

POLITECNICO DI MILANO

Corso di Laurea Magistrale in Ingegneria Biomedica

Scuola di Ingegneria dei Sistemi

Dipartimento di Bioingegneria



Tesi di Laurea Specialistica

**MECCANICA DEI DISPOSITIVI DI "STRETCHABLE  
ELECTRONICS": CARATTERIZZAZIONE DEI MATERIALI  
COSTITUENTI E COMPORTAMENTO MECCANICO DELLE  
INTERCONNESSIONI**

Relatore: Prof. Pasquale VENA

Correlatore: Dott. Ing. Riccardo LUCCHINI

Autore:

Emanuele CATTARINUZZI

matricola 765274

**ANNO ACCADEMICO 2011 - 2012**

a Daniele,  
perché hai impregnato la tua vita  
dei ricordi della nostra infanzia,  
e quando ti penso  
io mi ricordo chi sono

A Lisa,  
perché dici sempre che sono la tua parte migliore  
ed io ti dico che avrai, avrai, avrai  
un domani sempre più speciale.  
Questo è il mio augurio

ad Anna-Maria,  
la mia mamma,  
perché questo è il frutto di ore ed ore  
trascorse lontano da te,  
ma io voglio esserci sempre  
quando tu hai bisogno di me

# INDICE

<b>RINGRAZIAMENTI .....</b>	<b>I</b>
<b>SOMMARIO.....</b>	<b>III</b>
<b>ABSTRACT .....</b>	<b>VII</b>
<b>1. INTRODUZIONE ED OBIETTIVI GENERALI DEL LAVORO .....</b>	<b>1</b>
<b>1.1. La stretchable electronics e le sue applicazioni in campo biomedico .....</b>	<b>1</b>
1.1.1. L'origine della stretchable electronics .....	1
1.1.2. Lo stato dell'arte dei dispositivi della stretchable electronics in campo biomedico .....	6
1.1.3. Vantaggi e criticità dell'accoppiamento substrato polimerico ed interconnessione metallica a serpentina .....	16
<b>1.2. Obiettivi generali del lavoro .....</b>	<b>20</b>
<b>2. INTRODUZIONE ALLE TECNICHE SPERIMENTALI E NUMERICHE IMPIEGATE.....</b>	<b>21</b>
<b>2.1. La caratterizzazione sperimentale mediante nanoindentazione .....</b>	<b>21</b>
2.1.1. Introduzione alla tecnica di nanoindentazione .....	21
2.1.2. La nanoindentazione come possibile metodo di caratterizzazione dei dispositivi della stretchable electronics .....	24
<b>2.2. La teoria dell'omogeneizzazione: alla modellazione del comportamento macroscopico di un materiale eterogeneo .....</b>	<b>25</b>
2.2.1. Representative Volume Element (RVE): l'ipotesi di ergodicità .....	25
2.2.2. Il principio di equivalenza energetica: il <i>lemma di Hill</i> .....	29
2.2.3. Le tecniche computazionali a supporto dell'analisi del comportamento macroscopico .....	34
<b>3. MATERIALI E METODI .....</b>	<b>36</b>
<b>3.1. Obiettivi specifici del manoscritto.....</b>	<b>36</b>
<b>3.2. Materiali .....</b>	<b>37</b>
<b>3.3. Caratterizzazione e modellazione alla scala dei singoli costituenti.....</b>	<b>39</b>
3.3.1. Modellazione del legame costitutivo dell'Alluminio (Al) .....	39
3.3.2. Modellazione del legame costitutivo della poliimmide (PI) .....	43
3.3.2.1. Caratterizzazione sperimentale del comportamento viscoelastico della PI.....	43
3.3.2.2. Modellazione del legame iperelastico della PI.....	49
3.3.3. Validazione dei risultati della caratterizzazione dei singoli costituenti.....	54
3.3.3.1. Prove sperimentali di nanoindentazione sui campioni AL-D115 .....	54

3.3.3.2. FEA delle prove di nanoindentazione sui campioni AL-D115 .....	57
<b>3.4. Modellazione alla scala dell'interconnessione.....</b>	<b>61</b>
3.4.1. Descrizione del modello computazionale SIU .....	61
3.4.2. Caratterizzazione del meccanismo di isolamento delle deformazioni.....	68
3.4.3. Caratterizzazione efficace del modello SIU .....	70
<b>3.5. Modellazione alla scala del dispositivo .....</b>	<b>77</b>
<b>4. RISULTATI .....</b>	<b>80</b>
<b>4.1. Risultati dell'analisi alla scala dei singoli costituenti .....</b>	<b>80</b>
4.1.1. Risultati della caratterizzazione dei legami costitutivi di Al e PI.....	80
4.1.2. Risultati della validazione dei legami costitutivi di Al e PI .....	84
<b>4.2. Risultati della modellazione alla scala dell'interconnessione .....</b>	<b>87</b>
4.2.1. Risultati della caratterizzazione del fenomeno di isolamento delle deformazioni .....	87
4.2.2. Risultati della caratterizzazione efficace del modello SIU.....	99
4.2.3. Risultati della caratterizzazione alla scala del dispositivo.....	102
<b>5. DISCUSSIONE .....</b>	<b>109</b>
<b>5.1. Protocollo di caratterizzazione e risultati alla scala dei singoli costituenti.....</b>	<b>109</b>
<b>5.2. Modellazione e risultati alla scala dell'interconnessione .....</b>	<b>112</b>
<b>5.3. Modellazione e risultati alla scala del dispositivo .....</b>	<b>115</b>
<b>6. BIBLIOGRAFIA .....</b>	<b>118</b>

## RINGRAZIAMENTI

Desidero ringraziare le persone che più mi hanno guidato nell'affrontare i contenuti di questa tesi, cioè il Professor Pasquale Vena e l'Ingegnere Riccardo Lucchini, perché la spontaneità con cui mi hanno coinvolto nelle loro attività di ricerca mi ha permesso di sentirmi sempre molto valorizzato, alimentando in me l'entusiasmo e la curiosità nei confronti delle discipline scientifiche.

In particolare, sono grato al professor Vena per aver creduto nelle mie capacità ed avermi assistito con dedizione e costanza, ma soprattutto con vera naturalezza. Per questo lo stimo molto e spero saprò meritare e ricambiare la disponibilità che mi ha dimostrato.

E sono grato a Riccardo, che pure a centinaia di chilometri di distanza e probabilmente anche più impegnato di me, non mi ha mai negato il proprio supporto, decisivo senza eccezioni durante tutta l'attività che ho svolto. Lo reputo una persona piena di risorse ed ammiro la sua schiettezza: confrontandomi con lui, sono sempre certo di arricchirmi.

Ringrazio il Dottor Leandro Lorenzelli ed il suo gruppo di ricerca *Bio-MEMS Research Unit* della Fondazione Bruno Kessler per avere reso possibile questa attività, mettendo a disposizione i materiali che sono stati utilizzati nelle attività sperimentali.

Detto questo, è il momento di cambiare calligrafia per buttarsi sui ringraziamenti meno tecnici, ma non meno importanti.

Con questo documento chiudo un'avventura iniziata due anni fa, intraprendendo il percorso di Laurea Magistrale che, lasciatemelo dire, è stata una corsa continua. Ma è stata una mia scelta: *"It's my tail and I chase it if I want to"* [Oceansize], è un pezzo che secondo me crea il giusto contesto intorno a questa affermazione.

E sebbene la mia decisione abbia imposto un naturale sacrificio alle persone che amo, nessuna di loro mi ha mai negato il proprio sostegno incondizionato.

Per questo desidero ringraziare la mia famiglia, che non vedo l'ora di riabbracciare e che mi manca tanto. In un grande abbraccio cingo genitori, nonni, zii/e e cugini/e, perché le telefonate serali in cui si sono alternati in questi anni sono state il giusto carburante per affrontare quest'avventura con l'identità che loro m'hanno insegnato a costruire, e che con piacere mi tengo stretta.

In particolare desidero ringraziare i miei genitori, perché la fiducia con cui affrontano insieme ogni attimo della loro vita è uno spettacolo che mi riempie di orgoglio. Ogni loro azione, ogni loro scelta: davanti agli occhi hanno sempre me, la serenità mia e di chi amo. Il loro sostegno e la loro stima mi hanno rincuorato e dato coraggio anche nei momenti più duri.

Poi volevo dire questo, perché ci penso da tempo: ringrazio i miei amici più cari, che qui a Milano o a grande distanza, senza distinzione, hanno accettato di crescere insieme a me. Grazie a Francesco, Stefano, Nicholas, Alessandro, Giacomo, Gianluca, Marcello, Lorenzo, Davide, William, Ivan e Matteo; a Chiara, Marina, Sara, Elisabetta, Eugenia, Irene, Francesca, Raffaella ed Alessandra.

Vi ringrazio perché, con voi, io so che non mi sentirò mai figlio unico.

Ringrazio Annalisa,

per avermi insegnato a rovistare tra tutte le possibilità in cui ci imbattiamo ogni giorno, spronandomi a tracciare il mio percorso in modo meno schematico, ma più consapevole,

per avermi fatto ricordare che una promessa non vale in quanto mantenuta, ma perché pronunciata con vera intenzione,

perché mi ha permesso, in questi anni, di provare cosa significhi sostenersi a vicenda ed insistere, trovare la forza l'uno nell'altra e riuscire a portare a compimento i propri obiettivi.

Così tanti obiettivi: senza di te non ce l'avrei mai fatta. Senza di te non avrebbero avuto lo stesso valore.

Emanuele

## SOMMARIO

L'elettronica ad alta deformabilità (*stretchable electronics*) è un ramo innovativo nell'ambito dei circuiti integrati, che propone dispositivi capaci di deformarsi ed assumere complesse forme curvilinee pur conservando le performance elettroniche, l'integrabilità e la miniaturizzazione dei rigidi microsistemi basati sulla tecnologia del silicio (Si) [1]. In questo lavoro si propone un protocollo di caratterizzazione dedicato allo studio di materiali compositi ottenuti per deposizione di un film sottile di alluminio (Al) su un substrato di poliimmide (PI): l'obiettivo consiste nel valutare la potenziale fruibilità di questa soluzione rispetto alla realizzazione di un dispositivo di stretchable electronics destinato ad applicazioni interventistiche, quali l'integrazione su catetere espandibile.

La linea di ricerca dedicata alla stretchable electronics esercita una forte attrattiva in campo biomedicale, perché consente di realizzare strumenti capaci di interfacciarsi efficacemente ai tessuti indipendente dalla complessità della loro topologia superficiale, abilitando il monitoraggio e/o l'interazione attiva *in-situ* nei confronti dell'attività biologica: esempi significativi in questo senso sono identificabili nella *pelle artificiale* [2], nei guanti chirurgici e nei cerotti dotati di sensoristica integrata [3], nonché nel singolare catetere espandibile multifunzionale, proposto da Kim e collaboratori [4]. In particolare, gli autori hanno integrato, in un modello commerciale di catetere espandibile, sensori dedicati alla misura delle grandezze rilevanti ai fini del buon esito dell'intervento (i.e., pressioni di contatto, temperatura, attività elettrica del miocardio), sia con elettrodi attivi capaci di eseguire un'ablazione cardiaca mediante l'emissione localizzata di radiofrequenze. Gli elementi sensibili e l'elettronica attiva sono stati depositati su un substrato di polidimetilsilossano (PDMS) ed interconnessi mediante film sottili di oro (Au) sagomati a serpentina, ottenendo un sistema destinato a calzare la regione espandibile del catetere. I risultati della sperimentazione su modello animale sono particolarmente promettenti e mettono in luce come la stretchable electronics possa essere abbinata anche a strumenti chirurgici relativamente inerti nella loro versione convenzionale, aumentandone notevolmente le funzionalità.

Osservando tale applicazione è possibile delineare tre elementi che caratterizzano la struttura tipica di un dispositivo di stretchable electronics:

- il substrato polimerico, cui sono solitamente deputate la deformabilità del dispositivo e la sua adattabilità a superfici topologicamente complesse;

- i circuiti integrati miniaturizzati, distribuiti lungo tutto il substrato sottoforma di isole sensibili/attive, capaci di garantire alte performance elettroniche;
- le interconnessioni, cioè quel sistema di conduttori responsabile della corretta comunicazione elettrica tra le isole sensibili/attive.

La convivenza tra i requisiti di grande deformabilità ed affidabilità delle caratteristiche elettriche è in larga misura funzione dei materiali e del design previsti per il substrato polimerico e per l'interconnessione: i ricercatori impegnati in questo ambito hanno testato sia la possibilità di rendere conduttivi materiali intrinsecamente deformabili [5], sia quella di sfruttare opportuni disegni strutturali per conferire a conduttori nativi (e.g., Au, Al, Cu) la capacità di sostenere regimi di grande deformazione senza alterare la propria resistività [6].

Come mostrato nell'esempio di Kim, la sagomatura delle interconnessioni secondo un disegno a serpentina costituisce un'ottima soluzione da questo punto di vista, consentendo di realizzare dispositivi capaci di deformarsi con affidabilità, raggiungendo allungamenti superiori al 100% [4]. Secondo Hsu e collaboratori [7], il merito di una performance macroscopica così soddisfacente va attribuito ai meccanismi d'interazione meccanica locale tra il substrato polimerico e le metallizzazioni: è stato dimostrato come la sagoma a serpentina sopprima all'allungamento macroscopico con distorsioni planari e torsioni fuori dal piano, di fatto abilitando una redistribuzione ed un'attenuazione delle sollecitazioni sperimentate direttamente dal materiale del conduttore.

Ai vantaggi appena descritti, si accompagnano naturalmente una serie di criticità, intrinsecamente legate alla necessità di far convivere con affidabilità due materiali meccanicamente così dissimili, come il substrato polimerico viscoelastico ed il film metallico elastoplastico: la modellazione della risposta meccanica del dispositivo e, ancor più, l'occorrenza di fallimento e le sue stesse modalità risultano di difficile previsione, dal momento che originano dalla combinazione dei diversi comportamenti post-elastici dei materiali a contatto [8]. In questo senso, è evidente l'impegno della comunità scientifica rivolto allo sviluppo di protocolli di caratterizzazione ed ottimizzazione a supporto della progettazione di un dispositivo di stretchable electronics, o anche solo alla scelta del corretto abbinamento polimero-metallo previsto per il sistema substrato-interconnessione [9, 10].

Nell'ambito di questo lavoro, sono state esplorate



- la possibilità di caratterizzare il polimero del substrato ed il metallo previsto per l'interconnessione mediante test di nanoindentazione, tecnica sperimentale che ben si presta all'analisi del comportamento dei materiali ad una scala d'osservazione paragonabile a quella tipica di quelle interazioni locali, ritenute responsabili delle ottime performance in sede applicativa;
- la possibilità di correlare gli eventi locali al comportamento complessivo di un potenziale dispositivo mediante una procedura di omogeneizzazione delle proprietà meccaniche [11, 12].

Il risultato dell'attività corrisponde alla proposta di un protocollo di caratterizzazione e stima del comportamento meccanico del dispositivo, che si contraddistingue per la combinazione delle osservazioni dedicate a tre scale dimensionali diverse:

- quella dei singoli costituenti ( $\sim 10^{-7}$ - $10^{-6}$  m);
- quella della struttura a serpentina ( $\sim 10^{-5}$  m);
- quella del potenziale dispositivo ( $\sim 10^{-3}$ - $10^{-2}$  m).

Riguardo la scala d'osservazione dei singoli costituenti, i test di nanoindentazione sono stati usati per caratterizzare campioni di Al e PI sottoforma di film sottile (spessore 1  $\mu\text{m}$  e 10  $\mu\text{m}$  rispettivamente), indagando selettivamente l'elasticità lineare e la plasticità dell'Al, nonché la viscoelasticità e l'elasticità non-lineare della PI. I risultati della caratterizzazione sono stati assegnati quali proprietà meccaniche ad un modello computazionale (FEM) col quale è stato possibile simulare un test di nanoindentazione di *bilayer* di Al su PI, riprodotto anche sperimentalmente: il confronto tra le curve carico/affondamento predette dal modello e quelle ottenute dai test ha permesso

- l'analisi critica dell'efficacia del protocollo di caratterizzazione stesso, mostrando come esso sia capace di studiare esaustivamente le caratteristiche elastiche e plastiche dei materiali a disposizione, ma risulti, nella versione presentata, non completamente esaustivo nell'analisi della viscoelasticità;
- l'avanzamento dell'analisi alla successiva scala dimensionale, quella della struttura a serpentina. In virtù delle caratteristiche dello stato di sollecitazione tipico di una prova di nanoindentazione (i.e., triassialità, dimensione caratteristica delle sollecitazioni paragonabile a quella del film sottile [13]), il generale accordo tra i risultati del modello FEM e le osservazioni sperimentali autorizza l'estensione del modello ad una casistica in cui l'accoppiamento polimero-metallo si presenti in

configurazioni geometriche più complesse (i.e., la serpentina), ma caratterizzate anch'esse da stato di sforzo triassiale con gradienti significativi lungo lo spessore del film metallico, come si prevede accada nelle vicinanze dell'interconnessione.

Per studiare il comportamento meccanico alla scala dell'interconnessione, è stato realizzato un modello computazionale tridimensionale riproducendo l'unità ripetitiva della serpentina. L'applicazione di opportune condizioni al bordo periodiche [14] ha permesso di simulare il comportamento del sistema substrato-interconnessione in condizioni di sollecitazione riconducibili a quelle di servizio, avendo immaginato un catetere espandibile quale potenziale dispositivo. L'analisi computazionale prevista per questa scala d'osservazione ha permesso:

- la valutazione dell'efficacia dell'accoppiamento Al-PI rispetto ai fenomeni di distorsioni planari e torsioni fuori piano, per confronto con un modello identico a meno del polimero del substrato, per il quale è stato scelto il PDMS, considerato lo standard di riferimento nell'ambito della stretchable electronics;
- l'uso di un'opportuna procedura di omogeneizzazione volta alla caratterizzazione delle proprietà efficaci del sistema composito matrice-interconnessione, in particolare della componente elastica e di quella viscoelastica.

L'uso delle caratteristiche efficaci ottenute dalla procedura di omogeneizzazione ha consentito la stima del comportamento meccanico alla scala del dispositivo secondo un modello analitico basato sull'equazione di equilibrio statico di una membrana sottoposta ad una pressione interna uniforme. Immaginando di studiare la fase di gonfiaggio di un catetere espandibile, le soluzioni riscontrate nel caso di membrana iperelastica sono state confrontate con quelle ottenute introducendo nel modello anche il comportamento viscoelastico, dimostrando come non considerare questo contributo possa indurre ad un dimensionamento non corretto delle condizioni di applicabilità in sicurezza del dispositivo.

## ABSTRACT

Stretchable electronics is a new emergent field in integrated circuit issues, providing brand new devices featured by high compliance and conformability, while inheriting incomparable capabilities by microsystem technologies, such as miniaturization and high performances in electronics [1]. In this study, a previously unexplored characterization protocol is proposed, meant to assess the potential eligibility of a composite system of aluminum (Al) interconnects deposited on polyimide (PI) substrates as a key component of stretchable electronics devices for minimally invasive surgery, such as catheter interventions in general.

Stretchable electronics plays a strong appeal towards biomedics, due to the efficiency displayed by these devices when interfacing tissues featured by complex topological shape: this inherent capability allows the *in-situ* measure of the biological activity, as well the active interaction with it. Meaningful examples can be found in what is usually referred as *artificial skin* [2], instrumented surgical gloves [3] and plasters and in the multifunctional expandable catheter proposed by Kim and co-workers [4]. In particular, in the latter the authors managed to integrate a set of both sensors and actuators on a commercial balloon catheter, thus enabling the measure of some key quantities during the intervention (e.g., contact pressures, temperature, myocardial electrical activity) and the performance of a radiofrequency cardiac ablation: the integrated circuits (IC) were deposited on a silicone (PDMS) substrate, electrically connected by means of S-shaped gold (Au) conductors; the resulting system was mounted on the balloon of the expandable catheter and made inbuilt to it. Results from experiments on animal models show promising and suggest how to combine stretchable electronics with conventional and relatively inert surgical tools, improving their functionality.

In the Kim's work is it possible to identify three key elements in stretchable electronics design:

- the substrate, whose polymeric nature usually enables features like high deformability and conformability;
- the ICs, which basically consist in a collection of high performance microsystems, spread all over the substrate;
- the interconnect, i.e., the network of conductors enabling the electrical communication between the whole set of ICs.

The possibility to match high deformability with electrical reliability is greatly affected by the choice of materials and design rules concerning prominently the substrate and the interconnection: researchers working in this field tested both the opportunity to gain conduction from those materials which are deformable by nature [5], and the chance to exploit structural design in order to obtain metal conductors (e.g., Au, Al, Cu) able to undergo large deformations with no changes in resistivity [6].

As already provided by Kim, the S-shaped design represents a good choice in this sense, allowing the development of highly reliable devices, meanwhile capable to stretch beyond two times their initial length [4]. According to Hsu and co-workers [7], this incomparable performance in the macroscopic behavior is indeed due to some peculiar local interactions between the polymer substrate and the metal conductor: in-plane deformations as well as out-of-plane distortions were shown to occur along the serpentine, thus enabling a general redistribution and decrease of the stress/strain state directly experienced by the metal.

Nevertheless, new challenges arise due to the need of a matching between the viscoelastic nature of the polymer substrate and the elastoplastic behavior of the metal interconnect: the modeling of the effective mechanical response as well as the onset and nature of potential failure mechanisms is not a trivial task [8]. As a consequence, much effort was devoted to the development of brand new characterization and optimization protocols meant to support the design of stretchable electronics devices, or even explicitly focused on the choice of a proper polymer-metal pair for the substrate-interconnect composite system [9, 10].

In this study, some new strategies were proposed:

- nanoindentation tests were explored as a proper characterization procedure to get insights on the constitutive behavior of the materials at a length scale which was comparable to that of the local interaction mechanisms described by Hsu [7];
- homogenization theory as a mathematical tool to define the correlation between the local and the macroscopic mechanical behavior [11, 12].

As a result, a characterization protocol is conceived in order to investigate the mechanical response of a potential device within three different length scales:

- the materials length scale ( $\sim 10^{-7}$ - $10^{-6}$  m);
- the S-shaped interconnect unit length scale ( $\sim 10^{-5}$  m);
- the whole device length scale ( $\sim 10^{-3}$ - $10^{-2}$  m).

Concerning the materials observation length scale, Al and PI thin-films (1  $\mu\text{m}$  and 10  $\mu\text{m}$ , respectively) were tested by means of nanoindentation tests, studying individually Al in its linear elastic as well as plastic regime, and PI in both a non-linear elastic and a linear viscoelastic framework. Characterization results were used as material properties in a finite element model (FEM) reproducing a nanoindentation test on a composite *bilayer* of Al on PI substrate, which was performed experimentally. A comparison between the load/depth curves obtained by the FEM and the experiments allowed:

- a critical analysis on the characterization protocol efficiency, showing that the post-processing of the nanoindentation data provided consistent results concerning the elastic and plastic behaviors of the materials, while it missed sufficient reliability concerning viscoelasticity;
- to step further to the S-shaped interconnect unit length scale. This was possible due to the inherent features of the nanoindentation stress state (i.e., triaxiality, comparability between the characteristic length of stress state and that of the thin film [13]): it is reasonable to assess that, since the FEM displayed a globally reliable behavior in reproducing a nanoindentation test, it can be used as a basis for the development of a further model, featured by a more complex geometry (i.e., the serpentine), but still meant to experience a triaxial stress state with significant gradients along the interconnect width, as it should happen for the S-shaped interconnect unit.

In order to investigate the mechanical behavior at the interconnect length scale, the S-shaped interconnect unit was reproduced through the development of a three-dimensional computational model. The mechanical behavior of the substrate-interconnect composite was studied applying a proper set of periodic boundary conditions, meant to reproduce the inflation of an expandable intervention balloon, which was chosen as a potential application. Finite element analysis at this step enabled

- the evaluation of the performance displayed by the composite Al-PI in terms of in-plane and out-plane structural distortions. This was done by means of comparison with a reference model, in which PDMS was chosen as substrate, due to its well-known advantages concerning stretchable electronics applications;
- the estimation of the effective elastic and viscoelastic material properties, by means of a proper homogenization procedure.

As far as the effective properties were obtained, it was possible to analytically model the mechanical behavior at the device length scale as a problem of static equilibrium of a membrane subjected to a uniform internal pressure. The balloon-inflation phase was studied in both cases of pure hyperelasticity and combination with viscoelasticity, showing the importance to take into account time-dependent constitutive behaviors in order to correctly establish safe working conditions for the device.

# 1. INTRODUZIONE ED OBIETTIVI GENERALI DEL LAVORO

## 1.1. La stretchable electronics e le sue applicazioni in campo biomedico

### 1.1.1. L'origine della stretchable electronics

I dispositivi elettronici costituiscono una risorsa insostituibile in molti ambiti della vita moderna, rappresentando in campo medicale un elemento fondamentale per l'innovazione. Le nuove opportunità rese disponibili dal progresso delle tecnologie elettroniche sono messe al servizio della salute per rispondere ad alcune delle numerose esigenze denunciate in questo settore, quali:

- l'accuratezza e la precisione degli strumenti diagnostici [15];
- la semplificazione delle procedure chirurgiche e la riduzione del loro impatto sul paziente [16];
- l'integrazione di molteplici funzionalità sullo stesso dispositivo [4];
- l'identificazione e la manipolazione selettiva e finemente controllata di materiale biologico e/o molecolare [17], e quindi di dimensioni rispettivamente micrometriche e nanometriche.

L'ingegneria biomedica riveste un ruolo decisivo nel processo di traduzione del potenziale offerto dalle tecnologie elettroniche in una soluzione destinata alla tutela della salute, interpretando e destrutturando le problematiche sollevate dal settore medico e selezionando le conoscenze tecniche più adeguate alla realizzazione di uno strumento di supporto.

I risultati di questo processo trovano spazio come *asset* di riferimento nelle procedure terapeutiche consolidate (e.g., macchinari per *imaging* diagnostico, elettrocardiografi, **Figura 1.1a-c**), ma sono al contempo continuamente protagonisti della letteratura scientifica più avanzata sottoforma di alternative sempre più all'avanguardia (e.g., strumentazione chirurgica controllabile da postazione remota, dispositivi sottocutanei o percutanei per il rilascio controllato di farmaci, come le micro-pompe insuliniche, accelerometri integrati in protesi impiantabili oppure in sistemi indossabili, microscopi in grado di indagare e addirittura manipolare strutture molecolari, **Figura 1.1d-f**).



**Figura 1.1:** Esempi di dispositivi elettronici biomedicali. a) Elettrocardiografo; b) Macchina per risonanza magnetica nucleare; c) Centralina di controllo di un sistema d'assistenza ventricolare; d) Robot chirurgico a controllo remoto; e) Pompa insulinica percutanea con relativa unità di controllo remoto; f) Accelerometro indossabile; g) Microscopio a forza atomica.

Per alcuni di questi dispositivi (e.g., micro-pompe insuliniche percutanee [18], accelerometri integrati su sensori indossabili per il monitoraggio dei disordini del movimento [19], microscopio a forza atomica [17]) la rapidità con cui vengono proposte nuove soluzioni procede di pari passo con l'evoluzione della *microelettronica*, quel sottoinsieme dell'elettronica che si identifica (trova fondamento) nei circuiti integrati e nella tecnologia di fabbricazione del Silicio (Si) e che da 50 anni ad oggi si caratterizza per la tendenza alla miniaturizzazione dei componenti. In questo ambito, infatti, le prestazioni del dispositivo ed i costi di fabbricazione risultano essere strettamente legati in senso inversamente proporzionale alle dimensioni dei componenti elettronici fondamentali (e.g., transistor, diodi, resistori, capacità) [6].

La miniaturizzazione è certamente una caratteristica di grande interesse nel settore medicale, perché spesso direttamente connessa alla possibilità di rendere le procedure terapeutiche più selettive e meno invasive [16]; d'altro canto, tra gli esempi già citati è possibile riconoscere una categoria di dispositivi che prevedono un'interazione con un'area relativamente vasta del corpo (e.g., strumentazione diagnostica in genere), per esempio per



monitorare o sollecitare attivamente interi organi: questi sistemi appartengono alla cosiddetta *macroelettronica*, che correla la performance dei propri dispositivi all'estensione dell'area con cui essi possono simultaneamente interagire piuttosto che alla dimensione ed alla velocità dei transistor. Un sistema macroelettronico è infatti caratterizzato dalla distribuzione di dispositivi microelettronici su una superficie di dimensioni notevolmente superiori rispetto a quelle dei singoli componenti elettronici elementari [20]. Un esempio ben noto di dispositivo macroelettronico è il display a schermo piatto, o a LED (*flat panel display*). Tale invenzione negli ultimi decenni ha completamente sostituito il tubo catodico e, in ambito biomedico, è stata applicata ai macchinari per imaging diagnostico, come i moderni e maneggevoli display per la detezone di raggi X [21].

Fino agli anni '90, la macroelettronica ha rivestito un ruolo relativamente marginale, riducendosi ad integrare su larga scala numerose repliche di dispositivi direttamente ereditati dalla microelettronica, che costituivano il vero cuore del progresso tecnologico. E' stato un evento in particolare a segnare l'inizio di una rivoluzione destinata a trasformare la macroelettronica in un ambito degno di innovazione propria: secondo una strategia originariamente tesa alla riduzione dei costi di produzione e del peso dei dispositivi, i supporti di vetro sui quali venivano stampati i circuiti sono stati sostituiti da substrati polimerici. Questa scelta ha parallelamente suscitato crescente interesse nel mondo scientifico per via delle nuove ed inesplorate possibilità schiusesi in virtù dell'intrinseca flessibilità dei substrati polimerici: l'elettronica flessibile (*flexible electronics*) e l'elettronica altamente deformabile (*stretchable electronics*) nascono dal tentativo di realizzare dispositivi macroelettronici capaci di sperimentare, rispettivamente, flessioni e grandi deformazioni manifestando un'inalterata performance elettrica [1].

Queste nuove linee di ricerca scientifica hanno avuto un impatto significativo nel settore biomedico, aprendo una serie di opportunità prima impensabili. Questo vale particolarmente per la stretchable electronics: grazie a tale tecnologia è ora possibile, senza allontanarsi troppo dalla realtà, immaginare, ad esempio, un sistema di sensori ed attuatori capace di aderire in modo perfettamente conforme alla superficie qualsivoglia complessa di un tessuto, come ad esempio l'articolata superficie della corteccia cerebrale [22]. Questi dispositivi sono in grado di monitorare e manipolare attivamente il tessuto con prestazioni del livello di un avanzato sistema microelettronico e simultaneamente godono dalla capacità di accompagnare il tessuto durante la storia di deformazioni che risultano dalla

sua intrinseca vitalità e dall'interazione con i distretti circostanti (come nel caso del miocardio) [4]; inoltre, le dimensioni delle singole unità sensibili e/o attuatrici seguono il principio di miniaturizzazione perché ereditate dalla microelettronica, perciò è realistico ritenere che l'estensione dell'intero dispositivo possa mantenersi sufficientemente contenuta da ammettere un'applicazione di tipo mini-invasivo. Queste considerazioni si sintetizzano in un'innovazione fondamentale: la possibilità di monitorare *in-situ* alcuni importanti aspetti dell'attività di un tessuto biologico interferendo in minima misura con la sua attività, sia essa fisiologica o patologica.

Non è una coincidenza che l'impegno dell'industria e della ricerca accademica nell'ambito della stretchable electronics si sia concentrato in modo predominante in soluzioni di grande interesse dal punto di vista biomedico, con particolare attenzione alle applicazioni nelle quali il livello della performance è strettamente correlato all'efficacia della strategia di interfaccia con il tessuto.

Gli esempi più all'avanguardia sono ancora in piena fase sperimentale, ma i risultati che li accompagnano suggeriscono una promettente futura posizione sul mercato. In particolare, trattasi di:

- sensori di pressione indossabili al pari di un capo d'abbigliamento aderente, che costituiscono un tentativo di recuperare le informazioni normalmente attribuite al senso del tatto in regioni epidermiche che hanno perso sensibilità (a seguito di un trauma) e per questa ragione vengono spesso identificati con l'appellativo di *pelle artificiale* [2] (**Figura 1.2a**);
- sensori di pressione e di deformazione ed attuatori elettro stimolanti integrabili in un guanto chirurgico [3] (**Figura 1.2b**), al fine di migliorare la precisione del monitoraggio e la selettività della manipolazione del tessuto;
- sistemi di mappatura dell'attività elettrica sottoforma di membrane direttamente applicabili sull'epidermide come se fossero cerotti, sul tessuto cerebrale [22] (**Figura 1.2c**) oppure sulla superficie dell' epicardio [23] (**Figura 1.2d**);
- sistemi multifunzionali che integrano sensori di grandezze di interesse (e.g., pressioni di contatto e temperatura) ed attuatori (e.g., elettrodi per emissione di onde radio) e che possono essere integrati su un catetere espandibile per eseguire e monitorare una procedura mini-invasiva di ablazione cardiaca a radiofrequenze [4] (**Figura 1.2e-f**).

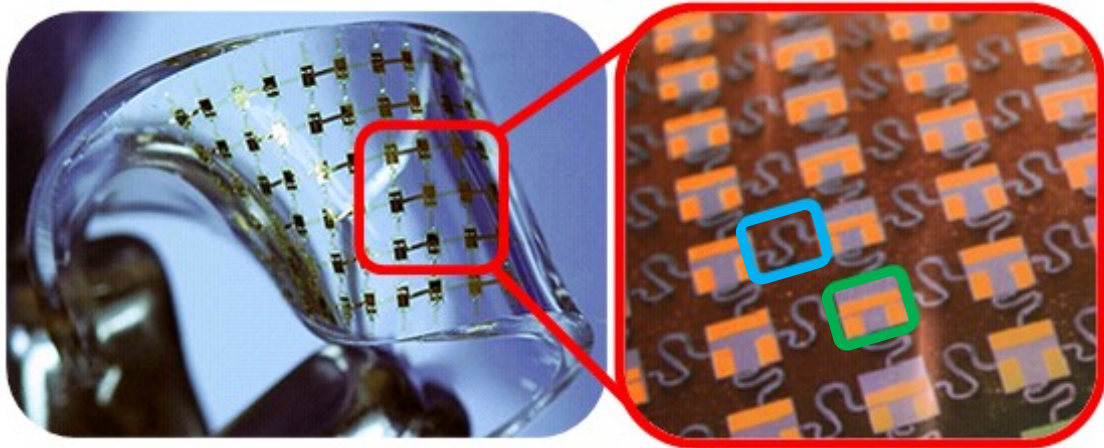


**Figura 1.2:** Esempi di dispositivi di stretchable electronics: a) Pelle artificiale; b) Guanto chirurgico con sensoristica integrata; c) Sistema adesivo per la misura dell'attività cerebrale *in-situ*; d) sistema adesivo per la misura dell'attività cardiaca *in-situ*; e-f) Catetere espandibile con sensoristica ed elettrodi attivi integrati.

I ritrovati della flexible electronics e della stretchable electronics sono solitamente meno delicati, meno pesanti, più versatili e più facili da trasportare delle corrispondenti versioni rigide [24], ma sono inevitabilmente associati ad una serie di complicazioni rispetto ai dispositivi più tradizionali, quali la necessità di esplorare strategie di fabbricazione appositamente dedicate (che in certi casi escludono i convenzionali e consolidati metodi di micro-fabbricazione) e l'esigenza di prevedere ed ottimizzare la performance di un circuito elettrico in regimi di deformazione non comuni per questo genere di dispositivi [7].

### 1.1.2. Lo stato dell'arte dei dispositivi della stretchable electronics in campo biomedico

In un dispositivo appartenente alla categoria della stretchable electronics è possibile riconoscere almeno tre elementi fondamentali:



**Figura 1.3:** Esempio di dispositivo di stretchable electronics; a) Esempio dell'alta deformabilità della matrice polimerico; b) Dettaglio che mostra alcune repliche di isole rigide (riquadro verde) e corrispondenti interconnessioni (riquadro blu).

- la matrice polimerica (**Figura 1.3a**), altamente deformabile in senso nativo e deputata al solo sostegno oppure al completo rivestimento del circuito integrato. Oltre a rendere il sistema intrinsecamente deformabile, questo elemento è spesso responsabile del meccanismo di redistribuzione delle sollecitazioni a carico della componente circuitale [7]: l'obiettivo è la salvaguardia delle prestazioni elettriche, altrimenti incompatibili con la presenza di regimi di deformazione significativi. Si parla infatti di dispositivi che debbano continuare ad essere funzionanti anche dopo aver subito allungamenti pari al 100% della loro deformazione iniziale;
- i circuiti integrati (**Figura 1.3b**, riquadro verde), cui è deputata l'attività di misura e/o attuazione del dispositivo. Nella maggior parte dei casi, questi elementi sono effettivamente dei micro dispositivi ottenuti mediante la convenzionale tecnologia del Si, perciò da un lato costituiscono le regioni nelle quali si concentra il valore del dispositivo dal punto di vista elettronico, mentre dall'altro rappresentano l'unica porzione rigida del sistema [23]. Per questa ragione i circuiti integrati vengono disposti sottoforma di isole sensibili e/o attive, ognuna separata dalle restanti perché confinante lungo tutto il proprio perimetro con la matrice polimerica. Questa

strategia consente di preservare la deformabilità del dispositivo nel suo complesso, ma affinché tutti i circuiti integrati possano interagire tra loro e/o con un sistema esterno di alimentazione e raccolta dei dati, è indispensabile che essi non siano isolati anche dal punto di vista elettrico;

- l'interconnessione (**Figura 1.3b**, riquadro blu), che può essere intrinsecamente deformabile oppure può acquistare questa caratteristica in virtù di un opportuno disegno strutturale. Poiché questo elemento riveste lo stesso ruolo del cavo di connessione elettrica da un punto di vista circuitale, le specifiche di sua competenza sono una bassa resistività, costante ed indipendente dallo stato di deformazione in senso quasi-statico o eventualmente dinamico (nel caso in cui la sollecitazione prevista per il dispositivo sia di natura ciclica), dalla temperatura e dall'umidità [25].

Di questi tre elementi, la matrice polimerica e l'interconnessione costituiscono le principali novità dal punto di vista progettuale tra un dispositivo macroelettronico per stretchable electronics ed un prodotto microelettronico. Non solo la scelta dei materiali e la loro ottimizzazione individuale rispetto al ruolo ricoperto nel dispositivo, bensì la progettazione del corretto accoppiamento tra la matrice polimerica e l'interconnessione costituisce un nodo centrale nello studio dei dispositivi per la stretchable electronics, nei quali l'accoppiamento elettromeccanico assume un peso rilevante nella definizione delle specifiche e della performance ottenibile. In realtà, nei dispositivi della stretchable electronics, il problema elettromeccanico non è da considerarsi un accoppiamento forte come nel caso dei materiali piezoelettrici [26] o dei microsistemi elettromeccanici (MEMS) [27]: in prima approssimazione, esso può essere studiato come un accoppiamento debole nel quale il problema meccanico influisce su quello elettrico, ma non viceversa [28], e di conseguenza la progettazione preliminare del dispositivo può configurarsi come l'ottimizzazione della meccanica in grandi deformazioni del sistema composito matrice-interconnessione, con l'obiettivo di estendere il più possibile la gamma di stati di sollecitazione cui sottoporre il sistema senza alterare la resistività dell'interconnessione. Questo comprende, ad esempio, stabilire le sollecitazioni oltre le quali l'interconnessione manifesta una caratteristica elettrica non-lineare o manifesta fenomeni di frattura che portano all'incapacità dell'interconnessione di trasmettere il segnale elettrico [29].

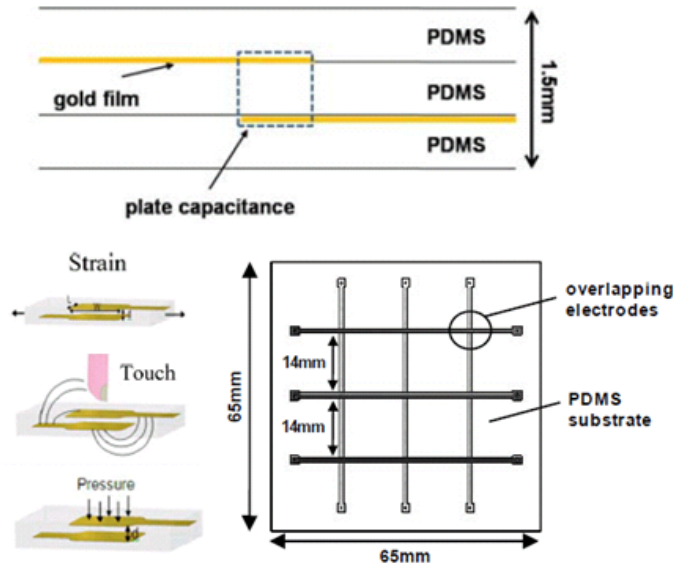
L'ottimizzazione, intesa come lo studio della meccanica del dispositivo, non ne esaurisce completamente la progettazione, perché la vera performance del sistema rispetto alle condizioni di servizio risulta descritta esaustivamente solo a fronte della definizione di una curva di calibrazione, che fornisca la relazione tra grandezze fisiche che si desiderano misurare in sede applicativa (e.g., temperatura, deformazione, attività elettrica) ed il segnale elettrico corrispondentemente fornito dal dispositivo: i gruppi di ricerca impegnati in questo settore accompagnano sempre alla proposta di un dispositivo nella sua versione applicativa una caratterizzazione elettromeccanica [30] oppure una validazione ed una calibrazione del sistema [4].

Nonostante ciò, poter prevedere la risposta meccanica del dispositivo rispetto alle sollecitazioni di servizio è un aspetto preliminare cruciale, perché consente di verificare e circoscrivere l'adeguatezza e l'applicabilità della soluzione rispetto al problema [10]. Vale la pena di sottolineare come l'ottenimento di un buon compromesso tra caratteristiche meccaniche ed elettriche tipiche di un prodotto della stretchable electronics sia un obiettivo più arduo da perseguire di quanto non lo sia nel caso della flexible electronics.

Infatti, un aspetto fondamentale nella progettazione di un dispositivo per la flexible electronics è che qualsiasi materiale manifesta flessibilità se è possibile ottenerne una replica con spessore sufficientemente ridotto: applicando questo principio è possibile ottenere fogli flessibili ed avvolgibili di materiale intrinsecamente fragile. Ne sono esempio le celle solari flessibili realizzate depositando Si con uno spessore di circa 100  $\mu\text{m}$  su substrati polimerici [24]. Questo giustifica la natura tipicamente strutturale delle soluzioni progettuali della flexible electronics, che tendono a ridurre le sollecitazioni a carico della componente elettronica diminuendone la rigidità flessionale per assottigliamento della stessa oppure incapsulandola in una matrice polimerica e disponendola in modo che, sottoposta alle sollecitazioni di servizio, si trovi sempre nella posizione dell'asse neutro dell'intero sistema [31].

Lo studio di Cotton e collaboratori [2] dimostra che una strategia analoga può essere adottata anche nell'ambito della stretchable electronics, ma con un'applicabilità limitata: gli autori hanno realizzato un sensore di pressione disponendo ortogonalmente due set di conduttori rettilinei d'oro (Au) sottoforma di film sottili (spessore 50 nm, larghezza 2 mm) ai lati opposti dello stesso substrato di polidimetilsilossano (PDMS, spessore 500 nm) (**Figura 1.4**). In questa configurazione, il PDMS funge simultaneamente da substrato

polimerico altamente deformabile e da dielettrico, gli elementi capacitivi sono realizzati dalle regioni di sovrapposizione dei film sottili di Au e gli stessi fungono da interconnessione lungo il resto del loro sviluppo. Il dispositivo, proposto come esempio di pelle artificiale, ha dimostrato prestazioni soddisfacenti misurando con affidabilità pressioni fino a 160 kPa e deformazioni fino al 20%, considerate tipiche del tessuto epidermico.



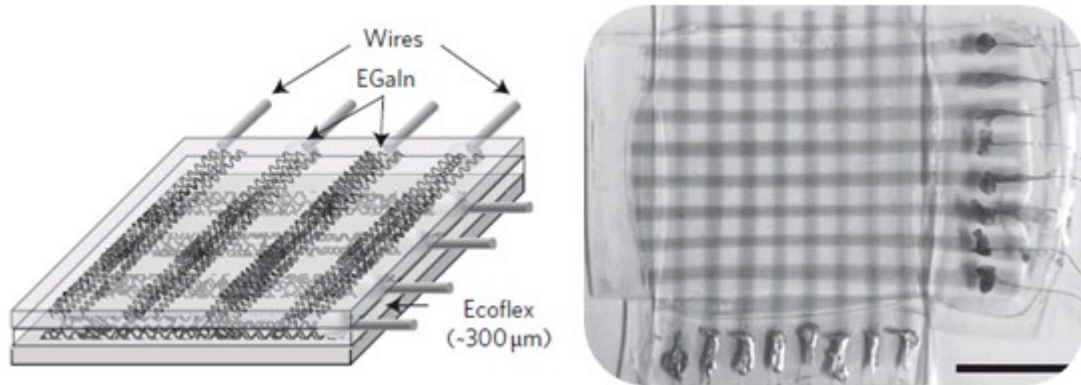
**Figura 1.4:** Rappresentazione schematica del dispositivo realizzato da Cotton e collaboratori [2].

Tuttavia le applicazioni della stretchable electronics prevedono deformazioni superiori, non raggiungibili usando come interconnessione un film sottile conduttivo. Le strategie alternative possono essere divise in due categorie principali [6].

Approcci orientati al materiale: in questo caso si tenta di unire l'alta deformabilità alle prestazioni elettriche progettando un materiale nuovo e non convenzionale, intimamente capace di manifestare simultaneamente ambedue le caratteristiche. Questo corrisponde a rendere conduttivi substrati elastomerici isolanti (es. PDMS, poliuretano) per inclusione di particelle di materiale conduttivo (es. Fe, Al, Cu, C): è stato dimostrato come sia possibile individuare un valore di frazione volumetrica di riempitivo (*percolation threshold*) oltre cui le eterogeneità sono così numerose e vicine da entrare in mutuo contatto, formando una rete continua e conferendo conduttività al composito risultante [32]. Relativamente all'approccio mediante elastomeri conduttivi, è emblematico lo studio di Lipomi e collaboratori [5], che hanno realizzato una matrice di sensori capacitivi in modo



esattamente analogo a quanto descritto per Cotton, realizzando su PDMS una deposizione a bande parallele di nanotubi di carbonio (CNT) in luogo dei set di film sottili di Au.



**Figura 1.5:** Rappresentazione schematica (sinistra) e fotografia (destra) del dispositivo realizzato da Lipomi e collaboratori [5].

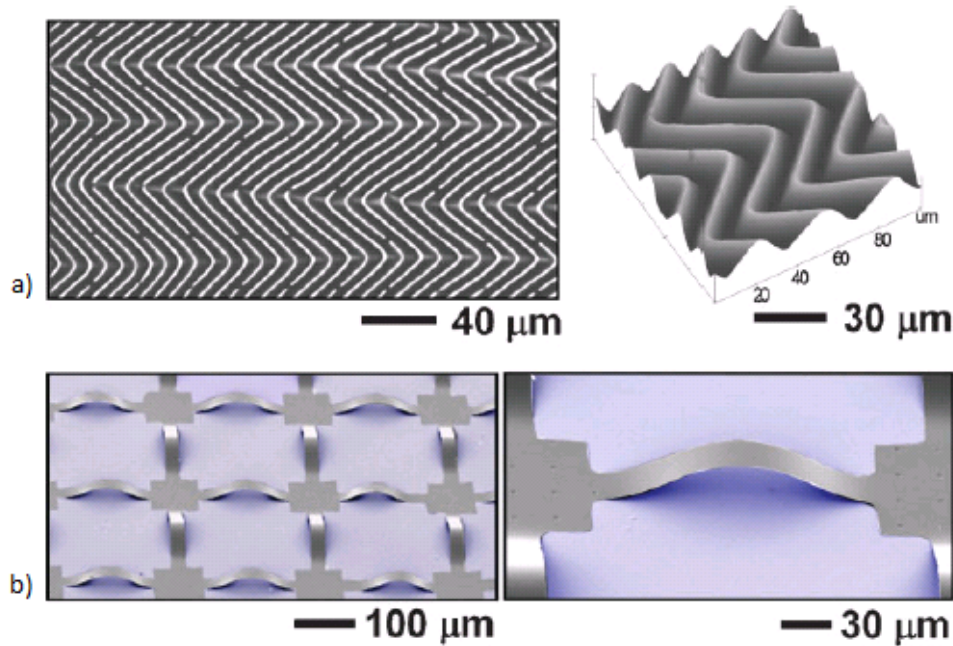
La membrana presso-sensibile ottenuta (**Figura 1.5**) ha dimostrato una dipendenza lineare della capacità per pressioni fino a 50 kPa e per deformazioni fino al 50%, consentendo un guadagno considerevole in termini di deformabilità del sistema, ma soffrendo, tuttavia, di alcune criticità quali:

- la resistività degli elastomeri conduttivi è solitamente alta rispetto a quella dei conduttori metallici e mostra dipendenza dalla temperatura [31];
- il comportamento elettrico degli elastomeri conduttivi risulta dalle complesse interazioni tra le eterogeneità disperse nella matrice isolante. Poiché questi eventi si verificano alla scala sub-micrometrica, essi non costituiscono un fenomeno deterministico rispetto alla scala dell'intero dispositivo: di conseguenza, risulta arduo sia progettare un processo di fabbricazione che garantisca l'ottenimento di materiali con caratteristiche ripetibili, sia descrivere e prevedere il comportamento elettrico da un punto di vista modellistico [32].

Approcci orientati alla struttura: contrariamente alla precedente, questa strategia predilige l'uso di materiali convenzionali e si concentra sull'individuazione di accorgimenti strutturali più sofisticati di quelli proposti dalla flexible electronics, con l'obiettivo di rendere deformabili anche quei materiali che non lo sono intimamente. Un primo esempio consiste nel depositare il film sottile conduttivo mantenendo il substrato polimerico in una condizione di moderato *pre-stretch* biassiale (e.g., 10-20 % [29]): terminata la fase di



deposizione, gli sforzi di compressione che insorgono per effetto del rilascio del substrato polimerico inducono nel film conduttivo un fenomeno di instabilità tipico delle travi e delle piastre sottili [6], a causa del quale la superficie del film assume tipicamente una forma ondulata ed a spina di pesce, solitamente definita *ribbon* (**Figura 1.6a**). Risultati scientifici mostrano che, proprio in virtù del *buckling* indotto, un'interconnessione così ottenuta assume la capacità di sostenere allungamenti perfino superiori al valore di *pre-stretch* imposto durante la deposizione [23]; d'altro canto, lo studio di Lacour e collaboratori [33] mostra che film sottili di Au (spessore 500 nm) depositati su PDMS secondo questa procedura manifestano una resistività fortemente dipendente dallo stato di deformazione, che aumenta drasticamente per allungamenti pari a circa il doppio del *pre-stretch*, degenerando in un comportamento paragonabile a quello di un circuito aperto.



**Figura 1.6:** Esempi di *soluzioni orientate alla struttura*: a) struttura a nastro (*ribbon*); b) struttura *open-mesh*.

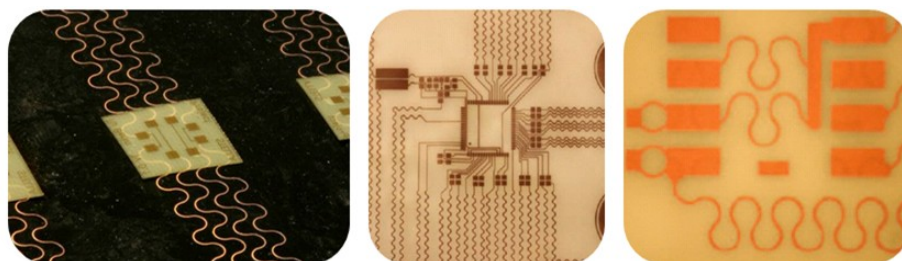
Una naturale evoluzione di questa strategia consiste nell'affinare la tecnica di deposizione sul substrato in *pre-stretch* imponendo che il legame tra esso ed il film conduttivo si realizzi selettivamente in alcune regioni, lasciando il resto dell'interconnessione libero di sollevarsi durante il ritiro del substrato: l'assetto strutturale così ottenuto si definisce *open-mesh* e le porzioni di interconnessione sollevate dal piano si dicono *bridges* (**Figura 1.6b**). Questa tecnica è stata adottata da Lee e collaboratori [34] per rendere deformabili film sottili (spessore 300 nm) semiconduttivi di Si e di arseniuro di gallio (GaAs): a dispetto

della fragilità nativa di questi materiali, secondo quanto riportato dagli autori, i dispositivi così ottenuti sono in grado di sostenere reversibilmente deformazioni pari al 100 %.

Un miglioramento così significativo è sicuramente imputabile all'importante meccanismo attraverso il quale la deformazione macroscopica si ridistribuisce localmente per effetto dell'assetto strutturale imposto: le prime fasi di deformazione non coinvolgono direttamente il materiale dell'interconnessione, ma lo fanno indirettamente imponendo ai *bridges* di ridurre la propria deflessione; in queste circostanze, l'interconnessione è quindi sollecitata prevalentemente in *bending* (flessione) ed essendo una piastra sottile dal punto di vista strutturale, la sua ridotta rigidità flessionale garantisce che gli sforzi e le deformazioni localmente sperimentate dal materiale siano contenute [35].

In letteratura, il fenomeno secondo cui la deformazione macroscopica viene demandata al disegno strutturale piuttosto che direttamente all'interconnessione viene spesso definito *isolamento della deformazione* [36], perché oltre a consentire l'uso di conduttori metallici e semiconduttori ceramici come interconnessioni affidabili anche in regimi di grandi deformazioni, è alla base della schermatura delle isole sensibili/attive disseminate lungo la superficie della matrice polimerica, che vengono così salvaguardate da alte sollecitazioni locali. Nel caso specifico delle strutture *open-mesh*, la strategia costituisce un metodo per trasformare quello che localmente è un accorgimento strutturale ereditato dalla flexible electronics, cioè un aumento di flessibilità, in un aumento della deformabilità del dispositivo in senso macroscopico.

Sebbene questa soluzione sia molto promettente, l'applicazione di un *pre-stretch* durante la fase di deposizione e la creazione di un legame col substrato limitatamente a precise regioni rende la procedura di fabbricazione di questi dispositivi più complessa e costosa [7]. Per questa ragione alcuni gruppi di ricerca hanno cercato un'alternativa nella realizzazione di metallizzazioni planari a forma di serpentina [10, 37], (**Figura 1.7**).



**Figura 1.7:** Esempi di dispositivo di stretchable electronics nei qual è stata utilizzata la strategia dell'interconnessione a serpentina

Questa soluzione gode di un duplice vantaggio:

- essendo un pattern planare e non facendo riferimento alla strategia del *buckling* indotto, è compatibile con le convenzionali tecniche di micro-fabbricazione [7];
- il meccanismo di isolamento della deformazione associato all'uso di un disegno a serpentina (Paragrafo 1.1.3) è significativamente più efficace.

Quest'ultima affermazione trova fondamento, separatamente, negli studi di Kim [23] e Hsu [7]: nel primo caso, l'autore segnala una riduzione del 300 % della deformazione locale a carico della serpentina, che sperimenta una massima deformazione pari a 0.35 % in corrispondenza di una deformazione macroscopica superiore al 100 %; nel caso di Hsu, è stata dimostrata la possibilità di sottoporre ad allungamenti superiori al 150 % serpentine di rame (Cu) dello spessore di 18  $\mu\text{m}$  depositate su un substrato di PDMS spesso 500  $\mu\text{m}$ , senza che si manifesti il fallimento dell'interconnessione metallica.

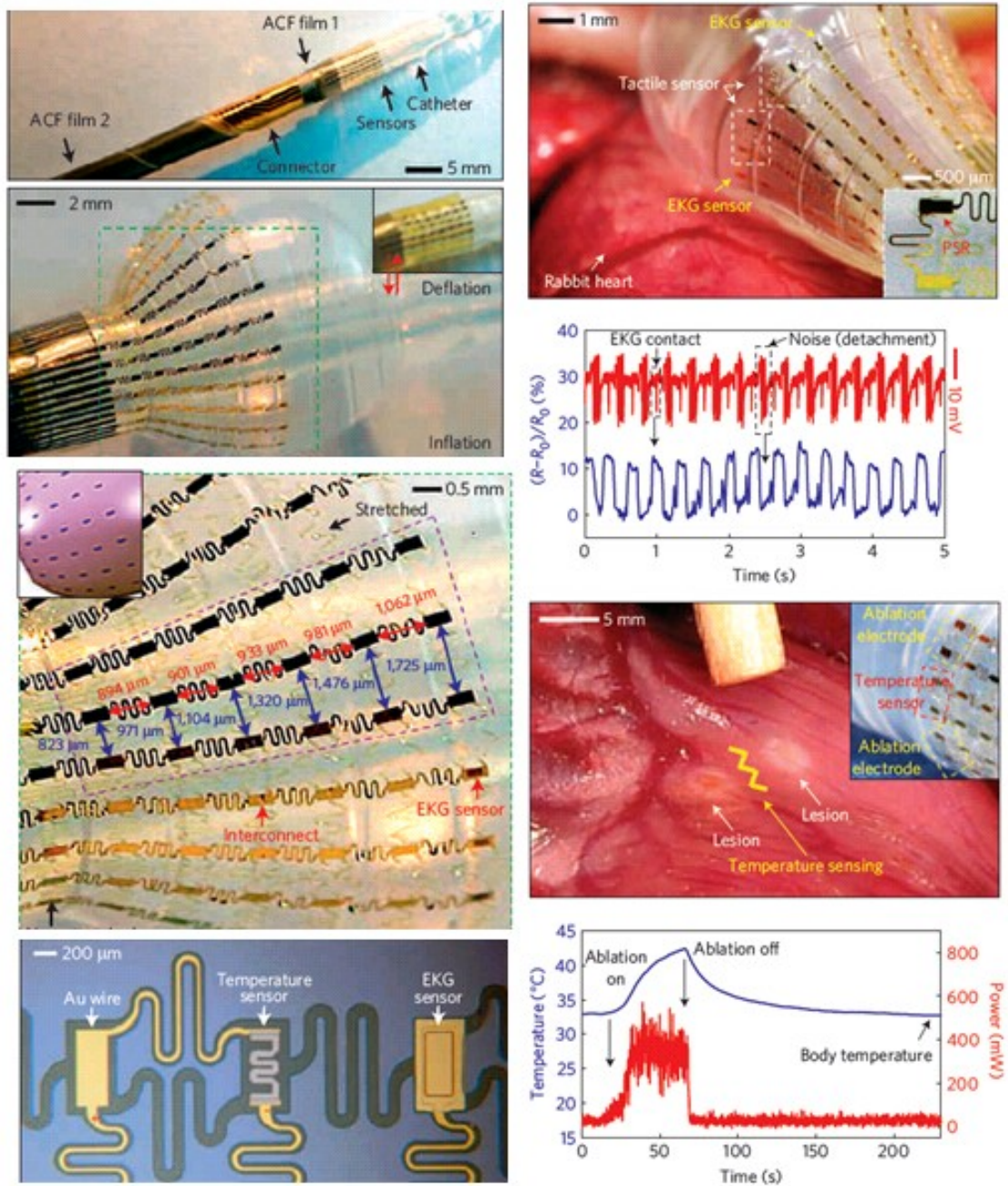
Dal punto di vista applicativo nel settore biomedico, la tecnica delle interconnessioni a serpentina è stata adottata con successo da Kim e collaboratori [4] per equipaggiare un catetere espandibile con un set di sensori ed attuatori ed abilitarne l'uso per l'ablazione cardiaca a radiofrequenza (**Figura 1.8**), una procedura indicata in caso di alterazioni della sincronia dell'attività elettrica del cuore (i.e., *aritmie cardiache*): questo dispositivo è un esempio unico nel suo genere e mostra perfettamente come la stretchable electronics possa essere integrata nelle convenzionali strumentazioni chirurgiche (in questo caso interventistiche), arricchendole di un valore aggiunto. In particolare, in tale lavoro un catetere espandibile commerciale (Foley 8-18 Fr, BARD Medical<sup>®</sup>, USA) non destinato originariamente all'ablazione cardiaca è stato modificato con l'aggiunta di:

- un set di elettrodi emettitori di radiofrequenza, capaci di produrre la lesione selettiva del tessuto cardiaco;
- un sensore di pressioni di contatto, per monitorare in modo dinamico le sollecitazioni esercitate dal tessuto cardiaco durante l'intervento;
- un sensore di temperatura, la quale costituisce un parametro critico in queste applicazioni perché, a fronte di un'opportuna calibrazione, è possibile correlare le variazioni di temperatura in sede del tessuto con la natura della lesione in esso prodotta dall'ablazione;
- un flussimetro, per misurare l'entità di eventuali flussi di sangue nelle vicinanze del dispositivo;

- una matrice di elettrodi per la misura dell'attività elettrica del cuore, che consente di verificare direttamente e selettivamente di aver escluso sul serio dal meccanismo di conduzione dello stimolo elettrico quelle regioni del miocardio giudicate responsabili dell'aritmia.

Dal punto di vista degli elementi caratterizzanti di un dispositivo da stretchable electronics, la soluzione proposta da Kim e collaboratori è caratterizzata da:

- isole sensibili/attive ottenute mediante convenzionale tecnologia di micro-fabbricazione del Si;
- matrice polimerica in PDMS. La scelta in questo caso non si deve solo all'intrinseca natura elastomerica del polimero, bensì alla sua comprovata biocompatibilità per inerzia chimica nei confronti dei tessuti: infatti, in questa specifica applicazione, la matrice è deputata al completo rivestimento della componente circuitale, in modo da prevenirne il contatto con i fluidi corporei;
- interconnessioni metalliche sottoforma di film sottili bilayer di cromo su oro (Cr/Au), con spessori di 5 nm e 50 nm rispettivamente, sagomati secondo un disegno a serpentina e capaci di sostenere allungamenti fino al 200 % senza alterare le proprie caratteristiche elettriche.



**Figura 1.8:** Catetere espandibile equipaggiato con sensoristica ed elettrodi attivi da Kim e collaboratori [4]. Nella colonna di sinistra è possibile osservare progressivamente più nel dettaglio la sensoristica integrata sul catetere; nella colonna di destra sono stati riportati alcuni esempi di misure elettrocardiografiche e di temperatura ottenute in sede sperimentale del dispositivo.

L'efficacia di questo dispositivo è stata sperimentata dagli autori su modello animale, in particolare su cuori, *in-vivo*, di conigli: sebbene la soluzione si presti ad un'applicazione interventistica, per semplificare la valutazione delle prestazioni del dispositivo, in questo studio preliminare il catetere espandibile è stato testato a contatto con la superficie



dell'epicardio, esposto a seguito di sternotomia (**Figura 1.8**, pannello di sinistra). Durante la procedura, tutte le isole sensibili/attive esplicano la propria funzione a contatto (sebbene indiretto per via del completo rivestimento in PDMS) con il tessuto: la procedura di accostamento dei sensori e degli attuatori all'epicardio può essere effettuata da postazione remota in virtù della possibilità di espandere la regione deformabile del catetere in modo controllato e prevedibile. I risultati della sperimentazione sono molto soddisfacenti e dimostrano come strumenti chirurgici usualmente passivi o dotati di funzionalità limitata possano essere resi multifunzionali per potenziare il loro ruolo di supporto durante un intervento.

Nel caso in cui si preveda l'integrazione con un sistema impiantabile o destinato al contatto con i fluidi corporei, un dispositivo di stretchable electronics vede le proprie specifiche arricchirsi del requisito di biocompatibilità: nell'esempio appena descritto abbiamo visto come sia possibile sfruttare un materiale polimerico come il PDMS, che unisce intrinsecamente l'alta deformabilità alla biocompatibilità; in aggiunta, alcuni studi recenti hanno dimostrato la possibilità di usare polimeri organici biodegradabili (e.g., fibroina della seta) come matrice polimerica per applicazioni di elettrodi sulla superficie cerebrale (esposta a fronte di craniotomia), con l'obiettivo di effettuare misure elettroencefalografiche [22].

### **1.1.3. Vantaggi e criticità dell'accoppiamento substrato polimerico ed interconnessione metallica a serpentina**

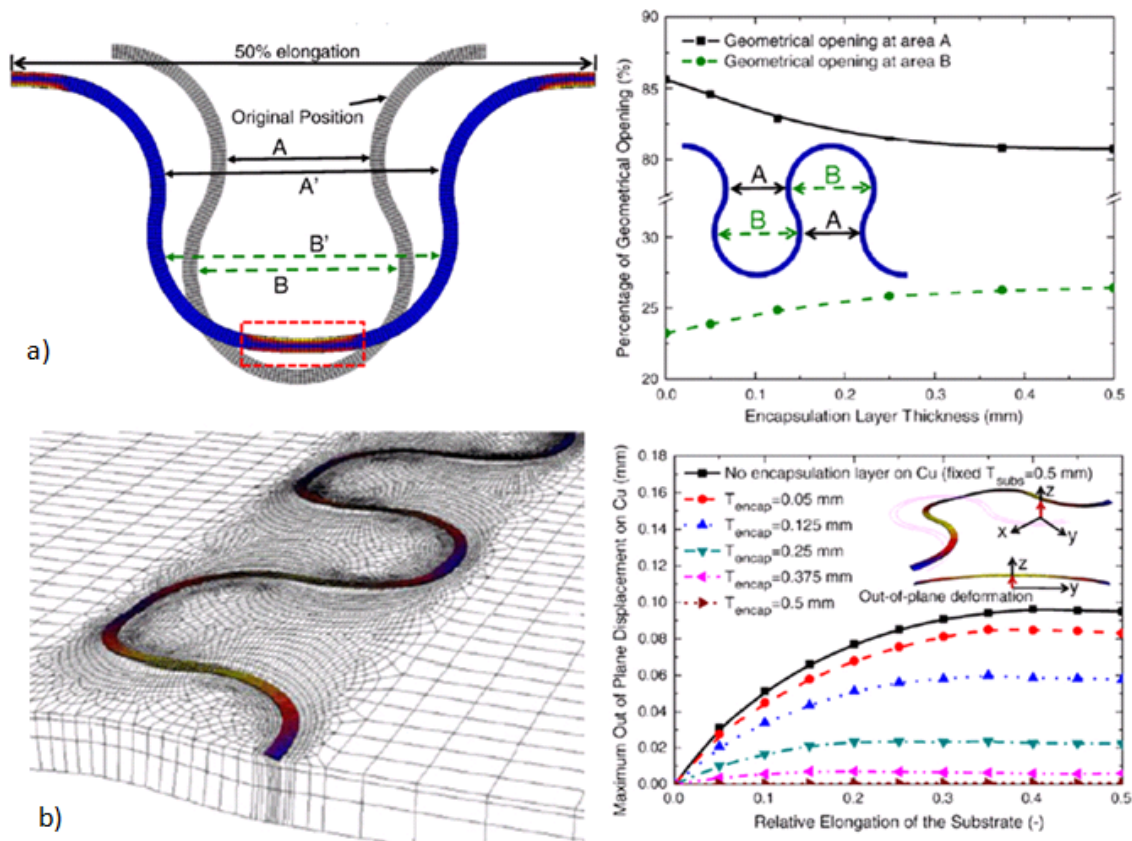
Le interconnessioni a serpentina si sono rivelate la soluzione più promettente per conferire grande deformabilità a materiali conduttivi (in particolar modo metallici) che normalmente non ne sono provvisti. A partire dal 2006, sono stati avviati in sequenza due progetti internazionali, *STretchable ELelectronics for Large area Applications* (STELLA, 2006-2010, [38]) e *Platform for Large Area Comformable Electronics by InTegration* (PLACE-IT, 2011-in attività, [39]), completamente dedicati ai dispositivi di stretchable electronics che adottano la strategia della metallizzazioni sagomate a serpentina per ottenere le interconnessioni, con l'obiettivo di "sviluppare dispositivi destinati alla salvaguardia della salute ed al benessere [...]" [38]. Questi progetti hanno coinvolto numerosi partner internazionali, tra i quali la compagnia olandese IMEC, specializzata nelle tecnologie per circuiti integrati e nelle loro applicazioni in ambito medicale [40]: il gruppo di ricerca di

IMEC si è dedicato profondamente sia allo studio del meccanismo di isolamento delle deformazioni associato alle interconnessioni a serpentina, sia ai meccanismi di fallimento cui va incontro questa soluzione, con l'obiettivo di proporre un'efficace protocollo di progettazione dell'accoppiamento matrice-interconnessione.

Sia i vantaggi sia le criticità associate a questa soluzione originano dall'interazione di questi due elementi caratteristici del dispositivo, che sono costituiti da materiali profondamente diversi dal punto di vista meccanico: l'accoppiamento tra l'elasticità non-lineare e tempo-dipendente del substrato polimerico e l'elastoplasticità della metallizzazione rendono di difficile previsione il comportamento complessivo del composito risultante, l'occorrenza di fallimento e le sue modalità [8].

Per quanto riguarda l'isolamento della deformazione, Hsu e collaboratori del gruppo di ricerca IMEC hanno testato la deformabilità di serpentine di Cu (spessore 18  $\mu\text{m}$ ) depositate su PDMS (spessore 500  $\mu\text{m}$ ) e, guidati dalle osservazioni sperimentali, hanno formulato un protocollo di analisi computazionale per indagare come i parametri geometrici e le caratteristiche meccaniche della serpentina e del substrato influenzino la performance. A fronte dei risultati delle simulazioni, gli autori spiegano che la struttura a serpentina concorre alla redistribuzione delle sollecitazioni attraverso due meccanismi principali:

- in parziale analogia con quanto spiegato per le strutture *ribbon* ed *open-mesh*, la serpentina si fa carico della deformazione macroscopica senza trasmettere in modo diretto la sollecitazione al materiale dell'interconnessione; in particolare, la serpentina altera i propri parametri geometrici distribuendo la distorsione tra l'apertura delle anse e la flessione delle braccia (**Figura 1.9a**), in misura diversa a seconda della rigidità del substrato polimerico sul quale giace;
- nonostante la serpentina sia un pattern completamente complanare nella sua configurazione indeformata, durante l'allungamento può esibire deformazioni fuori dal piano (**Figura 1.9b**). Secondo gli autori, questo accade a causa della differenza di rigidità del sistema composito lungo il proprio spessore, che produce una torsione locale dell'interconnessione metallica durante l'allungamento macroscopico.



**Figura 1.9:** Esempi dei risultati dell'analisi computazionale condotta da Hsu e collaboratori [7]: a) Meccanismo di distorsione complanare della serpentina; b) Meccanismo di deformazione fuori dal piano della serpentina.

Gli autori hanno dimostrato che ambedue i fenomeni consentono di ottimizzare il meccanismo di riduzione delle sollecitazioni locali e l'aumento di deformabilità complessiva del dispositivo: evidenze sperimentali riportate nel loro studio mostrano come un'interconnessione in Cu (spessore  $18 \mu\text{m}$ ) completamente inglobata in PDMS (spessore  $500 \mu\text{m}$ ) possa sfruttare in misura minore sia la distorsione geometrica della serpentina, sia le deformazioni fuori dal piano, e corrispondentemente manifesti una diminuzione del massimo allungamento macroscopico sostenibile pari al 40 % rispetto al caso di interconnessioni per le quali il PDMS funge solo da substrato e non da completo rivestimento [7].

Hsu e collaboratori sottolineano la corrispondenza tra i risultati computazionali relativi alla redistribuzione delle deformazioni plastiche nell'interconnessione e le evidenze sperimentali in termini di fallimento: gli autori mostrano come, pur in assenza di un'esplicita modellazione dell'interfaccia tra substrato e metallizzazione, sia possibile



trovare una corrispondenza tra l'entità della riduzione locale della massima deformazione plastica esibita dall'interconnessione nelle simulazioni e l'aumento dell'elongazione macroscopica in corrispondenza della quale, in sede sperimentale, la serpentina fallisce per delaminazione dal substrato o frattura intrinseca [37, 7].

Gli autori sottolineano inoltre come, anche in presenza di delaminazioni dal substrato, non siano state registrate variazioni di resistenza dell'interconnessione. Questa osservazione ha un impatto significativo sull'attendibilità dei risultati presentati in tutti gli esempi precedenti: infatti, secondo l'accezione più diffusa, il fallimento di questi dispositivi viene definito in termini di performance elettriche, perciò si tende a dichiarare, come allungamento limite del dispositivo, il valore in corrispondenza del quale la resistenza dell'interconnessione mostra una variazione significativa ed irreversibile (e.g., frattura della metallizzazione). Da un lato, le osservazioni di Hsu potrebbero suggerire, per dispositivi destinati ad applicazioni monouso, la possibilità di estendere il campo operativo oltre il regime di reversibilità del comportamento meccanico. D'altro canto, in un altro studio [25], gli stessi autori segnalano il pericolo che le aperture createsi per effetto della delaminazione (*empty chambers*) esponano l'interconnessione agli agenti ambientali, innescando processi di degradazione (e.g., corrosione salina) e/o invecchiamento ambientale (e.g., assorbimento di umidità, ossidazione) altrimenti assenti: per questa ragione gli autori propongono l'insorgere di delaminazione quale revisione della definizione del fallimento del dispositivo e riportano come valori limite un allungamento pari al 63 % per serpentine di Cu incapsulate in PDMS ed al 75 % per interconnessioni depositate su PDMS, contro i rispettivi 120 % e 158 % rilevati in corrispondenza del fallimento elettrico.

Numerosi altri studi sono stati dedicati all'indagine della collaborazione tra i meccanismi di fallimento individuale dei materiali (e.g., fessurazioni, frattura fragile [41]) ed i fenomeni di dissesto propri dell'interfaccia (e.g., delaminazione per frattura coesiva[42]). Per condurre un'analisi computazionale sistematica dedicata a queste problematiche è evidente la necessità di modellare esplicitamente l'interfaccia come un materiale dotato di un proprio legame costitutivo, tipicamente una legge coesiva macroscopica di tipo *traction-separation* [43], che presenta notoriamente una serie di difficoltà sia nella calibrazione dei parametri di modello per caratterizzazione sperimentale [44], sia nell'implementazione numerica [45].

Anche in questo senso, i risultati di Hsu sono significativi: in uno studio successivo [9], gli autori dimostrano come anche la sola redistribuzione delle deformazioni plastiche possa essere utilizzata come indice di ottimizzazione del dispositivo, essendo essa correlata all'efficacia con cui l'accoppiamento substrato-interconnessione ed il disegno della serpentina consentono di sfruttare il fenomeno dell'isolamento della deformazione. Non prevedendo la modellazione di fenomeni di danno, l'analisi computazionale proposta rappresenta un protocollo di progettazione (se non altro, preliminare) sistematico e dalle risorse di calcolo contenute.

D'altra parte, la necessità di sviluppare strumenti a supporto dell'iter progettuale delle combinazioni substrato-interconnessione è denunciato anche da altri autori [10]: le modalità con cui il comportamento meccanico locale si traduca nella risposta macroscopica sono sconosciute a priori e, come preannunciato (Paragrafo 1.1.2), saper prevedere la risposta meccanica del dispositivo alle sollecitazioni di servizio è un presupposto per stabilirne concretamente la fruibilità in sede applicativa.

## 1.2. Obiettivi generali del lavoro

Da quest'ultima affermazione traggono origine gli obiettivi di questo lavoro: la finalità su cui si è focalizzata l'attività di tesi consiste nella formulazione di un di caratterizzazione di materiali per dispositivi di stretchable electronics, con particolare attenzione al sistema composito substrato-interconnessione. Rispetto allo stato dell'arte presentato, le novità esplorate nell'ambito di questo studio riguardano principalmente:

- l'uso della *tecnica di nanoindentazione* (Paragrafo 2.1) volto alla caratterizzazione dei materiali previsti per l'interconnessione. Questa scelta è in primo luogo motivata dalla selettività e dall'accuratezza con cui questo metodo sperimentale consente di caratterizzare la risposta meccanica di un materiale ad una scala di osservazione estremamente ridotta (eventualmente sub-micrometrica): nell'intento di studiare il comportamento del substrato polimerico e del film sottile metallico ad una scala d'osservazione paragonabile a quella tipica delle interazioni locali responsabili delle ottime performance in sede applicativa [7], la tecnica di nanoindentazione è stata giudicata un metodo di sperimentazione potenzialmente efficace;

- l'uso della *procedura di omogeneizzazione* (Paragrafo 2.2) quale strumento teorico alla base della correlazione tra gli eventi locali ed il comportamento complessivo del dispositivo. In questo senso, l'obiettivo consiste nella definizione di una procedura che consenta di tradurre le informazioni ottenute dalla studio della meccanica dei singoli costituenti e dell'interconnessione in parametri direttamente applicabili ad un modello dedicato alla stima del comportamento del dispositivo.

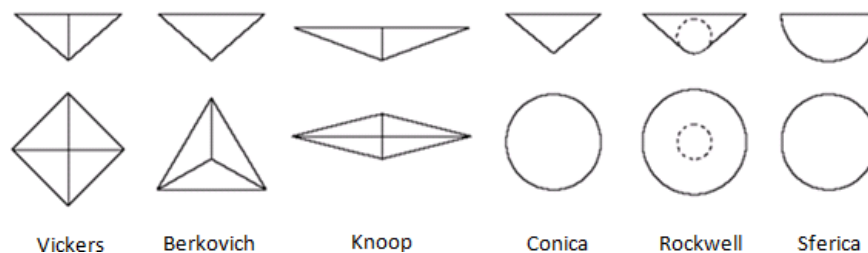
## 2. INTRODUZIONE ALLE TECNICHE SPERIMENTALI E NUMERICHE IMPIEGATE

### 2.1. La caratterizzazione sperimentale mediante nanoindentazione

#### 2.1.1. Introduzione alla tecnica di nanoindentazione

L'indentazione strumentata (*depth-sensing indentation*) è una tecnica di caratterizzazione dei materiali molto diffusa che consiste nell'esercitare una forza sulla superficie del campione attraverso un indentatore di geometria prestabilita, monitorandone l'affondamento; nel caso in cui quest'ultimo si mantenga prevalentemente entro la scala sub-micrometrica, si parla di *nanoindentazione*.

I nanoindentatori sono caratterizzati da un sistema di attuazione che consente di effettuare in alcuni casi, prove in controllo di forza in cui viene imposto il carico e monitorato il grado di penetrazione, e in altri casi prove in controllo di spostamento in cui, applicato lo spostamento, viene misurata la forza di reazione generata a carico dell'indentatore. Gli indentatori sono solitamente in diamante, la cui alta rigidezza (1141 GPa) garantisce alta discrezione della misura: ne esiste una vasta gamma, variabili per dimensioni e profilo di indentazione (**Figura 2.1**): la scelta è solitamente funzione del tipo di materiale da caratterizzare, del grado di affondamento che si desidera raggiungere ed eventualmente dei comportamenti meccanici che devono essere messi in luce [13].



**Figura 2.1:** Esempi di comuni indentatori.

Un comune test di indentazione si compone di una fase di carico seguita da una di scarico, o da un'iterazione di queste: la possibilità di misurare l'affondamento lungo l'intera storia di sollecitazione imposta non costituisce solo la differenza principale tra l'indentazione strumentata e le sue versioni precedenti, ma rappresenta anche il motivo per cui, abilitando quest'opzione, essa abbia visto accrescere enormemente il proprio valore in quanto metodo di caratterizzazione [46].

Durante la fase di carico, solitamente, il fatto che il carico imposto sia concentrato in una regione così ristretta fa sì che il materiale sperimenti localmente una sollecitazione oltre il regime elastico [13]: se a questo si aggiunge l'intrinseca triassialità dello stato di sforzo che insorge nel campione durante questi test, si comprende la ragione per cui, solitamente, il *post-processing* dei dati sperimentali non si concentri sulla curva di carico. E' piuttosto nella porzione iniziale della curva di scarico che si assiste al recupero elastico del materiale. Sulla base delle equazioni della meccanica del contatto, sono stati proposti modelli analitici [47] e precisi protocolli d'analisi della curva di scarico (Paragrafo 3.3), che combinano le informazioni in essa contenute alla profondità dell'impronta residua: essi consentono di stimare le caratteristiche elastiche del materiale (in particolare, il suo modulo ridotto), oltre che la sua durezza, definita come il rapporto tra il carico massimo imposto e la corrispondente area di contatto con l'indentatore.

La validazione delle proprietà stimate a fronte di queste analisi prevede solitamente la ricerca della corrispondenza tra le curve sperimentali e quelle ottenute da un opportuno modello computazionale, capace di riprodurre la triassialità dello stato di sollecitazione. Qualora sia possibile, è consigliabile fare riferimento ad una modellazione bidimensionale, sfruttando l'assialsimmetria del campione e dell'indentatore: questo è in generale possibile per punte a geometria conica, ma può essere esteso anche ad indentatori dal profilo prismatico attraverso la definizione di una versione conica equivalente (e.g., punta Berkovich [13]); nel caso in cui non sia possibile ridurre la dimensione del problema, l'analisi computazionale dovrà riprodurre la prova in una versione tridimensionale.

Nell'ottica di isolare il comportamento elastico del materiale nella curva di scarico, ogniqualvolta si sospetti una dipendenza temporale di tipo viscoelastico, è buona norma eseguire una fase di creep arbitrariamente lunga a fine fase di carico, in modo da garantire ragionevolmente che la successiva fase di scarico abbia inizio da una condizione di equilibrio statico elastico e tempo-indipendente (in particolare, di lungo termine) [48].

Secondo questo principio, anche la fase di mantenimento del carico (*dwell*) può assumere valore ai fini della caratterizzazione: la viscoelasticità di polimeri quali PDMS e poliimmide (PI) è stata caratterizzata con successo analizzando il comportamento di creep di campioni sollecitati con rampe di carico tendenti al gradino; i dati sperimentali sono stati analizzati mediante metodi analitici che estendono la soluzione in forma chiusa del problema viscoelastico secondo il modello di *prony* [49] a prove di nanoindentazione con storia di carico paragonabile ad una funzione di Heaviside [50].

Relativamente alla nanoindentazione, esistono inoltre altri motivi che ne giustificano un uso così estensivo nella ricerca scientifica:

- la morfologia della curva carico-affondamento fornisce alcune informazioni importanti circa la natura del materiale ed in particolare sul suo eventuale grado di plasticità [];
- la tecnica è classificata come test non distruttivo, perché gli indentatori possono essere riprodotti in dimensioni estremamente ridotte (dell'ordine delle decine di micrometri). La miniaturizzazione dell'indentatore consente di effettuare numerosi test di nanoindentazione su una regione limitata dello stesso campione, e la natura non-distruttiva della prova consente eventualmente di riutilizzare lo stesso provino per eventuali test meccanici macroscopici (e.g., trazione monoassiale). Questa possibilità è evidentemente a favore di una politica di contenimento dei costi di fabbricazione dei campioni, che per i materiali di ultima generazione risultano significativamente alti;
- nuovamente, la ridotta dimensione degli indentatori, abbinata all'affinamento dei sistemi di controllo della macchina di prova, consente di testare il comportamento del materiale alla nanoscala e quindi di metterne in luce selettivamente alcuni fenomeni la cui dimensione caratteristica appartiene a quest'ordine di grandezza (e.g., fenomeni di dislocazione nei metalli [51], meccanica dei film sottili [13]). L'effetto di tali fenomeni non può essere isolato nei test sperimentali dedicati allo studio del materiale ad una scala superiore.

Quest'ultimo aspetto è alla radice dell'affermazione della nanoindentazione quale metodo di caratterizzazione di riferimento nell'ambito dei film sottili [13]: è stato dimostrato come un film sottile possa essere efficacemente caratterizzato mediante nanoindentazione pur in

presenza di un substrato rigido sottostante, con l'accorgimento fondamentale di limitare la profondità di indentazione al 10 % dello spessore del film.

### **2.1.2. La nanoindentazione come possibile metodo di caratterizzazione dei dispositivi della stretchable electronics**

Quanto appena riportato suggerisce la possibilità di adottare la nanoindentazione come metodo di caratterizzazione dei dispositivi della stretchable electronics: questo costituisce una proposta innovativa, data la scarsità, in letteratura, di esempi relativi a questa tipologia di applicazione.

Una prima osservazione è inerente alla viscoelasticità: i polimeri sono materiali costantemente presenti nei dispositivi di stretchable electronics e la tempo-dipendenza che contraddistingue il loro comportamento meccanico è ben noto. Nessuno degli esempi riportati nel Paragrafo 1.1 si occupa dell'indagine del comportamento viscoelastico della matrice polimerica, ma questo aspetto non può essere giudicato a priori. Si pensi all'applicazione su catetere espandibile proposta da Kim [4]: poiché la possibilità di stabilire un contatto conforme con il tessuto da analizzare dipende in modo prominente dalla possibilità di gonfiare la regione espandibile del catetere in modo controllato, è desiderabile conoscere l'entità di un eventuale creep del substrato in corrispondenza di pressioni interne mantenute costanti, perché in accordo con quest'informazione potrebbe dover essere rivista la forma d'onda di pressione da imporre. Per questa ragione, nell'ambito di questa tesi si è deciso di testare le potenzialità della tecnica di nanoindentazione rispetto alla caratterizzazione del comportamento viscoelastico dei materiali dell'accoppiamento matrice-interconnessione.

Un secondo aspetto riguarda invece la meccanica dei film sottili: se si osserva che le metallizzazioni depositate sui substrati polimerici proposte dalla stretchable electronics appartengono alla categoria dei film sottili, è naturale pensare che la nanoindentazione ben si presti ad una loro caratterizzazione: in realtà, in letteratura sono riportati pochissimi esempi di nanoindentazione su film sottili rigidi depositati su substrati altamente deformabili, peraltro volti a dimostrare l'inapplicabilità dei metodi d'analisi dei dati sperimentali convenzionalmente usati per i film sottili [52].

Questo non toglie però che l'accoppiamento substrato-interconnessione sia a sua volta, nel complesso, un film sottile: non è da escludersi un possibile impiego delle tecniche di

nanoindentazione per caratterizzare l'accoppiamento alla nanoscala, con l'obiettivo di raccogliere le informazioni necessarie a modellare correttamente il sistema composito polimero-metallizzazione.

Questa possibilità è molto importante, dato che durante una prova di nanoindentazione lo stato di sforzo è triassiale e presenta gradienti di dimensione submicrometrica, così come accade localmente, secondo i risultati di Hsu [7], in corrispondenza dell'interfaccia tra le metallizzazioni ed il substrato durante l'allungamento macroscopico di un dispositivo di stretchable electronics. In virtù di questa corrispondenza sarebbe ragionevole asserire che la caratterizzazione mediante nanoindentazione possa essere rappresentativa del comportamento locale del sistema matrice-interconnessione in condizioni di servizio: per questa ragione, nell'ambito di questo studio si è pensato di esplorare la possibilità di caratterizzare individualmente i materiali del substrato e dell'interconnessione e/o di validare l'eshaustività dei legami costitutivi scelti, il tutto mediante una prova di nanoindentazione su campioni sottoforma di film-sottili.

Questa strategia, collocata in una fase preliminare della modellazione del dispositivo, potrebbe fornire un duplice vantaggio:

- la possibilità non solo di osservare, bensì di suscitare selettivamente i fenomeni d'interazione locale tra i materiali del substrato e dell'interconnessione;
- l'eventuale risparmio di repliche del dispositivo, nessuna delle quali dovrebbe essere sacrificata per caratterizzazioni preliminari, ma potrebbe altresì essere direttamente sottoposta ad un protocollo sperimentale concepito più consapevolmente perché guidata dai risultati emersi dalle prove di nanoindentazione.

## **2.2. La teoria dell'omogeneizzazione: alla modellazione del comportamento macroscopico di un materiale eterogeneo**

### **2.2.1. Representative Volume Element (RVE): l'ipotesi di ergodicità**

Differenti studi in letteratura mostrano come il comportamento meccanico di qualsiasi materiale risenta degli effetti di scala (*size effects*) [53]: la risposta alle sollecitazioni esibita da un materiale ad una determinata scala di osservazione risulta dall'integrazione delle interazioni dei propri costituenti elementari lungo tutte le scale dimensionali inferiori,

pertanto esso può manifestare comportamenti diversi a seconda della dimensione caratteristica della regione che viene direttamente sollecitata [54]. Questo fenomeno si manifesta, per esempio, se si confrontano i comportamenti dei diversi livelli microstrutturali dello stesso tessuto biologico [55], come accade per l'osso corticale, oppure paragonando la risposta meccanica di un materiale con una geometria priva di dimensioni dominanti con una sua replica in versione di film sottile [13].

E' immediato trovare una corrispondenza tra questa affermazione e quanto illustrato nell'introduzione sui dispositivi di stretchable electronics (Paragrafo 1.1), in particolar modo se ci si concentra sull'accoppiamento substrato-interconnessione:

- dal punto di vista della scienza dei materiali, essi appartengono alla categoria dei compositi, perciò il loro comportamento meccanico non può essere descritto rigorosamente dalla meccanica dei continui;
- sul piano applicativo, è stata più volte evidenziata la necessità di comprendere ed ottimizzare il comportamento meccanico locale dell'accoppiamento, avendone dimostrato l'importanza nella definizione della performance macroscopica desiderata.

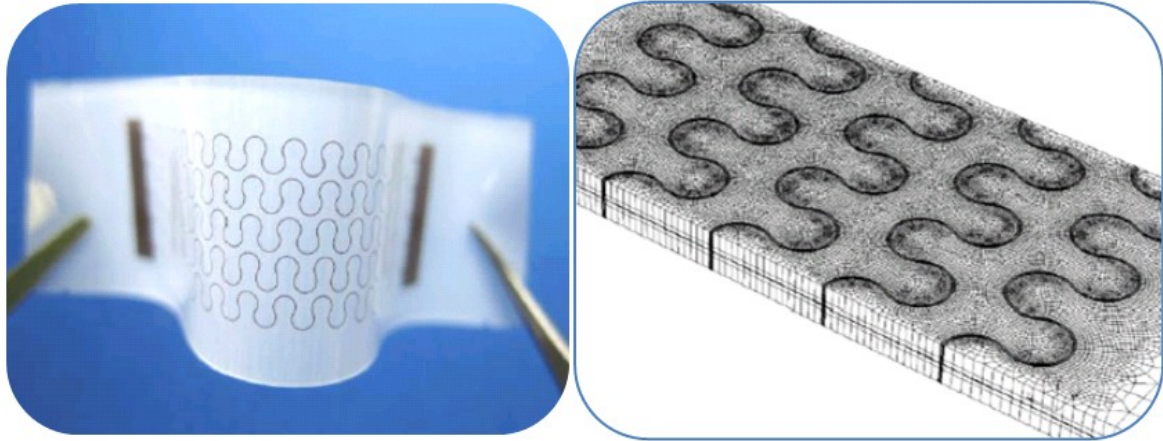
Quanto appena esposto non significa che, per studiare rigorosamente il comportamento di un materiale tenendo conto di tutti i suoi *size effects*, sia necessario concepirne una modellazione multi-scala a partire dalla scala atomica o sub-atomica: un modello è per definizione una versione semplificata della realtà perciò, secondo un approccio tipicamente ingegneristico, è sufficiente che esso sia in grado di riprodurre il materiale fino alla dimensione caratteristica dei fenomeni che risultino rilevanti rispetto alla specifica applicazione d'interesse.

Le analisi condotte da Hsu e collaboratori [7], siano esse di natura sperimentale o computazionale, sono fondamentali perché suggeriscono che i fenomeni alla base del comportamento del dispositivo appartengano al più alla scala dei singoli costituenti e che sia ammissibile trascurare i fenomeni fisici al di sotto della dimensione nanometrica per studiare esaurientemente il comportamento meccanico delle interconnessioni a serpentina.

Coerentemente con queste osservazioni, la modellazione computazionale del dispositivo completo richiederebbe lo stesso grado di dettaglio, traducendosi negli esempi riportati sempre da Hsu e collaboratori [25] e mostrati in **Figura 2.2**. E' evidente che questa strategia accompagna ad un aumento delle dimensioni del dominio da indagare un



significativo aumento dei costi di implementazione e di calcolo, perciò non costituisce in assoluto un modo efficace per modellare il comportamento in servizio di dispositivi macroelettronici, la cui estensione (dell'ordine dei millimetri) supera facilmente di almeno tre ordini di grandezza la dimensione caratteristica delle interconnessioni a serpentina (appartenente alla scala micrometrica).



**Figura 2.2:** Dispositivo reale e corrispondente modello computazionale realizzato da Hsu e collaboratori [25].

A questo proposito, la teoria dell'omogeneizzazione del comportamento di materiali eterogenei potrebbe costituire un'alternativa interessante: in un certo senso, essa itera le considerazioni già fatte sulla possibilità di limitare la modellazione alla più piccola dimensione caratteristica rilevante e la estende a tutte le scale di osservazione. Per meglio comprendere il significato di questa definizione, prendiamo in considerazione un materiale eterogeneo: detta  $l$  la più piccola dimensione caratteristica dei fenomeni fisici che abbiano rilevanza nella definizione del comportamento complessivo alla scala d'osservazione applicativa, di dimensione caratteristica  $L$ , se  $l \ll L$  è ragionevole perseguire la definizione di una scala intermedia  $D$ , il cui comportamento integri correttamente i fenomeni tipici della scala inferiore, ma senza bisogno di modellarli esplicitamente. Secondo questo ragionamento,  $D$  si candida ad essere definita come la dimensione caratteristica di uno pseudo-infinitesimo omogeneo rispetto alla scala d'osservazione applicativa, perché consiste in un dominio di dimensioni sufficientemente inferiori rispetto a  $L$  che ammette una modellazione a scatola chiusa del contributo della microstruttura.

Le teorie di omogeneizzazione possono essere applicate a qualsiasi livello della fisica, non solo ai problemi meccanici, per questo trovano larga applicazione nei campi in cui all'eterogeneità dei materiali si accompagna un accoppiamento delle fisiche che ne

caratterizzano il comportamento in sede d'applicazione. In questo senso, risulta essere un approccio promettente dato che, sempre più spesso, i materiali avanzati si arricchiscono di funzionalità e flessibilità progettuale proprio in virtù della loro natura composita, come nel caso della stretchable electronics.

Nonostante ciò, le tecniche di omogeneizzazione non sono sempre perseguibili: esse possono essere adottate con successo solo nel caso di materiali ergodici [56], per i quali cioè vale la seguente relazione

$$\bar{f}_r(\alpha) = \langle f_r(\underline{x}) \rangle \quad (2.1)$$

essendo  $f_r(\underline{x}, \alpha)$  la frazione volumetrica dell' $r$ -esima eterogeneità nel composito ed avendo definito:

- la *media volumetrica* come una media di  $f_r(\underline{x}, \alpha)$  pesata sul volume  $\Omega_D$ , di dimensione caratteristica  $D$ ,

$$\bar{f}_r(\alpha) = \frac{1}{\Omega_D} \int_{\Omega_D} f_r(\underline{x}, \alpha) d\underline{x} \quad (2.2)$$

- la *media ensemble*, ossia di un media di  $f_r(\underline{x}, \alpha)$  pesata rispetto un insieme canonico di  $M$  repliche del materiale

$$\langle f_r(\underline{x}) \rangle = \lim_{M \rightarrow \infty} \frac{1}{M} \sum_{\alpha=1}^M f_r(\underline{x}, \alpha) \quad (2.3)$$

L'interpretazione dell'espressione (2.1) suggerisce che l'ipotesi ergodica corrisponda a richiedere l'esistenza di un volume finito e di dimensioni ridotte rispetto a quelle richieste in sede applicativa, capace di incorporare al proprio interno una riproduzione sufficientemente rappresentativa della microstruttura del materiale da poter essere paragonato ad una sua replica entro le tolleranze tipiche del processo di realizzazione. Il volume cubico di dimensione  $D$  viene appunto definito *Representative Volume Element* (RVE) e costituisce l'infinitesimo equivalente che può essere considerato omogeneo rispetto alla scala d'osservazione applicativa [56].

L'ergodicità e la definizione del RVE abilitano la possibilità di disaccoppiare lo studio di ciò che accade alla microscala  $l$  e di come questo si rifletta alla macroscale  $L$ : infatti, mentre nella realtà all'interno del RVE le proprietà del materiale sono variabili nello spazio, l'effetto combinato di queste eterogeneità viene proposto ad un osservatore della

macroscala in una versione omogenea, cioè priva di gradiente spaziale, ma capace di descrivere a questo livello un comportamento complessivo del materiale aderente a quello reale. Si tratta, per questo, di una versione *efficacie* delle proprietà del materiale. Concentrandoci sul problema meccanico, l'omogeneizzazione costituisce una strategia per poter continuare a studiare con le equazioni della meccanica del continuo anche materiali eterogenei, consentendo, in molte situazioni una drastica riduzione delle complessità di calcolo.

Nel caso di materiali con microstruttura periodica, l'esistenza del RVE è garantita e coincide per definizione con l'unità ripetitiva che identifica univocamente l'assetto delle eterogeneità [12]: nel caso dei dispositivi di stretchable electronics, un periodo di serpentina circondato da un'opportuna quantità di matrice polimerica può essere ragionevolmente scelto come RVE del composito substrato-interconnessione.

### 2.2.2. Il principio di equivalenza energetica: il *lemma di Hill*

Una delle possibili tecniche di omogeneizzazione meccanica segue un criterio energetico, secondo cui le proprietà efficaci di un materiale sono quelle per cui, sottoponendo il materiale eterogeneo e la sua versione omogeneizzata alle stesse condizioni al contorno, ambedue assorbono e/o dissipano la stessa energia. Questa condizione è matematicamente formalizzata dal *lemma di Hill* [56], che nel caso di materiali eterogenei a fasi elastiche lineari può essere espressa come

$$\overline{\sigma_{ij}\varepsilon_{ij}} - \bar{\sigma}_{ij}\bar{\varepsilon}_{ij} = \frac{1}{\Omega_D} \int_{\partial\Omega_D} (u_i - x_j\bar{\varepsilon}_{ij})(\sigma_{ik}n_k - \bar{\sigma}_{ik}n_k) ds \quad (2.4)$$

dove la notazione indiciale esprime le componenti dei tensori secondo la notazione di Einstein [56] e le grandezze usate sono riportate in **Tabella 2.1**.

<b>Grandezza</b>	<b>Simbolo</b>
Vettore posizione	$x_i$
Vettore degli spostamenti	$u_i$
Versore normale alla superficie	$n_i$
Tensori degli sforzi di Cauchy	$\sigma_{ij}$
Tensori di piccole deformazioni	$\varepsilon_{ij}$

**Tabella 2.1:** Legenda delle grandezze usate nell'espressione (2.4)

Le implicazioni energetiche del lemma di Hill si riconoscono ricordando che, nel caso lineare elastico, la doppia contrazione tra sforzi e deformazioni è proporzionale all'energia di deformazione. L'equivalenza energetica risulta verificata all'annullarsi del secondo membro della (2.4), che definisce la *condizione di Mandel-Hill* o *corollario del lemma di Hill*

$$\overline{\sigma_{ij}\varepsilon_{ij}} = \bar{\sigma}_{ij}\bar{\varepsilon}_{ij} \quad (2.5)$$

Nel caso di legami costitutivi non-lineari, il Lemma di Hill continua a valere, con l'accortezza di sostituire all'operazione di doppia contrazione l'integrale dello sforzo rispetto al differenziale di deformazione [11]. Questo aspetto risulta di notevole importanza perché nel caso in cui alcune delle fasi manifestino comportamento viscoelastico e/o plastico, sebbene la deformazione totale continui ad essere ergodica, i singoli contributi (e.g., deformazione elastica, deformazione di creep, deformazione plastica) non lo sono [56]: non è quindi possibile definire, ad esempio, la deformazione elastica efficace utilizzando l'espressione (2.2). In questo senso, la condizione di Mandel-Hill propone un criterio alternativo e robusto per definire la versione efficace dei campi di deformazione non ergodici: la procedura consiste nell'imporre che il materiale eterogeneo e la versione omogenea corrispondente siano energeticamente equivalenti se sottoposti alle stesse condizioni di sollecitazione. Questo criterio trova applicazione nello studio di van-der Sluis e collaboratori [12] che, per definire il *plastic strain rate* efficace di un materiale eterogeneo a matrice viscoelastoplastica e rinforzo elastico lineare, hanno adottato la condizione di Mandel-Hill ed imposto l'uguaglianza della potenza dissipata dal lavoro tra il materiale eterogeneo e la versione omogenea efficace, come segue

$$\int_{\Omega_D} \sigma_{eq} \dot{\varepsilon}_{eq}^{pl} d\underline{x} = \frac{dU^{pl}}{dt} = \Omega_D (\underline{\Sigma}_{eq} \dot{\underline{\varepsilon}}_{eq}^{pl}) \quad (2.6)$$

Le grandezze utilizzate sono definite in **Tabella 2.2**.

Grandezza	Simbolo
Lavoro plastico	$U^{pl}$
Sforzo equivalente locale	$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2}(\sigma_{ij} - \delta_{ij}p)(\sigma_{ij} - \delta_{ij}p)}$
Plastic strain rate equivalente locale	$\dot{\epsilon}_{eq}^{pl} = \sqrt{\frac{2}{3}\dot{\epsilon}_{ij}^{pl}\dot{\epsilon}_{ij}^{pl}}$
Sforzo idrostatico locale	$p$
Sforzo equivalente efficace	$\Sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2}(\bar{\sigma}_{ij} - \delta_{ij}\bar{p})(\bar{\sigma}_{ij} - \delta_{ij}\bar{p})}$
<i>Plastic strain rate</i> equivalente efficace	$\dot{\Sigma}_{eq}^{pl}$

**Tabella 2.2:** Legenda delle grandezze usate nell'espressione (2.6).

Poiché  $\sigma_{eq}$  è lo sforzo equivalente (i.e., sforzo di Von Mises) definito a partire dallo stato di sforzo totale, che gode della proprietà di ergodicità, la sua versione efficace  $\Sigma_{eq}$  può essere facilmente calcolata applicando la definizione di sforzo equivalente alla media volumetrica del tensore di sforzo deviatorico,  $(\bar{\sigma}_{ij} - \delta_{ij}\bar{p})$ . Al contrario,  $\dot{\epsilon}_{eq}^{pl}$  costituisce la forma equivalente della sola deformazione plastica, che non è ergodica, perciò la sua versione efficace,  $\dot{\Sigma}_{eq}^{pl}$ , non può essere ottenuta secondo la stessa procedura: piuttosto, come suggerito da van der Sluis [12], conoscendo l'entità della dissipazione plastica,  $\frac{dU^{pl}}{dt}$ , è possibile risolvere l'equazione (2.6) rispetto al *plastic strain rate* efficace, come segue

$$\dot{\Sigma}_{eq}^{pl} = \left(\frac{dU^{pl}}{dt}\right) \frac{1}{\Omega_D \Sigma_{eq}} \quad (2.7)$$

ottenendo così una  $\dot{\Sigma}_{eq}^{pl}$  nonostante la sua versione locale non rispetti l'ipotesi di ergodicità. Uno degli aspetti più cruciali e vincolanti delle procedure di omogeneizzazione fondate sulla condizione di Mandel-Hill risiede nella dipendenza della sua validità alle condizioni al bordo applicate: l'equazione (2.4) esprime in modo emblematico questa subordinazione,

misurando la differenza di energia sperimentata dall'eterogeneo e dall'omogeneo equivalente in modo proporzionale alla differenza tra la media delle grandezze di campo e le condizioni al bordo stesse. Questa osservazione ha un duplice significato:

- da un lato suggerisce che i risultati dell'omogeneizzazione possano essere diversi a seconda delle condizioni al bordo imposte al materiale e quindi rappresentativi solo limitatamente a particolari condizioni di sollecitazione. Poiché è evidente che le proprietà di un materiale non possano essere funzione delle condizioni al contorno, questo riflette l'approssimazione intrinseca nella teoria dell'omogeneizzazione e raccomanda l'uso di condizioni al bordo aderenti a quelle sperimentate localmente dal RVE in sede applicativa;
- d'altro canto, limita la categoria di condizioni al bordo adatte ad un'omogeneizzazione, per esempio escludendo apparentemente tutte quelle sollecitazioni che presentano un gradiente spaziale lungo il bordo del RVE e rispetto alle quali evidentemente non potrà mai essere definita un'uguaglianza con le medie delle grandezze di campo, che sono costanti nello spazio per definizione.

In particolare, nell'ambito delle caratterizzazioni orientate all'omogeneizzazione (siano esse sperimentali o computazionali), si suole scegliere quali sollecitazioni compatibili col corollario del Lemma di Hill le cosiddette *condizioni al bordo omogenee* [56], che consistono nell'imporre una condizione di trazione oppure uno spostamento esprimibili a partire, rispettivamente, da tensori di sforzo o deformazione costanti nello spazio (omogenei, appunto). Si distingue in particolare tra:

- *homogeneous traction boundary condition*

$$\sigma_{ij}n_j|_{\partial\Omega_D} = \sigma_{ij}^c n_j = t_i^c \quad (2.8)$$

dove  $\sigma_{ij}^c$  è un tensore di sforzi omogeneo e  $t_i^c$  è la corrispondente forza per unità di superficie;

- *homogeneous displacement boundary condition*

$$u_i|_{\partial\Omega_D} = x_j \varepsilon_{ij}^c = u_i^c \quad (2.9)$$

dove  $\varepsilon_{ij}^c$  è un tensore di deformazioni omogeneo e  $u_i^c$  è il campo di spostamenti che ne risulta.

La compatibilità tra le condizioni al bordo omogenee e la condizione di Mandel-Hill è garantita dagli *Average Stress-Strain Theorems* [56], secondo i quali un solido sottoposto a

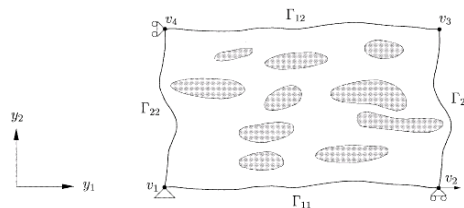
condizioni al bordo nella forma (2.8) e/o (2.9) sperimenta, rispettivamente, uno sforzo medio e/o una deformazione media pari a quelli prescritti. Le condizioni al bordo omogenee possono essere applicate simultaneamente, a patto che si riferiscano a sottoinsiemi del bordo del RVE tra loro complementari: si parla in questo caso di *mixed homogeneous boundary conditions* [12].

Nel caso in cui le condizioni locali al RVE non siano note a priori, ma si conoscano soltanto le condizioni remote applicate ai bordi dell'intero solido, la definizione delle corrette condizioni omogenee al bordo di  $\Omega_D$  non è immediata, perché richiede una stima preliminare dello stato di sollecitazione alla scala del dispositivo  $L$ . Siccome anche per la modellazione del comportamento meccanico dei dispositivi di stretchable electronics si verifica questo inconveniente, nell'ambito di questo lavoro ci si è rivolti ad una tipologia alternativa di condizioni al bordo, cosiddette *periodiche* [14]: esse sono state originariamente concepite per materiali con microstruttura periodica, ma trovano applicazione con discreto successo anche in caso di eterogeneità disposte casualmente ma compatibili con l'ipotesi ergodica [12].

In senso rigoroso, le condizioni al bordo periodiche si basano sulla proprietà tipica dei problemi ambientati in domini con struttura periodica, secondo cui le grandezze di campo risultano invarianti rispetto a traslazioni descritte da una base ortogonale le cui componenti corrispondono alle dimensioni del RVE. Quest'ultimo, nella sua configurazione indeformata, deve essere definito come un solido dotato di lati opposti a due a due uguali, (e.g., parallelepipedo). Per un problema di meccanica dei continui, le condizioni al bordo periodiche consistono nell'imporre che i lati opposti del RVE siano caratterizzati da una condizione di *compatibilità* [12], cioè sperimentino

- trazioni antisimmetriche;
- spostamenti uguali a meno di atti di moto rigido.

assicurando che, nella configurazione deformata, i bordi del RVE restino a due a due uguali, come mostrato in **Figura 2.3**.



**Figura 2.3:** Esempio di solido eterogeneo bidimensionale deformato secondo condizioni al bordo compatibili.

Una possibile formalizzazione matematica delle condizioni al bordo di spostamento in forma periodiche è fornita da Smit [14] e sarà descritta nel capitolo dedicato ai Materiali e Metodi (Capitolo 3).

Rispetto alle limitazioni denunciate per le condizioni al bordo omogenee, quanto appena illustrato rappresenta una risorsa importante perché le condizioni periodiche

- sono compatibili con la condizione di Mandel-Hill [11], nonostante non producano necessariamente una condizione omogenea al bordo del RVE;
- consentono di modellare una condizione al bordo locale come l'effetto di una sollecitazione macroscopica senza bisogno di alcuna analisi preliminare [11].

Visto l'assetto periodico tipico dell'accoppiamento substrato-interconnessione nei dispositivi di stretchable electronics, le condizioni al bordo periodiche abbinate alla teoria dell'omogeneizzazione costituiscono una strategia promettente per concepire uno studio computazionale con un buon compromesso tra realismo rispetto al comportamento complessivo del device e risorse di calcolo.

### **2.2.3. Le tecniche computazionali a supporto dell'analisi del comportamento macroscopico**

Gli strumenti a supporto dell'implementazione di una procedura di omogeneizzazione possono essere suddivisi in tre categorie principali:

- *metodi semianalitici*: essi sono particolarmente efficienti nel contenere le risorse di calcolo richieste, ma spesso si limitano alla descrizione del comportamento di materiali in cui tutte le fasi siano elastiche lineari e possano essere approssimate come sottodomini di semplice geometria (e.g., forma ellissoidale) [56];
- *metodi sperimentali*: è possibile effettuare una caratterizzazione sperimentale del comportamento macroscopico di un composito, ma è ben noto come in questa sede non sia banale riprodurre le condizioni al bordo compatibili con la condizione di Mandel-Hill [57]. Inoltre, se da un lato può essere abbastanza immediato capire come una caratterizzazione sperimentale possa fornire informazioni sul comportamento macroscopico di un materiale, non lo è altrettanto se lo si desidera studiare simultaneamente a livello locale, per mantenere traccia delle relazioni che intercorrono tra fenomeni alla microscala e comportamento complessivo. Per esempio, una prova di nanoindentazione può fornire informazioni sul



comportamento locale di un materiale, ma non su quello macroscopico, mentre una prova di trazione monoassiale su opportune repliche alla scala del dispositivo consente lo studio della sua risposta complessiva, ma non consente l'indagine dei fenomeni che si coinvolgono la microstruttura. Fanno eventualmente eccezione i setup sperimentali dotati di adeguati sistemi di misura *in-situ*, ai quali si accompagna però regolarmente un aumento dei costi delle attrezzature;

- *metodi computazionali ad elementi finiti*: questa categoria può essere vista sotto una duplice veste. Da un lato è una modellazione senza limiti apparenti riguardo la scelta delle geometrie e dei legami costitutivi delle singole eterogeneità, sebbene ovviamente sia meno *cost-effective* di un metodo analitico; dall'altro, può costituire una caratterizzazione virtuale che abilita una maggiore libertà nella definizione delle condizioni al bordo rispetto ad i test sperimentali, ma la sua natura modellistica ne subordina l'attendibilità alla validazione per confronto con misure reali. Inoltre è opportuna una riflessione riguardo gli effetti di scala: essendo basati sulla meccanica dei continui (*continuum-based methods*), non si possiede una definizione interna del concetto di unità di misura, né si è in grado di tenere conto degli effetti di scala a meno che essi non siano esplicitamente modellati.

Ricordando che il presupposto dell'omogeneizzazione consiste nella possibilità di disaccoppiare lo studio dei fenomeni fisici che avvengono a dimensioni caratteristiche sufficientemente diverse, si potrebbe pensare di studiare il comportamento di un materiale eterogeneo mediante un opportuno approccio multiscala nel quale ogni dimensione caratteristica d'interesse possa essere indagata con l'approccio più adeguato (sia esso analitico, sperimentale o computazionale) e simultaneamente i risultati di una caratterizzazione siano condizioni al bordo per quelle dedicate alle scale adiacenti, in modo da studiarne le mutue interazioni.

Questa possibilità verrà sondata nell'ambito della presente attività, con l'obiettivo di predire il comportamento meccanico del sistema substrato-interconnessione per dispositivi di stretchable electronics, a partire dalla caratterizzazione dei materiali suoi costituenti.

### 3. MATERIALI E METODI

#### 3.1. Obiettivi specifici del manoscritto

Tutte le attività riportate in questa tesi sono state svolte presso il Laboratorio di Meccanica delle Strutture Biologiche (LaBS) del Politecnico di Milano.

L'obiettivo di questo lavoro consiste nella formulazione di un protocollo di caratterizzazione di materiali per dispositivi di stretchable electronics, con particolare attenzione al sistema composito substrato-interconnessione. Nello specifico, l'accoppiamento analizzato vede l'uso di poliimide (PI) per la componente polimerica ed Alluminio (Al) per la metallizzazione, mentre per l'applicazione di destinazione è stata presa in considerazione un'integrazione su un generico catetere espandibile.

L'attività interessa tre scale dimensionali d'osservazione:

- scala dei singoli costituenti
- scala dell'unità ripetitiva dell'interconnessione, i.e., la serpentina
- scala del dispositivo

In particolare, il protocollo formulato percorrere in sequenza tutte e tre le scale d'osservazione, secondo un approccio *bottom-up*:

Scala dei singoli costituenti: il comportamento meccanico dei singoli costituenti è stato indagato sperimentalmente mediante prove di nanoindentazione ed i risultati ottenuti sono stati validati per confronto con un modello computazionale, nel quale sono state riprodotte le condizioni di sollecitazione imposte durante i test sperimentali

Scala dell'interconnessione: l'esito positivo della validazione ha autorizzato l'uso delle proprietà meccaniche misurate sperimentalmente in un modello computazionale che riproduce l'unità ripetitiva dell'interconnessione a serpentina, cui sono state imposte condizioni al bordo periodiche coerenti con le condizioni di servizio previste per il potenziale dispositivo interventistico. Il comportamento del sistema matrice-interconnessione è stato valutato:

- da un punto di vista della performance secondo i canoni dei dispositivi di stretchable electronics (Paragrafo 1.1.3), indagando i meccanismi di isolamento delle deformazioni. Limitatamente a questa fase, poiché la PI non è il polimero più frequentemente utilizzato come substrato, è stato previsto un confronto con i risultati di un modello nel quale la PI è sostituita da PDMS, elastomero più

comunemente scelto nell'ambito della stretchable electronics, le cui proprietà meccaniche sono state reperite in letteratura;

- da un punto di vista della proprietà efficaci, applicando una procedura di omogeneizzazione basata sul criterio energetico di Hill (Paragrafo 2.2). Questo è stato possibile in virtù dell'utilizzo delle condizioni al bordo periodiche, che hanno consentito di studiare il comportamento locale di un singolo RVE del dispositivo come se esso fosse circondato da numerose sue repliche ed il dominio complessivo fosse sottoposto a condizioni remote aderenti a quelle di servizio.

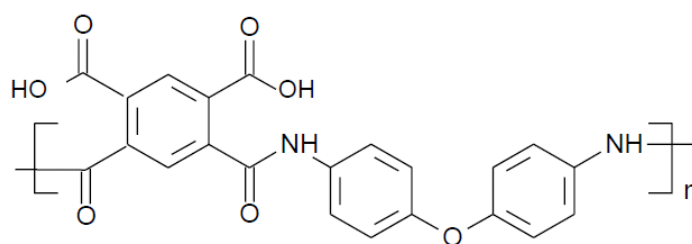
Scala del dispositivo: le proprietà efficaci sono state usate per stimare la deformazione della porzione centrale di un potenziale catetere espandibile sottoposto a gonfiaggio controllato, approssimando questa condizione al problema dell'equilibrio di una membrana viscoelastica in condizione di stato di sforzo piano.

Ciò che ci si propone è quindi la realizzazione di un iter di previsione del comportamento meccanico del dispositivo a partire dai materiali e dal disegno strutturale previsti per il sistema matrice-interconnessione, fornendo una valutazione preliminare sull'efficacia della soluzione scelta e proponendo un supporto alla progettazione dell'accoppiamento polimero-metallo.

### 3.2. Materiali

Tutti i materiali utilizzati sono stati forniti dalla *BioMEMS Research Unit* della Fondazione *Bruno Kessler* (FBK<sup>®</sup> Trento, IT). In particolare, si dispone di:

- campioni di Al sottoforma di film sottile depositato su supporti di Si;
- campioni di poliimmide sottoforma di film sottile depositato su supporti di Si. La poliimmide usata è un prodotto commerciale, in particolare una *Durimide-115A* (FUJIFILM<sup>®</sup>, USA), la cui formula di struttura è riportata in **Figura 3.1**: è fornita dai produttori come una soluzione liquida di acido poliamico che solidifica con comportamento termoindurente (i.e., irreversibile) a seguito di processo termico. I campioni sono stati preparati dal personale della *BioMEMS Research Unit* spinnando la PI sui supporti di Si, previo riscaldamento a 350°C per 1h30'.



**Figura 3.1:** Formula di struttura della PI commerciale Durimide115A.

- campioni di Al depositato sottoforma di film sottile usando come substrato alcune repliche dei campioni di PI già descritti. La deposizione di Al è stata eseguita mediante la tecnica di *electron beam physical vapor deposition* (EBPVD).

La geometria dei campioni è giustificata dalla scelta di condurre la campagna sperimentale mediante prove di nanoindentazione. I campioni di Al, di PI e di Al su PI saranno d'ora in poi identificati, rispettivamente, con gli acronimi AL, D115 e AL/D115: le loro dimensioni sono riportate in **Tabella 3.1** e possono essere interpretate facendo riferimento all'illustrazione schematica del generico *layer* dei multistrato a disposizione.

Campione	Dimensione	Valore	Rappresentazione schematica
AL	Spessore strato Al: $t_{AL-Al}$	1 $\mu\text{m}$	
	Spessore strato Si: $t_{AL-Si}$	100 $\mu\text{m}$	
	Lunghezza: $l_{AL}$	10 mm	
	Larghezza: $w_{AL}$	10 mm	
D115	Spessore strato PI: $t_{D115-PI}$	10 $\mu\text{m}$	
	Spessore strato Si: $t_{D115-Si}$	100 $\mu\text{m}$	
	Lunghezza: $l_{D115}$	10 mm	
	Larghezza: $w_{D115}$	10 mm	
AL-D115	Spessore strato Al: $t_{AL/D115-Al}$	1 $\mu\text{m}$	
	Spessore strato PI: $t_{AL/D115-PI}$	10 $\mu\text{m}$	
	Spessore strato Si: $t_{AL/D115-Si}$	100 $\mu\text{m}$	
	Lunghezza: $l_{AL/D115}$	10 mm	
	Larghezza: $w_{AL/D115}$	10 mm	

**Tabella 3.1:** Dimensioni dei campioni a disposizione

In virtù della caratteristica non-distruttiva del test di nanoindentazione (Paragrafo 2.1.1), ad ognuna delle tipologie di prove di nanoindentazione di seguito descritte è stato destinato un

solo campione, sul quale sono state effettuate molteplici indentazioni organizzate spazialmente secondo una matrice di punti: per questa ragione, in sede di dichiarazione dei parametri di prova, nei paragrafi seguenti il numero e la distribuzione locale delle singole indentazioni sulla superficie del campione sarà identificato con le dimensioni di una corrispondente matrice  $[n, m]$ .

Tutte le prove sperimentali sono state condotte usando un indentometro Nanotest System (Micro Materials<sup>©</sup>, UK).

### 3.3. Caratterizzazione e modellazione alla scala dei singoli costituenti

#### 3.3.1. Modellazione del legame costitutivo dell'Alluminio (Al)

I campioni AL sono stati sottoposti a test di nanoindentazione sferica *multiload*, concepiti per caratterizzare il comportamento del materiale secondo un modello elastoplastico. I parametri di prova sono riportati in **Tabella 3.2**.

Campione	AL
Indentatore	Punta sferica, raggio $R = 25 \mu\text{m}$
Tipo di controllo	Controllo di carico
Livelli di carico	5 livelli equidistanti nell'intervallo $[5-25] \text{ mN}$
Durata della fase di <i>Dwell</i>	$T_{Dwell} = 10 \text{ s}$
Velocità della fase di carico	$v_{Load} = 1 \text{ mN/s}$
Velocità della fase di scarico	$v_{Unload} = 2 \text{ mN/s}$
Matrice di indentazione	$[4, 4]$ , distanziate di $\delta = 100 \mu\text{m}$ l'una dall'altra

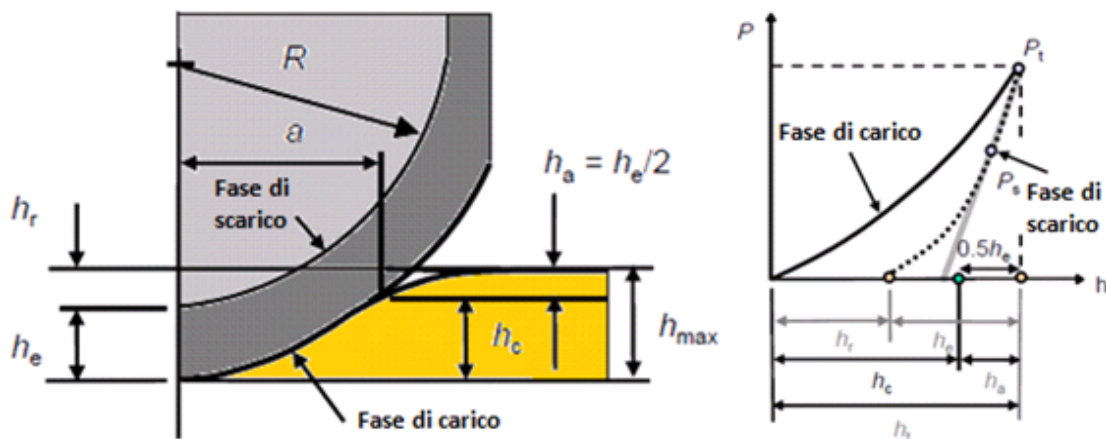
**Tabella 3.2:** Parametri di prova dei test di indentazione con punta sferica sui campioni AL.

Trattandosi di un provino sottoforma di film sottile, tutte le prove sono state condotte ad affondamenti inferiori al 10 % dello spessore del film di Al, affinché il comportamento registrato non risentisse dell'influenza del substrato di Si.

Da ogni singolo ciclo carico/scarico è possibile estrarre informazioni sul comportamento elastico e post-elastico del materiale:

- a fine fase di carico, la regione sottostante l'indentatore si considera completamente plasticizzata, consentendo di utilizzare i valori di carico ed affondamento per stimare la coppia di snervamento  $(\sigma_{sn}, \varepsilon^{pl})_i$ , dove  $\sigma_{sn}$  indica lo sforzo di snervamento,  $\varepsilon^{pl}$  la corrispondente deformazione plastica ed  $i$  il numero del ciclo;
- la pendenza della successiva fase di scarico, trattandosi di un recupero elastico, consente invece di determinare il modulo ridotto  $E_i^*$ , dove nuovamente  $i$  si riferisce al numero del ciclo.

Da un punto di vista analitico, il primo passo della procedura consiste nel calcolo dell'area di contatto tra l'indentatore ed il provino, in corrispondenza della fine della fase di carico. Trattandosi di indentazioni sferiche, questo può essere fatto attraverso la procedura di Field e Swain [58], di seguito illustrata (la simbologia può essere interpretata facendo riferimento alle rappresentazioni schematiche di **Figura 3.2**).



**Figura 3.2:** Rappresentazione schematica delle grandezze utilizzate nella procedura di Field e Swain [58].

La procedura di Field e Swain consente di stimare la penetrazione plastica  $h_c$  a partire dall'analisi della curva di scarico sulla base delle equazioni della meccanica del contatto elastico Hertziano. Con riferimento alla **Figura 3.2**, esse descrivono:

- l'andamento della penetrazione elastica  $h_{el}(r)$  lungo il profilo di contatto, essendo  $r$  il raggio della proiezione dell'area di contatto

$$h_{el}(r) = \frac{1}{E^*} \frac{3P}{4a} \left( 1 - \frac{r^2}{2a^2} \right), \quad r \leq a \quad (3.1)$$

$$\begin{cases} h_{el}(r=0) = \frac{1}{E^*} \frac{3P}{4a} \\ h_{el}(r=a) = \frac{1}{E^*} \frac{3P}{4a} \frac{1}{2} \end{cases} \Rightarrow h_{el}(r=a) \quad (3.2)$$

- l'andamento della penetrazione al centro dell'indentatore al variare del carico imposto  $P$

$$P = \frac{4\sqrt{R}}{3} E^* h_{el}^{3/2} \Big|_{r=0} = \frac{4\sqrt{R}}{3} E^* (h|_{r=0} - h_r)^{3/2} \quad (3.3)$$

dove con  $h_r$  è stata espressa la penetrazione residua che, come illustrato in **Figura 3.2**, non coincide con la penetrazione plastica  $h_c$ .

In base alla (3.2), anche a fine test avremo

$$h_{el}(r = a) = h_a = \frac{1}{2} h_{el}(r = 0) = h_e \quad (3.4)$$

e poiché, secondo la **Figura 3.2**,

$$\begin{cases} h_c = h_t - h_a \\ h_e = h_t - h_r \end{cases} \quad (3.5)$$

facendo uso della (3.4), possiamo esprimere la penetrazione plastica in funzione dell'affondamento residuo

$$h_c = h_t - \frac{h_e}{2} = \frac{h_t + h_r}{2} \quad (3.6)$$

Nel caso in cui la fase di scarico proceda fino a  $P = 0$ ,  $h_r$  è noto sperimentalmente. Qualora la prova prevedesse invece solo uno scarico parziale,  $h_r$  risulta incognito, ma può essere stimato applicando l'equazione (3.3) su due coppie di punti sperimentali  $t$  ed  $s$  lungo la retta di scarico

$$h_e|_k = h_k - h_r = \left( \frac{3}{4\sqrt{R}} \frac{P_k}{E^*} \right)^{2/3}, \quad k = t, s \quad (3.7)$$

$$\frac{h_t - h_r}{h_s - h_r} = \left( \frac{P_T}{P_S} \right)^{2/3} \quad (3.8)$$

risolvendo la (3.8) per  $h_r$  si ottiene

$$h_r = \frac{h_S (P_T/P_S)^{2/3} - h_T}{(P_T/P_S)^{2/3} - 1} = \left( \frac{P_T}{P_S} \right)^{2/3} \quad (3.9)$$

rendendo possibile la stima di  $h_c$ . Segue il calcolo dell'area di contatto, che per un indentatore sferico assume la seguente forma

$$A_c = \pi(2Rh_c - h_c^2) \quad (3.10)$$

A questo punto è possibile misurare:

- il modulo di indentazione,  $M$ , dal quale si ottengono i parametri elastici desiderati

$$M = \frac{1}{\beta} \left( \frac{P_t - P_s}{h_t - h_s} \right) \frac{1}{2} \sqrt{\frac{\pi}{A_c}} \quad (3.11)$$

essendo  $\beta$  un fattore di correzione (pari a 1.034) da applicarsi alla rigidezza di contatto  $\frac{dP}{dh} = \left( \frac{P_t - P_s}{h_t - h_s} \right)$ , introdotto nella procedura consolidata a valle di una serie di confronti con i risultati computazionali [59]. Conoscendo il modulo di indentazione è possibile stimare il modulo ridotto del materiale  $E^*$ , tenendo conto del contributo della deformazione dell'indentatore. Supponendo che  $M$  sia la rigidezza derivante dalla risposta del materiale e dell'indentatore disposti in serie, possiamo scrivere

$$\frac{1}{E^*} = \frac{1}{M} - \frac{1}{E_{indenter}^*} = \frac{1}{M} - \frac{1 - \nu_{indenter}^2}{E_{indenter}}, \quad \begin{cases} E_{indenter} = 1147 \text{ GPa} \\ \nu_{indenter} = 0.07 \end{cases} \quad (3.12)$$

- la durezza del materiale,  $H$ , dalla quale è possibile dedurre la coppia di snervamento

$$H = \frac{P_t}{A_c} \Rightarrow \begin{cases} \sigma_{sn} = \frac{H}{3} \\ \varepsilon^{pl} = 0.2 \frac{a}{R} \end{cases} \quad (3.13)$$

Per ogni ciclo carico/scarico, la procedura descritta fornisce una terna di risultati  $(E^*, \sigma_{sn}, \varepsilon^{pl})_i$ . Per ottenere le caratteristiche meccaniche dell'Al, essi sono stati elaborati come segue

- per quanto riguarda il regime elastico, il modulo di Young stimato in ogni singolo ciclo è stato calcolato invertendo la definizione del modulo ridotto, ipotizzando per il coefficiente di Poisson un valore aderente ai dati di letteratura



$$\begin{cases} E_i = E_i^*(1 - \nu^2) \\ \nu = 0.3 \end{cases} \quad (3.14)$$

e con la media aritmetica dei risultati ottenuti è stato definito il modulo di Young dell'Al,  $E_{Al}$ .

- per quanto riguarda il regime post-elastico, le coppie  $(\sigma_{sn}, \varepsilon^{pl})_i$  sono state riportate su un grafico ed interpolate per costruire di una legge di incrudimento isotropo. Si è deciso inoltre di non limitare la descrizione del regime plastico al range circoscritto dai dati sperimentali, bensì di estrapolare l'andamento della legge di incrudimento fino ad un intervallo di deformazioni plastiche compreso tra  $5.00 \cdot 10^{-4}$  e  $2.5 \cdot 10^{-1}$ .

### 3.3.2. Modellazione del legame costitutivo della poliimmide (PI)

Coerentemente con la sua natura polimerica, si è deciso di modellare il comportamento della poliimmide con

- un legame iperelastico, per descrivere la componente elastica non-lineare tempo-indipendente;
- una funzione di rilassamento viscoelastico lineare nel tempo e nelle deformazioni, per descrivere la componente tempo-dipendente.

Il protocollo di caratterizzazione del comportamento viscoelastico sarà descritto per primo, perché i suoi risultati sono funzionali rispetto alla modellazione del comportamento iperelastico.

#### 3.3.2.1. Caratterizzazione sperimentale del comportamento viscoelastico della PI

Per studiare la componente tempo-dipendente della Durimide115A, uno dei campioni D115 è stato sottoposto a test di nanoindentazione *multiload* con indentatore Berkovich, i cui parametri di prova sono dichiarati in **Tabella 3.3**.

Campione	D115
Indentatore	Punta Berkovich
Tipo di controllo	Controllo di carico
Livelli di carico	5 livelli equidistanti nell'intervallo [1.0-5.0] mN
Durata della fase di $Dwell$	$T_{Dwell} = 30$ s
Velocità della fase di carico	$v_{Load} = 0.10$ mN/s
Velocità della fase di scarico	$v_{Unload} = 0.20$ mN/s
Matrice di indentazione	[1, 2], distanziate di $\delta = 100$ $\mu$ m l'una dall'altra

**Tabella 3.3:** Parametri di prova dei test di indentazione con punta Berkovich sui campioni D115

Le prove sono state condotte ad affondamenti non superiori al 10 % dello spessore del film di Durimide115A, coerentemente con quanto prescritto per la caratterizzazione di materiali sottoforma di film sottili.

Dalla **Tabella 3.3** è possibile osservare che

- con l'intenzione di caratterizzare il comportamento di *creep* del materiale, è stato scelto un  $T_{Dwell}$  pari a 30 s. Questo valore è stato scelto a fronte della consultazione di risultati sperimentali riportati in letteratura [48], secondo cui una fase di *Dwell* della durata di circa 20 s è sufficiente ad indagare il comportamento viscoelastico di una poliimmide termoindurente;
- le fasi di carico non sono approssimabili ad un gradino di Heaviside, perché la loro durata è paragonabile a quella delle successive fasi di *Dwell*.

Quest'ultima caratteristica di prova ha un impatto fondamentale sulla scelta della strategia di elaborazione dei dati sperimentali: in una prova di nanoindentazione con punta Berkovich, la versione corrispondente all'espressione (3.3), già presentata per il caso di indentatore sferico, assume la forma seguente

$$P = \frac{2 \tan(\alpha)}{\pi} E^* h^2 \Rightarrow h^2 = \frac{\pi}{2 \tan(\alpha)} \frac{P}{E^*} \quad (3.15)$$

Si osservi che, poiché le espressioni (3.3) e (3.15) esprimono la relazione tra carico ed affondamento ottenibile dalle equazioni del contatto Hertziano nel caso di indentatori assialsimmetrici, l'angolo  $\alpha$  nella (3.15) non rappresenta direttamente la pendenza del reale

profilo di una punta Berkovich, bensì di un suo equivalente conico: in particolare,  $\alpha$  è l'inclinazione del cono che indenta il campione producendo la stessa area di contatto ottenibile con la geometria piramidale della vera punta Berkovich, caratterizzata dall'angolo  $\theta$ . Secondo questa definizione, tra i due angoli vige la seguente relazione [13]

$$\tan^2(\alpha) = \frac{3\sqrt{3}}{\pi} \tan^2(\theta) \quad (3.16)$$

che per un angolo  $\theta = 65.27^\circ$  di una punta Berkovich standard fornisce per l'equivalente conico un valore di  $\alpha = 70.3^\circ$ .

Volendo estendere la validità della (3.15) al caso di materiale viscoelastico lineare, è possibile introdurre la dipendenza temporale attraverso l'*integrale di ereditarietà* [50]

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2 \tan(\alpha)} \int_0^t J(t-\tau) \frac{1}{E^*} \frac{dP(\tau)}{d\tau} d\tau \quad (3.17)$$

dove con  $J(t)$  si è espressa la funzione di *creep* normalizzata, che esprime la tempo-dipendenza della compliance ridotta  $\frac{1}{E^*}$ . Una forma comunemente usata per la funzione di *creep* fa riferimento al modello della *serie di prony*

$$J(t) = 1 + \sum_{i=1}^N j_i (1 - e^{-\frac{t}{\eta_i}}) \quad (3.18)$$

essendo  $j_i$  i *coefficienti adimensionali di creep* e  $\eta_i$  i *tempi caratteristici*, che esprimono la rapidità con cui la viscoelasticità manifesta il proprio contributo: la caratterizzazione del comportamento viscoelastico si traduce dunque nella ricerca dei parametri  $(j_i, \eta_i)$ .

La funzione di *creep* può essere interpretata come un fattore di scala che, applicato alla compliance ridotta del materiale,  $C^*(t)$ , ne ridimensiona il valore in modo continuo al variare del tempo, da un limite inferiore (*compliance ridotta istantanea*,  $C_0^*$ ) ad un limite superiore (*compliance ridotta di lungo termine*,  $C_\infty^*$ ), come espresso di seguito

$$C^*(t) = J(t) \frac{1}{E^*} \Rightarrow \begin{cases} C_0^* = \lim_{t \rightarrow 0^+} C^*(t) = \frac{1}{E^*} \\ C_\infty^* = \lim_{t \rightarrow +\infty} C^*(t) = \left(1 + \sum_{i=1}^N j_i\right) \frac{1}{E^*} \end{cases} \quad (3.19)$$

Lo stesso ragionamento vale immutato per la compliance del materiale,  $C = \frac{1}{E}$ , e in senso duale per il modulo ridotto ed il modulo di Young, avendo l'accortezza di sostituire la funzione di *creep* con la funzione di *rilassamento*  $G(t)$ , che modula il valore di  $E^*$  ed  $E$  da un limite superiore, corrispondente al comportamento istantaneo, ad un limite inferiore, corrispondente al comportamento di lungo termine. La funzione di rilassamento risulta anch'essa correlata alla funzione di *creep* attraverso l'integrale di ereditarietà

$$\int_0^t J(t-\tau)G(\tau)d\tau = t \quad (3.20)$$

Per semplicità, d'ora in poi le proprietà appartenenti al comportamento istantaneo saranno sempre contraddistinte dal pedice 0, mentre quelle di lungo termine saranno contrassegnate col pedice  $\infty$ .

Si osservi che l'ipotesi di viscoelasticità lineare consente di esprimere i parametri di *creep* ( $j_i, \eta_i$ ) sottoforma di numeri scalari, riflettendo la linearità di  $J(t)$  rispetto al tempo ed allo stato di sollecitazione. Abbinando questa assunzione all'ipotesi che, così come la fase di scarico, anche quella di *Dwell* sia priva di effetti associati alla plasticità del materiale, la relazione (3.17) consente di ottenere facilmente l'espressione di  $J(t)$  nel caso in cui la fase di carico della prova di indentazione sia approssimabile ad una funzione di Heaviside. Infatti, in questo caso, la (3.17) può essere risolta esattamente come segue

$$\begin{cases} P(t) = \bar{P}F_{Heaviside}(t) \Rightarrow \frac{dP}{dt} = \bar{P}\delta_{Dirac}(t) \\ h^2(t) = \frac{\pi}{2 \tan(\alpha)} \int_0^t J(t-\tau) \frac{1}{E^*} \frac{dP(\tau)}{d\tau} d\tau \end{cases} \Rightarrow h^2(t) = \frac{\pi}{2 \tan(\alpha)} \frac{J(t)}{E^*} \bar{P} \quad (3.21)$$

che ci mostra come l'affondamento durante la fase di *Dwell* sia linearmente correlato a  $J(t)$ , che può essere quindi calcolato come

$$J(t) = \left( \frac{h(t)}{h(0)} \right)^2 \quad (3.22)$$

dove si è fatto uso della proprietà intrinseca nella definizione (3.18), che ci assicura che  $J(0) = 1$ .

Poiché i parametri di prova riportati in **Tabella 3.3** non consentono di approssimare la fase di carico ad una funzione di Heaviside, è stato concepito un protocollo alternativo per

l'elaborazione dei dati: in particolare, si è pensato di sfruttare una delle caratteristiche dell'operatore di *trasformazione secondo Laplace*,  $\mathcal{L}[\cdot]$ , che gode della proprietà di convertire una convoluzione ambientata nel dominio temporale in un prodotto ambientato nel dominio trasformato [60]. Grazie a questa proprietà, l'equazione integrale (3.17) può essere risolta in forma analitica a fronte di una riformulazione in versione algebrica nel dominio trasformato

$$h^2(t) = \frac{\pi}{2 \tan(\alpha)} \int_0^t J(t - \tau) \frac{1}{E^*} \frac{dP(\tau)}{d\tau} d\tau \xrightarrow{\mathcal{L}[\cdot]} \mathbb{H}_{\text{squarea}}(s) = \left( \frac{\pi}{2 \tan(\alpha)} \frac{1}{E^*} \right) \mathbb{J}(s) s \mathbb{P}(s) \quad (3.23)$$

avendo definito

$$\begin{cases} \mathbb{H}_{\text{squarea}}(s) = \mathcal{L}[h^2(t)] \\ \mathbb{J}(s) = \mathcal{L}[J(t)] \\ \mathbb{P}(s) = \mathcal{L}[P(t)] \\ \mathcal{L}\left[\frac{dP(t)}{dt}\right] = s\mathbb{P}(s) \end{cases} \quad (3.24)$$

Come anticipato, conoscendo l'espressione analitica di  $J(t)$  e  $P(t)$ , è possibile, in linea teorica, ottenere una soluzione esplicita di  $h(t)$  antitrasformando il risultato della (3.23).

$$h^2(t) = \mathcal{L}^{-1}[\mathbb{H}_{\text{squarea}}(s)] \quad (3.25)$$

Se i parametri viscoelastici sono incogniti, la soluzione così ottenuta sarà una forma parametrica rispetto a  $(j_i, \eta_i)$ , che possono così essere determinati come risultato del fitting parametrico dei dati sperimentali, usando come funzione di fitting l'espressione analitica fornita dalla (3.25).

Il protocollo di elaborazione dei dati sperimentali concepito sulla base delle relazioni appena presentate sarà di seguito enunciato: la dichiarazione di ogni ipotesi di lavoro sarà accompagnata dalle corrispondenti motivazioni ed eventuali procedure di validazione.

*Ipotesi di elasticità del fenomeno di contatto:* quest'ipotesi corrisponde ad estendere la validità delle relazioni presentate anche alla fase di carico e ci autorizza a descrivere l'intero test di nanoindentazione con la relazione integrale (3.17) e, di conseguenza, con la soluzione in forma parametrica fornita dalla (3.25). Per verificare che questa assunzione sia fonte di errore trascurabile rispetto alle osservazioni sperimentali, ottenuti i parametri

viscoelastici, l'espressione (3.25), a questo punto non più parametrica ( $h_{Lap}$ ), è stata confrontata direttamente con la storia di affondamenti osservata sperimentalmente ( $h_{Exp}$ ). L'errore relativo tra le grandezze a confronto è stato definito come segue

$$\delta_{Lap} = \left| \frac{h_{Lap} - h_{Exp}}{h_{Exp}} \right| \quad (3.26)$$

Ipotesi di viscoelasticità lineare: questa assunzione ha un risvolto pratico molto importante, perché le forme analitiche ottenibili da una successione di trasformazione secondo Laplace, manipolazione ed antitrasformazione, non sono sempre facilmente derivabili e di semplice utilizzo: in particolare, in presenza di funzioni di carico  $P(t)$  caratterizzate da un susseguirsi di numerose rampe e gradini, come nel caso in esame, la soluzione fornita dall'espressione (3.25) potrebbe non prestarsi all'esecuzione di un fitting parametrico. Al contrario, nel caso in cui  $P(t)$  si limiti alla successione di 1 sola rampa di carico (di durata  $t_{Load}$ ) ed 1 solo gradino di  $Dwell$ ,

$$P(t) = v_{Load}(t(F_{Heaviside}(t) - (t - t_{Load})F_{Heaviside}(t - t_{Load}))) \quad (3.27)$$

la possibilità di ottenere una soluzione esplicita per l'affondamento è garantita e, in particolare, limitatamente alla fase di  $Dwell$  la (3.25) assume la seguente forma

$$h^2(t) = \left( \frac{\pi}{2 \tan(\alpha)} \frac{v_{Load}}{E^*} \right) \left[ t_{Load} \left( 1 + \sum_{i=1}^N j_i \right) + \sum_{i=1}^N j_i \tau_i \left( e^{-\frac{t}{\tau_i}} - e^{-\frac{t-t_{Load}}{\tau_i}} \right) \right] \quad (3.28)$$

Tale espressione è stata ottenuta mediante il software di calcolo simbolico WOLFRAM MATHEMATICA 8 (MathWorks<sup>©</sup>, USA).

L'ipotesi di viscoelasticità lineare ci permette di assumere che una singola fase di  $Dwell$  sia sufficiente per estrarre le caratteristiche viscoelastiche desiderate, essendo queste indipendenti dal livello di sollecitazione. Essa autorizza quindi a procedere alla determinazione dei parametri viscoelastici applicando il fitting parametrico limitatamente alla fase di  $Dwell$  del primo ciclo di indentazione, usando l'espressione (3.28) quale funzione di fitting.

Ipotesi di elasticità lineare limitatamente al primo ciclo di indentazione: L'approccio impiegato prevede un solo parametro legato al comportamento tempo-indipendente ( $E^*$ ), pertanto esso nasce per materiali elastici lineari. Tuttavia, se ne fa corrente uso anche per

materiali a comportamento non lineare. Infatti, nonostante sia possibile estendere la procedura (3.23)-(3.25) al caso in cui  $E^*$  sia funzione dello stato di sollecitazione, questo nuovamente nega la possibilità di ottenere una soluzione esplicita per la (3.25) perciò, nell'ambito di questo lavoro,  $E^*$  è stato ipotizzato costante durante la procedura di fitting. Esso è stato inoltre considerato un parametro, al pari delle costanti viscoelastiche, piuttosto che un valore noto da imporre, con il proposito di verificarne la compatibilità con i valori stimati nella successiva fase di modellazione del comportamento tempo-indipendente.

In accordo con il protocollo descritto, la caratterizzazione del comportamento viscoelastico della Durimide115A si è dunque articolata nelle seguenti fasi:

- calcolo di una curva rappresentativa del comportamento sperimentale, mediando aritmeticamente i valori di affondamento ottenuti dalle singole indentazioni;
- mediante il software MATLAB<sup>®</sup> (MathWorks<sup>®</sup>, USA), fitting della fase di carico e della fase di *Dwell* del primo ciclo di indentazione della curva rappresentativa. La funzione di fitting corrisponde alla (3.28), avendo scelto di descrivere  $J(t)$  con 3 contributi esponenziali. Questo ha permesso la determinazione dei parametri viscoelastici  $(j_i, \eta_i)$ ,  $i = 1, 2, 3$ ;
- verifica della legittimità dell'ipotesi di viscoelasticità lineare per confronto tra gli affondamenti sperimentali e le penetrazioni stimate secondo la soluzione analitica (3.28).

Infine, i risultati della caratterizzazione viscoelastica hanno consentito la stima del rapporto tra le caratteristiche elastiche istantanee e quelle di lungo termine, che in accordo con le definizioni (3.19) corrisponde a

$$r = \frac{1}{(1 + \sum_{i=1}^N j_i)} \quad (3.29)$$

Questo valore è di supporto nella fase di modellazione della componente tempo-indipendente della Durimide115A, come verrà spiegato nel prossimo paragrafo.

### 3.3.2.2. Modellazione del legame iperelastico della PI

Per la descrizione della componente elastica tempo-indipendente è stato scelto un potenziale di deformazione secondo il modello di Kilian [61] che, a differenza delle alternative più comuni (e.g., *Mooney-Rivlin model*, *Neo-Hookean model*), è caratterizzato da parametri

correlati al comportamento macroscopico di un polimero secondo un approccio fenomenologico, piuttosto che da costanti empiriche: in particolare, immaginando di descrivere un polimero come il risultato delle interazioni di una rete di legami, è possibile riprodurre la sua risposta meccanica in modo soddisfacente mediante una relazione sforzo/deformazione derivabile dall'equazione di stato di van der Waals [61]. Nell'ipotesi di materiale isotropo comprimibile, il potenziale di deformazione  $U_{vdW}(\bar{I}_1, \bar{I}_2, I_3)$  associato a tale relazione assume la seguente forma

$$U_{vdW} = \mu \left\{ -(\lambda_m^2 - 3)[\ln(1 - \eta) + \eta] - \frac{2}{3} a \left( \frac{\tilde{I} - 3}{2} \right)^{3/2} \right\} + \frac{1}{D} \left( \frac{I_3 - 1}{2} - \ln(\sqrt{I_3}) \right) \quad (3.30)$$

dove

$$\left\{ \begin{array}{l} \tilde{I} = (1 - \beta)\bar{I}_1 + \beta\bar{I}_2 \\ \eta = \sqrt{\frac{\tilde{I} - 3}{\lambda_m^2 - 3}} \\ D = \frac{2}{K} \end{array} \right. \quad (3.31)$$

avendo espresso con  $\bar{I}_1$  ed  $\bar{I}_2$ , il primo ed il secondo invariante deviatorico, definiti a partire dagli stretch deviatorici  $\left( \bar{\lambda}_i = \frac{\lambda_i}{(\prod_{i=1}^3 \lambda_i)^{1/3}} = \frac{\lambda_i}{\sqrt{I_3}} \right)$  come segue

$$\left\{ \begin{array}{l} \bar{I}_1 = \sum_{i=1}^3 \bar{\lambda}_i^2 \\ \bar{I}_2 = \sum_{i=1}^3 (1/\bar{\lambda}_i^2) \end{array} \right. \quad (3.32)$$

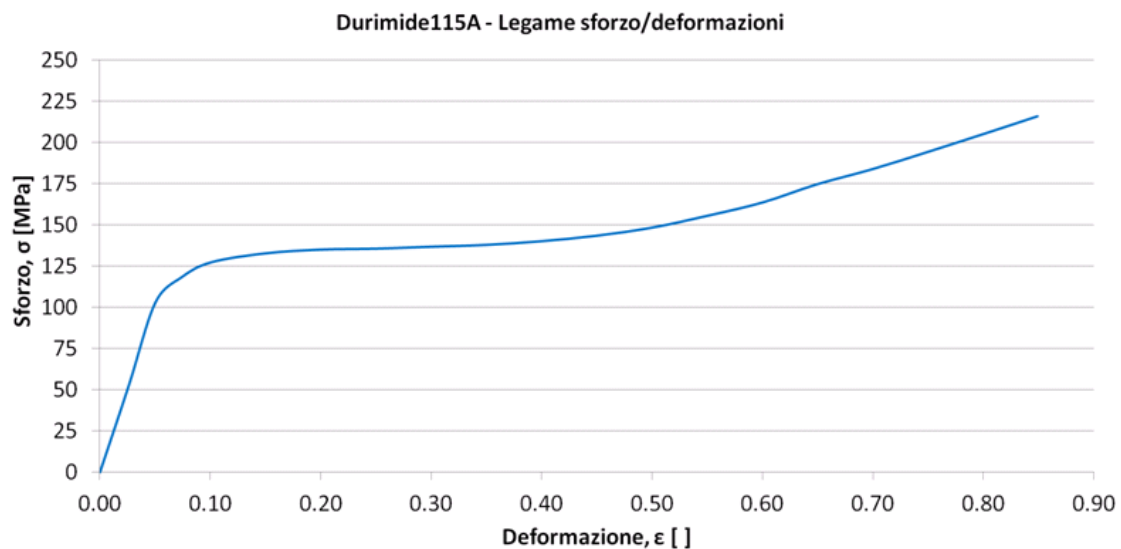
Le grandezze restanti costituiscono i parametri del modello di Kilian:

- $\mu$  e  $K$ , che rappresentano, rispettivamente, lo *shear modulus* ed il *bulk modulus* esibiti dal materiale in regime di piccole deformazioni;
- $\lambda_m$ , o *locking stretch*, che rappresenta il massimo allungamento macroscopico sostenibile da un provino del polimero sottoposto ad una prova di trazione monoassiale;



- $a$ , che rappresenta il contributo delle interazioni tra le catene del reticolo *permanente*, cioè delle catene polimeriche la cui rigidità intrinseca si suppone indipendente dallo stato di deformazione;
- $\beta$ , o *invariant mixture parameter*, che pesa il contributo relativo di un reticolo fittizio rispetto a quello permanente. Tale reticolo fittizio è spesso definito *non-permanente*, perché introdotto per simboleggiare le interazioni che diminuiscono di intensità all'aumentare dell'allungamento.

Componente deviatorica del legame iperelastico: per la stima dei parametri della componente deviatorica di  $U_{vdW}$  (i.e., primo addendo della (3.30)), si è fatto uso dell'opzione di valutazione dei dati sperimentali di una prova di trazione monoassiale, disponibile nel software commerciale ad elementi finiti ABAQUS 6.11 (Dassault Systèmes SIMULIA<sup>®</sup>, FR), nel modulo di definizione delle proprietà dei materiali. Per i dati sperimentali, si è fatto riferimento ad una curva *stress/strain* di trazione monoassiale di un film sottile di Durimide115A spesso circa 10  $\mu\text{m}$ , riportata sulla scheda tecnica del materiale [62] (**Grafico 3.1**).



**Grafico 3.1:** Comportamento esibito dalla Durimide in una prova di trazione monoassiale [62].

Nell'ottica di abbinare il legame iperelastico al comportamento viscoelastico lineare caratterizzato nel Paragrafo 3.3.2.1, sarebbe opportuno conoscere la velocità con cui è stata eseguita la prova di trazione riportata nel documento tecnico, per poter stabilire se la curva riportata nel **Grafico 3.1** sia rappresentativa di un comportamento istantaneo oppure di lungo termine.

Non potendo reperire l'informazione circa la velocità di prova dal documento tecnico, si deciso di ricorrere alla seguente procedura:

- il comportamento elastico istantaneo della Durimide115A è stato stimato sottoponendo i campioni D115 ad un'opportuna prova di indentazione sferica, caratterizzata da bassi affondamenti, per sollecitare il materiale entro il regime di elasticità lineare, e da fasi di scarico a velocità sufficientemente elevata in modo da poter considerare il risultato sperimentale rappresentativo della risposta istantanea. I dati delle prove di nanoindentazione sono riportati in **Tabella 3.4**

<b>Campione</b>	<b>D115</b>
Indentatore	Punta sferica, raggio $R = 25 \mu\text{m}$
Tipo di controllo	Controllo di carico
Livelli di carico	5 livelli equidistanti nell'intervallo [1.5-3.5] mN
Durata della fase di <i>Dwell</i>	$T_{Dwell} = 10 \text{ s}$
Velocità della fase di carico	$v_{Load} = 1.00 \text{ mN/s}$
Velocità della fase di scarico	$v_{Unload} = 2.00 \text{ mN/s}$
Matrice di indentazione	[4, 4], distanziate di $\delta = 100 \mu\text{m}$ le une dalle altre

**Tabella 3.4:** Parametri di prova dei test di indentazione con punta sferica sui campioni D115.

Tutte le prove sono state condotte ad affondamenti abbondantemente inferiori al 10% dello spessore del film di Durimide115A, in modo da non risentire della presenza del substrato di Si durante le misure.

- l'applicazione del protocollo di Field e Swain (Paragrafo 3.3.1) alle curve di scarico di ogni singolo ciclo e la media aritmetica dei moduli ridotti così stimati hanno permesso la stima del modulo ridotto istantaneo della Durimide115A,  $E_{0\_D115}^*$ , nonché del corrispondente modulo di Young,  $E_{0\_D115}$ , avendo ipotizzato un coefficiente di Poisson  $\nu_{D115}$  pari a 0.34, in accordo con dati di letteratura [ref...]. Questo ha ulteriormente permesso il calcolo dello *shear modulus* corrispondente alle osservazioni sperimentali,  $\mu_{0\_D115}$

$$\mu_{0,D115} = \frac{E_{0,D115}}{2(1 - \nu_{D115})} \quad (3.33)$$

- lo *shear modulus* di lungo termine è stato calcolato moltiplicando  $\mu_{0,D115}$  per il rapporto tra proprietà istantanee e di lungo termine, (3.29), ottenuto a fronte della caratterizzazione viscoelastica

$$\mu_{\infty,D115} = r\mu_{0,D115} \quad (3.34)$$

- il confronto tra lo *shear modulus* stimato con l'opzione di ABAQUS 6.11 per la valutazione della prova di trazione,  $\mu_{D115,ABQ}$ , ed i valori asintotici (3.33) e (3.34) ha permesso di stabilire se la curva *stress/strain* riportata nel **Grafico 3.1** fosse più indicata per descrivere un comportamento elastico istantaneo oppure di lungo termine.

Componente volumetrica del legame iperelastico: la stima dei parametri della componente volumetrica di  $U_{vdw}$  (secondo addendo della (3.30)) conclude la modellazione del legame iperelastico della Durimide115A. In assenza di informazioni sperimentali specifiche sul comportamento del materiale in condizioni di sollecitazione idrostatica, la procedura di ABAQUS 6.11 di valutazione dei parametri iperelastici del materiale non è in grado di stimare, dalla sola prova di trazione monoassiale, un valore non nullo per  $D$ . Per questa ragione, nell'ipotesi che l'effetto di *softening* associato alla tempo-dipendenza coinvolgesse nella stessa misura sia la componente deviatorica, sia quella volumetrica,

- il valore di  $D$  corrispondente all'elasticità istantanea è stato calcolato a partire dalle costanti ingegneristiche ottenute per questo comportamento

$$K_{0,D115} = \frac{2\mu_{0,D115}(1 + \nu_{D115})}{3(1 - 2\nu_{D115})} \Rightarrow D_{0,D115} = \frac{2}{K_{0,D115}} \quad (3.35)$$

- il valore di  $D$  corrispondente alle condizioni di prova del **Grafico 3.1** è stato stimato moltiplicandone la versione istantanea per il rapporto tra  $\mu_{D115,ABQ}$  e  $\mu_{D115,exp}$

$$D_{D115,ABQ} = D_{0,D115} \left( \frac{\mu_{D115,ABQ}}{\mu_{0,D115}} \right) \quad (3.36)$$

### 3.3.3. Validazione dei risultati della caratterizzazione dei singoli costituenti

Per validare i risultati della modellazione del legami costitutivo dell'Alluminio e della Durimide115A, si è pensato di indagare il comportamento del loro accoppiamento sottoponendo i campioni AL-D115 a prove di nanoindentazione sferica, e di confrontare le osservazioni sperimentali con i risultati di una corrispondente analisi ad elementi finiti (FEA), che

- riproduca quanto più fedelmente possibile la prova di nanoindentazione;
- riproduca il campione AL-D115 modellando esplicitamente la presenza dei due materiali costituenti, assegnando loro le proprietà risultanti dalle ipotesi e dalle caratterizzazioni descritte nei paragrafi 3.3.1 e 3.3.2.

#### 3.3.3.1. Prove sperimentali di nanoindentazione sui campioni AL-D115

Per indagare il comportamento dell'accoppiamento polimero-metallo previsto per l'interconnessione, i campioni AL-D115 sono stati sottoposti ad un test di nanoindentazione *multiload*, i cui parametri di prova sono riportati in **Tabella 3.5**.

Campione	AL-D115
Indentatore	Punta sferica, raggio $R = 25 \mu\text{m}$
Tipo di controllo	Controllo di carico
Livelli di carico	5 livelli equidistanti nell'intervallo [5.0-25.0] mN
Durata della fase di $D_{well}$	$T_{D_{well}} = 10 \text{ s}$
Velocità della fase di carico	$v_{Load} = 1.00 \text{ mN/s}$
Velocità della fase di scarico	$v_{Unload} = 2.00 \text{ mN/s}$
Matrice di indentazione	[4, 4], distanziate di $\delta = 100 \mu\text{m}$ le une dalle altre

**Tabella 3.5:** Parametri di prova dei test di indentazione con punta sferica sui campioni AL-D115.

I livelli di carico dichiarati in **Tabella 3.5** sono stati scelti a fronte di test preliminari, con l'obiettivo di produrre nei campioni un affondamento paragonabile a quello misurato nell'ambito della nanoindentazioni con punta Berkovich dedicate alla caratterizzazione del comportamento viscoelastico della Durimide115A (Paragrafo 3.3.2.1), in modo da poter

ragionevolmente assumere che il polimero fosse in uno stato di sollecitazione paragonabile a quello imposto in sede di caratterizzazione della componente tempo-dipendente.

Si osservi che, nonostante il materiale di interesse consista in un composito ottenuto depositando un film sottile di Al su un substrato di PI, l'obiettivo di questa campagna sperimentale risiede nell'indagine del comportamento del *bilayer* in quanto tale, cioè della risposta meccanica del sistema che risulta dall'accoppiamento dei singoli materiali. Per questa ragione, da un punto di vista metodologico, il film sottile oggetto della caratterizzazione è costituito dall'intero *bilayer* e le prove sono state condotte ad affondamenti sempre al di sotto al 10 % del suo spessore totale.

I risultati sperimentali sono stati elaborati secondo il seguente protocollo:

- il modulo ridotto dei campioni AL-D115 è stato stimato applicando la procedura di Field e Swain (Paragrafo 3.3.1) alle fasi di scarico di ogni ciclo di indentazione, ed i valori ottenuti per ogni singolo test previsto dalla matrice di indentazione sono stati mediati a parità di valore di sollecitazione imposta, così da ottenere un valore rappresentativo di modulo ridotto  $E_{AL-D115,i}^*$  per ciascun livello di carico  $i$ ;
- il contributo viscoelastico è stato valutato in termini quantitativi come secondo una procedura analoga a quella presentata nel Paragrafo 3.3.2.1 per il calcolo della funzione di *creep* in caso di fasi di carico approssimabili a funzioni di Heaviside. Nel caso di indentatore sferico, le espressioni analoghe alle (3.17) e (3.21) assumono la seguente forma

$$\begin{cases} P(t) = \bar{P}F_{Heaviside}(t) \Rightarrow \frac{dP}{dt} = \bar{P}\delta_{Dirac}(t) \\ h^{3/2}(t) = \frac{3}{4\sqrt{R}} \int_0^t J(t-\tau) \frac{1}{E^*} \frac{dP(\tau)}{d\tau} d\tau \end{cases} \Rightarrow h^{3/2}(t) = \frac{3}{4\sqrt{R}} \frac{J(t)}{E^*} \bar{P} \quad (3.37)$$

da cui si ottiene la versione corrispondente della (3.22)

$$J_{AL-d115,i}(t) = \left( \frac{h_i(t)}{h_i(0)} \right)^{3/2} \quad (3.38)$$

dove il pedice  $i$ , nuovamente, indica che il risultato sarà mediato tra le singole repliche del test previste dalla matrice di indentazione, ma soltanto a parità di livello di sollecitazione. Infatti, poiché nemmeno in questa sede le fasi di carico

sono rigorosamente approssimabili a funzioni di Heaviside, non ci si attende a priori un risultato indipendente dal livello di carico. Nell'ipotesi che il comportamento della Durimide115A sia effettivamente compatibile con un modello viscoelastico lineare, l'eventuale dipendenza di  $J_{AL-d115,i}(t)$  dallo stato di sollecitazione può essere ragionevolmente attribuita, in questo caso, alle modalità con cui è stato condotto il test di nanoindentazione.

La scelta di non adottare il protocollo di caratterizzazione viscoelastica proposto per i test di indentazione con fasi di carico a rampa (espressioni (3.23)-(3.28)) è dettata dall'obiettivo di questa fase, nella quale non si desidera caratterizzare rigorosamente la risposta meccanica del sistema *bilayer*, bensì ottenere un set di valori e/o curve di riferimento in sede di confronto con i risultati della modellazione computazionale prevista. In questo senso

- i valori di  $E_{AL-D115,i}^*$  costituiscono un parametro efficace per la validazione delle caratteristiche elastiche tempo-indipendenti adottate per la modellazione dei costituenti;
- gli andamenti di  $J_{AL-D115,i}(t)$ , essendo normalizzati rispetto al livello di affondamento, consentono di indagare più selettivamente le eventuali mancate corrispondenze associate ad un'errata caratterizzazione del comportamento viscoelastico, rappresentando così un termine di confronto per la validazione della componente tempo-dipendente. Inoltre, l'eventuale dipendenza di  $J_{AL-d115,i}(t)$  dal livello di carico, costituisce un ulteriore termine di paragone, mostrando come il materiale reale e quello modellato numericamente manifestino il proprio contributo viscoelastico se sottoposti al pattern di prova scelto. Si è deciso di quantificare questo aspetto definendo la variazione del *creep* a fine fase di *Dwell* ( $J_{AL-D115,i}^{end}$ ) al variare del livello di carico, secondo la seguente relazione

$$\frac{\Delta J_{AL-D115,i}^{end}}{\Delta P} = \frac{J_{AL-D115,(i+1)}^{end} - J_{AL-D115,i}^{end}}{P_{i+1} - P_i} \quad (3.39)$$

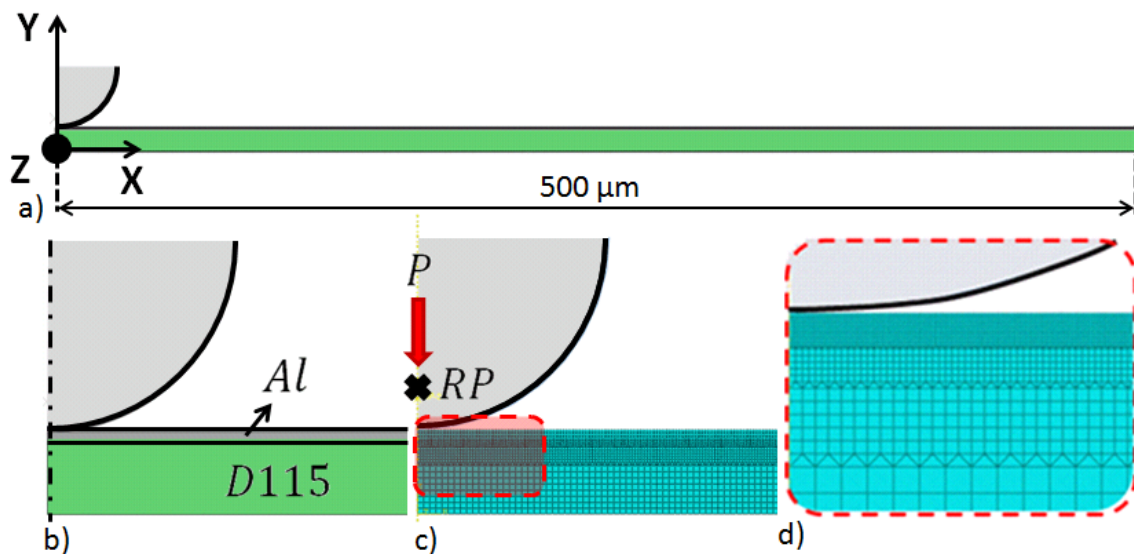
essendo  $P_i$  l' $i$ -esimo livello di sollecitazione a fine carico.

Le osservazioni sperimentali sono state inoltre usate per verificare l'assenza di fenomeni di danneggiamento impulsivo nelle curve carico/affondamento (e.g., *pop-in*), ai quale sarebbe

ragionevole associare eventi di delaminazione, oltre che di fallimento dei singoli costituenti.

### 3.3.3.2. FEA delle prove di nanoindentazione sui campioni AL-D115

L'analisi computazionale è stata condotta utilizzando il solutore standard del software ad elementi finiti ABAQUS 6.11. Il modello ad elementi finiti (FEM) realizzato è mostrato in **Figura 3.3**. A seguire viene riportata una descrizione dettagliata delle caratteristiche.



**Figura 3.3:** Modello FEM assialsimmetrico della prova di nanoindentazione su *bilayer*. a) Vista del dominio completo; b) Dettaglio sul confine tra i due materiali; c) Dettaglio sulle condizioni al bordo imposte e sulla mesh realizzata; d) Dettaglio sulla risoluzione della mesh in prossimità del contatto.

Dominio geometrico: in virtù delle simmetrie che caratterizzano la reale geometria di prova, il campione e la punta sferica sono stati modellati in versione assialsimmetrica. Del campione AL-D115, realizzato con una sovrapposizione di domini solidi omogenei, è stato riprodotto soltanto il film sottile composito, nell'ipotesi che la presenza del substrato fosse ininfluente rispetto alle caratteristiche misurate in sede sperimentale. L'indentatore è stato realizzato sotto forma di superficie rigida analitica, dato l'elevato modulo elastico del diamante. Le dimensioni del modello coincidono con quelle riportate in **Tabella 3.1**, a meno della lunghezza del campione, che è stata limitata a 500 µm, valore sufficiente a garantire che le condizioni di bordo siano adeguatamente lontane dalla zona di indentazione per non influenzare i risultati nella regione di interesse, simulando così la

condizione sperimentale ma permettendo una riduzione sul numero degli elementi del modello.

Proprietà dei materiali: per inserire nel modello i risultati della caratterizzazione dei singoli costituenti, sono stati adottati i seguenti legami costitutivi:

- per la Durimide115A, un modello iperelastico isotropo van der Waals abbinato ad una viscoelasticità lineare caratterizzata da una serie di Prony con tre contributi esponenziali, attribuiti nella stessa misura alla componente deviatorica ed a quella volumetrica. Si osservi che, poiché il software richiede esplicitamente i parametri viscoelastici corrispondenti alla funzione di rilassamento  $G(t)$ , i risultati della caratterizzazione descritta nel Paragrafo 3.3.2.1 sono stati convertiti nella versione richiesta da ABAQUS 6.11 sfruttando la relazione tra  $J(t)$  e  $G(t)$  descritta dalla (3.20) e le proprietà dell'operatore di Laplace, come segue

$$\left\{ \begin{array}{l} \int_0^t J(t-\tau)G(\tau)d\tau = t \\ \mathbb{J}(s) = \mathcal{L}[J(t)] \\ \mathbb{G}(s) = \mathcal{L}[G(t)] \\ \mathcal{L}[t] = \frac{1}{s^2} \end{array} \right. \Rightarrow G(t) = \mathcal{L}^{-1}[\mathbb{G}(s)] = \mathcal{L}^{-1}\left[\frac{1}{s^2\mathbb{J}(s)}\right] \quad (3.40)$$

La funzione di rilassamento ottenuta secondo questa procedura assume a sua volta la forma di una serie di Prony, con lo stesso numero di termini esponenziali attribuito alla funzione di *creep*. In particolare, essa può essere espressa come

$$G(t) = 1 - \sum_{i=1}^N g_i(1 - e^{-\frac{t}{\tau_i}}) \quad (3.41)$$

dove i parametri viscoelastici  $(g_i, \tau_i)$  coincidono con quelli richiesti dal software;

- per l'Alluminio, un comportamento elastico-plastico isotropo con plasticità ad incrudimento isotropo alla Von Mises. L'evoluzione del dominio elastico (i.e., incrudimento) in funzione della deformazione plastica equivalente è stata assegnata in forma tabulare,  $(\sigma_{sn}, \varepsilon^{pl})_i$ .

Mesh: per la generazione della mesh sono stati usati elementi assialsimmetrici piani quadrati CAX4 (**Figura 3.3c**). Una mesh più raffinata è stata realizzata in prossimità della zona di contatto, dimezzando progressivamente la dimensione degli elementi tra un *layer* intermedio e quello superiore mediante opportune zone di transizione (**Figura 3.3d**).



Questa strategia consente di avere una maggiore risoluzione in prossimità dell'area di contatto. L'uso di elementi piani triangolari CAX3 nelle zone di transizione tra *layer* adiacenti ha permesso una graduale variazione della dimensione della mesh senza avere elementi geometricamente distorti. La mesh realizzata è costituita da circa 73750 elementi CAX4 e circa 13125 elementi CAX3, per un totale di 13125 elementi.

Condizioni al bordo: con riferimento alla **Figura 3.3c**, sono state prescritte le seguenti condizioni al bordo, in modo da eliminare eventuali atti di moto rigido e rappresentare le condizioni al contorno applicate:

- un vincolo di assialsimmetria lungo l'asse  $y$ ;
- un vincolo allo spostamento verticale lungo tutta la base del campione;
- un'interazione di contatto senza attrito (*frictionless*) tra l'indentatore e la superficie dell'Alluminio;
- una forza concentrata variabile nel tempo secondo lo stesso pattern delle prove sperimentali, applicata ad un *reference point*,  $RP$ , solidale con la punta rigida.

Sequenza e tipologia di Step: le fasi di carico, di *Dwell* e di scarico di ognuno dei 5 cicli di indentazione sono state riprodotte sotto forma di step individuali, per un totale di 15 step, le cui caratteristiche generali sono riportate in **Tabella 3.6**.

Caratteristica	Valore
Tipo	VISCO
Non-linearità geometriche (NLGEOM)	ON
Durata dello Step	Identico al valore sperimentale, $T_{exp}$
Incremento iniziale	$\sim 10^{-3} T_{exp}$
Incremento minimo	$\sim 10^{-6} T_{exp}$
Incremento massimo	$\sim 10^{-1} T_{exp}$
<i>Creep strain tolerance</i> (CETOL)	$10^{-3}$

**Tabella 3.6:** Parametri generali degli step in cui è suddivisa la simulazione della prova di nanoindentazione.

Come riportato in **Tabella 3.6**, tra i parametri di simulazione si è deciso di tenere conto delle non-linearità geometriche attivando la corrispondente opzione NLGEOM, come consigliato dal manuale nel caso di analisi in regime di grandi deformazioni [63].

I risultati computazionali sono stati elaborati secondo la stessa procedura cui sono stati sottoposti i dati sperimentali.

Il protocollo di validazione si è articolato nel confronto tra i risultati sperimentali e computazionali in termini di:

- corrispondenza tra le curve carico/affondamento, ponendo l'attenzione sia sui livelli di penetrazione raggiunti, sia sul trend generale delle curve;
- valori di modulo ridotto a parità di livello di sollecitazione, definendo l'errore tra il valore sperimentale e quello computazionale ( $E_{FEM}^*$ ) come segue

$$\delta_{E_i} = \frac{E_{AL-D115,i}^* - E_{FEM}^*}{E_{AL-D115,i}^*} \quad (3.42)$$

- entità del contributo viscoelastico e trend generale della sua eventuale dipendenza dal livello di carico. Nel primo caso, la valutazione quantitativa dell'errore commesso dal modello FEM è stata definita come

$$\delta_J = \frac{J_{AL-D115}^{end} - J_{FEM}^{end}}{J_{AL-D115}^{end}} \quad (3.43)$$

I risultati della validazione descritta risultano importanti perché consentono di proseguire lo studio del comportamento del materiale alla scala d'osservazione successiva, quella dell'interconnessione. A supporto di questa affermazione, si osservi che,

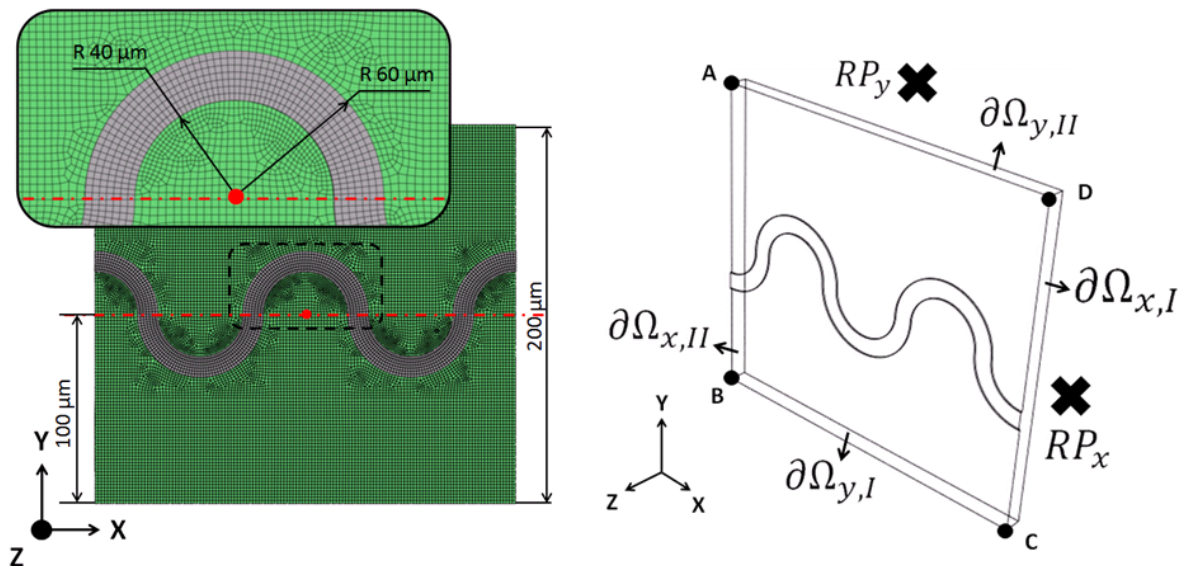
- lo stato di sollecitazione locale in corrispondenza dell'interconnessione è triassiale e caratterizzato da gradienti di dimensione caratteristica confrontabile con lo spessore della metallizzazione [7] perciò, in virtù dell'intrinseca affinità con lo stato di sollecitazione che caratterizza i test di nanoindentazione, si può ragionevolmente assumere che un modello dell'accoppiamento polimero-metallo, giudicato affidabile rispetto alla riproduzione di questa tipologia di prove sperimentali, possa essere usato con fiducia anche per la modellazione e lo studio dello stesso accoppiamento in versioni geometricamente più complesse (e.g., interconnessione a serpentina) che, in sede di analisi, sperimentino stati di sforzo paragonabili a quello descritto;
- il comportamento dell'interfaccia non è stato modellato esplicitamente nell'ambito della modellazione descritta. Il buon esito della validazione e l'eventuale assenza di

fenomeni di *pop-in* nelle curve carico/affondamento ottenute sperimentalmente, consentono di assumere lecita l'ipotesi di perfetta aderenza del *bilayer* AL-D115 limitatamente alle condizioni di sollecitazione riprodotta, escludendo la possibilità che si verifichino eventi di delaminazione.

### 3.4. Modellazione alla scala dell'interconnessione

#### 3.4.1. Descrizione del modello computazionale SIU

Il comportamento meccanico dell'unità ripetitiva dell'interconnessione a serpentina è stato indagato secondo un approccio computazionale, mediante il modello tridimensionale riportato in **Figura 3.4**, d'ora in poi identificato con l'acronimo SIU (*S-shaped Interconnect Unit*).



**Figura 3.4:** Illustrazione del modello SIU. (Sinistra) Dimensioni e mesh del modello, con dettaglio sulla risoluzione della mesh in prossimità dell'interconnessione; (Destra) Posizione dei *reference point* e dei bordi cui sono state applicate condizioni al contorno periodiche

Lo studio del comportamento del modello SIU ha una duplice finalità:

- da un punto di vista progettuale, strettamente legato alle specifiche che caratterizzano l'ambito della stretchable electronics, l'analisi a questa scala d'osservazione consente di valutare l'efficacia dell'accoppiamento polimero-metallo scelto, verificando se e in quale misura esso sia in grado di riprodurre i meccanismi locali alla base del fenomeno di isolamento della deformazione (Paragrafo 3.4.2);

- da un punto di vista applicativo, la risposta meccanica del modello SIU consente la stima delle proprietà efficaci del materiale composito che caratterizza il sistema matrice-interconnessione (Paragrafo 3.4.3), abilitando il successivo studio del comportamento complessivo del dispositivo in condizioni di servizio.

Le proprietà dei materiali adottate per il substrato polimerico planare e l'interconnessione metallica a serpentina coincidono con quelle descritte nel Paragrafo 3.3.3.2 per modello FEM della prova di nanoindentazione su *bilayer* AL-D115. Le restanti caratteristiche del modello computazionale sono di seguito elencate:

Mesh: per la generazione della mesh sono stati usati elementi tridimensionali esaedrici lineari CD38 (in numero pari a 113860). La mesh risulta gradualmente raffinata in prossimità delle zone di contatto tra il substrato e la serpentina (**Figura 3.4**, sinistra), al fine di aumentare la risoluzione in prossimità in queste regioni. Le superfici laterali del substrato sono caratterizzate da mesh conformi su facce parallele, favorendo l'assegnazione delle condizioni di compatibilità (Paragrafo 2.2.2) richieste per l'adozione di condizioni al bordo di tipo periodico (di seguito descritte).

Condizioni al bordo: come anticipato nel Paragrafo 3.1, le condizioni di sollecitazione che interessano direttamente l'interconnessione non sono note a priori, pertanto si è deciso di tradurre l'effetto delle condizioni applicate macroscopicamente al dispositivo (i.e., condizioni remote) imponendo al modello SIU un opportuno set di condizioni periodiche. Affinché questo sia possibile, è necessario imporre una condizione di compatibilità (Paragrafo 2.2.2) sulle superfici laterali del substrato, cioè sui bordi del modello intesi idealmente adiacenti ad altre repliche del RVE: in queste regioni, lo spostamento nodale in direzione normale a rispettare un opportuno set di interazioni con lo spostamento di due *reference point* ( $RP_d, d = x, y$ ), sui quali è prevista l'applicazione delle condizioni remote (come spiegato di seguito). Revisionando una proposta originariamente avanzata da Smit [14], le interazioni tra gli spostamenti nodali e quelle dei RP sono state espresse come segue

$$\left\{ \begin{array}{l} u_{x,i}|_{\partial\Omega_{x,II}} = u_{x,i}|_{\partial\Omega_{x,I}} + u_x|_{RP_x}, \quad i = 1, \dots, N_{\partial\Omega_x} \\ u_{y,i}|_{\partial\Omega_{y,II}} = u_{y,i}|_{\partial\Omega_{y,I}} + u_y|_{RP_y}, \quad i = 1, \dots, N_{\partial\Omega_y} \\ \sum_{i=1}^{N_{\partial\Omega_x}} u_x|_{\partial\Omega_{x,I}} = 0 \\ \sum_{i=1}^{N_{\partial\Omega_y}} u_y|_{\partial\Omega_{y,I}} = 0 \end{array} \right. \quad (3.44)$$

dove le grandezze utilizzate possono essere interpretate facendo riferimento alla **Tabella 3.7** ed alla **Figura 3.4** (destra).

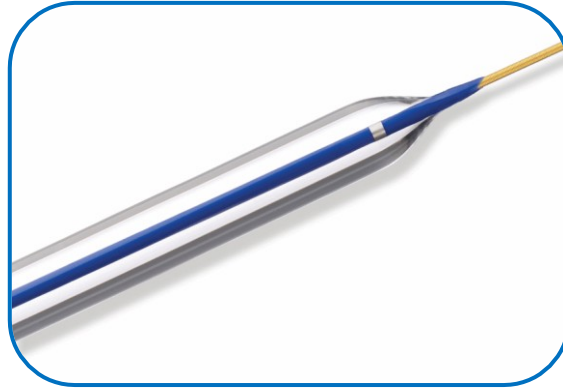
Grandezza	Simbolo	
Spostamento nodale normale alla superficie $\partial\Omega_{d,K}$	$u_{x,i} _{\partial\Omega_{x,k}}$	$\begin{cases} d = x, y \\ K = I, II \end{cases}$
Spostamento del <i>reference point</i> $RP_d$ in direzione $d$	$u_d _{RP_d}$	$d = x, y$
Numero di nodi giacenti sulla superficie $\partial\Omega_{d,K}$	$N_{\partial\Omega_d}$	$d = x, y$

**Tabella 3.7:** Legenda delle grandezze usate nell'espressione (3.44)

Le condizioni di compatibilità (3.44) sono state assegnate mediante una procedura automatica scritta in linguaggio di programmazione PYTHON™ (Python Software Foundation©, USA), sfruttando la corrispondenza biunivoca tra ogni  $i$ -esimo nodo del bordo  $\partial\Omega_{d,I}$  ed il suo corrispondente  $\partial\Omega_{d,II}$ , garantita in fase di realizzazione della mesh.

Le condizioni al bordo remote imposte ai  $RP_d$  state concepite immaginando che il modello SIU costituisse il RVE della regione espandibile (*balloon*) di un catetere per applicazioni interventistiche **Figura 3.5**, e in particolare che la geometria riprodotta fosse

- situata nella regione centrale del *balloon*;
- disposta con la direzione di sviluppo della serpentina lungo la coordinata circonferenziale.



**Figura 3.5:** Esempio di catetere espandibile per applicazioni interventistiche caratterizzato da una regione centrale a profilo cilindrico

In virtù della differenza tra le dimensioni caratteristiche della SIU e del *balloon* ( $10^{-5}$  e  $10^{-2}$ , rispettivamente), l'unità ripetitiva della serpentina può essere approssimata all'elemento infinitesimo della membrana che costituisce il palloncino, rendendo possibile la seguente corrispondenza tra il sistema di coordinate cilindriche  $(\theta, \zeta, r)$  che caratterizza la scala d'osservazione del dispositivo ed il sistema cartesiano  $(x, y, z)$  del modello SIU

$$\begin{bmatrix} \theta \\ \zeta \\ r \end{bmatrix} \leftrightarrow \begin{bmatrix} x \\ y \\ z \end{bmatrix} \quad (3.45)$$

Volendo studiare il comportamento dell'interconnessione durante la fase di gonfiaggio del catetere (*inflation*), le condizioni remote sono state tradotte come segue

- la condizione di simmetria che caratterizza la sezione centrale del *balloon* è stata espressa vincolando gli spostamenti del  $RP_y$  in direzione  $y$ , corrispondente alla coordinata assiale  $\zeta$  del sistema cilindrico del catetere.

$$u_\zeta = 0 \Rightarrow u_y|_{RP_y} = 0 \quad (3.46)$$

- l'effetto della pressione idrostatica imposta al *balloon* durante la fase di gonfiaggio è stato espresso attraverso la deformazione circonferenziale che essa induce nel dispositivo, imponendo  $RP_x$  un opportuno spostamento in direzione  $x$ .

L'entità dello spostamento  $u_x$  non è nota a priori, perché può essere stimata solo conoscendo le proprietà efficaci del materiale composito che costituisce il *balloon* (Paragrafo 2.2.2). Per questa ragione, lo spostamento di  $RP_x$  è stato definito come segue

$$u_x|_{RP_x}(t) = L_{x,0}\bar{\lambda}_x(t) \quad (3.47)$$

essendo  $L_{x,0}$  la dimensione iniziale dell'unità SIU in direzione  $x$  e  $\bar{\lambda}_x(t)$  lo stretch in direzione  $x$ , il cui andamento nel tempo è stato stimato a partire da valori di velocità di *inflation* riportate in letteratura [64], secondo la procedura di seguito descritta: l'equazione di equilibrio statico di un profilo cilindrico sottoposto ad una pressione interna uniforme  $p$  assume la forma

$$\sigma_\theta t = pR \quad (3.48)$$

essendo  $\sigma_\theta$  lo sforzo circonferenziale della membrana,  $t$  il suo spessore ed  $R$  il suo raggio, entrambi in configurazione deformata.

Approssimando il legame tra sforzi e deformazioni in direzione circonferenziale ad un'elasticità lineare, caratterizzata dal modulo di Young  $E_\theta$ , l'equazione di equilibrio (3.48) consente di stimare lo strain rate  $\dot{\varepsilon}_\theta$  corrispondente ad una velocità di gonfiaggio assegnata,  $\dot{p}$ , come segue

$$\begin{cases} \sigma_\theta = E_\theta \dot{\varepsilon}_\theta \\ \dot{\sigma}_\theta \cong \frac{R_0}{t_0} \dot{p} \Rightarrow \dot{\varepsilon}_\theta \cong \frac{R_0}{t_0 E_\theta} \dot{p} \end{cases} \quad (3.49)$$

Essendo  $R_0$  e  $t_0$  rispettivamente il raggio e lo spessore del *balloon* in condizione indeformata. Facendo riferimento alla definizione di deformazione nella sua versione logaritmica (adottata dal solutore ABAQUS 6.11 per la deformazione totale nelle analisi in grandi deformazioni), è possibile definire il *rapporto d'allungamento* (cui, d'ora in avanti, ci si riferirà sempre col termine inglese *stretch*) in direzione  $\theta$  come

$$\varepsilon_\theta = \ln\left(\frac{R}{R_0}\right) = \ln(\lambda_\theta) \Rightarrow \lambda_\theta = e^{\varepsilon_\theta} \quad (3.50)$$

da cui segue la stima della velocità di stretch,  $\dot{\lambda}_\theta$

$$\dot{\lambda}_\theta = \dot{\varepsilon}_\theta e^{\varepsilon_\theta} \quad (3.51)$$

e per dilatazioni comprese entro il 100% (i.e.,  $\lambda_\theta \leq 2$ ), vale la disuguaglianza

$$\dot{\varepsilon}_\theta \leq \dot{\lambda}_\theta \leq 2\dot{\varepsilon}_\theta \quad (3.52)$$

che nell'ambito di questa attività, si è deciso approssimare ulteriormente a

$$\dot{\lambda}_\theta \cong \dot{\varepsilon}_\theta \quad (3.53)$$

In accordo con la procedura di dimensionamento descritta dalle equazioni (3.48)-(3.53), e ricordando la corrispondenza tra la coordinata  $\theta$  del *balloon* e la coordinata  $x$  del modello SIU, la versione definitiva della condizione al bordo su  $RP_x$  è stata definita come

$$u_x|_{RP_x}(t) = L_{x,0}\bar{\lambda}_x(t) = L_{x,0}\dot{\lambda}_\theta t = L_{x,0}\left(\frac{R_0}{t_0 E_\theta}\dot{p}\right)t \quad (3.54)$$

cioè una rampa di spostamento la cui pendenza è funzione della velocità di gonfiaggio del *balloon*. I valori utilizzati per la stima di  $\dot{\lambda}_\theta$  ed i corrispondenti risultati sono riportati in **Tabella 3.8**.

Grandezza	Intervallo di valori ammesso
Velocità di <i>inflation</i> , $\dot{p}$	[1 - 10] atm/s = [0.1 - 1] MPa/s
Raggio del <i>balloon</i> , $R_0$	[1 - 10] mm
Spessore del <i>balloon</i> , $t_0$	10 $\mu$ m
Modulo di Young circonferenziale del materiale, $E_\theta$	5 GPa
<i>Stretch rate</i> circonferenziale	[2 $10^{-3}$ - 2 $10^{-1}$ ] s $^{-1}$

**Tabella 3.8:** Parametri e risultati del dimensionamento dello *strain rate* corrispondente alle condizioni remote

Mentre per i valori di  $\dot{p}$  e di  $R_0$  si è fatto riferimento a dati di letteratura [64, 65], per  $t_0$  ed  $E_\theta$  sono stati usati dati coerenti con le caratteristiche dimensionali e meccaniche dei materiali a disposizione (Paragrafi 3.2 e 3.3).

Alle condizioni al bordo periodiche costituite dal set di equazioni (3.44), (3.46) e (3.54) è stato aggiunto un vincolo allo spostamento in direzione  $z$  in corrispondenza dei vertici A e B del modello (**Figura 3.4**, destra), in modo da eliminare eventuali atti di moto rigido.

Sequenza e tipologia di Step: sono state previste due tipologie di simulazione:



- simulazioni a singolo step con allungamento massimo pari al 100 %. Queste simulazioni consentono da un lato di valutare la performance dell'accoppiamento polimero-metallo in regimi di deformazione paragonabili a quelli tipicamente previsti per dispositivi di stretchable electronics (Paragrafo 3.4.2); dall'altro forniscono le informazioni necessarie alla definizione dell'allungamento critico  $\lambda_c$  ed alla caratterizzazione delle proprietà elastiche efficaci del sistema composito substrato-interconnessione, secondo il criterio descritto nel Paragrafo 3.4.3. Questo genere di simulazioni sarà d'ora in poi definito con l'acronimo STY (*Stretch To Yield*) e sono state condotte selezionando 5 diversi valori di velocità  $\dot{\lambda}_\theta$  entro l'intervallo di **Tabella 3.8**: i valori scelti sono riportati in **Tabella 3.9**, insieme agli altri parametri di simulazione;
- simulazioni a due step, caratterizzate in particolare da una rampa di spostamento approssimabile ad una funzione di Heaviside, seguita da una fase di mantenimento dell'allungamento ad un valore costante. Questa tipologia di simulazioni è intesa come una prova di rilassamento, finalizzata alla caratterizzazione della componente viscoelastica efficace del sistema composito substrato-interconnessione (Paragrafo 3.4.3) Questo secondo tipo di simulazioni, in seguito identificato con la sigla STR (*Stretch To Relax*), sarà replicato per tre diversi livelli di allungamento, avendo cura di mantenersi al di sotto del valore critico identificato nelle simulazioni STY.

In **Tabella 3.9** sono riportate le caratteristiche generali delle simulazioni effettuate.

Caratteristiche generali	
Tipo di Step	VISCO
Non-linearità geometriche (NLGEOM)	ON
Durata dello step	$T_{Step} = \lambda_{max}/\dot{\lambda}$
Incremento iniziale	$\sim 10^{-3} T_{Step}$
Incremento minimo	$\sim 10^{-6} T_{Step}$
Incremento massimo	$\sim 10^{-1} T_{Step}$
<i>Creep strain tolerance</i> (CETOL)	$10^{-3}$

**Tabella 3.9:** Parametri generali delle simulazioni STY ed STR sul modello SIU

In **Tabella 3.10** sono invece riportate le caratteristiche specifiche delle simulazioni.

<b>Caratteristiche specifiche simulazioni STY</b>	
Massimo stretch imposto	$\lambda_{max} = 2$
Velocità di stretch	$\begin{bmatrix} \dot{\lambda}_1 = 2 \cdot 10^{-3} \text{ s}^{-1} \\ \dot{\lambda}_2 = 1 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1} \\ \dot{\lambda}_3 = 2 \cdot 10^{-2} \text{ s}^{-1} \\ \dot{\lambda}_4 = 1 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1} \\ \dot{\lambda}_5 = 2 \cdot 10^{-1} \text{ s}^{-1} \end{bmatrix}$
<b>Caratteristiche specifiche simulazioni STR</b>	
Massimo stretch imposto	$\lambda_{Ramp_i} = [0.3\lambda_c, 0.6\lambda_c, 0.9\lambda_c]$
Durata della rampa di stretch	$T_{Ramp} = 0.1 \text{ s}$
Durata della fase di rilassamento	$T_{Relax} = 100 \text{ s}$

**Tabella 3.10:** Parametri specifici delle simulazioni STY ed STR sul modello SIU

### 3.4.2. Caratterizzazione del meccanismo di isolamento delle deformazioni

Poiché la poliimmide costituisce una soluzione relativamente poco esplorata come materiale per substrati polimerici nell'ambito della stretchable electronics, si è deciso di valutare l'efficienza dell'accoppiamento Al-Durimide115A per diretto confronto con i risultati di un modello SIU nel quale il substrato polimerico, piuttosto che da PI, fosse caratterizzato da PDMS, che al contrario rappresenta l'elastomero più frequentemente adottato nei dispositivi di stretchable electronics in virtù delle eccellenti performance dimostrate sperimentalmente in relazione al meccanismo di isolamento della deformazione (Paragrafo 1.1.2). Le simulazioni STY sono state quindi replicate assegnando al substrato planare un set di parametri iperelastici e viscoelastici del PDMS ottenuti da letteratura e riportati in **Tabella 3.11**.

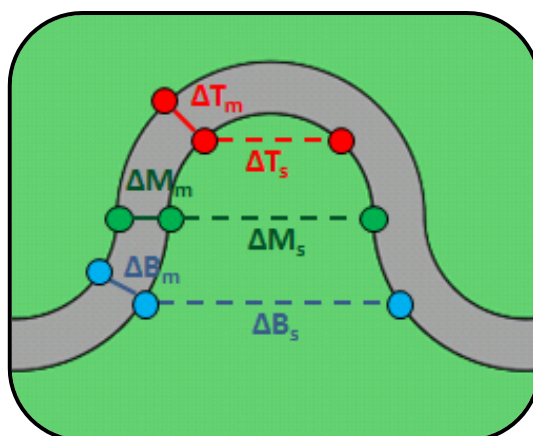
Proprietà meccaniche del PDMS		
Viscoelasticità lineare, [66]		
$g_i$ [ ]		$\tau_i$ [s]
0.08		0.17
0.03		5.00
Iperelasticità, [67]		
$D_{PDMS} [MPa^{-1}]$	$C_{10_{PDMS}} [MPa]$	$C_{10_{PDMS}} [MPa]$
$1.00 \cdot 10^{-3}$	$3.90 \cdot 10^{-2}$	$1.11 \cdot 10^{-3}$

**Tabella 3.11:** Proprietà del PDMS utilizzato nelle simulazioni STY di confronto.

In questa fase, il modello con substrato in Durimide115A e quello con PDMS verranno identificati, rispettivamente, con gli acronimi SIU-D115 e SIU-PDMS.

I risultati dei due modelli sono stati confrontati in stretta analogia con quanto proposto da Hsu [7], come di seguito descritto:

- i meccanismi di distorsione dei parametri geometrici della serpentina sono stati valutati in termini di apertura delle anse della SIU. In particolare, si è deciso di confrontare l'andamento nel tempo della distanza tra 6 coppie di punti della serpentina (**Figura 3.6**): la distanza tra i punti delle *coppie esterne* ( $\Delta P_s, P = T, M, B$ ) permette di valutare in quale misura la serpentina si faccia carico dell'allungamento macroscopico, mentre quella tra i punti delle *coppie interne* ( $\Delta P_m, P = T, M, B$ ) è correlata al grado con cui la deformazione complessiva si traduce in una diretta sollecitazione della metallizzazione.



**Figura 3.6:** Rappresentazione schematica delle distanze definite per valutare il fenomeno di distorsione planare. Le distanze con pedice *m* (i.e., *materiale*) si riferiscono alle *coppie interne*, mentre quelle con pedice *s* (i.e., *struttura*) si riferiscono alle *coppie esterne*.

Dal punto di vista operativo, i risultati sono stati resi confrontabili attraverso la definizione di un indice di confronto analogo a quello proposto da Hsu [7]

$$\Delta P_k(t) = \frac{|\underline{x}_{P_k}(t) - \underline{x}_{P_k}'(t)|}{|\underline{x}_{P_k}(0) - \underline{x}_{P_k}'(0)|}, \quad \begin{cases} P = T, M, B \\ k = m, s \end{cases} \quad (3.55)$$

dove con  $P_k$  è stata indicata la generica coppia di punti e con  $\underline{x}_{P_k}$  ed  $\underline{x}_{P_k}'$  i loro vettori posizione. Si osservi che la (3.55) corrisponde alla definizione di stretch in direzione  $x$ , pertanto potrà essere direttamente confrontata con il valore imposto macroscopicamente;

- il meccanismo di deformazione fuori dal piano della serpentina è stato indagato confrontando la distribuzione dello spostamento  $u_z$  lungo i bordi liberi della serpentina. Inoltre, l'andamento nel tempo di  $u_z$  è stato messo a confronto per i punti situati in cima all'ansa della serpentina, dove solitamente si riscontra lo spostamento maggiore [37];
- i valori di deformazione plastica equivalente,  $\varepsilon_{eq}^{pl}$ , e dello sforzo di Von Mises,  $\sigma_{eq}$ , (definiti secondo le equazioni di **Tabella 2.2**) sono stati valutati lungo l'ansa della serpentina, in modo da indagarne la distribuzione e l'entità. Questo ha permesso di identificare le regioni sollecitate in modo più critico, per le quali l'andamento temporale di  $\varepsilon_{eq}^{pl}$  è stato confrontato con quello della deformazione macroscopica (definita in versione logaritmica secondo la (3.50)), nel tentativo di quantificare l'effetto di attenuazione della deformazione a carico del metallo.

Per completezza, si desidera sottolineare come, nell'ambito di questo lavoro, il modello SIU-PDMS costituisca puramente un termine di confronto per la valutazione dell'accoppiamento Al-Durimide115A, limitando il suo valore a questa specifica fase. Pertanto, al di fuori di questa sezione e dei corrispondenti paragrafi nei capitoli seguenti, con l'acronimo SIU ci si riferirà sempre implicitamente al modello SIU-D115.

### 3.4.3. Caratterizzazione efficace del modello SIU

In previsione della successiva modellazione del comportamento meccanico alla scala del dispositivo, si è deciso di applicare una procedura di omogeneizzazione ai risultati delle simulazioni STY su modello SIU, con la finalità di stimare le proprietà efficaci del sistema composito substrato-interconnessione. In particolare, come anticipato nel Paragrafo 3.4.1,

la scala d'osservazione dell'interconnessione e quella del dispositivo comunicano attraverso l'equazione d'equilibrio dell'elemento di membrana, espresso nella (3.48). Volendo individuare le proprietà efficaci necessarie alla risoluzione dell'equilibrio alla scala del *balloon* è necessario identificare le incognite che compaiono nella (3.48): esse possono essere isolate al primo membro, avendo esplicitato lo stretch radiale,  $\lambda_R$ , e lo stretch circonferenziale,  $\lambda_\theta$ , come segue

$$\sigma_\theta(\lambda_R t_0) = p(R_0 \lambda_\theta) \Rightarrow \sigma_\theta \frac{\lambda_R}{\lambda_\theta} = p \frac{R_0}{t_0} \quad (3.56)$$

Esprimendo ulteriormente il primo membro in funzione di un'unica variabile, per esempio la deformazione circonferenziale  $\varepsilon_\theta$ , il problema dell'equilibrio statico dell'elemento di membrana risulta risolvibile. Per questa ragione, si è scelto di applicare una procedura di omogeneizzazione che consentisse di stimare:

- il legame efficace tra sforzi e deformazioni in direzione circonferenziale;
- il legame efficace tra il rapporto  $\lambda_R/\lambda_\theta$  e la deformazione circonferenziale. D'ora in poi, per convezione, il rapporto  $\lambda_R/\lambda_\theta$  sarà identificato con l'appellativo *stretch ratio* e con il simbolo  $\xi_\lambda$ .

In accordo con i legami costitutivi scelti per la PI e l'Al, per descrivere esaurientemente il comportamento efficace del sistema substrato-interconnessione sarebbe necessario un legame viscoelastoplastico, come proposto da van-der Sluis [12]. Nell'ambito di questo studio, si è deciso, per semplicità, di limitare la trattazione ad un legame viscoelastico: come spiegato nel Paragrafo 1.1.2, l'interconnessione metallica è progettata in modo da rispettare la naturale deformabilità del substrato, perciò si è ritenuto ragionevole ipotizzare che fosse la componente polimerica a dettare in modo preponderante la natura del comportamento meccanico complessivo.

La strategia adottata può essere dunque suddivisa nelle seguenti fasi:

- determinazione delle proprietà efficaci elastiche e tempo-indipendenti;
- determinazione delle proprietà efficaci tempo-dipendenti, nell'ipotesi di viscoelasticità lineare ed isotropa.

Proprietà efficaci elastiche: i risultati delle simulazioni STY sono stati sottoposti ad un'operazione di media volumetrica attraverso una procedura automatica scritta in linguaggio PYTHON™. In particolare, compatibilmente con le variabili restituite dal

solutore ABAQUS 6.11, la media volumetrica della generica grandezza  $f(\underline{x}, t)$  è stata calcolata come segue

$$\bar{f}(t) = \frac{\sum_{i=1}^{N_{IP}} f(\underline{x}_i, t) V_i}{\sum_{i=1}^{N_{IP}} V_i} \quad (3.57)$$

essendo  $V_i$  il volume di competenza dell' $i$ -esimo punto di integrazione di Gauss,  $\underline{x}_i$ , ed  $N_{IP}$  il numero totale di punti di integrazione che costituiscono il modello.

Ipotizzando inizialmente che la (3.56) esprima l'equilibrio di un problema puramente elastico e ricordando la corrispondenza tra il sistema di coordinate del dispositivo e quello del modello SIU, deduciamo che le grandezze di cui si necessita sono

$$\underline{\Sigma}_{xx} \leftrightarrow \sigma_\theta \quad \underline{\mathcal{E}}_{xx}^{el} \leftrightarrow \varepsilon_\theta \quad \Lambda_x \leftrightarrow \lambda_\theta \quad \Lambda_z \leftrightarrow \lambda_R \quad (3.58)$$

dove le entità indicate in grassetto rappresentano la versione efficace di  $\sigma_x$ ,  $\varepsilon_x^{el}$ ,  $\lambda_x$  e  $\lambda_z$ , rispettivamente, definite secondo la seguente procedura:

- in virtù dell'ergodicità del tensore di sforzo,  $\underline{\Sigma}_{xx}$  coincide con la media volumetrica di  $\sigma_{xx}$  (Paragrafo 2.2.2), perciò si ottiene direttamente dall'applicazione della procedura automatica scritta in linguaggio PYTHON™;
- sebbene il tensore di deformazione elastica non sia ergodico in queste condizioni, esso può essere stimato revisionando la strategia proposta da van-der Sluis per la determinazione del *Plastic strain rate* equivalente efficace (Paragrafo 2.2.2). Infatti, poiché le condizioni al bordo periodiche adottate sono compatibili con la condizione di Mandel-Hill, è possibile stabilire la seguente corrispondenza energetica tra il sistema substrato-interconnessione e la sua versione omogenea

$$\int_{\Omega_D} \sigma_{ij} \dot{\varepsilon}_{ij}^{el} d\underline{x} = \frac{dU^{el}}{dt} = \Omega_D (\underline{\Sigma}_{ij} \dot{\underline{\mathcal{E}}}_{ij}^{el}) \quad (3.59)$$

avendo indicato con  $U^{el}$  il contributo elastico all'energia interna del materiale omogeneo. Essa può essere calcolata come differenza tra l'energia interna totale del materiale composito ( $U^i$ ) ed il lavoro prodotto dal *creep* viscoelastico ( $U^{cr}$ ), entrambe quantità fornite dal solutore a fine simulazione

$$\mathbb{U}^{el} = U^i - U^{cr} = U^{el} + U^{pl} \quad (3.60)$$

La seconda uguaglianza della (3.60) specifica che, in realtà, l'accoppiamento Al-Durimide115A si compone anche di un contributo dissipativo plastico, che non può essere esplicitamente modellato per la versione omogenea del materiale, avendo deciso di escludere la definizione di una legge di incrudimento efficace. D'altra parte, essendo la corrispondenza tra il materiale eterogeneo e quello equivalente basata su un criterio energetico, è necessario che essi condividano il valore di energia interna totale  $U^i$ : poiché le ipotesi semplificative adottate non consentono di stabilire una diretta corrispondenza tra i singoli contributi energetici dei due materiali, si è deciso di ipotizzare ulteriormente che

- in virtù della natura tempo indipendente della legge di incrudimento associata all'Al, fosse ragionevole incorporare il corrispondente contributo energetico nell'unica componente tempo-indipendente del legame costitutivo previsto per il materiale omogeneo, cioè l'energia elastica  $\mathbb{U}^{el}$ , salvaguardando la condizione di uguaglianza delle energie interne totali;
- l'errore associato a questa ulteriore approssimazione fosse trascurabile rispetto alla tipologia di simulazioni condotte. Quest'assunzione è avvalorata da osservazioni su analisi preliminari, nell'ambito delle quali il contributo di energia plastica riscontrato in corrispondenza delle condizioni di sollecitazione previste è trascurabile se confrontato con l'energia elastica ed il lavoro di dissipazione viscoelastico.

La (3.59) consente di stimare  $\mathcal{E}_{xx}^{el}$ , ricordando che in un materiale omogeneo sottoposto alle condizioni al bordo delle simulazioni STY, l'unico contributo non nullo della doppia contrazione  $\Sigma_{ij}\dot{\mathcal{E}}_{ij}^{el}$  corrisponde proprio al prodotto tra le componenti normali in direzione  $x$ , pertanto

$$\mathcal{E}_{xx}^{el} = \int_0^t \left( \frac{d\mathbb{U}^{el}}{dt} \right) \frac{1}{\Omega_D \Sigma_{xx}} dt \quad (3.61)$$

- La definizione dello stretch efficace in direzione  $x$  dovuto alla componente elastica segue dalla definizione (3.50)

$$\Lambda_x = e^{\mathcal{E}_{xx}^{el}} \quad (3.62)$$

Si desidera sottolineare che la definizione delle componenti di stretch secondo la (3.50) è stata ritenuta adeguata in considerazione della natura dei risultati forniti dal solutore ad elementi finiti per analisi in grandi deformazioni, che, per quanto concerne il tensore di deformazione, segue una definizione logaritmica;

- Per definire lo stretch efficace in direzione  $z$ , è possibile sfruttare la linearità e l'isotropia della componente tempo-dipendente del legame costitutivo ipotizzato per la versione omogenea del sistema substrato-interconnessione. Questa proprietà ci assicura che il *creep* interessi nella stessa misura tutte le componenti del tensore di deformazione totale efficace,  $\mathcal{E}_{ij}$ , che, per il materiale omogeneo equivalente, si compone dei soli contributi elastico e viscoelastico.

$$\left\{ \begin{array}{l} \mathcal{E}_{ij} = \mathcal{E}_{ij}^{el} + \mathcal{E}_{ij}^{cr} \\ \frac{\mathcal{E}_{ij}^{el}}{\mathcal{E}_{ij}} = const, \forall(i, j) \end{array} \right. \quad (3.63)$$

Sfruttando l'ergodicità del tensore di deformazione totale, la sua versione efficace  $\mathcal{E}_{ij}$  corrisponde alla media volumetrica di  $\varepsilon_{ij}$ , pertanto è ottenibile dai risultati della procedura automatica in linguaggio PYTHON™ e può essere usato nella (3.63) per stimare  $\Lambda_z$  come segue

$$\frac{\mathcal{E}_{xx}^{el}}{\mathcal{E}_{xx}} = \frac{\mathcal{E}_{zz}^{el}}{\mathcal{E}_{zz}} \Rightarrow \Lambda_z = e^{\mathcal{E}_{zz}^{el}} = e^{\left( \frac{\mathcal{E}_{xx}^{el}}{\mathcal{E}_{xx}} \mathcal{E}_{zz} \right)} \quad (3.64)$$

I legami efficaci desiderati sono stati ottenuti sottoponendo i risultati della fase di omogeneizzazione ad una procedura di fitting parametrico: le funzioni di fitting sono state scelte a fronte di un'analisi preliminare, in modo da descrivere accuratamente l'andamento dei risultati, ma esprimono una correlazione puramente empirica tra le grandezze di interesse. In particolare:

- il legame efficace tra sforzi e deformazioni elastiche in direzione  $x$  è stato definito in forma polinomiale,



$$\Sigma_{xx}(\mathcal{E}_{xx}^{el}) = c_1(\mathcal{E}_{xx}^{el})^3 + c_2(\mathcal{E}_{xx}^{el})^2 + c_3\mathcal{E}_{xx}^{el} \quad (3.65)$$

- il legame efficace tra lo *stretch ratio*  $\Lambda_z/\Lambda_x$  e la deformazione elastica in direzione  $x$  è stato definito in forma esponenziale,

$$\xi_\lambda(\mathcal{E}_{xx}^{el}) = e^{-c_4\mathcal{E}_{xx}^{el}} \quad (3.66)$$

Per ognuna delle velocità di stretch previste dalle simulazioni STY, si è ricavato un corrispondente set di parametri di fitting: infatti, la natura tempo-indipendente della componente elastica efficace così definita non assicura che i risultati della procedura di omogeneizzazione siano indipendenti dalla velocità di stretch applicata, bensì garantisce che, stabilito un valore di  $\dot{\lambda}_i$  (**Tabella 3.9**) con cui applicare l'allungamento macroscopico, la componente elastica tempo-indipendente del comportamento complessivo del materiale possa essere efficacemente descritta dalle (3.65)-(3.66) limitatamente a condizioni di sollecitazione affini. Questa osservazione non costituisce un'inefficienza inattesa della procedura di omogeneizzazione dato che, come anticipato nel Paragrafo 2.2.2, la dipendenza dei risultati dalle condizioni al bordo (in questo caso rappresentate dal valore di  $\dot{\lambda}_i$ ) rappresenta un limite intrinseco nella definizione del criterio di equivalenza energetica, come evidenziato nel lemma di Hill (2.4). Piuttosto, questa precisazione ribadisce l'importanza del dimensionamento delle condizioni al bordo periodiche descritto nel Paragrafo 3.4.1, che ha consentito di caratterizzare il comportamento efficace della SIU lungo l'intero intervallo di velocità di *inflation* previste per il *balloon*, consentendo di estendere con maggior fiducia i risultati dell'omogeneizzazione alla successiva fase modellazione alla scala del dispositivo.

Proprietà efficaci elastiche: la caratterizzazione delle proprietà efficaci viscoelastiche è stata condotta calcolando la funzione di rilassamento efficace del sistema substrato interconnessione come segue

$$\mathbf{G}(t) = \frac{\Sigma_{xx}(t - T_{Ramp})}{\Sigma_{xx}(T_{Ramp})} \quad (3.67)$$

Nell'ipotesi di isotropia del legame viscoelastico, la (3.67) descrive in modo esaustivo la componente tempo-dipendente efficace. Per verificare la validità dell'ipotesi di

indipendenza rispetto al livello di sollecitazione, è stato previsto un confronto tra i risultati ottenuti per 3 diversi livelli di stretch imposto,  $\lambda_{Ramp_i}$  ( $i=1,\dots,3$ ): a favore di un'efficace impostazione di questa fase di verifica, si è deciso di selezionare  $\lambda_{Ramp_i}$  soltanto entro un valore critico  $\lambda_c$ , oltre il quale i risultati delle simulazioni STY suggeriscono che il comportamento meccanico della SIU non possa più essere descritto in modo affidabile. Le frazioni di  $\lambda_c$  scelte per le 3 simulazioni STR sono riportate in (**Tabella 3.9**).

Data l'assenza di riscontri sperimentali, nel definire un criterio di scelta dello stretch critico si è deciso di:

- escludere l'insorgere del primo snervamento dell'Al come possibile indice di fallimento del materiale, in considerazione delle numerose osservazioni sperimentali, in letteratura, secondo cui i dispositivi di stretchable electronics restano elettricamente affidabili anche se l'interconnessione sperimenta incrudimento (Paragrafo 1.1.3);
- assumere come limite dell'affidabilità della SIU l'istante in cui lo sforzo di Von Mises sperimentato dall'interconnessione metallica raggiunge localmente il valore massimo riscontrato nelle prove sperimentali sul film sottile di Al, pari a circa 380 MPa.

Questa scelta non è da intendersi quale proposta di criterio di resistenza del materiale, bensì come una direttiva da seguire per stabilire il valore di stretch oltre il quale i risultati della successiva analisi alla scala del dispositivo non possano essere considerati attendibili da un punto di vista quantitativo, perché corrispondono a condizioni di sollecitazione rispetto alle quali il comportamento del dispositivo non è noto. Si osservi inoltre che questo limite non è stato preso in considerazione nell'analisi descritta nel Paragrafo 3.4.2: sebbene anche questa fase sia caratterizzata da alcune valutazioni quantitative, essa si compone di una serie di confronti qualitativi che, secondo valutazioni preliminari, sarebbero stati compromessi se l'analisi si fosse limitata allo stretch critico.

Poiché la rampa di allungamento iniziale prevista per le simulazioni STR corrisponde ad una fase di allungamento molto rapido, con l'intento di assimilarla ad un gradino di Heaviside, la condizione di sollecitazione durante la rampa risulta al di fuori del range di caratterizzazione previsto per le simulazioni STY: in considerazione di quanto illustrato rispetto alla dipendenza delle proprietà efficaci dalle condizioni al contorno, sarebbe incoerente dimensionare valori di  $\lambda_x$  da raggiungere a fine rampa nelle simulazioni STR

facendo riferimento ai valori limite ottenuti nelle simulazioni STY. Per questa ragione, è stata prevista una procedura di fitting parametrico, con l'intento di individuare una correlazione tra la velocità di stretch imposta al modello ed il corrispondente  $\lambda_c$ : questo ha permesso a stima di un valore asintotico,  $\lambda_{c_\infty}$ , corrispondente ad una velocità di stretch infinita, come accadrebbe nel caso ideale di una funzione di Heaside. A fronte di analisi preliminari, la funzione di fitting scelta assume la seguente forma

$$\lambda_c(\dot{\lambda}_x) = d_1(\dot{\lambda}_x)^{-d_2} + \lambda_{c_\infty} \quad (3.68)$$

che mette in evidenza tra i propri parametri il valore asintotico desiderato. I parametri viscoelastici efficaci sono stati ottenuti sottoponendo la curva risultante dalla media dei risultati ottenuti per le tre simulazioni STR applicando la (3.67): la forma scelta per la funzione di fitting corrisponde al modello di *Prony* (3.41), caratterizzata da una serie di esponenziali arrestata a due termini.

### 3.5. Modellazione alla scala del dispositivo

I risultati della procedura di omogeneizzazione descritta nel Paragrafo 3.4.3 sono stati utilizzati per stimare il raggio di equilibrio di un potenziale *balloon* al variare della pressione interna prevista per la fase di *inflation*. Come anticipato nel Paragrafo 3.4.1, la regione espandibile del catetere è stata immaginata sull'esempio del dispositivo proposto da Kim [4], ma con lo sviluppo della serpentina disposto lungo la direzione circonferenziale.

Poiché il sistema composito substrato-interconnessione ha uno spessore particolarmente ridotto ( $\sim 10 \mu\text{m}$ ) da poter essere paragonato ad un film sottile ed osservando che il *balloon* preso in considerazione presenta, anche in configurazione deformata, una simmetria cilindrica nella regione centrale, a questa scala d'osservazione la modellazione può ridursi al modello analitico del problema di equilibrio statico di una profilo circolare, sollecitato in stato di sforzo piano dalla pressione interna. Il raggio di equilibrio è stato dunque stimato a partire dall'equazione (3.56) sotto due diverse ipotesi, di seguito illustrate.

*Balloon puramente iperelastico*: in questo caso l'equazione di equilibrio è stata risolta introducendo nella (3.56) solo la componente tempo-indipendente del legame costitutivo efficace, trascurando il contributo viscoelastico.

$$\sigma_\theta \frac{\lambda_R}{\lambda_\theta} = p \frac{R_0}{t_0} \Rightarrow (c_1 \varepsilon_\theta^3 + c_2 \varepsilon_\theta^2 + c_3 \varepsilon_\theta) e^{-c_4 \varepsilon_\theta} = p \frac{R_0}{t_0} \quad (3.69)$$

L'equazione (3.69) costituisce una soluzione implicita della deformazione circonferenziale di equilibrio ed è stata risolta numericamente secondo un metodo iterativo implementato in MATLAB<sup>®</sup>: da essa, lo stretch circonferenziale ed il raggio di equilibrio sono stati calcolati secondo la definizione (3.50).

Poiché, secondo le definizioni adottate in fase di omogeneizzazione, la componente iperelastica efficace è da intendersi come elasticità istantanea del materiale, in questa fase sono stati adottati solo i parametri efficaci  $c_i$  corrispondenti alla velocità di stretch  $\dot{\lambda}_5$ , che essendo la maggiore tra quelle testate nelle simulazioni STY, fornisce risultati ragionevolmente più adatti alla descrizione di un comportamento elastico istantaneo.

L'equazione (3.69) è stata risolta per cinque diversi valori di raggio iniziale entro il range riportato in **Tabella 3.8** e per valori di pressione compresi tra 0 e 5 MPa (i.e., [0, 50] atm): la scelta di un intervallo di pressioni così ampio rispetto ai valori solitamente previsti per applicazioni interventistiche (i.e.,  $\leq 20$  atm [65]) è giustificata dall'intento di identificare eventuali fenomeni di instabilità dell'equilibrio, che notoriamente interessano materiali iperelastici sottoposti a pressioni interne crescenti [68] e che costituiscono un fenomeno assolutamente indesiderato in vista di una possibile destinazione del dispositivo in ambito interventistico. Inoltre questa scelta ha reso possibile il confronto tra lo stretch circonferenziale limite oltre cui si verifica l'eventuale instabilità dell'equilibrio e quello lo stretch critico definito in fase di caratterizzazione del comportamento efficace, in modo da stimare in quale misura la deformabilità del materiale, delimitata da  $\lambda_c$ , sia effettivamente fruibile in sede applicativa.

Balloon viscoelastico: in questo secondo caso, la tempo-dipendenza del legame costitutivo efficace è stata introdotta nell'equazione applicando l'integrale di ereditarietà al primo membro della (3.69), nel quale sono isolate le incognite

$$\int_0^t \mathbf{G}(t - \tau) \frac{d}{d\tau} [(c_1 \varepsilon_\theta^3 + c_2 \varepsilon_\theta^2 + c_3 \varepsilon_\theta) e^{-c_4 \varepsilon_\theta}] d\tau = \int_0^t \mathbf{G}(t - \tau) \frac{dQ(\tau)}{d\tau} d\tau = p(t) \frac{R_0}{t_0} \quad (3.70)$$

dove la grandezza  $Q(t)$  è stata introdotta per raccogliere convenientemente l'espressione incognita in un unico termine. Applicando il metodo di soluzione delle trasformate di Laplace (Paragrafo 3.3.2.1), è possibile risolvere la (3.70) rispetto a  $Q(t)$  come segue

$$\left\{ \begin{array}{l} \int_0^t \mathbf{G}(t-\tau) \frac{dQ(\tau)}{d\tau} d\tau = p(t) \frac{R_0}{t_0} \\ \mathbb{G}(s) = \mathcal{L}[\mathbf{G}(t)] \\ \mathbb{Q}(s) = \mathcal{L}[Q(t)] \\ \mathbb{P}(s) = \mathcal{L}[p(t)] \end{array} \right. \Rightarrow Q(t) = \mathcal{L}^{-1}[\mathbb{Q}(s)] = \mathcal{L}^{-1} \left[ \left( \frac{R_0}{t_0} \right) \frac{\mathbb{P}(s)}{s\mathbb{G}(s)} \right] \quad (3.71)$$

La possibilità di ottenere la deformazione circonferenziale d'equilibrio nel caso di *balloon* viscoelastico discende dalla definizione di  $Q(t)$ , che consente l'impostazione di un problema equivalente alla versione iperelastica (3.69), a patto di sostituire  $Q(t)$  al termine noto

$$(c_1 \varepsilon_\theta^3(t) + c_2 \varepsilon_\theta^2(t) + c_3 \varepsilon_\theta(t)) e^{-c_4 \varepsilon_\theta(t)} = Q(t) \quad (3.72)$$

Analogamente a quanto descritto per il caso puramente iperelastico, l'equazione (3.72) può essere risolta numericamente, consentendo il calcolo del corrispondente stretch circonferenziale d'equilibrio.

In questo caso, la soluzione è stata ottenuta a parità di raggio iniziale, selezionando uno dei valori presi in considerazione nell'analisi del *balloon* iperelastico, in particolare quello dimostratosi meno soggetto ad eventuali fenomeni di instabilità. Volendo studiare l'influenza della componente tempo-dipendente, la soluzione è stata calcolata per cinque diversi valori di velocità di *inflation*  $\dot{p}_i$ , corrispondenti alle  $\dot{\lambda}_i$  utilizzate nelle simulazioni STY. Per quanto concerne la forma d'onda di pressione, è stata scelta una rampa da 0 a  $p_{max}$  con successivo mantenimento del valore massimo per una durata pari a 10 volte quella di gonfiaggio ( $T_{inflation}$ ): il valore di  $p_{max}$  è stato scelto mantenendosi ampiamente al di sotto ( $p_{max} < 0.6p_c$ ) del valore critico,  $p_c$ , definito come il valore di pressione più restrittivo tra

- la pressione critica corrispondente allo stretch critico asintotico  $\lambda_{c_\infty}$  definito sulla base dei risultati delle simulazioni STY (Paragrafo 3.4.3, equazione (3.68));
- la pressione critica corrispondente all'insorgere del fenomeno di instabilità dell'equilibrio, secondo quanto suggerito dalla soluzione del caso di *balloon* iperelastico;

I risultati ottenuti sono stati confrontati con quelli corrispondenti all'ipotesi di *balloon* iperelastico, in particolare con l'intento di valutare se e quali rischi si introducano trascurando la tempo-dipendenza del legame costitutivo in fase di dimensionamento della pressione interna da applicare al dispositivo.

## 4. RISULTATI

### 4.1. Risultati dell'analisi alla scala dei singoli costituenti

#### 4.1.1. Risultati della caratterizzazione dei legami costitutivi di Al e PI

I parametri dei legami costitutivi indagati in sede di caratterizzazione sono riassunti in **Tabella 4.1**.

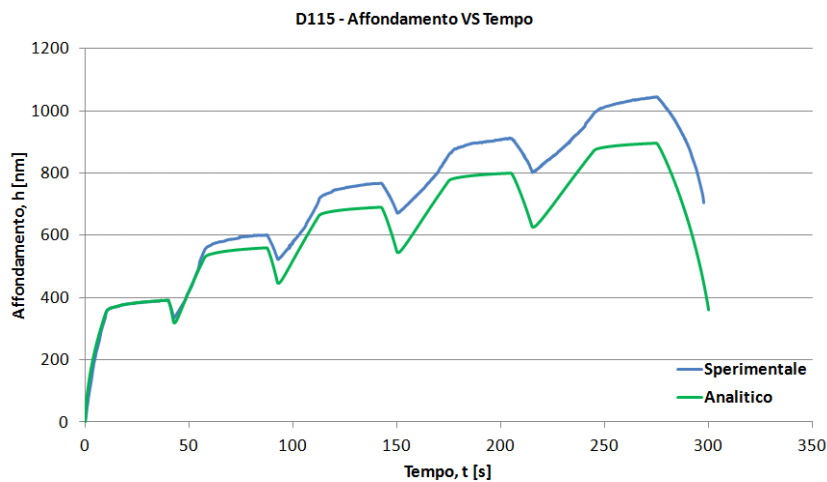
<b>AL</b>				
<b>Elasticità lineare</b>				
$E_{AL} [GPa]$		$\nu_{AL} [ ]$		
72.00		0.30		
<b>Regime plastico</b>				
$\sigma_{sn} [MPa]$		$\epsilon^{pl} [ ]$		
50.00		0.00		
377.18		0.25		
<b>D115</b>				
<b>Viscoelasticità lineare</b>				
$J_i [ ]$	$\eta_i [s]$	$g_i [ ]$	$\tau_i [s]$	$r [ ]$
0.48	43.67	0.53	0.37	
1.05	0.78	0.07	5.91	0.34
0.39	6.99	0.06	36.84	
<b>Regime elastico lineare istantaneo</b>				
$E_{0,D115}^* [GPa]$	$E_{0,D115} [GPa]$	$\nu_{D115} [ ]$	$\mu_{0,D115} [GPa]$	$\mu_{\infty,D115} [GPa]$
$4.93 \pm 0.05$	$4.36 \pm 0.04$	0.34	$1.63 \pm 0.02$	$0.55 \pm 0.01$
<b>Iperelasticità</b>				
$D_{D115} [GPa^{-1}]$	$\lambda_m [ ]$	$\alpha [ ]$	$\beta [ ]$	$\mu_{D115,ABQ} [GPa]$
$1.25 \pm 0.01$	3.00	1.88	0.00	0.58

**Tabella 4.1:** Risultati della caratterizzazione de Al e Durimide115A mediante prove di nanoindentazione .

Segue un'analisi più approfondita dei risultati della caratterizzazione della Durimide115A, secondo quanto anticipato nel protocollo.

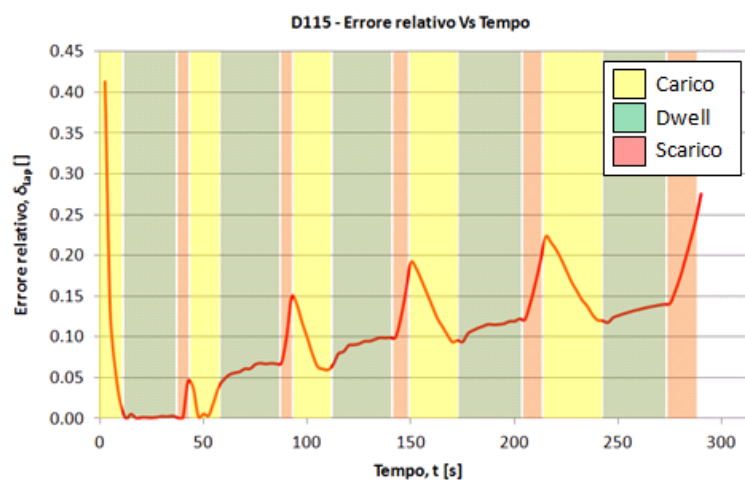
Viscoelasticità lineare: il **Grafico 4.1** riporta un confronto tra l'andamento degli affondamenti misurati sperimentalmente e quello predetto dalla funzione  $h(t)$ , soluzione

esplicita del metodo delle trasformate di Laplace (equazioni (3.23) - (3.25)), con  $J(t)$  definito dai risultati di **Tabella 4.1**.



**Grafico 4.1:** Confronto tra gli affondamenti sperimentali e la soluzione analitica ottenuta dal metodo delle trasformate di Laplace (Paragrafo 3.3.2.1, equazioni (3.23) - (3.25)).

La soluzione analitica mostra, in ogni singola fase della prova, una generale corrispondenza nel trend dell'evoluzione dell'affondamento, ma ne sottostima il valore, commettendo un errore assoluto crescente nel tempo. Il **Grafico 4.1** suggerirebbe l'affidabilità della procedura limitatamente al primo ciclo di indentazione: in realtà, l'analisi della mancata corrispondenza in senso relativo piuttosto che assoluto (**Grafico 4.2**) dimostra che, proprio durante la prima fase di carico, l'errore relativo assume valore massimo (41.3%), per poi attenuarsi drasticamente nella successiva fase di *Dwell* (mediamente 0.3%), che costituisce l'unico frammento di curva sul quale si sia concentrata la procedura di fitting, in virtù dell'ipotesi di viscoelasticità lineare (Paragrafo 3.3.2.1):

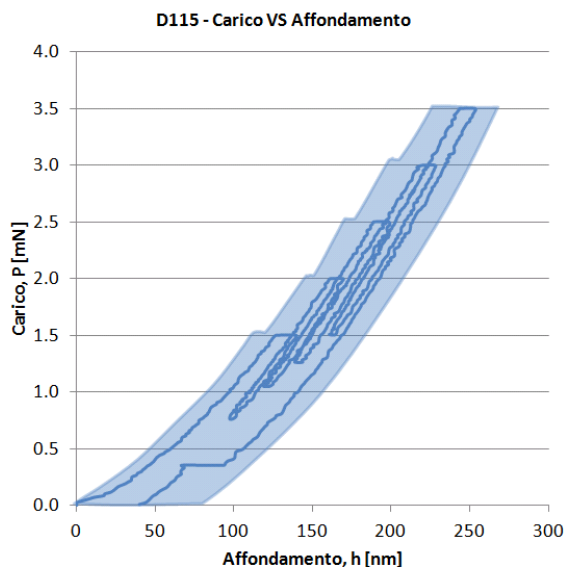


**Grafico 4.2:** Errore relativo  $\delta_{Lap}$  tra gli affondamenti sperimentali e la soluzione analitica.

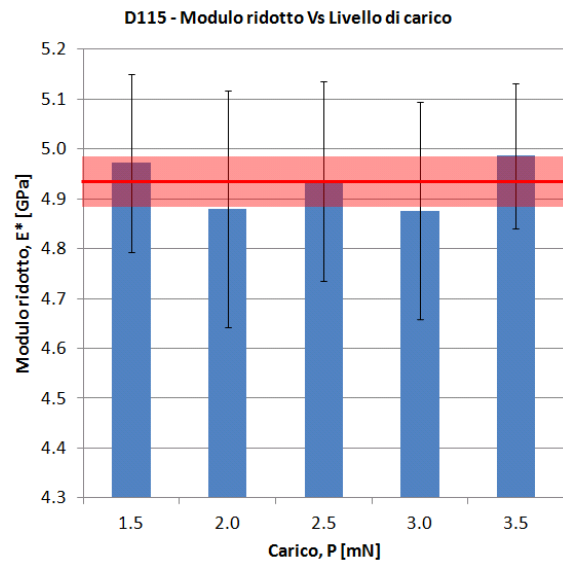
Si osservi come l'errore relativo  $\delta_{Lap}$  mostri un trend preferenziale a seconda della fase in atto durante il ciclo di indentazione: il **Grafico 4.2** mostra come esso tenda ad accumularsi significativamente durante le fasi di scarico, per poi attenuarsi durante il successivo carico e riprendere a crescere, ma con notevole lentezza, nella fase di *Dwell*.

Nonostante l'analisi accurata degli errori relativi abbia messo in luce la discutibilità delle ipotesi alla base del protocollo di caratterizzazione del comportamento viscoelastico, il grado di corrispondenza riscontrato nel **Grafico 4.1** è stato giudicato sufficiente a proseguire l'analisi descrivendo la componente tempo-dipendente con i parametri  $(j_i, \eta_i)$  riportati in **Tabella 4.1**. Il rapporto tra caratteristiche istantanee e di lungo termine corrispondente ai valori ottenuti è pari a 0.34 e, abbinato ai risultati dell'analisi del comportamento elastico in regime lineare, consente la stima delle costanti ingegneristiche di lungo termine che caratterizzano la Durimide115A (come descritto di seguito).

Regime elastico lineare istantaneo: il **Grafico 4.3** riporta la curva media ottenuta dalle prove di nanoindentazione sferica sui campioni D115. l'area ombreggiata che contiene la curva media rappresenta la variabilità dei dati osservati sperimentalmente. Il **Grafico 4.4** mostra i valori di modulo ridotto istantaneo  $E_{0,D115}^*$  ottenuti dall'analisi di ogni curva di scarico e mediati a parità di livello di sollecitazione: le osservazioni sperimentali sono riportate insieme alla loro deviazione standard, mentre la linea rossa orizzontale indica il valore medio complessivo, circondato da una fascia più chiara che ne esprime la deviazione standard.



**Grafico 4.3:** Curva media della prova di nanoindentazione sferica su D115.

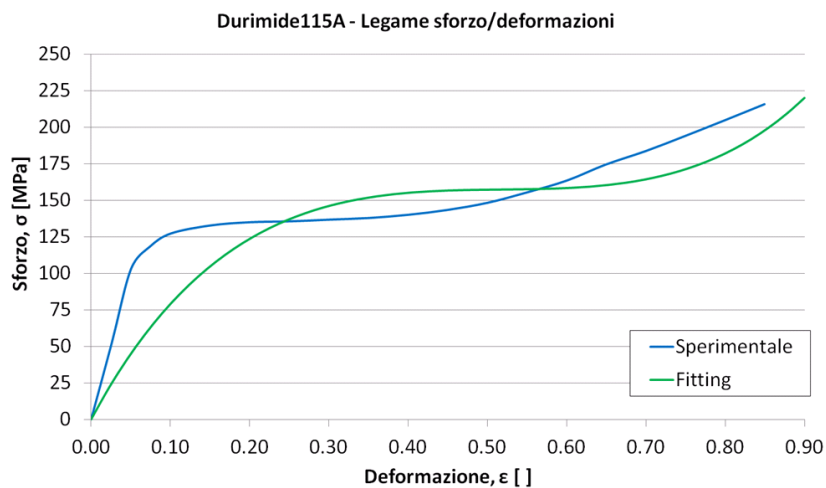


**Grafico 4.4:** Valori sperimentali di  $E_{0,D115}^*$  per i diversi livelli di sollecitazione.

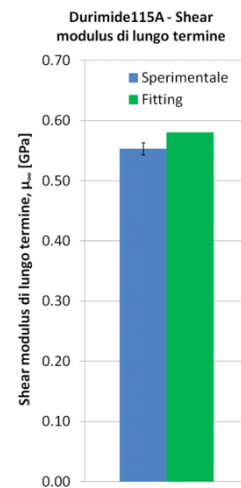


Compatibilmente con l'ipotesi di regime elastico lineare, i valori di  $E_{0\_D115}^*$  non mostrano un trend definito al variare del grado di sollecitazione e sono tra loro compatibili entro le incertezze sperimentali, confermando che i livelli di carico scelti abbiano permesso di caratterizzare il comportamento della Durimide115A entro la regione lineare del regime elastico. Il risultato della prova può essere pertanto sintetizzato in un unico valore di modulo ridotto istantaneo, rappresentativo del comportamento del materiale per affondamenti inferiori ai 300 nm: il valore, riportato in **Tabella 4.1**, consente il calcolo delle costanti ingegneristiche istantanee secondo la procedura descritta nel Paragrafo 3.3.2.2. Il modulo di Young ottenuto, pari a 4.36 GPa, è in linea con i valori riportati in letteratura per la rigidità della PI termoindurente [48]; il corrispondente *shear modulus* istantaneo, in combinazione con il rapporto  $r$  ottenuto dalla caratterizzazione viscoelastica, ha permesso la stima di uno *shear modulus* di lungo termine,  $\mu_{\infty\_D115}$ , pari a  $0.55 \pm 0.01$  GPa.

Iperelasticità: il **Grafico 4.5** riporta un confronto tra la relazione sforzo/deformazione fornita nel documento tecnico della Durimide155A e quella corrispondente ad i parametri iperelastici ottenuti dal fitting della prova di trazione monoassiale.



**Grafico 4.5:** Confronto tra la curva  $\sigma/\epsilon$  del documento tecnico della Durimide115A ed il fitting numerico.



**Grafico 4.6:** Confronto tra  $\mu_{\infty}$  sperimentale ed il fitting numerico.

La generale corrispondenza del risultato fornito da ABAQUS 6.11 con la curva sperimentale a disposizione è stata giudicata soddisfacente ed i parametri iperelastici riportati in **Tabella 4.1** sono stati adottati per le analisi successive. Inoltre, come mostrato nel **Grafico 4.6**, lo *shear* modulus stimato numericamente,  $\mu_{D155\_ABQ} = 0.58$  GPa, è prossimo al valore sperimentale di lungo termine,  $\mu_{\infty\_D155}$ . Per questa ragione, la curva fornita nel documento tecnico ed il corrispondente legame iperelastico descritto dai parametri forniti da ABAQUS 6.11 sono stati giudicati rappresentativi di un regime elastico di lungo termine.

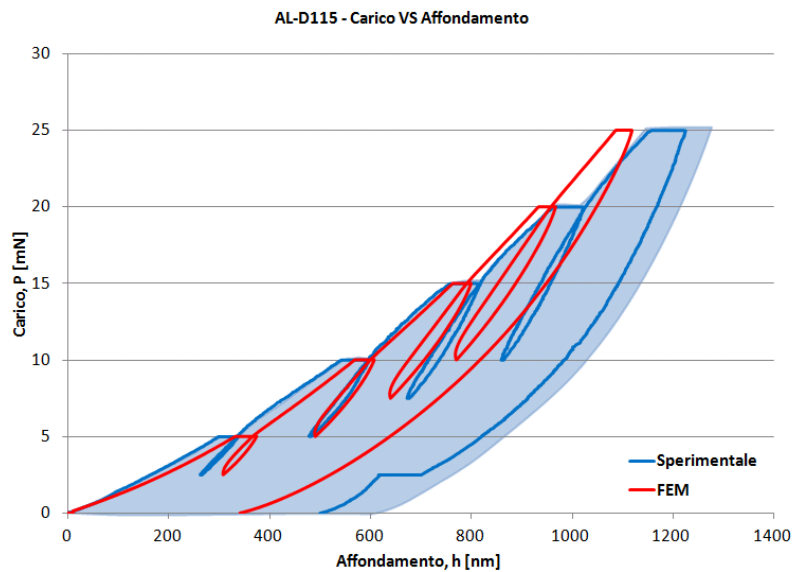
#### 4.1.2. Risultati della validazione dei legami costitutivi di Al e PI

Sono di seguito descritti i risultati della validazione del modello FEM che riproduce Al e PI secondo l'esito della caratterizzazione.

Il **Grafico 4.7** riporta simultaneamente la curva media sperimentale ottenuta dai test di nanoindentazione sferica su campioni AL-D115 ed il risultato della simulazione (l'alone più chiaro intorno alla curva media ha lo stesso significato di quello nel **Grafico 4.3**). Poiché nelle osservazioni sperimentali non è stata riscontrata la presenza di *pop-in* né di altri eventi associabili a fenomeni di fallimento, quali delaminazione e frattura, l'ipotesi semplificativa di interfaccia ideale tra Al e Durimide115A si può assumere ragionevolmente verificata.

Riguardo al confronto tra i risultati sperimentali e computazionali, nel **Grafico 4.7** è possibile osservare come il modello FEM manifesti un trend in generale accordo con i dati del test di nanoindentazione, in particolar modo per i primi tre livelli di carico; nonostante questo, sembra non riuscire a riprodurre in modo esatto:

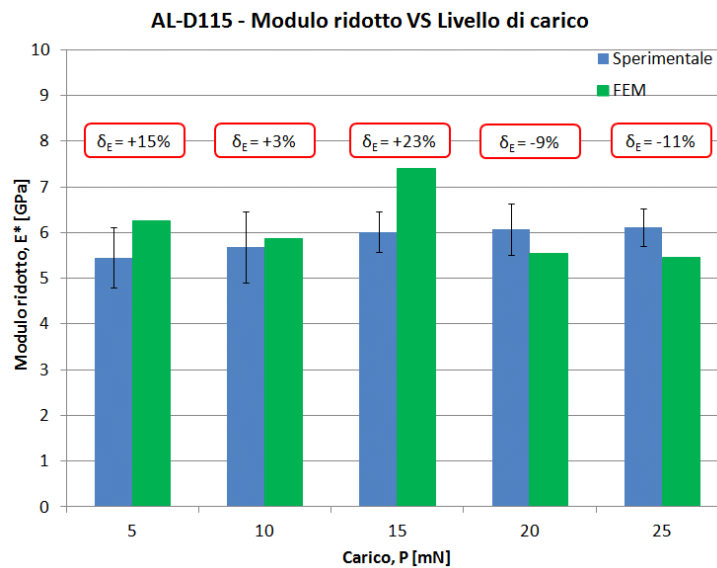
- la rigidità del materiale durante le fasi di carico. Nel **Grafico 4.7** è infatti evidente come il modello, inizialmente, sottostimi la rigidità del *bilayer*, producendo affondamenti eccessivi nei primi due cicli di indentazione;
- l'entità del *creep* durante le ultime fasi di *Dwell*. A questa discordanza si potrebbe ragionevolmente attribuire, al contrario, le sottostime degli affondamenti negli ultimi due cicli di indentazione.



**Grafico 4.7:** Confronto tra la curva carico/affondamento sperimentale e quella ottenuta dal modello FEM.

Per meglio quantificare la performance del modello FEM, è possibile consultare i risultati dedicati agli specifici contributi previsti dai legami costitutivi riprodotti.

Elasticità: il **Grafico 4.8** riporta i valori di modulo ridotto ottenuti per i dati sperimentali e per i risultati della simulazione.

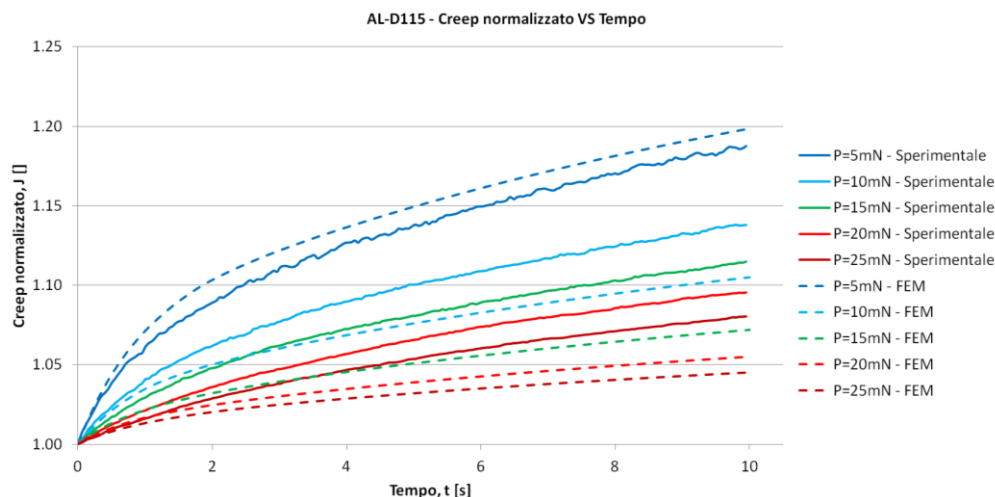


**Grafico 4.8:** Confronto tra i moduli ridotti stimati dalla curva sperimentale e dal risultato del modello FEM.

Come è possibile osservare dal **Grafico 4.8**, i risultati della simulazione riproducono quelli sperimentali con un errore contenuto (i.e., non superiore al 15%) ad eccezione del terzo livello di carico. Per questa ragione, il comportamento del modello FEM nelle fasi di

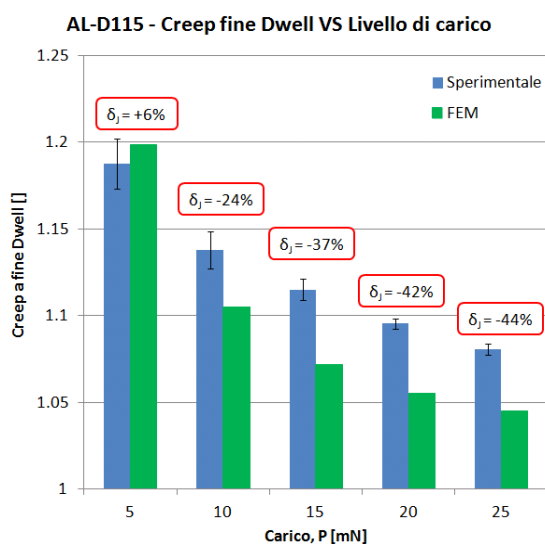
scarico è stato giudicato soddisfacente, ritenendo così validata la bontà della caratterizzazione del contributo elastico complessivo del sistema *bilayer*.

Viscoelasticità: nel **Grafico 4.9** sono riportate le curve di *creep* normalizzato ottenute dalle misure sperimentali e dalle simulazioni.

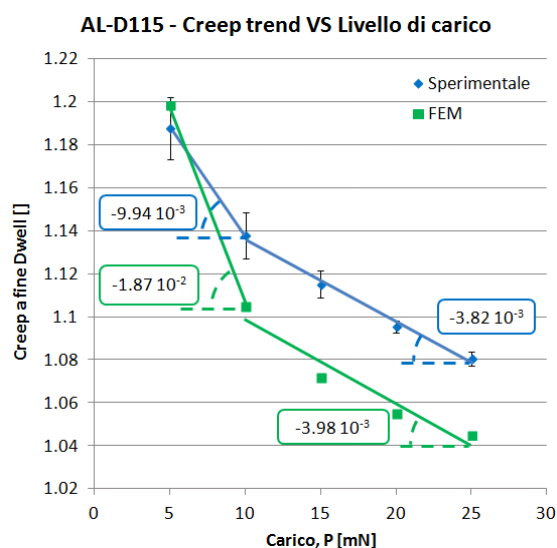


**Grafico 4.9:** Confronto tra le curve di *creep* normalizzato ottenute dal dato sperimentale e dal modello FEM.

Dal **Grafico 4.9** è possibile osservare come soltanto per il primo livello di carico l'entità del *creep* ottenuto dal modello FEM rispetti quanto riscontrato nei test di nanoindentazione. Infatti, come mostrato nel **Grafico 4.10**, l'errore commesso nella stima del valore di *creep* normalizzato di fine fase di *Dwell* aumenta significativamente col crescere del carico imposto.



**Grafico 4.10:** Confronto tra i valori di *creep* normalizzato a fine *Dwell* ottenuti dal dato sperimentale e dal modello FEM.



**Grafico 4.11:** Confronto tra i trend dei *creep* normalizzati di fine *Dwell* ottenuti dal dato sperimentale e dal modello FEM.

Sia i dati sperimentali sia i risultati della simulazione manifestano tuttavia un andamento inversamente proporzionale al livello di sollecitazione: il **Grafico 4.11** mostra come, per entrambi i set di dati, sia possibile individuare due regioni a pendenze ben distinte:

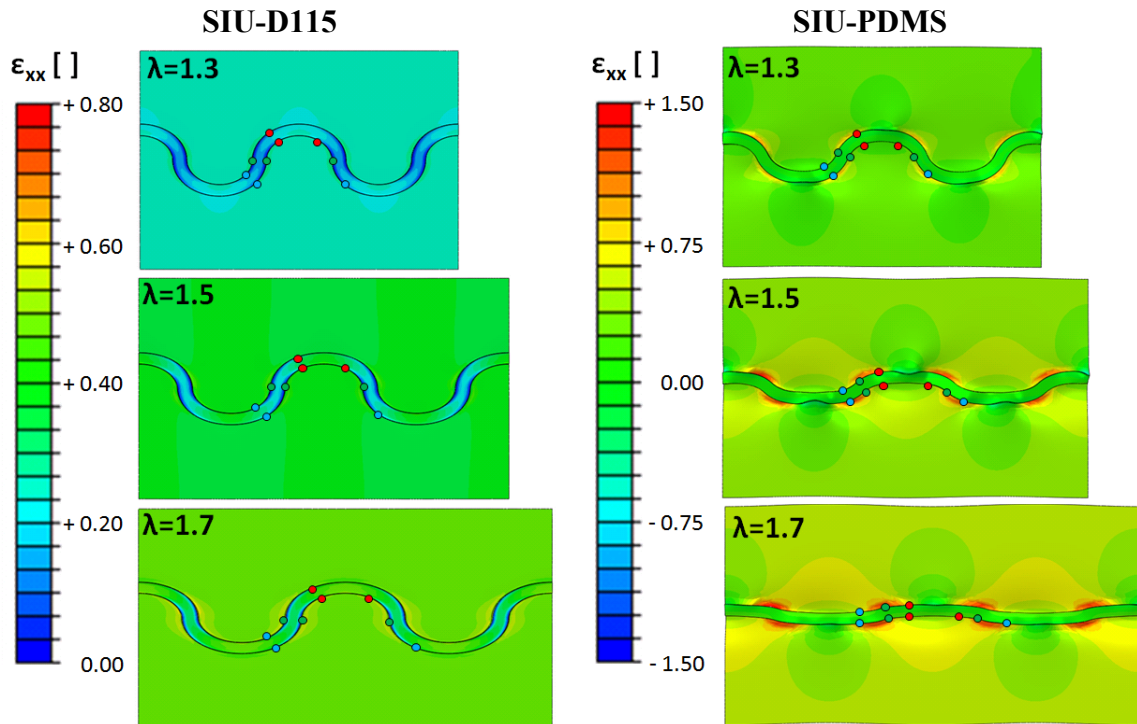
- una ad alta pendenza, delimitata dalla prima e dalla seconda fase di *Dwell*. In questa regione il risultato della simulazione mostra una diminuzione molto più marcata (+88%) rispetto a quanto osservato sperimentalmente;
- una a pendenza minore, che coinvolge le restanti fasi di *Dwell*. In questo caso, invece, si riscontra un ottimo accordo tra il trend dei valori sperimentali e quello dei risultati del modello FEM, con una differenza percentuale del 4%.

Poiché questa seconda regione corrisponde all'80% del test sperimentale (facendo riferimento alle fasi di *Dwell*, che sono le uniche prese in considerazione in questa specifica fase di validazione), il modello FEM è stato giudicato sì affetto da una significativa sottostima dell'entità del fenomeno di *creep*, ma complessivamente capace di riprodurre le modalità con cui la componente viscoelastica manifesta il proprio contributo nelle condizioni di sollecitazione analizzate.

## **4.2. Risultati della modellazione alla scala dell'interconnessione**

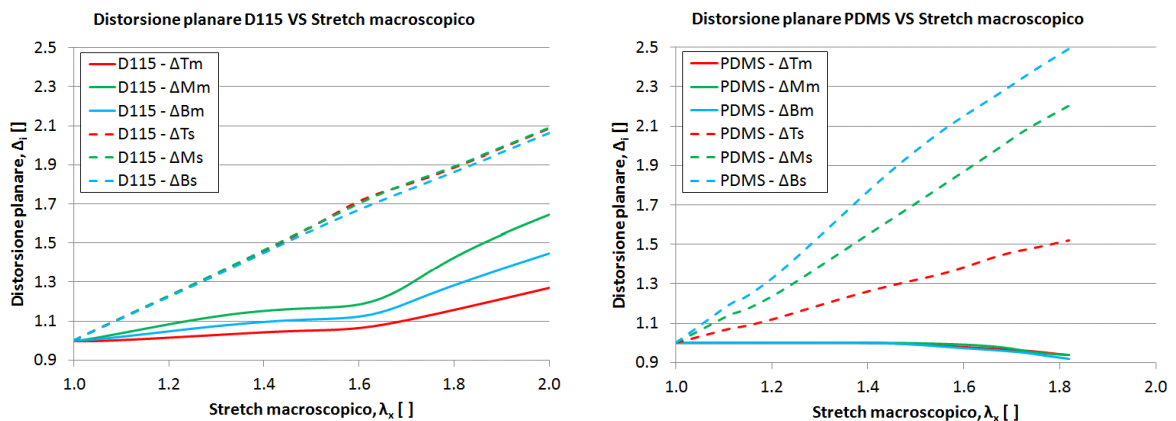
### **4.2.1. Risultati della caratterizzazione del fenomeno di isolamento delle deformazioni**

La **Figura 4.1** mostra la distribuzione della deformazione totale in direzione  $x$  per i due modelli SIU a tre diversi livelli di stretch macroscopico imposto. La differenza tra le mappe cromatiche adottate è giustificata dall'intento di mettere in risalto la differente distribuzione della deformazione riscontrata nei due casi. In questa sezione i risultati delle simulazioni su modello SIU-PDMS si limitano all'intervallo  $0.0 \leq \lambda_x \leq 1.8$ , perché al di fuori di tali valori è stata riscontrata una mancata convergenza di tutte le corrispondenti simulazioni.



**Figura 4.1:** Mappe cromatiche di deformazione totale in direzione  $x$  per i due modelli SIU

Da un punto di vista qualitativo, la **Figura 4.1** mostra evidentemente come il modello SIU-PDMS sia in grado di distendere l'interconnessione di alluminio in modo molto più marcato, se confrontato col modello SIU-D115: infatti, mentre in quest'ultimo caso il metallo si deforma mantenendo pressoché inalterato il proprio assetto strutturale, nel modello SIU-PDMS la configurazione finale dell'interconnessione tende ad assumere una morfologia rettilinea.

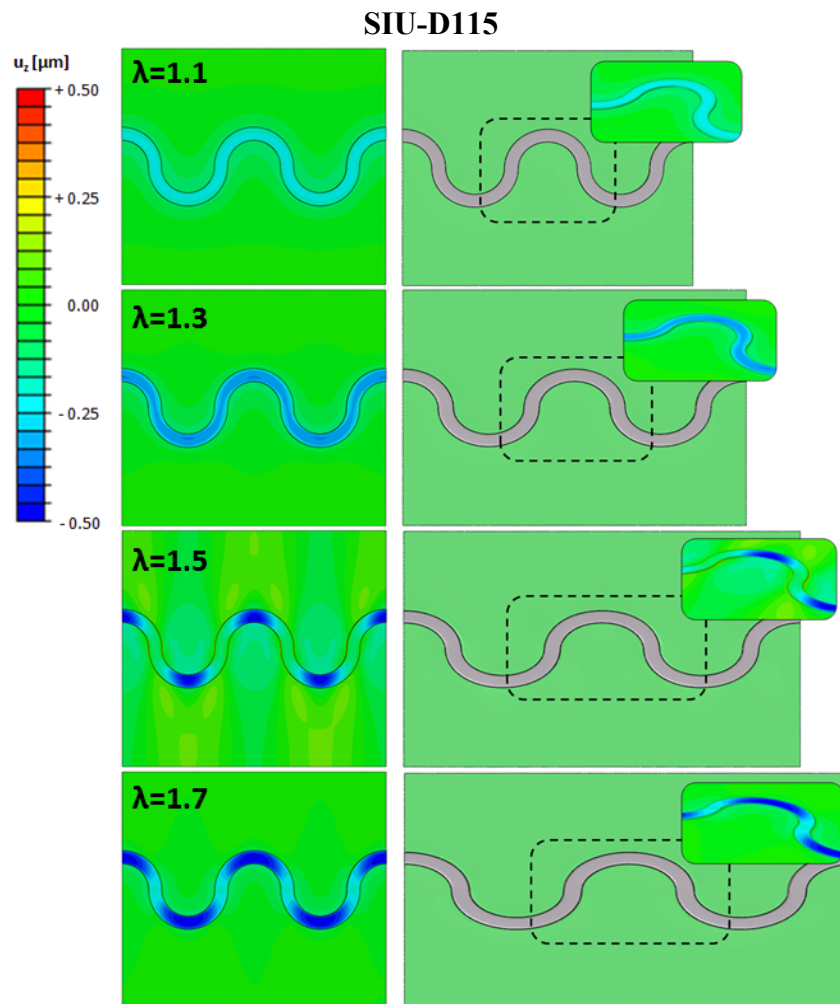


**Grafico 4.12:** Andamento nel tempo della distanza relativa  $\Delta P_k$ , ( $P = T, M, B; k = m, s$ ) tra le coppie di punti indicate nelle mappe cromatiche di **Figura 4.1.**, precedentemente definita in **Figura 3.6**

Corrispondentemente, le distribuzioni di  $\varepsilon_{xx}$  presentano numerose differenze: in particolare esse manifestano una dualità, come confermato nel **Grafico 4.12**:

- nel modello SIU-D115 le distanze relative  $\Delta P_s$  ( $P = T, M, B$ ) hanno un andamento omogeneo, nonché sovrapponibile allo stretch imposto macroscopicamente sia da un punto di vista dell'andamento temporale, pressoché lineare, sia per quanto riguarda l'entità dello stretch, attestatosi ad un valore massimo confrontabile con quello stabilito per le simulazioni STY e pari a 2.1. L'osservazione combinata della distribuzione di  $\varepsilon_{xx}$  di **Figura 4.1** (sinistra) e del corrispondente **Grafico 4.12** (sinistra) suggerisce che, da un punto di vista strutturale, la serpentina segua la deformazione pressoché omogenea del substrato, provocando per contro la comparsa di un marcato gradiente di deformazione a diretto carico del materiale dell'interconnessione, come testimoniato dall'andamento delle  $\Delta P_m$  ( $P = T, M, B$ ). In particolare,  $\Delta P_m$  manifesta i valori massimi in corrispondenza della coppia di punti situata sul flesso verticale, al centro della struttura;
- in modo duale, nel modello SIU-PDMS la distorsione planare della serpentina appare disomogenea ed in particolare crescente spostando l'attenzione dalla regione superiore dell'ansa alle coppie di punti situati sulle braccia, dove  $\Delta M_s$  e  $\Delta B_s$  superano lo stretch macroscopico del 17 % e 39 %, rispettivamente. Corrispondentemente, la distribuzione della deformazione in direzione  $x$  nel substrato è fortemente disomogenea e periodica, con periodo pari a quello della serpentina. Le mappe di **Figura 4.1** (destra) ed il corrispettivo **Grafico 4.12** (destra) mostrano come una distorsione planare così marcata a livello strutturale consenta di attenuare ed addirittura invertire l'andamento di  $\Delta P_m$  rispetto al modello SIU-D115: il **Grafico 4.12** (destra) mostra come, fino ad uno stretch macroscopico pari a 1.5, le distanze relative  $\Delta P_m$  si mantengano pressoché inalterate, suggerendo che le sezioni delimitate dai punti corrispondenti sperimentino prevalentemente una rotazione rigida finché la serpentina non raggiunge un certo grado di allineamento con la direzione di sollecitazione, per poi manifestare una contrazione che ricorda il ritiro volumetrico per effetto Poisson tipico della trazione monoassiale di un provino rettilineo. Infatti, secondo le mappe cromatiche di **Figura 4.1** (destra), in questo caso è il materiale dell'interconnessione a sperimentare una deformazione pressoché omogenea.

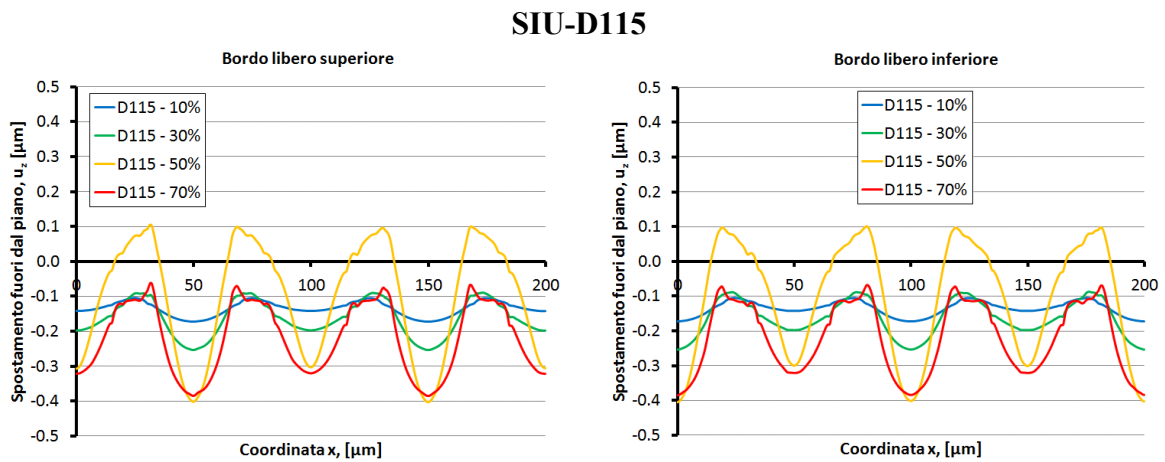
In **Figura 4.2** sono invece mostrate le distribuzioni degli spostamenti in direzione  $z$  (i.e., fuori piano) osservati nel modello SIU-D115: rispetto alle dimensioni caratteristiche dell'interconnessione ( $\sim 10^{-5}$  m), l'entità di  $u_z$  sulla superficie della serpentina è molto limitata ( $\sim 10^{-7}$  m); sebbene sui suoi bordi liberi la distribuzione dello spostamento mostri un andamento ciclico con la stessa periodicità della struttura (**Grafico 4.13**), i valori di  $u_z$  sono complessivamente negativi lungo tutta la struttura, suggerendo che, piuttosto che la distorsione fuori piano coinvolta nel fenomeno di isolamento delle deformazioni, la tipologia di deformazione dominante in direzione  $z$  sia il ritiro volumetrico per effetto Poisson che si verifica in associazione al cospicuo stretch in direzione  $x$  direttamente a carico del materiale evidenziato nell'analisi precedente (**Grafico 4.12**, sinistra).



**Figura 4.2:** (Sinistra) Mappe cromatiche di spostamento in direzione  $z$  per il modello SIU-D115 mostrate in configurazione indeformata; (Destra) Configurazione deformata corrispondente alle mappe cromatiche di sinistra, con dettaglio dei contour di  $u_z$  nella zona centrale del modello

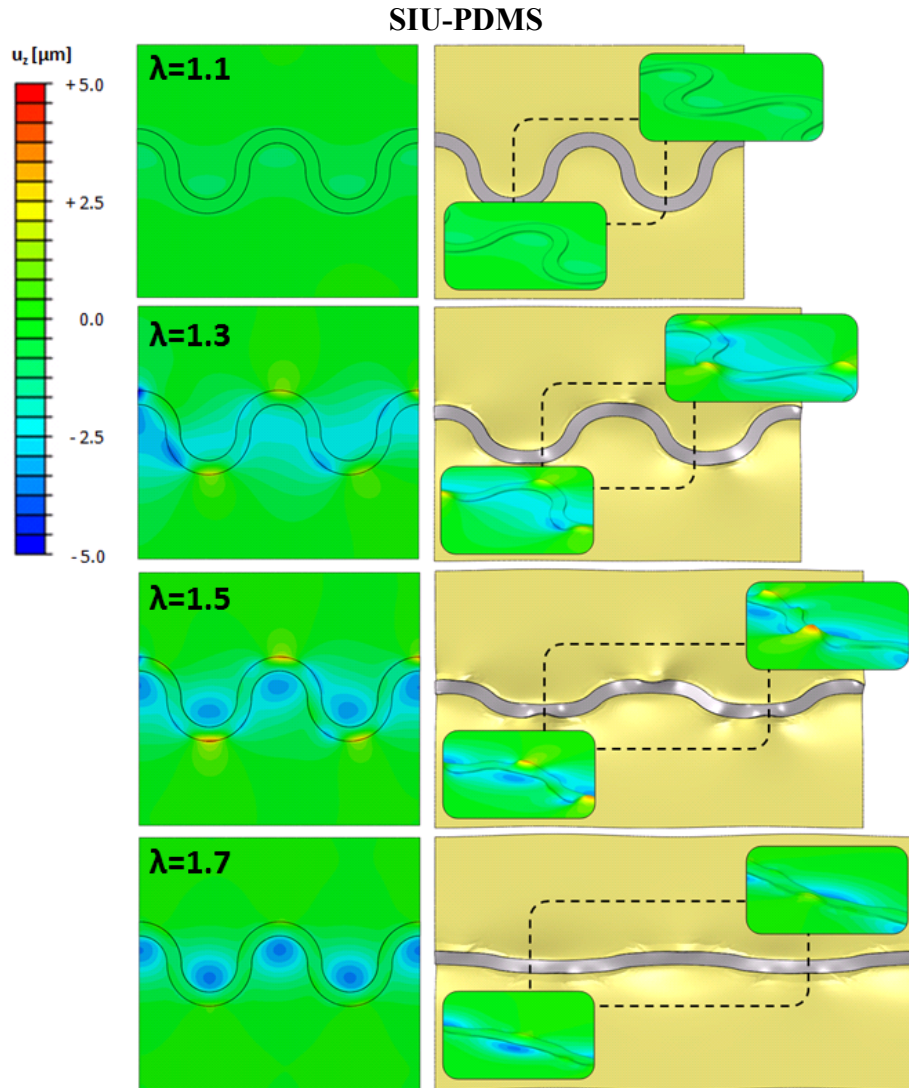


In particolare, nel **Grafico 4.13**, la distribuzione di  $u_z$  è mostrata rispetto alla coordinata  $x$  dei punti della serpentina, in modo consentire un diretto confronto con le mappe cromatiche di **Figura 4.2**, riportate per questa ragione sul modello in configurazione indeformata. Il grafico mostra che l'ampiezza della distribuzione di  $u_z$  assume valore massimo in corrispondenza di uno stretch macroscopico pari a 1.5, come già intuibile dalle immagini di **Figura 4.2**, e che solo in questo caso si osserva un'alternanza di sollevamenti ed abbassamenti rispetto al piano: si osservi inoltre che le distribuzioni sui due brodi opposti risultano, in questo caso, in fase tra loro.



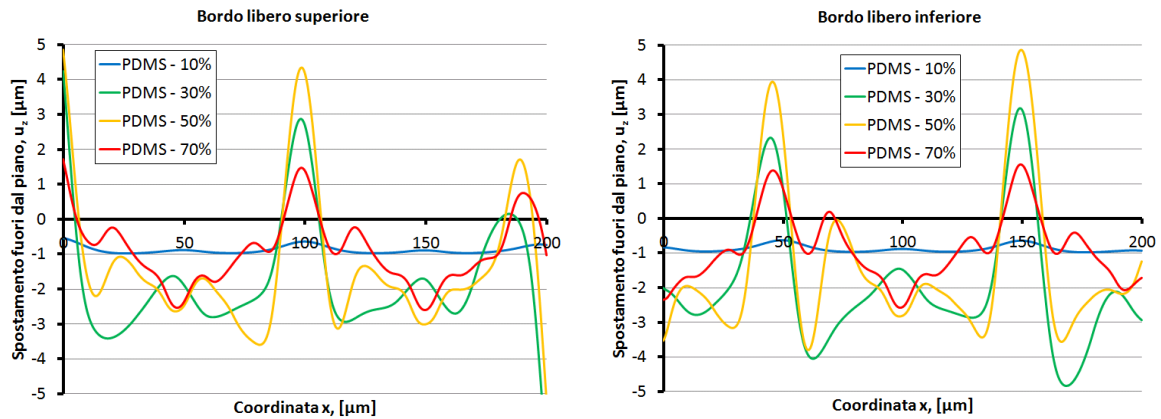
**Grafico 4.13:** Andamento dello spostamento in direzione  $z$  lungo il bordo libero superiore (sinistra) ed inferiore (destra) della serpentina per il modello SIU-D115

Al contrario, la **Figura 4.3** mostra come la distorsione fuori dal piano sia molto più marcata nel caso del modello SIU-PDMS, nel quale la serpentina si caratterizza per un'evidente alternanza di sollevamenti ed abbassamenti rispetto alla superficie in configurazione indeformata: questo fenomeno è stato messo in evidenza nei dettagli della colonna destra di **Figura 4.3**, dove le mappe cromatiche di  $u_z$  sono riportate questa volta sul modello in configurazione deformata.



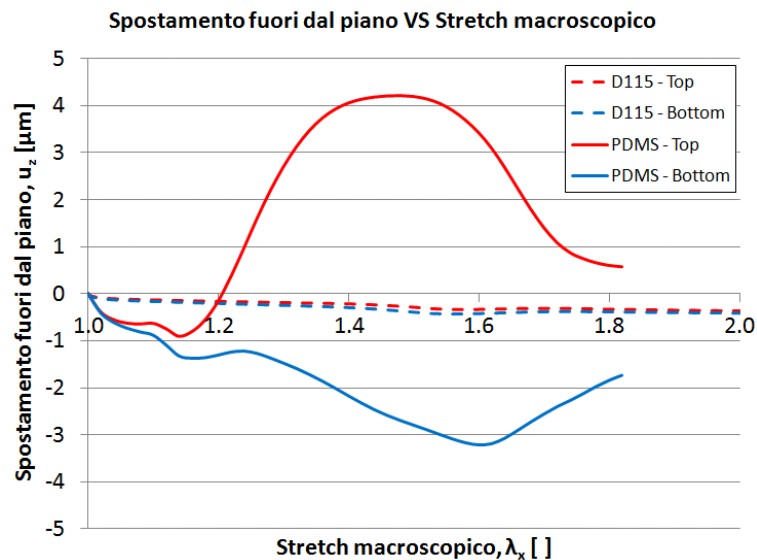
**Figura 4.3:** (Sinistra) Mappe cromatiche di spostamento in direzione  $z$  per il modello SIU-PDMS mostrate in configurazione indeformata; (Destra) Configurazione deformata corrispondente alle mappe cromatiche di sinistra, con dettagli dei contour di  $u_z$  nella zona centrale del modello

Nel **Grafico 4.14** è possibile osservare che, diversamente da quanto riscontrato nel modello SIU-D115, nel modello SIU-PDMS le distribuzioni di  $u_z$  sui bordi liberi opposti sono in controfase, fenomeno che suggerisce una distorsione della struttura dominata complessivamente da una torsione rispetto all'asse geometrico in corrispondenza delle anse (colonna destra di **Figura 4.3**, riquadri di dettaglio), compatibilmente con quanto segnalato da Hsu [7].



**Grafico 4.14:** Andamento dello spostamento in direzione  $z$  lungo il bordo libero superiore (sinistra) ed inferiore (destra) della serpentina per il modello SIU-PDMS

Inoltre, il modello SIU-PDMS manifesta spostamenti  $u_z$  fino a 10 volte superiori rispetto al modello SIU-D115. Per questa ragione, si è deciso nuovamente di adottare un diverso fattore di scala nell'analisi individuale dei due modelli, mettendo in evidenza la distribuzione di spostamento riscontrata; il confronto quantitativo è stato rimandato al **Grafico 4.15**, per entrambi i modelli, sono stati riportati gli andamenti nel tempo dello spostamento in direzione  $z$  dei punti in cima all'ansa centrale della serpentina.

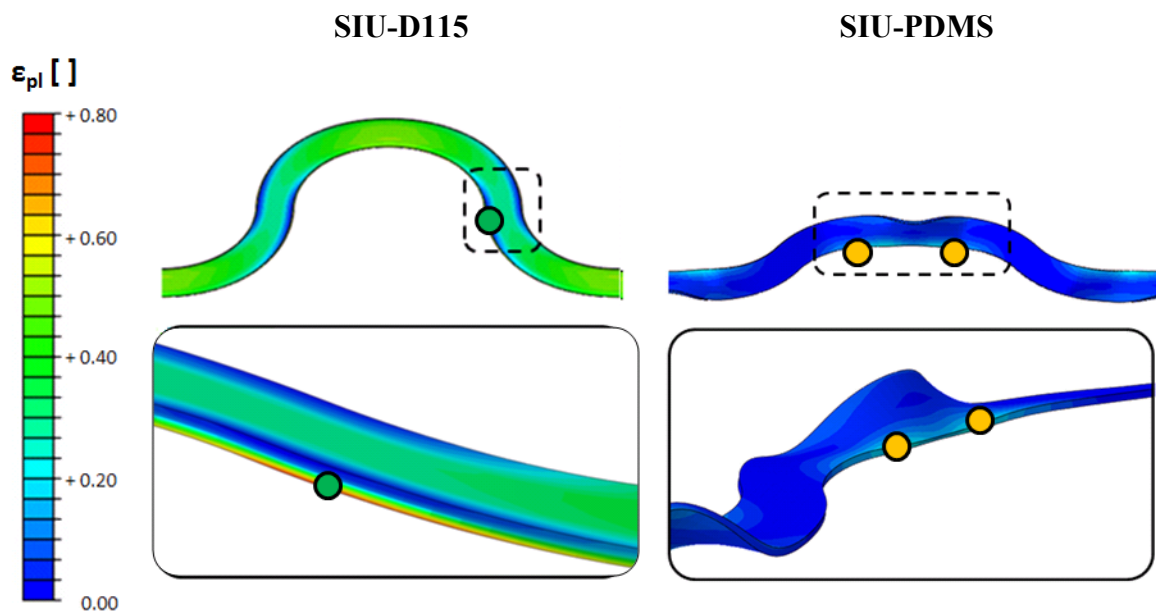


**Grafico 4.15:** Confronto quantitativo tra i due modelli SIU rispetto agli spostamenti in direzione  $z$  dei punti in cima all'ansa centrale della serpentina

Il grafico **Grafico 4.15** conferma le osservazioni già commentate e mostra chiaramente come, nel caso del modello SIU-PDMS, il fenomeno di distorsione fuori dal piano

raggiunga la sua massima espressione in corrispondenza di un stretch macroscopico pari a 1.5: alla luce di questa osservazione, nella successiva analisi delle deformazioni plastiche e degli sforzi di Von Mises ci si è concentrati sui risultati corrispondenti a questo valore di stretch macroscopico.

Le deformazioni plastiche equivalenti esibite dai due modelli in corrispondenza di  $\lambda_x = 1.5$  sono confrontate in **Figura 4.4**, dove è stata raffigurata solo l'ansa centrale dell'intera serpentina, in virtù della complessiva periodicità dei risultati riscontrati.



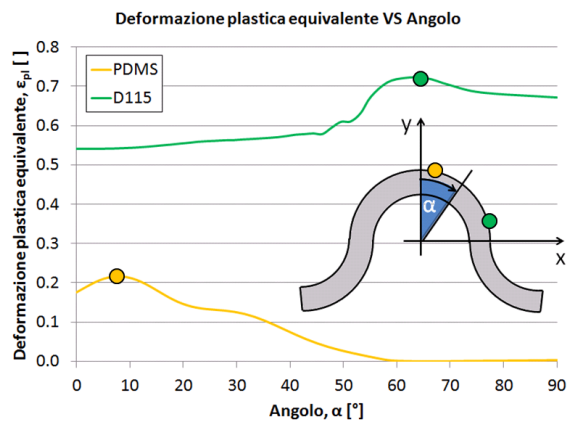
**Figura 4.4:** Mappe cromatiche di deformazione plastica equivalente riportate sull'ansa centrale dei due modelli SIU in configurazione deformata, in corrispondenza di  $\lambda_x = 1.5$ . I punti colorati indicano le regioni a maggior deformazione plastica, messe in evidenza nei sottostanti pannelli di dettaglio

Come è possibile osservare in figura **Figura 4.4**, nel modello SIU-D115 il metallo della serpentina va incontro ad una deformazione plastica molto più marcata. I due modelli differiscono inoltre per

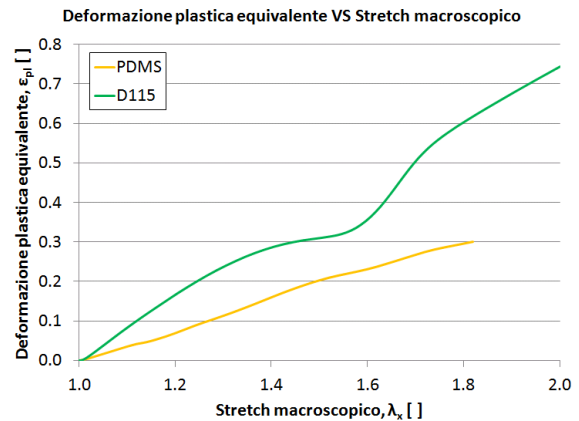
- la posizione in cui la distribuzione di  $\varepsilon_{eq}^{pl}$  manifesta maggior gradiente rispetto alle coordinate del piano  $(x, z)$ . In particolare, per il modello SIU-D115 questa regione corrisponde al flesso verticale del braccio della serpentina, mentre per il modello SIU-PDMS essa è situata sul bordo interno in cima all'ansa, come evidenziato dai pannelli di dettaglio di **Figura 4.4**;

- la direzione prevalente del gradiente di  $\varepsilon_{eq}^{pl}$  lungo lo spessore della serpentina (pannelli di dettaglio di **Figura 4.4**). Infatti, mentre il modello SIU-PDMS le deformazioni plastiche equivalenti risultano pressoché uniformi lungo lo spessore del film metallico, variando prevalentemente lungo la direzione di sviluppo della serpentina, nel modello SIU-D115 la distribuzione delle  $\varepsilon_{eq}^{pl}$  mostra un aumento molto rapido lungo lo spessore dell'interconnessione, passando da un valore pressoché nullo, riscontrabile sul bordo libero, ad un valore massimo e superiore a 0.70, osservato sul bordo vincolato al substrato.

Alla luce di queste osservazioni, si è deciso di analizzare la distribuzione di  $\varepsilon_{eq}^{pl}$  lungo il bordo vincolato evidenziato nei pannelli di dettaglio di **Figura 4.4**, per stabilire l'esatta posizione dei punti più sollecitati (evidenziati dai cerchi colorati nei contour). Nel **Grafico 4.16** è riportato l'andamento di  $\varepsilon_{eq}^{pl}$  lungo metà dell'ansa centrale: seguendo la rappresentazione proposta da Hsu [7], in questo caso si è deciso di usare come ascissa l'angolo sotteso dall'arco compreso tra la cima dell'ansa ed il punto in esame, come mostrato nella legenda del grafico.



**Grafico 4.16:** Distribuzione delle deformazioni plastiche equivalenti lungo i bordi vincolati delle regioni di serpentina evidenziate nei pannelli di dettaglio di Figura 4.4. I cerchi colorati evidenziano i punti a maggior deformazione plastica

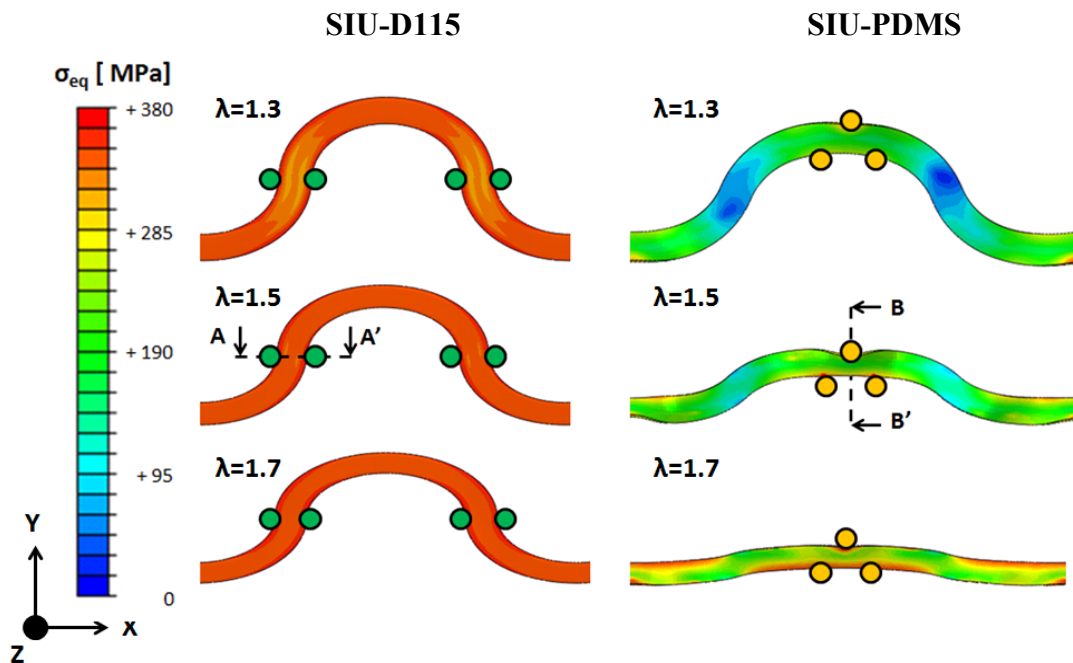


**Grafico 4.17:** Andamento della deformazione plastica nei punti individuati nel **Grafico 4.16** al variare dello stretch macroscopico imposto,

Il **Grafico 4.16** mostra da un punto di vista quantitativo come il modello SIU-PDMS ( $\varepsilon_{eq\_max}^{pl} \sim 0.20$ ) sperimenti un valore massimo di  $\varepsilon_{eq}^{pl}$  molto ridotto, in particolare il 70 %

in meno rispetto a quello riscontrato nel modello SIU-D115 ( $\varepsilon_{eq}^{pl} \sim 0.70$ ). Inoltre, esso consente di individuare con precisione i punti nei quali si concentra la maggior deformazione plastica, per i quali, nel **Grafico 4.17**, è stato riportato un confronto in termini di andamento nel tempo di  $\varepsilon_{eq}^{pl}$ : il grafico conferma che, per tutti i livelli di stretch macroscopico imposto, la deformazione plastica è più intensa nel caso di substrato in D155A e, superato il valore  $\lambda_x = 1.6$ , le deviazioni tra i due modelli si accentua ulteriormente.

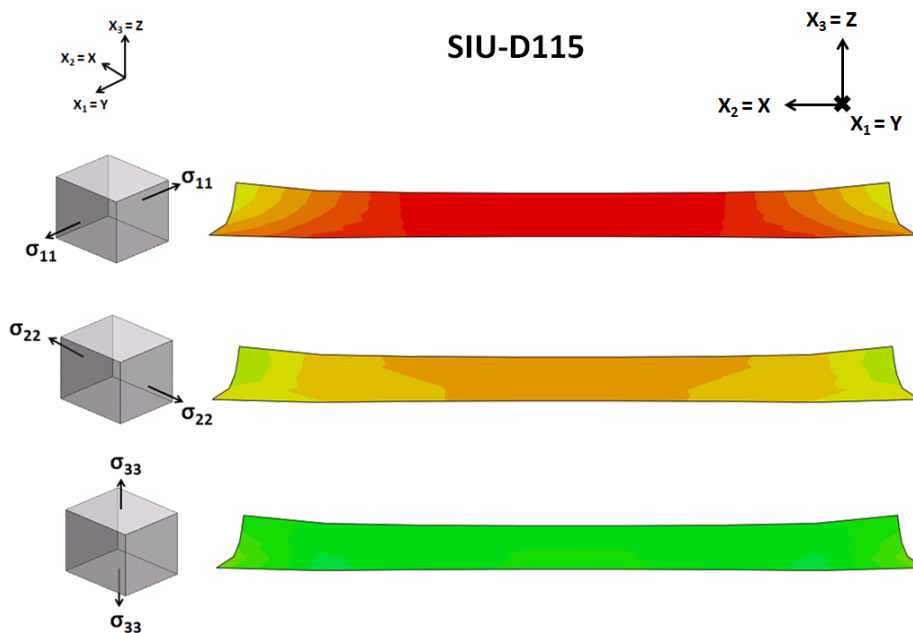
Per meglio indagare lo stato di sollecitazione dell'interconnessione, la distribuzione dello sforzo equivalente di von Mises,  $\sigma_{eq}$ , è stata riportata sulla serpentina in configurazione deformata in corrispondenza di valori di stretch macroscopico pari a 1.3, 1.5 ed 1.7 (**Figura 4.5**). Alla luce di quanto suggerito dall'analisi delle deformazioni plastiche, si è deciso di riportare le mappe sulla superficie della serpentina a contatto con il substrato, piuttosto che su quella libera, solitamente scelta per le figure precedenti. Si osservi inoltre che il valore massimo previsto dalla scala cromatica supera di poco il massimo  $\sigma_{eq}$  riscontrabile nel dominio metallico ( $\sim 377$  MPa) in accordo con la legge di incrudimento assegnata ad Al (**Tabella 4.1**).



**Figura 4.5:** Mappe cromatiche dello sforzo di von Mises riportate sull'ansa centrale dei due modelli SIU in configurazione deformata. I punti colorati indicano le regioni maggiormente sollecitate; i simboli di sezione in corrispondenza di  $\lambda_x = 1.5$  mostrano la posizione delle sezioni analizzate in **Figura 4.6** ed in **Figura 4.7**

Gli andamenti riportati in **Figura 4.5** mostrano che già in corrispondenza di uno stretch macroscopico pari a 1.3, la superficie della serpentina vincolata al substrato sperimenta in modo diffuso uno sforzo equivalente prossimo al massimo valore previsto dalla legge di incrudimento assegnata ad Al. Nel modello SIU-PDMS la serpentina risulta significativamente meno sollecitata, ma in anche in questo caso, a partire da  $\lambda_x = 1.5$  è possibile osservare la comparsa di tre regioni sollecitate ad un livello di  $\sigma_{eq}$  prossimo ai 377 MPa: per  $\lambda_x = 1.7$  queste aree risultano significativamente estese sul lato delle fibre tese, a causa della flessione delle braccia della serpentina, descritta all'inizio di questo paragrafo.

Lo stato di sforzo delle sezioni più sollecitate identificate mediante l'analisi della **Figura 4.5** (evidenziate dai cerchi colorati e dai simboli di sezione) è stato indagato nel dettaglio in corrispondenza di  $\lambda_x = 1.5$ , come è possibile osservare nelle mappe cromatiche di **Figura 4.6** e di **Figura 4.7**, dove sono stati riportati gli andamenti delle sollecitazioni normali locali secondo la stessa mappa cromatica di **Figura 4.5**. Si osservi che i sistemi di riferimento riportati consentono di stabilire la corretta corrispondenza tra il sistema di riferimento del modello,  $(x, y, z)$ , e quello locale alla sezione in analisi,  $(x_1, x_2, x_3)$ : questo accorgimento è stato previsto in modo da poter commentare lo stato di sforzo delle sezioni evidenziando le corrispondenze con quanto precedentemente osservato per il modello nel suo complesso, nonostante i sistemi locali delle due sezioni non coincidano per via della loro diversa posizione lungo la serpentina.

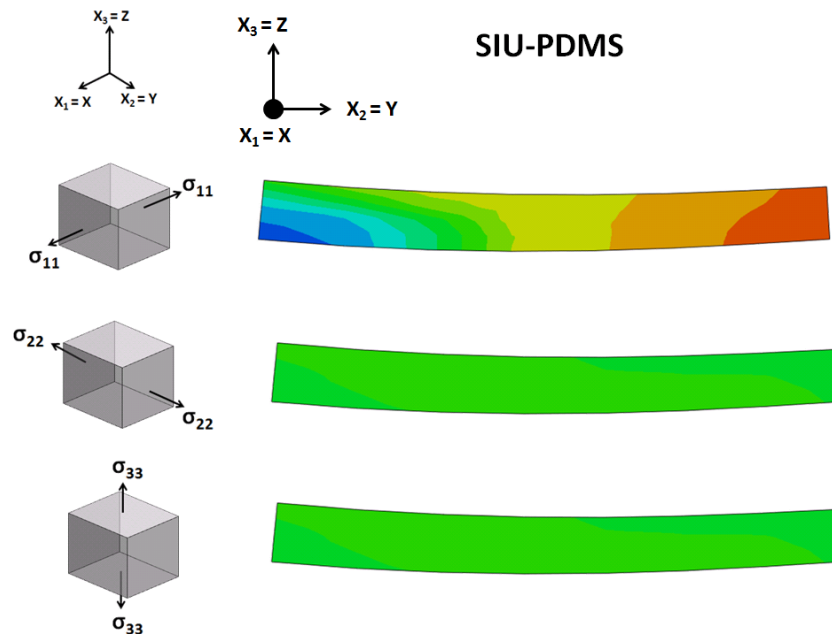


**Figura 4.6:** Stato di sforzo della sezione più sollecitata nel modello SIU-D115 per  $\lambda_x = 1.5$



Nel caso di substrato in Durimide115A, la sezione della serpentina risulta maggiormente sollecitata in direzione  $x_1 = y$ , perciò per effetto della trazione che nasce nel substrato in direzione ortogonale rispetto all'allungamento imposto, a causa del vincolo agli spostamenti  $u_y$  assegnato ad  $RP_y$  (Paragrafo 3.4.1). Poiché, sebbene complessivamente inferiori, anche le trazioni in direzione  $x_2 = x$  (direttamente associati allo stretch imposto al modello) sono significative, mentre  $\sigma_{33}$  è pressoché trascurabile, la sezione risulta globalmente sollecitata da una trazione biassiale nel piano  $(x_1, x_2) = (y, x)$  con livelli di sforzo che raggiungono i 377 MPa.

Al contrario, nel caso del modello SIU-PDMS, la sezione risulta globalmente soggetta ad uno stato di sforzo meno intenso (in particolare, in nessun punto si raggiungono i 377 MPa, sebbene le sollecitazioni vi siano prossime).



**Figura 4.7:** Stato di sforzo della sezione più sollecitata nel modello SIU-PDMS per  $\lambda_x = 1.5$

Inoltre, la sezione risulta sollecitata significativamente solo da sforzi normali in direzione  $x_1 = x$ , e in particolare da una distribuzione assimilabile ad una flessione, attribuibile ai momenti flettenti responsabili dell'apertura delle braccia della serpentina.

Alla luce dei risultati presentati è possibile quindi affermare che la scelta del PDMS come substrato polimerico, con riferimento ai criteri di indagine previsti, risulta più efficace se confrontata con la poliimmide relativamente al fenomeno di isolamento delle deformazioni. Come anticipato nel Paragrafo 3.4.2, la distinzione tra il modello SIU-D115 ed il modello



SIU-PDMS vale limitatamente all'analisi appena esaurita, pertanto nei paragrafi seguenti si tornerà ad adottare l'acronimo SIU per indicare esclusivamente il modello SIU-D115.

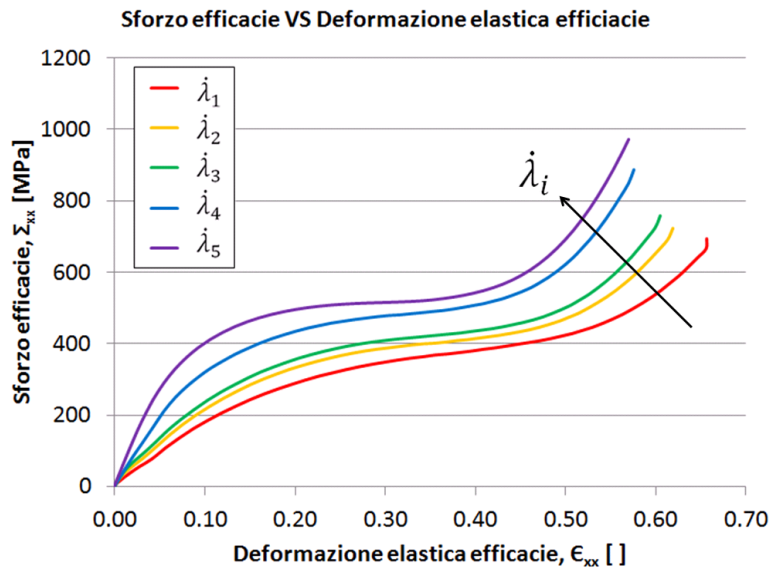
#### 4.2.2. Risultati della caratterizzazione efficace del modello SIU

In **Tabella 4.2** sono riportati i risultati della caratterizzazione delle proprietà efficaci del modello SIU secondo la procedura descritta nel Paragrafo 3.4.3.

$\dot{\lambda}_i$	Parametri efficaci $\Sigma_{xx}(\mathcal{E}_{xx}^{el})$			Parametri efficaci $\xi_\lambda(\mathcal{E}_{xx}^{el})$
	$c_1$ [GPa]	$c_2$ [GPa]	$c_3$ [GPa]	$c_4$ [ ]
$\dot{\lambda}_1$	6.42	-6.53	2.53	1.76
$\dot{\lambda}_2$	8.89	-8.61	3.05	1.76
$\dot{\lambda}_3$	10.5	-9.88	3.36	1.76
$\dot{\lambda}_4$	16.4	-14.6	4.49	1.76
$\dot{\lambda}_5$	21.6	-18.7	5.4	1.76

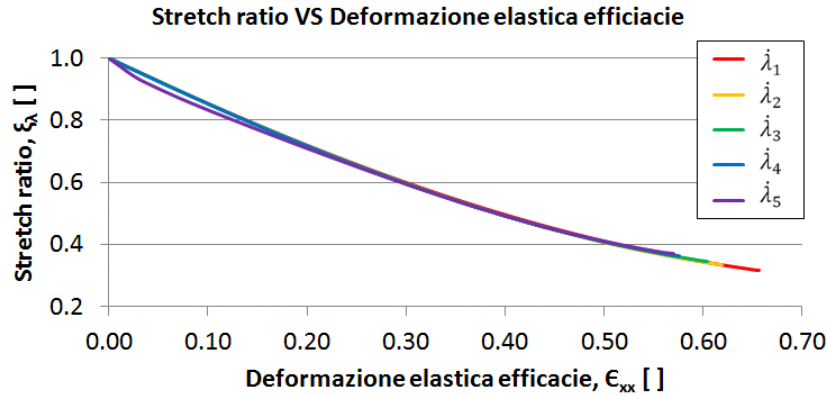
**Tabella 4.2:** Parametri efficaci ottenuti dalla procedura di omogeneizzazione del modello SIU

Per quanto concerne il legame circonferenziale efficace, come ci si attendeva (Paragrafo 3.4.3), alle diverse condizioni al bordo imposte al modello SIU corrispondono differenti valori dei parametri efficaci  $c_i$  ( $i = 1,2,3$ ). In particolare, i risultati ottenuti mostrano un trend univoco, con variazioni di rigidità concordi a quelle della velocità di prova  $\dot{\lambda}_i$ , com'è possibile osservare nel dettaglio nel **Grafico 4.18**.



**Grafico 4.18:** Confronto tra i legami circonferenziali efficaci ottenuti in corrispondenza delle diverse velocità di stretch

Al contrario, il parametro efficace della relazione tra *stretch ratio* e deformazione circonferenziale risulta invariante rispetto alla velocità di prova: tutte le corrispondenti relazioni  $\xi_\lambda(\mathcal{E}_{xx}^{el})$  risultano sovrapponibili, come testimoniato dal **Grafico 4.19**.



**Grafico 4.19:** Confronto tra i legami  $\xi_\lambda(\mathcal{E}_{xx}^{el})$  efficaci ottenuti in corrispondenza delle diverse velocità di stretch

Per quanto concerne la caratterizzazione del legame viscoelastico efficace del sistema substrato-interconnessione, la **Tabella 4.3** riporta i risultati numerici e grafici della procedura di stima dello stretch critico asintotico  $\lambda_{c_\infty}$ , cui si è fatto riferimento per la definizione dei livelli di stretch  $\lambda_{Ramp_i}$  previsti per le simulazioni STR.

Simulazioni STY	
$\lambda_i$	$\lambda_1$ $\lambda_1$ $\lambda_1$ $\lambda_1$ $\lambda_1$
$\lambda_c$ [ ]	1.199   1.189   1.189   1.186   1.186
Fitting parametrico	
$d_1$ [ $s^{-d_2}$ ]	$3.726 \cdot 10^{-3}$
$d_2$ [ ]	$2.418 \cdot 10^{-1}$
$\lambda_{c_\infty}$ [ ]	1.180

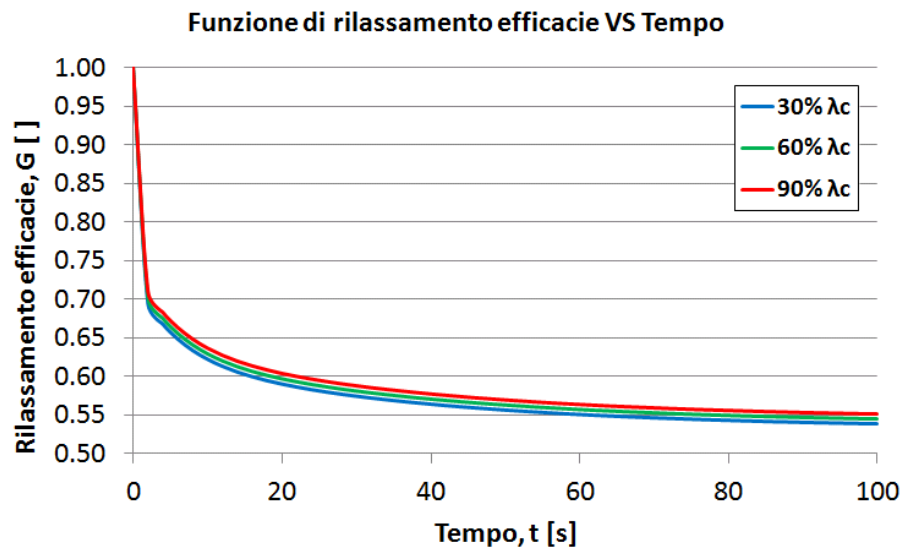
**Tabella 4.3:** Risultati della stima dello stretch critico asintotico

I valori critici stimati sono molto ridotti ( $\sim 1.18$ ) rispetto ai rapporti di allungamento riportati in letteratura ( $\sim 1.5 - 2.0$ ) (Paragrafo 1.1). Nonostante ciò, si è deciso di tenere conto di questi risultati anche nelle fasi successive ed in particolare in sede di valutazione del limite di applicabilità di un potenziale *balloon*, previsto per la fase di modellazione alla scala del dispositivo (Paragrafo 3.5).

I parametri viscoelastici ottenuti dalle simulazioni STR sono riportati in **Tabella 4.4**, mentre il **Grafico 4.20** consente di valutare la compatibilità tra il comportamento riscontrato e l'ipotesi di viscoelasticità lineare.

Simulazioni STR			
$g_1$ [ ]	$g_2$ [ ]	$\tau_1$ [s]	$\tau_2$ [s]
0.31	0.14	0.89	21.27

**Tabella 4.4:** Risultati della caratterizzazione della funzione di rilassamento efficace



**Grafico 4.20:** Confronto tra le funzioni di rilassamento efficaci ottenute in corrispondenza dei diversi  $\lambda_{Ramp_i}$  imposti

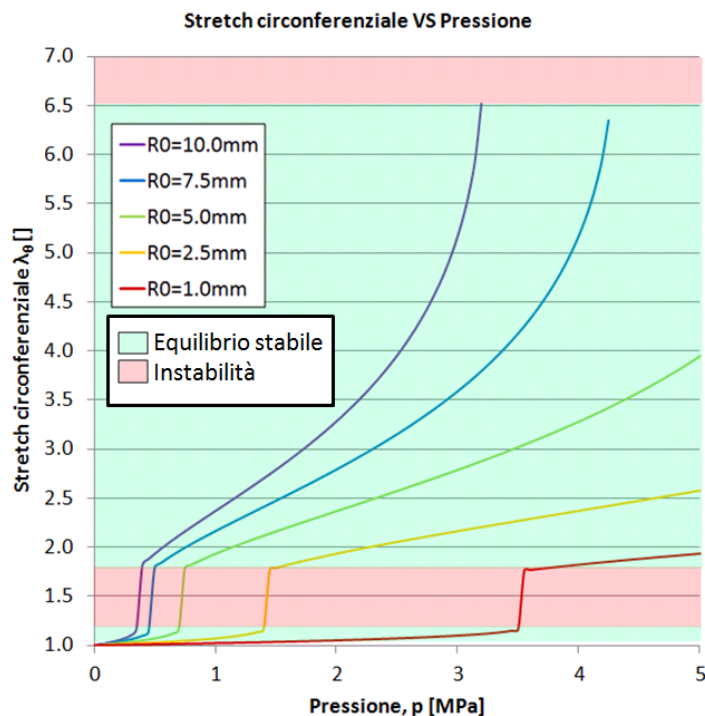
Ad un'analisi accurata, il comportamento osservabile nel **Grafico 4.20** suggerisce in realtà l'esistenza di un trend secondo cui l'entità del rilassamento diminuisce all'aumentare del livello di stretch imposto. La differenza tra le curve riportate è stata giudicata trascurabile rispetto alle stime per cui se ne prevede l'uso, ritenendo perciò l'ipotesi di viscoelasticità lineare complessivamente verificata.

I risultati descritti sono stati usati nella successiva fase di stima del comportamento meccanico alla scala del dispositivo.

#### 4.2.3. Risultati della caratterizzazione alla scala del dispositivo

I risultati relativi a questa fase dell'analisi saranno affrontati distinguendo i due casi descritti nel Paragrafo 3.5.

Balloon puramente iperelastico: Le soluzioni dell'equazione d'equilibrio (3.69) nell'ipotesi di *balloon* puramente iperelastico sono riportate nel **Grafico 4.21**: per facilitare il confronto tra i risultati ottenuti in corrispondenza dei diversi raggi iniziali, le soluzioni sono state riportate in termini di stretch circonferenziale.

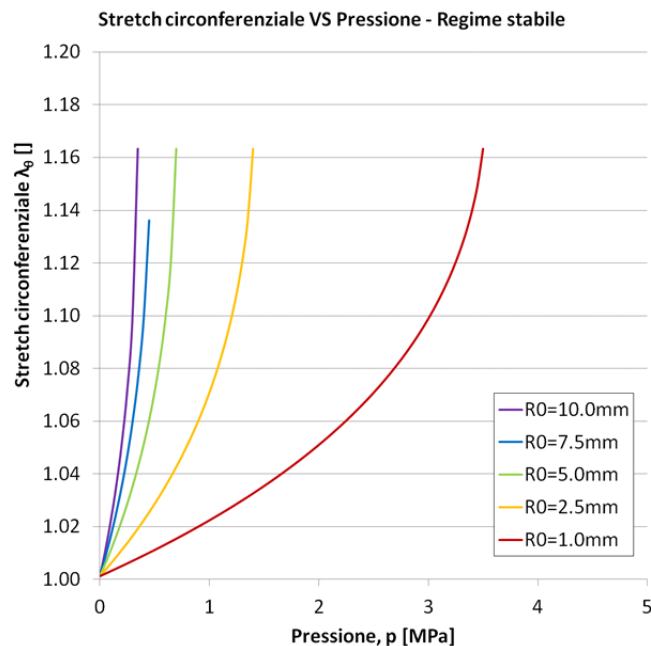


**Grafico 4.21:** Confronto tra le soluzioni dell'equazione d'equilibrio nel caso di *balloon* puramente iperelastico. L'area del grafico è stata divisa in zone di stabilità (verde) ed instabilità (rosso)

Nel **Grafico 4.21** la soluzione mostra un'alternanza tra regimi di equilibrio stabile (regione verde) ed insorgenza di instabilità (regione rossa). Per nessuno dei raggi iniziali scelti è stata riscontrata la possibilità di equilibrare interamente l'intervallo di pressioni previste senza incorrere nel fenomeno di instabilità. In particolare:

- per i primi tre valori di raggio iniziale (i.e., 1.0 mm, 2.5 mm, 5.0 mm), superata la prima instabilità, la seconda regione di equilibrio stabile consente di equilibrare i restanti valori di pressione;
- per i raggi iniziali maggiori (i.e., 7.5 mm e 10.0 mm) si assiste invece all'insorgere di un'ulteriore instabilità, rendendo impossibile l'equilibrio per valori di pressione superiori a 4.2 MPa e 3.2 MPa, rispettivamente.

Poiché l'applicazione cui si immagina destinato il dispositivo modellato richiede, per ragioni di sicurezza, che il raggio d'equilibrio del *balloon* sia sempre prevedibile in modo univoco, il verificarsi del primo fenomeno di instabilità è da considerarsi quale limite invalicabile in condizioni di servizio. Il **Grafico 4.22** mostra nel dettaglio la prima zona di completa stabilità del **Grafico 4.21**, consentendo di trarre conclusioni sulla portata di sicurezza suggerita da questa fase dell'analisi in corrispondenza di ogni raggio iniziale scelto.

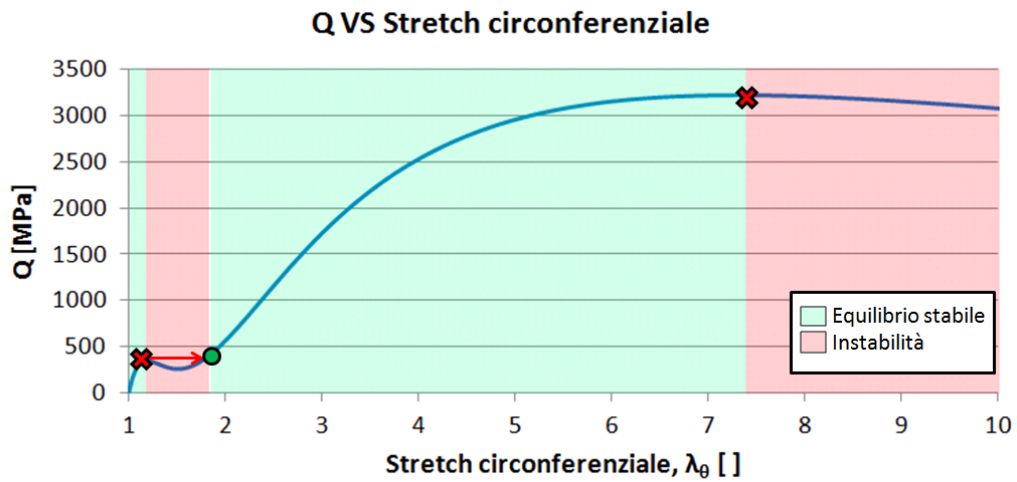


**Grafico 4.22:** Dettaglio della regione di stabilità dell'equilibrio estratta dal **Grafico 4.21**

Osservando il **Grafico 4.22** è possibile fare alcune osservazioni sui risultati ottenuti.

Per prima cosa, si osservi che, indipendentemente dal raggio iniziale scelto, tutte le soluzioni (eccetto quella corrispondente a  $R_0 = 7.5$  mm) incorrono nell'instabilità in corrispondenza dello stesso valore di stretch circonferenziale ( $\lambda_\theta \sim 1.16$ ). Questo fenomeno non è sorprendente e trova diretta giustificazione nella forma in cui è stata

presentata la soluzione implicita nel caso di *balloon* puramente iperelastico (Paragrafo 3.5). In particolare, definendo con  $Q(\lambda_\theta)$  il primo membro della (3.69) riformulato i funzione di  $\lambda_\theta$  piuttosto che di  $\varepsilon_\theta$ , è possibile analizzarne l'andamento facendo variare arbitrariamente lo stretch circonferenziale. Il risultato (consultabile nel **Grafico 4.23**) mostra quali valori possa assumere la quantità deputata ad equilibrare il termine noto della (3.69),  $p \frac{R_0}{t_0}$ : si osservi che, secondo definizione, l'andamento  $Q$  è stabilito univocamente dalla scelta dei parametri efficaci discussi nel Paragrafo 4.2.2, perciò le osservazioni che possono essere fatte sul suo andamento risultano indipendenti dalla scelta del raggio iniziale del *balloon*.



**Grafico 4.23:** Andamento del termine  $Q$ , nel quale si concentrano le incognite della (3.69), al variare dello stretch circonferenziale  $\lambda_\theta$ . I simboli rossi indicano l'ingresso in una zona di instabilità, quelli verdi l'ingresso in una regione di stabilità dell'equilibrio.

Poiché la soluzione dell'equazione (3.69) può essere interpretata come la ricerca delle radici della funzione  $S(\lambda_\theta)$ , definita come segue

$$S(\lambda_\theta) = Q(\lambda_\theta) - p \frac{R_0}{t_0} = 0 \quad (4.1)$$

fissati  $R_0$  e  $t_0$ ,  $S(\lambda_\theta)$  corrisponde esattamente alla funzione  $Q(\lambda_\theta)$  a meno di un *off-set* che, essendo proporzionale a  $p$ , trasla la curva raffigurata nel **Grafico 4.23** sempre più in basso, man mano che aumenta la pressione interna imposta. Questo significa che, quando l'andamento della pressione interna è monotono crescente (come immaginato nel caso in esame, Paragrafo 3.5), la stabilità dell'equilibrio è garantita solo se  $Q(\lambda_\theta)$  è a sua volta

monotono crescente. Per questa ragione, nel **Grafico 4.23** sono stati messi in evidenza i punti che delimitano il confine delle regioni di stabilità di  $Q(\lambda_\theta)$ , indicando

- in rosso i punti corrispondenti al venire meno della condizione di stabilità valida nel caso di pressioni interne monotone crescenti, corrispondenti ai massimi locali di  $Q(\lambda_\theta)$ ;
- in verde i punti oltre i quali si rientra nel regime di stabilità dell'equilibrio, che corrispondono ai valori  $\tilde{\lambda}_\theta$  per i quali si verificano contemporaneamente le seguenti condizioni

$$\begin{cases} \left. \frac{dQ}{d\lambda_\theta} \right|_{\tilde{\lambda}_\theta} > 0 \\ Q(\tilde{\lambda}_\theta) > \lambda_{c\_inst} \end{cases} \quad (4.2)$$

avendo indicato con  $\lambda_{c\_inst}$  il massimo locale che precede  $\tilde{\lambda}_\theta$  ed in corrispondenza del quale si è verificata l'instabilità.

A fronte di queste considerazioni è possibile riconoscere nei punti indicati in rosso nel **Grafico 4.23** i valori di  $\lambda_\theta$  in corrispondenza dei quali sono state riscontrate le instabilità in sede di analisi del **Grafico 4.21** e capire il motivo per cui essi siano indipendenti dal valore di  $R_0$ . Si osservi che i punti in cui le soluzioni del **Grafico 4.21** perdono stabilità e quelli indicati nel **Grafico 4.23** non coincidono esattamente per via della natura numerica del metodo di soluzione adottato per la (3.69). Infatti, i valori di pressione rispetto ai quali è stata calcolata la soluzione sono discreti, perciò a ridosso dell'ingresso nella regione di instabilità, l'ultimo valore di  $\lambda_\theta$  rientrato nel regime di stabilità può essere soggetto ad una moderata variabilità (come testimoniato anche nel **Grafico 4.22**).

La seconda osservazione suscitata dal **Grafico 4.22** riguarda il valore di pressione in corrispondenza del quale si verifica la prima instabilità: in accordo con quanto appena illustrato, è possibile dedurre che il valore  $p_c$  in corrispondenza del quale si verifica l'instabilità equivale a

$$p_c = \left( \frac{t_0}{R_0} \right) Q(\lambda_{c\_inst}) \quad (4.3)$$

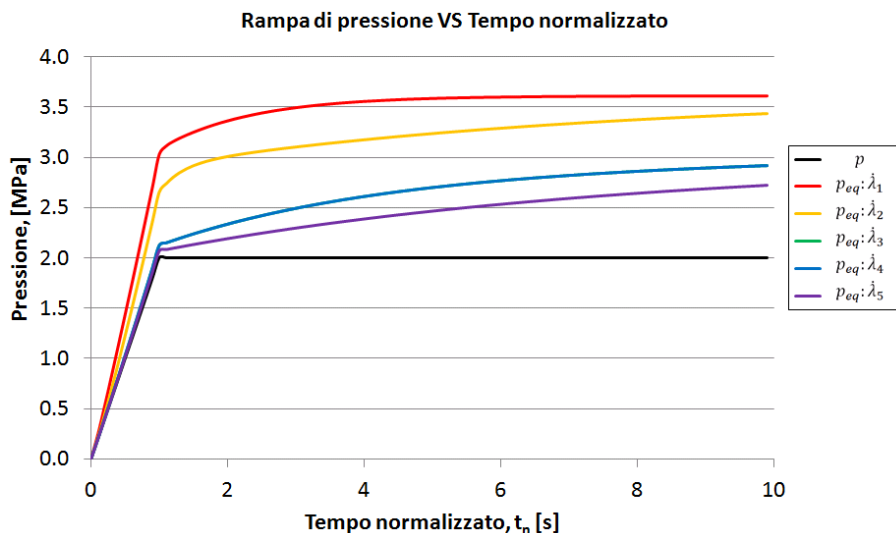
giustificando la relazione di proporzionalità inversa tra  $p_c$  ed  $R_0$  osservata nel **Grafico 4.22**. Per questa ragione, la portata massima definibile alla luce dei risultati nel caso di *balloon* iperelastico è fornita dalla scelta del minor  $R_0$ , (i.e., 1.0 mm), ed è pari a 3.5 MPa. Si

osservi infine che il valore critico di stretch circonferenziale associato all'insorgere dell'instabilità ( $\lambda_{c\_inst} = 1.16$ ) è più restrittivo del valore che, nel Paragrafo 4.2.2, era stato ottenuto quale limite di affidabilità della modellazione efficace del sistema substrato-interconnessione ( $\lambda_{c_\infty} = 1.18$ ), perciò da questo momento in avanti verrà fatto riferimento a  $\lambda_{c\_inst}$  per la definizione dei limiti delle condizioni di servizio.

Balloon viscoelastico: in accordo con quanto dichiarato nel Paragrafo 3.5, in questa fase si è scelto di calcolare la soluzione del problema descritto dalla (3.72) in corrispondenza di:

- un raggio iniziale pari a 1.0 mm;
- una rampa di pressione da 0 a 2 MPa, che corrisponde a meno del 60 % del valore critico riscontrato nella sezione precedente in presenza del raggio iniziale scelto;
- cinque valori di velocità di *inflation*, corrispondenti ai  $\dot{\lambda}_i$  testati nelle simulazioni STY e pari a [0.1, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0] MPa/s.

Secondo quanto specificato nel Paragrafo 3.5, la quantità  $\left(\frac{t_0}{R_0}\right) Q(t) = p_{eq}(t)$  assume nella (3.72) il ruolo originariamente ricoperto da  $p$  nella (3.69); nel **Grafico 4.24** si riporta un confronto tra  $p(t)$  e  $p_{eq}(t)$  al variare del tempo normalizzato  $t_n = t/T_{inflation}$ , che corrisponde ad un tempo fittizio normalizzato rispetto alla durata della rampa di pressione e per questo consente di confrontare i risultati per le diverse velocità di *inflation* previste.



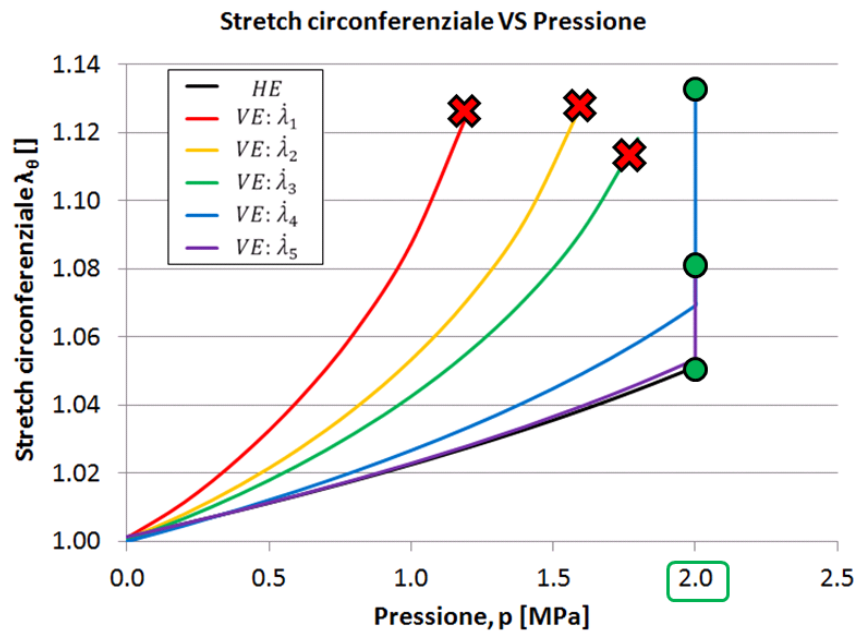
**Grafico 4.24:** Confronto tra la rampa di pressione imposta e le corrispondenti versioni viscoelastiche del termine noto della (3.72)



Nel **Grafico 4.24** è possibile osservare come l'aver introdotto la viscoelasticità mediante la procedura (3.71) implichi:

- in corrispondenza dell'andamento crescente della pressione imposta, un generale aumento della sollecitazione equivalente che deve essere equilibrato dalla membrana;
- un andamento crescente della sollecitazione equivalente anche durante la fase in cui la pressione imposta, in realtà, viene mantenuta costante.

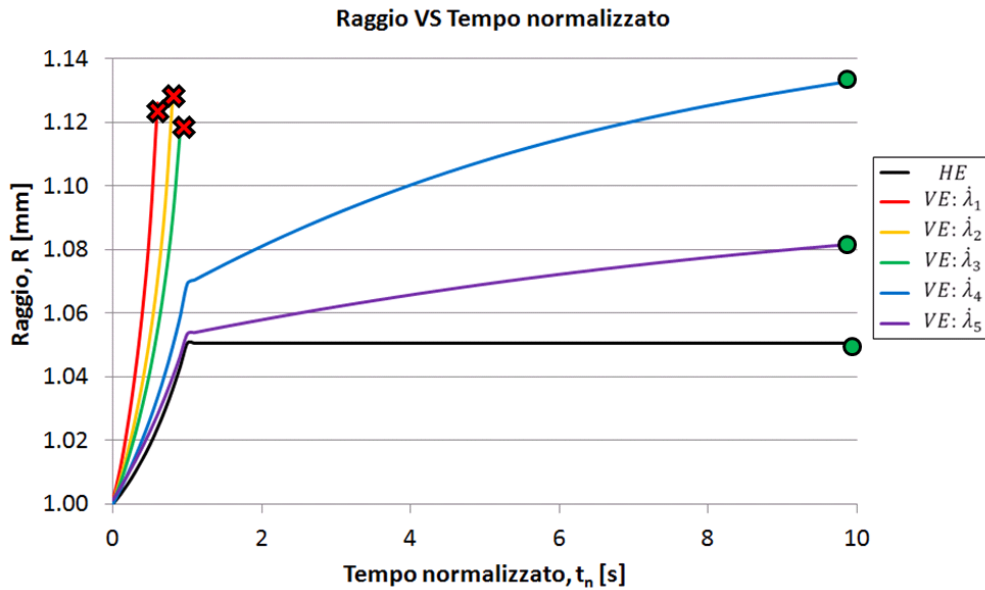
Nel **Grafico 4.25** è possibile osservare come questo si rifletta sui valori di stretch circonferenziale ottenuti risolvendo numericamente la (3.72): qui la soluzione iperelastica di riferimento è stata identificata con l'acronimo *HE*, mentre per le soluzioni viscoelastiche è stata adottata la sigla *VE*.



**Grafico 4.25:** Confronto tra le soluzioni dell'equazione d'equilibrio nel caso di *balloon* viscoelastico (*VE*) ed iperelastico (*HE*) in corrispondenza di  $R_0 = 1.0$  mm. La regione illustrata si limita al regime di stabilità della soluzione; l'ultimo punto di ogni curva è stato evidenziato in verde, se ad una condizione di equilibrio stabile, in rosso in caso contrario

Sebbene il massimo valore di pressione imposta fosse ampiamente inferiore rispetto al valore critico suggerito dall'analisi del *balloon* puramente iperelastico, il **Grafico 4.25** mostra come, al diminuire della velocità di *inflation*, il raggio d'equilibrio aumenti a parità di pressione imposta, entrando nella zona di instabilità per velocità di *inflation* comprese tra 0.1 MPa/s ed 1.0 MPa/s.

Inoltre, il **Grafico 4.25** mostra come le soluzioni viscoelastiche giunte con successo al termine della rampa di *inflation* manifestino una crescita dello stretch circonferenziale anche in assenza di variazioni di pressione: questi rami verticali sono indicativi del fenomeno di *creep* che il *balloon* è in questo caso in grado di descrivere in virtù dell'introduzione del legame viscoelastico e possono essere meglio analizzati se si osserva l'evoluzione nel tempo della soluzione, riportata nel **Grafico 4.26**.



**Grafico 4.26:** Confronto tra gli andamenti nel tempo dei raggi d'equilibrio nel caso del *balloon* viscoelastico (VE) ed iperelastico (HE). La regione illustrata si limita al regime di stabilità della soluzione; l'ultimo punto di ogni curva è stato evidenziato in verde, se ad una condizione di equilibrio stabile, in rosso in caso contrario

Poiché in corrispondenza dell'ultimo istante di tempo considerato nell'analisi (i.e.,  $10T_{inflation}$ ), la pendenza delle soluzioni viscoelastiche rimaste in regime di stabilità testimonia come esse non siano ancora giunte al corrispondente limite di lungo termine, i risultati riportati nel **Grafico 4.26** suggeriscono l'eventualità che, prolungando la durata della fase a pressione costante, anche queste possano incorrere nel fenomeno di instabilità dell'equilibrio per via del *creep*.

Il confronto tra le soluzioni ottenute nel caso iperelastico e le corrispondenti soluzioni viscoelastiche dimostrano che il valore di pressione critica predetto dal modello viscoelastico sottostima in modo significativo le condizioni di utilizzo in sicurezza del dispositivo, nel caso in cui esso sia caratterizzato da un viscoelasticità lineare descrivibile come previsto dal modello adottato in questa sezione.

## 5. DISCUSSIONE

### 5.1. Protocollo di caratterizzazione e risultati alla scala dei singoli costituenti

Il protocollo di caratterizzazione basato sui test di nanoindentazione si è dimostrato complessivamente soddisfacente nell'analisi del comportamento meccanico dei materiali che costituiscono l'accoppiamento Al-Durimide115A, dimostrando:

- *flessibilità*, perché, pur facendo riferimento sostanzialmente ad una sola tipologia di test (i.e., sequenze di carico, *Dwell* e scarico), ha consentito lo studio selettivo dei diversi contributi che caratterizzano i legami costitutivi scelti, semplicemente adattando di volta in volta la procedura di elaborazione dei dati sperimentali. Questo è possibile proprio perché le diverse fasi di una prova di nanoindentazione vedono prevalere, corrispondentemente, aspetti differenti del comportamento del materiale testato, consentendo in linea di principio l'estrazione di un numero significativo di informazioni sul suo legame costitutivo. D'altro canto, la tipologia di test ed il pattern di prova scelti continuano a rivestire un ruolo fondamentale nel garantire la selettività con cui i diversi contributi di un legame costitutivo possano essere messi in evidenza durante l'esperimento di nanoindentazione;
- *efficienza*, permettendo di eseguire i test in un numero di repliche significativo (16 test su campioni D115, 16 test su campioni AL-D115, oltre a numerosi test sui campioni AL) a fronte di un impiego minimo dei campioni a disposizione (in totale, 4 campioni);
- *affidabilità*, dal momento che i risultati ottenuti hanno consentito la realizzazione di un modello computazionale capace di cogliere, entro tolleranze giudicate accettabili, il comportamento del *bilayer* Al-Durimide115A sottoposto ad uno stato di sforzo triassiale.

Quest'ultima affermazione è avvalorata dai risultati del protocollo di validazione, che a sua volta è stato giudicato soddisfacente, permettendo di conservare la selettività anche in fase di valutazione dell'attendibilità dei risultati, e così di distinguere nello specifico i punti di forza e le criticità legate al protocollo di caratterizzazione scelto.

A tal proposito sono necessari alcuni commenti alle procedure adottate per lo studio del comportamento della Durimide115A.

Regime elastico: la caratterizzazione della componente elastica della PI si è limitata al regime elastico lineare, perciò è opportuno segnalare che la procedura di modellazione del legame costitutivo, così com'è stata presentata, dipende da un'informazione aggiuntiva che non proviene da un test di nanoindentazione, cioè la curva sforzo/deformazione fornita nel documento tecnico della Durimide115A. Per includere anche il regime elastico non-lineare tra le caratteristiche indagabili tramite il protocollo presentato, possono essere formulate due proposte principali:

- la prima consiste nel prevedere una prova di nanoindentazione sferica esattamente analoga a quella descritta per la caratterizzazione del regime lineare, sollecitando il materiale fino a raggiungere affondamenti maggiori, in particolare esplorando l'intero range di penetrazioni ammesso compatibilmente con le precauzioni previste per la caratterizzazione di un film sottile (perciò fino al 10% del suo spessore). In questo caso ci si attende che le pendenze di scarico manifestino un trend ben definito col variare del carico, in particolare un *softening*;
- la seconda proposta consiste nell'adozione di una procedura di fitting parametrico analoga a quella normalmente seguita da ABAQUS 6.11 nel valutare i parametri di un legame iperelastico sulla base di una prova di trazione monoassiale, ma con riferimento a una prova di nanoindentazione. A tal proposito, Lin e collaboratori [69] hanno proposto una serie di modelli analitici per l'elaborazione della curva di carico di un test di nanoindentazione, che definiscono la correlazione tra il carico e la penetrazione in forma parametrica rispetto alle costanti che caratterizzano un modello iperelastico: tra le relazioni proposte, è presente anche quella dedicata al modello van der Waals.

Infine, poiché le due proposte si riferiscono a due fasi diverse del test di nanoindentazione, nuovamente emerge la flessibilità di questa tipologia di prova sperimentale: le due procedure potrebbero essere infatti combinate, applicando la prima proposta alle fasi di scarico e la seconda a quelle di carico, abilitando immediatamente un reciproco riscontro rispetto all'attendibilità dei risultati.

Regime viscoelastico: la procedura di caratterizzazione proposta per lo studio del comportamento viscoelastico in presenza di fasi di carico non approssimabili a gradini di

Heaviside è in linea di principio un approccio efficiente, perché essendo di natura semi-analitica richiede risorse di calcolo molto limitate. Nonostante ciò, nell'ambito della presente analisi non si è dimostrato perfettamente affidabile, probabilmente a causa della non totale liceità delle ipotesi di lavoro:

- l'ipotesi di viscoelasticità lineare non è da considerarsi inficiata alla luce dei risultati sperimentali, dato che il **Grafico 4.11** ha mostrato come, anche in presenza di una tempo-dipendenza lineare nel tempo e nelle deformazioni per definizione (i.e., quella imposta al modello FEM), l'adozione di una particolare tipologia di prova possa riflettersi nelle modalità con cui il materiale esprime il proprio contributo viscoelastico, che può quindi assumere una dipendenza dal livello di sollecitazione, come osservato (Paragrafo 4.1.2). Una possibile criticità potrebbe piuttosto risiedere nella scelta di limitare la procedura di fitting ad un'unica fase di *Dwell*, scelta anch'essa abilitata dall'ipotesi di viscoelasticità lineare, ma forse fin troppo incurante delle variabilità intrinseche nei dati sperimentali: un'alternativa consiste nell'estendere la procedura alle restanti fasi di *Dwell*, facendo sorgere la necessità di ottenere soluzioni esplicite di  $h(t)$  in forma chiusa, come quella proposta nella (3.28). Nell'ambito dell'attività descritta questa possibilità non è stata presa in considerazione, per via della natura *ereditaria* dell'integrale di convoluzione: ciò che esprime l'equazione (3.17) è la particolare caratteristica di un materiale viscoelastico identificabile come *memoria della storia di sollecitazioni passate*. Una singola variazione istantanea nelle condizioni di carico del materiale attiva automaticamente tanti contributi quanti previsti dalla serie di esponenziali decrescenti, destinati ad influenzare la risposta meccanica complessiva in modo perpetuo, a partire da quell'istante (secondo il modello di Prony che, ovviamente, non riflette necessariamente la realtà fisica del comportamento viscoelastico in tutti i suoi aspetti). Questo significa che, sebbene per la prima fase di *Dwell* la soluzione esplicita del metodo delle trasformate di Laplace sia ancora sufficientemente semplice da prestarsi ad una procedura di fitting parametrico, lo stesso non è garantito per le successive, che saranno caratterizzate da un progressivo accumulo dei contributi espressi nella (3.28). Nonostante ciò, dato che l'efficacia di questo approccio non può essere messo in discussione a priori, la qui presente è da considerarsi un proposta meritevole d'attenzione;

- l'ipotesi di contatto elastico secondo il modello Hertziano rappresenta invece sicuramente la maggiore limitazione rispetto alla performance della caratterizzazione viscoelastica. Ricordando che la curva carico/affondamento ideale di un materiale elastico si caratterizza per la sovrapposizione delle fasi di carico e scarico (i.e.,  $h_r = 0$ ), mentre quella di un materiale perfettamente plastico esibisce una curva di scarico verticale (i.e.,  $h_r = h_t$ ), in letteratura si suggerisce di adottare il rapporto  $h_r/h_t$  come misura indicativa del grado di plasticità manifestato dal materiale durante la prova [70]. Nel caso delle indentazioni su D115, questa valutazione produce un valore pari a 55.4%, che corrisponde ad un livello di plasticità significativo [70]. L'uso di un indentatore sferico piuttosto che piramidale potrebbe attenuare l'insorgere di fenomeni di plasticità locale del materiale, riabilitando l'uso della soluzione (3.25) alla descrizione dei dati sperimentali lungo l'intera durata del test.

È possibile concludere tuttavia che nonostante le criticità appena discusse, i vantaggi associati all'uso della tecnica di nanoindentazione descritti in questo paragrafo ne provano l'attitudine alla caratterizzazione preliminare di materiali destinati ad applicazioni nell'ambito della *stretchable electronics*.

## 5.2. Modellazione e risultati alla scala dell'interconnessione

Il modello realizzato per studiare il comportamento alla scala dell'interconnessione è stato giudicato complessivamente soddisfacente, consentendo, come desiderato, sia di trarre conclusioni sulle potenzialità dell'accoppiamento Al-Durimide115A rispetto ai criteri di valutazione proposti nell'ambito della *stretchable electronics*, sia di caratterizzare le proprietà efficaci del sistema matrice-interconnessione, senza le quali, a causa della natura composita del materiale in analisi, non sarebbe stato possibile affrontare lo studio del comportamento meccanico alla scala del dispositivo con un modello semplificato come quello proposto nel Paragrafo 3.5.

Di seguito vengono affrontati nel dettaglio gli aspetti positivi e le criticità emerse dall'analisi della performance del modello SIU rispetto ad entrambi gli aspetti di interesse. Meccanismo di isolamento delle deformazioni: il protocollo di valutazione dell'efficacia dell'accoppiamento matrice-interconnessione si è dimostrato capace di mettere in risalto la diversa espressione dei fenomeni di distorsione planare e di torsione fuori dal piano in

funzione del substrato polimerico scelto per l'accoppiamento. In particolare, nell'ipotesi di adottare il protocollo per discriminare quale polimero scegliere, i risultati avrebbero decretato la superiorità del PDMS nel meccanismo rispetto al fenomeno di isolamento delle deformazioni. La performance riscontrata nel caso della Durimide115A è relativamente insoddisfacente:

- come mostrato nel **Grafico 4.12**, nel modello SIU-D115 la serpentina tende a deformarsi in modo solidale col substrato, provocando una diretta sollecitazione del metallo dell'interconnessione piuttosto che farsi carico della deformazione macroscopica attraverso il meccanismo di distorsione planare. Da questo punto di vista, la distanza relativa  $\Delta P_k$  presentata nel Paragrafo 3.5 si è dimostrata un parametro di valutazione efficace: essendo la sua definizione analoga a quella di un rapporto di allungamento,  $\Delta P_k$  favorisce un confronto immediato tra il livello di deformazione complessivo e quello che si manifesta individualmente a carico della struttura e del materiale;
- il protocollo di valutazione suggerisce inoltre che la Durimide115A non sia in grado di sfruttare efficacemente il fenomeno di torsione fuori dal piano. Tale risultato trova giustificazione in quanto suggerito in letteratura rispetto alla correlazione tra il fenomeno di torsione fuori piano e la differenza tra le rigidità dei materiali a contatto [7]: mentre nel caso del PDMS, si parla di una differenza di 4 o 5 ordini di grandezza rispetto al modulo di Young del metallo conduttore, nel caso in esame la Durimide115A ha una rigidità appena 16 volte inferiore a quella dell'Al, pertanto il corrispondente effetto di torsione fuori piano risulta notevolmente attenuato. In realtà, poiché la serpentina non giace su una superficie rigida, bensì su un supporto che a sua volta subisce deformazioni e spostamenti ortogonali al piano di deposizione dell'interconnessione, l'indice quantitativo adottato in questa fase della valutazione ( $u_z$ ) risulta comprensivo dello spostamento fuori piano del substrato e non può essere giudicato sufficientemente attendibile per trarre conclusioni quantitative sul fenomeno di torsione della serpentina. Si suggerisce pertanto la possibilità di definire un indice più esaustivo per valutare quantitativamente il fenomeno di distorsione fuori piano, utilizzando per esempio uno spostamento relativo rispetto al valor medio di  $u_z$  lungo la

serpentina oppure rispetto alla posizione dell'asse geometrico della struttura in configurazione deformata.

Protocollo di omogeneizzazione: la procedura di omogeneizzazione ha permesso di ottenere in modo relativamente semplice le proprietà efficaci del composito e sebbene ci si sia limitati all'indagine del comportamento macroscopico in un'unica direzione, essa può essere adottata in modo analogo per caratterizzare anche le restanti. Questo è un aspetto apprezzabile rispetto al materiale in esame, perché la presenza di un preciso pattern strutturale lungo il substrato è sicuramente fonte di anisotropia del comportamento complessivo del sistema matrice-interconnessione.

Le criticità che possono essere evidenziate rispetto alle tecniche di omogeneizzazione adottate riguardano soprattutto le ipotesi semplificative fatte circa la natura del legame costitutivo efficace del materiale: trascurare l'esistenza di un contributo di energia plastica nella modellazione del legame efficace è un'approssimazione lecita limitatamente alle casistiche in cui la natura irreversibile dell'incrudimento della serpentina non contribuisca in modo rilevante alla definizione della risposta meccanica complessiva. Nell'ambito di questo studio, le sollecitazioni di cui si è fatto uso a partire dal modello SIU in avanti sono caratterizzate dall'applicazione monotona di uno spostamento o di una pressione, perciò è ragionevole ritenere che l'approssimazione discussa sia valida. Nel caso in cui fossero state previste sollecitazioni ripetute o addirittura cicliche, probabilmente sarebbe stato necessario corredare il legame costitutivo del materiale omogeneo equivalente di una legge di incrudimento efficace, sull'esempio di quanto proposto da van-der Sluis [12] per la modellazione di materiali eterogenei viscoelastoplastici.

Un'ultima considerazione riguarda la modellazione delle interazioni tra i materiali costituenti: sebbene in fase di caratterizzazione sperimentale dell'accoppiamento non siano stati riscontrati fenomeni associabili ad eventi di delaminazione, l'ipotesi di perfetta adesione tra i due materiali risulta certamente limitante rispetto all'affidabilità del modello nel predire correttamente il comportamento meccanico reale. Questa semplificazione si riflette su entrambi gli aspetti già affrontati:

- da un lato non permette di stabilire con certezza se il comportamento manifestato dal PDMS in fase di valutazione dell'efficacia dell'accoppiamento abbia effettivamente valore fisico, perché è probabile che in presenza di torsioni così accentuate si verifichi una delaminazione della serpentina. Questo significa che



l'ipotesi di perfetta adesione semplifica l'analisi ma minaccia l'affidabilità del protocollo di valutazione dell'accoppiamento;

- d'altro canto, l'assenza di un appropriato fenomeno di danneggiamento si aggiunge alla mancanza di dati sperimentali di riferimento rispetto al comportamento meccanico alla scala dell'interconnessione, rendendo impossibile la definizione di un criterio attendibile per stabilire un limite di affidabilità del sistema matrice-interconnessione che, come sottolineato da Hsu [25], dovrebbe essere basato sulla garanzia della completa reversibilità del comportamento del composito.

Per questa ragione, si suggeriscono quali possibili sviluppi futuri a supporto della modellazione del comportamento meccanico alla scala dell'interconnessione:

- l'esplicita modellazione dell'interfaccia tra substrato polimerico e serpentina, quale entità dotata di una propria rigidità, nonché di un opportuno modello di danneggiamento. In questo senso, l'uso di elementi coesivi si è dimostrato promettente secondo la letteratura [42] e potrebbe essere adottato a fronte di una caratterizzazione delle proprietà di adesione tra i due materiali mediante prove sperimentali di scratch;
- la validazione del modello SIU così affinato a fronte di un'opportuna campagna sperimentale, nella quale sia possibile riprodurre studiare in modo selettivo il comportamento meccanico nelle condizioni di sollecitazione tipiche della scala d'osservazione dell'interconnessione. A questo proposito, in letteratura sono riportati una serie di esempi di macchine di prova miniaturizzate adatte alla trazione monoassiale di film sottili [71]: le ridotte dimensioni di queste attrezzature consentono talvolta l'integrazione con tecniche di microscopia elettronica a scansione, abilitando l'analisi *in-situ* dei fenomeni meccanici di dimensione caratteristica paragonabile a quella dell'interconnessione [72].

### **5.3. Modellazione e risultati alla scala del dispositivo**

La modellazione alla scala del dispositivo si basa su un modello semplificato, risolvibile mediante un metodo semianalitico e per questo è caratterizzata da una limitata richiesta di risorse di calcolo.

Inoltre, si segnala come i risultati riportati nel Paragrafo 4.2.3 abbiano dimostrato l'importanza dell'introduzione del contributo viscoelastico nel modello del *balloon*: il fatto

di aver dato importanza alla componente viscoelastica lungo tutte le scale di osservazione rappresenta la novità principale dell'attività presentata rispetto alle modellazioni proposte in letteratura per i materiali di stretchable electronics.

I risultati riportati nel **Grafico 4.25** e nel **Grafico 4.26** mostrano evidentemente come, rispetto all'applicazione interventistica immaginata, trascurare la componente viscoelastica del materiale potrebbe condurre ad una stima completamente errata del raggio d'equilibrio del catetere espandibile e del valore critico di pressione oltre cui il *balloon* rischia di incorrere nel fenomeno di instabilità dell'equilibrio.

La strategia con cui il contributo viscoelastico è stato introdotto nel problema dell'equilibrio dell'elemento di membrana costituisce una proposta apprezzabile perché, sfruttando le proprietà delle trasformate di Laplace, essa ha consentito di trasferire il contributo viscoelastico nel termine noto dell'equazione d'equilibrio, abilitando di fatto la formulazione di un problema equivalente nel quale, piuttosto che essere in presenza di un materiale viscoelastico sottoposto ad una pressione costante nel tempo, si può immaginare di essere nuovamente in presenza di un materiale puramente iperelastico, ma sollecitato da una pressione interna che cresce nel tempo con andamento tipico del fenomeno di *creep* (**Grafico 4.24**).

Sebbene il metodo risolutivo proposto non fornisca una soluzione esplicita equivalente alla (4.3) per il calcolo del corretto valore di pressione critica, i risultati suggeriscono che il dimensionamento delle pressioni interne da imporre in sede di servizio debba essere subordinata alla corretta valutazione del fenomeno di *creep* e delle tempistiche di intervento. Nonostante ciò, non possono essere aggiunte ulteriori considerazioni di ordine clinico: tentare di stabilire sulla base dei risultati ottenuti in quali condizioni sia indicato l'uso dell'accoppiamento Al-Durmid115A sarebbe inappropriato, vista la completa assenza di dati osservazioni sperimentali a supporto dell'affidabilità del modello.

In questo senso, l'attività presentata è da considerarsi come uno studio preliminare atto alla valutazione delle prestazioni dei materiali di stretchable electronics, nel quale è stata esplorata con successo la possibilità di integrare metodi di caratterizzazione e modellazione di diversa natura (sperimentale, computazionale, analitica) in un approccio multiscala che consenta di selezionare di volta in volta la tecnica di indagine più efficace in ragione della dimensione caratteristica del fenomeno in analisi.

Inoltre, si osservi che sebbene l'approccio presentato in questa sede sia monodirezionale e proceda dalla caratterizzazione dei singoli costituenti verso la modellazione del dispositivo (*bottom-up*), esso si presta naturalmente al percorso duale (*top-down*). Alla luce dei risultati del modello semianalitico viscoelastico, infatti, è possibile, ad esempio, calcolare l'andamento nel tempo degli sforzi circonferenziali corrispondenti alla pressione interna imposta; quest'informazione rappresenta la condizione al bordo locale al RVE corrispondente alle condizioni di sollecitazione remote e quindi coincide con quello stato di sollecitazione che non si era capaci di stimare a priori, imponendo la ricerca di un'alternativa, identificata nelle condizioni periodiche. Poter studiare il comportamento del modello SIU rispetto a condizioni al bordo più aderenti alla reale sollecitazione locale consentirebbe di attribuire un valore aggiunto all'analisi del comportamento meccanico della serpentina.

Da un punto di vista biomedico, il valore di questa attività risiede nella possibilità di formulare una versione equivalente del materiale composito substrato-interconnessione, che, in virtù della recuperata omogeneità costitutiva, ne facilita la modellazione in fase di dimensionamento del dispositivo e delle due condizioni di servizio: questa possibilità ha un impatto significativo alla luce della crescente importanza assunta dalla stretchable electronics in campo biomedicale.

## 6. BIBLIOGRAFIA

- [1] S. P. Lacour, «Soft and elastic circuits for electronics anywhere, not just everywhere,» *PerAdaMagazine*, 2010.
- [2] D. P. J. Cotton, I. M. Graz e S. P. Lacour, «A Multifunctional Capacitive Sensor for Stretchable Electronic Skin,» *IEEE Sensors Journal*, vol. 9, pp. 2008-2009, 2009.
- [3] M. Ying, A. P. Bonifas e N. Lu, «Silicon nanomembranes for fingertip electronics,» *Nanotechnology*, vol. 23, p. 344004, 2012.
- [4] D.-H. Kim, N. Lu e R. Ghaffari, «Materials for Multifunctional Balloon Catheters with Capabilities in Cardiac Electrophysiological Mapping and Ablation Therapy,» *Nature Materials*, vol. 10, pp. 316-323, 2011.
- [5] D. Lipomi, M. Vosgueritchian e B. Tee, «Skin-like pressure and strain Sensors Based on Transparent Elastic Films of Carbon Nanotubes,» *Nature Nanotechnology*, vol. 6, pp. 788-792, 2011.
- [6] J. A. Rogers, A. J. Baca e J.-H. Ahn, «Semiconductor wires and ribbons for high-performance flexible electronics,» *Angewandte Chemie International Edition*, vol. 47, pp. 5524-5542, 2008.
- [7] Y.-Y. Hsu, M. Gonzalez e F. Bos, «The Effects of Encapsulation on Deformation Behavior and Failure Mechanisms of Stretchable Interconnects,» *Thin Solid Films*, vol. 519, p. 2225–2234, 2011.
- [8] T. Li, Z. Huang e Z. Suoa, «Stretchability of Thin Metal Films on Elastomer Substrates,» *Applied Physics Letters*, vol. 85, n. 16, pp. 3435-3437, 2004.
- [9] Y.-Y. Hsu, M. Gonzalez e F. Bossuyt, «Polyimide-Enhanced Stretchable Interconnects: Design, Fabrication and Characterization,» *IEEE Transactions of Electron Devices*, vol. 58, n. 8, pp. 2680-2688, 2011.
- [10] D.-H. Kim, Z. Liu e Y.-S. Kim, «Optimized Structural Design for Stretchable Silicon Integrated Circuits,» *Small*, vol. 5, n. 24, pp. 2841-2847, 2009.
- [11] A. Anthoine, «Derivation of the in-plane elastic characteristics of masonry through homogenization theory,» *International Journal of Solids and Structures*, vol. 32, n. 2, pp. 137-163, 1995.
- [12] O. van der Sluis, P. Schreurs e W. Brekel, «Overall Behaviour of Heterogeneous Elastoviscoplastic Materials: Effect of Microstructural Modelling,» *Mechanics of Materials*,

vol. 32, pp. 449-462, 2000.

- [13] A. C. Fischer-Cripps, *Introduction to Contact Mechanics*, New York: Springer, 2007.
- [14] R. Smit, W. Brekelmans e H. Meijer, «Prediction of the large-strain mechanical response of heterogeneous polymer systems] local and global deformation behaviour of a representative volume element of voided polycarbonate,» *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 47, pp. 201-221, 1999.
- [15] P. Whiting, A. W. Rutjes e J. Reits, «The development of QUADAS: a tool for the quality assessment of studies of diagnostic accuracy included in systematic reviews,» *BMC Medical Research Methodology*, vol. 3, 2003.
- [16] C. E. Ferrante do Amaral e B. Wolf, «Current development in non-invasive glucose monitoring,» *Medical Engineering & Physics*, vol. 30, n. 5, p. 541-549, 2008.
- [17] J. A. Dvorak, «The application of atomic force microscopy to the study of living vertebrate cells in culture,» *Methods*, vol. 29, n. 1, p. 86-96, 2003.
- [18] H. Anhalt e N. Bohannon, «Insulin Patch Pumps, Their Development and Future in Closed-Loop Systems,» *Diabetes Technologies and Therapeutics*, vol. 12, n. 1, pp. 51-58, 2010.
- [19] S. Patel, K. Lorincz e R. Hughes, «Analysis of Feature Space for Monitoring Person with Parkinson's Disease with Application to a Wireless Wearable Sensor System,» in *Proceedings of the 29th Annual International Conference of the IEEE EMBS*, Lyon, France, 2007.
- [20] Z. Suo, J. Vlassak e S. Wagner, «Micromechanics of Macroelectronics,» *China Particuology*, vol. 3, n. 6, pp. 321-328, 2005.
- [21] R. A. Lujan e R. A. Street, «Flexible X-Ray Detector Array Fabricated With Oxide Thin-Film Transistors,» *IEEE Electron Device Letter*, vol. 33, n. 5, pp. 688-690, 2012.
- [22] D.-H. Kim e J. Viventi, «Dissolvable films of silk fibroin for ultrathin conformable bio-integrated electronics,» *Nature Materials*, pp. 1-7, 2010.
- [23] D.-H. Kim, N. Lu e Y. Huang, «Materials for stretchable electronics in bioinspired and biointegrated devices,» *Materials research Society Bulletin*, vol. 37, pp. 226-235, 2012.
- [24] H. Tuller, *Flexible Electronics: Materials and Applications*, New York: Springer Science+Business, 2009.
- [25] Y.-Y. Hsu, M. Gonzalez e F. Bossuyt, «The effect of pitch on deformation behavior and the stretching induced-failure of a polymer-encapsulated stretchable circuit,» *Journal of Micromechanics and Microengineering*, vol. 20, p. 075036, 2010.

- [26] S. Tadigadapa e K. Mateti, «Piezoelectric MEMS sensors, state-of-the-art and perspectives,» *Measurement Science and Technology*, vol. 20, 2009.
- [27] V. Rochus, *Finite Element Modelling of Strong Electro-Mechanical Coupling in MEMS*, Liège: Université de Liège, 2006.
- [28] P. Adrega e S. P. Lacour, «Stretchable gold conductors embedded in PDMS and patterned by photolithography: fabrication and electromechanical characterization,» *Journals of Micromechanics and Microengineering*, vol. 20, p. 055025, 2010.
- [29] S. P. Lacour, J. Jones, Z. Suo e S. Wagner, «Design and Performance of Thin Metal Film Interconnects for Skin-Like Electronic Circuits,» *IEEE Electron Device Letters*, vol. 25, n. 4, pp. 179-181, 2004.
- [30] D. P. J. Cotton, I. M. Graz e S. P. Lacour, «Stretchable Touch Sensitive keypad,» *Procedia Chemistry*, vol. 1, pp. 152-155, 2009.
- [31] J. A. Rogers e D.-H. Kim, «Stretchable Electronics: Materials Strategies and Devices,» *Advanced Materials*, vol. 20, pp. 4887-4892, 2008.
- [32] G. Ruschau, S. Yoshikawa e R. Newnham, «Resistivities of Conductive Composites,» *Journal of Applied Physics*, vol. 72, n. 3, pp. 953-959, 1992.
- [33] S. P. Lacour, J. Jones e S. Wagner, «Stretchable Interconnects for Elastic Electronics Surfaces,» *Proceedings of the IEEE*, vol. 93, n. 8, pp. 1459-1467, 2005.
- [34] H. Lee, D.-Y. Khang e J. Rogers, «Mechanical Buckling: Mechanics, Metrology and Stretchable Electronics,» *Advanced Functional Materials*, vol. 18, pp. 1-11, 2008.
- [35] Y. Kim, H. Cheng e J. Wu, «An analytical model of strain isolation for stretchable and flexible electronics,» *Applied Physics Letters*, vol. 98, 2011.
- [36] J. Rogers, D.-H. Kim e Y.-S. Kim, «Ultrathin Silicon Circuits With Strain-Isolation Layers and Mesh Layouts for High-Performance Electronics on Fabric, Vinyl, Leather, and Paper,» *Advanced Materials*, vol. 21, p. 3703–3707, 2009.
- [37] M. Gonzalez, F. Axisa e M. Vande, «Design of metal interconnects for stretchable electronic circuits,» *Microelectronics Reliability*, vol. 48, p. 825–832, 2008.
- [38] K. May, «<http://www.stella-project.de/>,» [Online].
- [39] A. Deis, «<http://www.place-it-project.eu/>,» [Online].
- [40] K. Marent, «<http://www2.imec.be/>,» [Online].

- [41] O. van der Sluis, R. Engelen e P. Timmermans, «Numerical analysis of delamination and cracking phenomena in multi-layered flexible electronics,» *Microelectronics Reliability*, vol. 49, p. 853–860, 2009.
- [42] O. van der Sluis, P. Timmermans e E. van der Zanden, «Analysis of the three-dimensional delamination behavior of stretchable electronics applications,» in *Electronic Components and Technology Conference*, 2008.
- [43] W. Brocks, «Computational Fracture Mechanics,» *Encyclopedia of Aerospace Engineering*, pp. 1-14, 2010.
- [44] M. Elices, G. Guinea e J. Gomez, «The Cohesive-Zone Model: Advantages, Limitations and Challenges,» *Engineering Fracture Mechanics*, vol. 69, pp. 137-163, 2002.
- [45] C. Shet e N. Chandra, «Analysis of Energy Balance When Using Cohesive Zone Models to Simulate Fracture Processes,» *Journal of Engineering Materials and Technology*, vol. 124, pp. 440-450, 2002.
- [46] M. R. VanLandingham, «Review of Instrumented Indentation,» *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology*, vol. 108, n. 4, pp. 249-265, 2003.
- [47] W. Oliver e G. Pharr, «Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology,» *Journal of Materials Research*, vol. 19, n. 1, pp. 3-18, 2004.
- [48] D. C. Jones, Nanomechanics characterization of high temperature polymer matrix composite resin: PMR-15 Polyimide, Univesity of Kentucky Master's Thesis, 2009.
- [49] Zienkiewicz, *The Finite Element Method, Volume 2: Solid Mechanics*, Oxford: Butterworth-Heinemann, 2000.
- [50] G. Huang e H. Lu, «Measurement of Young's relaxation modulus using nanoindentation,» *Mechanics of Time-Dependent Materials*, vol. 10, pp. 229-243, 2006.
- [51] B. Bhushan, *Springer Hand-Book of Nano-Technology*, Berlino: Springer-Verlag, 2010.
- [52] N. Lu, *Mechanics of Hard Films on Soft Substrates*, Harvard University: Tesi di Dottorato, 2009.
- [53] Y. Huang, F. Zhang e K. Hwang, «A model of size effects in nano-indentation,» *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 54, p. 1668–1686, 2006.
- [54] M. A. Meyers, P.-Y. Chen e A. Li, «Biological materials: Structure and mechanical properties,» *Progress in Materials Science*, vol. 53, p. 1–206, 2008.

- [55] I. Jager e P. Fratzl, «Mineralized Collagen Fibrils: A Mechanical Model with a Staggered Arrangement of Mineral Particles,» *Biophysical Journal*, vol. 79, p. 1737–1746, 2000 .
- [56] J. Qu e M. Cherkaoui, *Fundamentals of Micromechanics of Solids*, New Jersey: John Wiley & Sons, 2006.
- [57] T. Zineb, A. Sedrakianb e J. Bil, «An original pure bending device with large displacements and rotations for static and fatigue tests of composite structures,» *Composites*, vol. 34, pp. 447-458, 2003.
- [58] A. Fischer-Cripps, *The IBIS Handbook of Nanoindentation*, Forestville: Fischer-Cripps Laboratories Pty Ltd, 2005.
- [59] A. Fischer-Cripps, «Critical review of analysis and interpretation of nanoindentation test data,» *Surface & Coatings Technology*, vol. 200, p. 4153–4165, 2006.
- [60] P. Dyke, *An Introduction to Laplace Transforms and Fourier Series*, London: Springer-Verlag, 2002.
- [61] H. Kilian, «An interpretation of the strain-invariants in largely strained networks,» *Colloid & Polymer Science*, vol. 263, pp. 30-34, 1985.
- [62] FUJIFILM, «Polyimide 100 Series Brochure,» *Technical Product Information*.
- [63] D. S. SIMULIA, «ABAQUS Analysis User Manual,» in *ABAQUS 6.11 Documentation*, 2011.
- [64] J. Connors e J. Wojak, «Percutaneous transluminal angioplasty for intracranial atherosclerotic lesions: evolution of technique and short-term results,» *Journal of Neurosurgery*, vol. 91, n. 3, pp. 415-23, 1999.
- [65] M. Saab, «Applications of High-Pressure Balloons in the Medical Device Industry,» *Medical Device & Diagnostic Industry Magazine*, 2000.
- [66] I.-K. Lin, K.-S. Ou e Y.-M. Liao, «Viscoelastic Characterization and Modeling of Polymer Transducers for Biological Applications,» *Journal of Microelectromechanical Systems*, vol. 18, n. 5, pp. 1087-1999, 2009.
- [67] Z. Chen e S. Diebels, «Modelling and parameter re-identification of nanoindentation of soft polymers taking into account effects of surface roughness,» *Computers and Mathematics with Applications*, vol. 64, p. 2775–2786, 2012.
- [68] J. Shi e G. Moita, «The post-critical analysis of axisymmetric hyper-elastic membranes by the finite element method,» *Computer methods in applied mechanics and engineering*, vol. 135, pp. 265-281, 1996.



- [69] D. C. Lin, «Spherical indentation of soft matter beyond the Hertzian regime: numerical and experimental validation of hyperelastic model,» *Biomechanics and Modeling in Mechanobiology*, vol. 8, n. 345-358, 2009.
- [70] C. A. Tweedie e K. J. Van Vliet, «Contact creep compliance of viscoelastic material via nanoindentation,» *Journal of Material Research*, vol. 21, n. 6, pp. 1576-1589, 2006.
- [71] C. Malhaire, M. Ignat e K. Doghech, «Realization of thin film specimens for microtensile tests,» in *The 14th International Conference on Solid-State Sensors, Actuators and Microsystems*, Lyon, 2007.
- [72] V. Stirba, «<http://www.kammrath-weiss.com>,» Kammrath & Weiss GmbH. [Online].