the microstructure in Al₂O₃. *Journal of the European Ceramic Society*, 35(16), 4521-4533. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2015.08.023>
- Palmqvist, S. (1957). *Jernkontorets Ann*, 141, 300–306
- Pérez, R., & Gumbsch, P. (2000). Directional Anisotropy in the Cleavage Fracture of Silicon. *Physical Review Letters*, 84(23), 5347-5350. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.84.5347>
- Ponton, C. B., & Rawlings, R. D. (1989). Vickers indentation fracture toughness test Part 1 Review of literature and formulation of standardised indentation toughness equations. *Materials Science and Technology*, 5(9), 865–872. <https://doi.org/10.1179/mst.1989.5.9.865>

- Rickhey, F., Marimuthu, K. P., Lee, J. H., Lee, H., & Hahn, J. H. (2015). Evaluation of the fracture toughness of brittle hardening materials by Vickers indentation. *Engineering Fracture Mechanics*, 148, 134-144. <https://doi.org/10.1016/j.engfracmech.2015.09.028>
- Rickhey, F., Marimuthu, K. P., Lee, K., & Lee, H. (2019). Indentation cracking of monocrystalline silicon considering fracture anisotropy. *Theoretical and Applied Fracture Mechanics*, 100, 128-138. <https://doi.org/10.1016/j.tafmec.2019.01.002>
- Sih, G. C., Paris, P. C., & Irwin, G. R. (1965). On cracks in rectilinearly anisotropic bodies. *International Journal of Fracture Mechanics*, 1(3), 189-203. <https://doi.org/10.1007/BF00186854>
- Tanaka, M., Higashida, K., Nakashima, H., Takagi, H., & Fujiwara, M. (2003). Fracture Toughness Evaluated by Indentation Methods and Its Relation to Surface Energy in Silicon Single Crystals. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 44(4), 681-684. <https://doi.org/10.2320/matertrans.44.681>
- Tsuchiya, T. (2005). Tensile testing of silicon thin films. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 28(8), 665-674. <https://doi.org/10.1111/j.1460-2695.2005.00910.x>
- Tsuchiya, T., Tabata, O., Sakata, J., & Taga, Y. (1998). Specimen size effect on tensile strength of surface-micromachined polycrystalline silicon thin films. *Journal of Microelectromechanical Systems*, 7(1), 106-113. <https://doi.org/10.1109/84.661392>
- Vanhellemont, J., Swarnakar, A. K., & Van Der Biest, O. (2014). Temperature Dependent Young's Modulus of Si and Ge. *ECS Transactions*, 64(11), 283-292. <https://doi.org/10.1149/06411.0283ecst>
- Wolff, G. A., & Broder, J. D. (1959). Microcleavage, bonding character and surface structure in materials with tetrahedral coordination. *Acta Crystallographica*, 12(4), 313-323. <https://doi.org/10.1107/S0365110X59000949>