

DISPOSITIVI ORGANICI-INORGANICI A FILM SOTTILI

IV.1 Deposizione e cristallizzazione di a-Si:H su substrati polimerici

Terminata la caratterizzazione dei materiali polimerici selezionati, la fase successiva è stata la deposizione e successiva cristallizzazione di uno strato di silicio amorfo sui substrati in precedenza analizzati.

Le deposizioni, realizzate mediante tecnica PECVD, sono state effettuate presso il centro di ricerche ENEA di Portici (NA), nostro partner nel progetto di ricerca MICROPOLYS. Il centro è dotato di un impianto Multicamera ad Ultra Alto Vuoto per deposizione tramite Plasma Enhanced Chemical Vapour Deposition (PECVD) e per Irraggiamento di film sottili, denominato Multichamber System MC5000 della Elettrovara S.p.A. di Torino (vedi fig. 1).

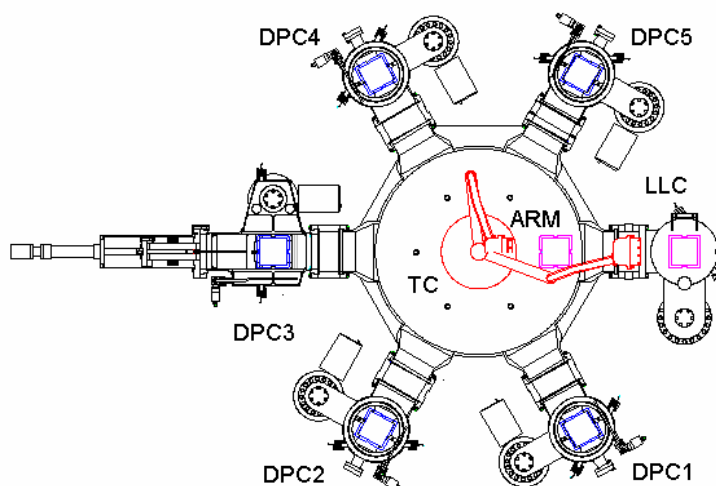


Fig.1 - Multichamber System MC5000

L'impianto è stato installato all'interno di una "Clean Room" (vedi fig. 2 e 3) ove avvengono preparazione e processamenti di materiali aventi applicazione nei settori fotovoltaico e microelettronico.

A causa della destinazione d'uso, che richiede la realizzazione di efficaci strutture micrometriche, è indispensabile che tutta l'aria degli ambienti di lavoro sia filtrata e privata del pulviscolo normalmente presente, mantenendo al tempo stesso livelli di umidità e di temperatura controllati.



Fig. 2



Fig. 3

L'adesione dello strato di silicio amorfo sul substrato polimerico è stata determinata sia mediante la tecnica dello strappo, consistente nel far aderire un pezzo di nastro adesivo al film e quindi nel rimuoverlo velocemente, sia mediante il metodo così detto 'Sebastian five', che consiste nell'incollare la testa di un chiodino alla superficie del film e quindi nel visualizzare lo sforzo necessario per il distacco dal substrato.

Una volta depositato lo strato di silicio amorfo è stato cristallizzato mediante irraggiamento via laser. Il processo di cristallizzazione è stato realizzato con un nuovo laser ad eccimeri (Xe-Cl a 308nm) ad alta energia "Hercules-L" (vedi fig. 4), un prototipo laser progettato interamente dai ricercatori ENEA, con un'energia massima in uscita di 10 Joule, una durata d'impulso di 120ns, una velocità massima di ripetizione di 10 Hz.

Le dimensioni del beam spot sono di 100 mm x 70 mm. I campioni, irradiati in aria a temperatura ambiente, sono stati alloggiati su un tavolo a controllo computerizzato con una accuratezza di posizione di 1 μ m, per ottenere un irraggiamento uniforme sull'intera superficie.

Il fascio laser è stato focalizzato sul campione attraverso un omogeneizzatore di fascio laser (vedi fig. 5) per ottenere un profilo alto del raggio di 100 mm x 13 mm. Il sistema di omogeneizzazione permette

il controllo in continuo della densità di energia nel range tra 120 e 1200 mJ/cm².

Questo controllo accurato dei parametri di processo garantisce la flessibilità richiesta per la cristallizzazione del a-Si senza danneggiare il substrato polimerico.



Fig. 4 - Laser Hercules



Fig. 5 - Omogeneizzatore di fascio laser

Esperimenti preliminari di ricristallizzazione di silicio amorfo depositato mediante tecnica PECVD su un substrato di PEI hanno messo in evidenza l'immediata volatilizzazione dello strato di silicio per effetto dell'irraggiamento sebbene i valori di densità di energia fossero stati mantenuti entro i limiti determinati dalla modellazione matematica del processo, tesa ad evidenziare i parametri adatti a minimizzare la propagazione del fronte energetico nel substrato.

Tale fenomeno può essere attribuito a due cause, che probabilmente agiscono in concomitanza: la presenza di idrogeno derivante dalla deposizione PECVD influenza sicuramente in maniera negativa le operazioni di ricristallizzazione. Alle elevate temperature necessarie per ottenere la cristallizzazione del silicio si determina una improvvisa ed esplosiva volatilizzazione dell'idrogeno presente nello strato di silicio. Un altro aspetto è relativo alla possibilità di propagazione dell'energia irradiata nello strato di polimero organico. In questo caso si potrebbe determinare la decomposizione degli strati di polimero all'interfaccia con il silicio. I prodotti della decomposizione termica dei polimeri organici sono di natura volatile, e determinerebbero un fenomeno di rapido distacco dello strato di silicio sovrastante. Per superare questi problemi sono state apportate alcune modificazioni al processo [11].

Prima della deposizione del silicio amorfo, si è proceduto alla deposizione preliminare di uno strato di ossido di silicio [32] avente duplice funzione di barriera termica, a protezione del substrato plastico durante il trattamento laser di ricristallizzazione, e di garantire una superficie liscia per la deposizione dello strato successivo.

Un ulteriore miglioramento del processo, al fine di prevenire un serio danneggiamento del film di a-Si:H, dovuto al processo di irradiazione e all'elevato contenuto di idrogeno nei film, è stato procedere ad una

deidrogenazione [26] preliminare realizzata mediante irradiazione del film con una densità di energia nell'intervallo 120–160mJ/cm².

La procedura di deidrogenazione realizzata sui campioni è stata la stessa per ogni substrato: impulsi irradianti multipli (> 100) ad un valore di densità di energia sufficientemente basso da prevenire l'inizio del processo di cristallizzazione. Senza lo step di deidrogenazione, il peeling del film durante la cristallizzazione è stato osservato. Durante la successiva cristallizzazione, solo un singolo impulso per densità di energia è stato applicato.

La temperatura di deposizione ottimale è stata determinata basandosi sulle informazioni fornite dall'analisi termo-meccanica dei substrati, mentre i valori di pressione e densità di energia sono stati quelli standard per la deposizione di silicio amorfo di elevata qualità [33].

IV.2 Deposizione e cristallizzazione di a-Si:H su PET trattato

Un primo film sottile di SiO₂ (spessore 1µm) è stato depositato sul substrato polimerico mediante Plasma Enhanced-Chemical Vapour

Deposition (PECVD) ad una pressione di 600mTorr e con una potenza RF (radio frequency) di 5W [27].

Successivamente un film sottile di silicio amorfo (a-Si:H) avente uno spessore di 100nm è stato depositato mediante PECVD sullo strato di SiO₂. Il gas di processo è costituito da SiH₄ puro ad una pressione di 750 mTorr e con una potenza di RF pari a 3W. La velocità di crescita del film è approssimativamente di 1.4 Å/sec.

La temperatura di deposizione sia per SiO₂ che a-Si:H è stata di 120°C. In tabella 1 sono riassunte tutte le condizioni operative dei processi di deposizione.

Tabella 1- Condizioni operative deposizioni su PET

Substrate	Pressure [torr]		Power [W]		PECVD Dep. Temperature [°C]
	SiO _x	a-Si:H	SiO _x	a-Si:H	
PET	0.6	0.75	5	3	120

Prima del processo di cristallizzazione si è proceduto alla preliminare deidrogenazione. Per i film sul substrato di PET, la densità di energia per la deidrogenazione è stata nell'intervallo 120 – 140mJ/cm².

Nella successiva cristallizzazione, il valore minimo di densità di energia per un'uniforme cristallizzazione è stato valutato pari a 160mJ/cm².

E' possibile cristallizzare films con valori di energia maggiori ma deve essere fatto attraverso un processo step by step con incrementi di densità di energia al massimo di $10\text{mJ}/\text{cm}^2$ per ogni step, partendo dal valore minimo; in caso contrario, usando direttamente valori più elevati di densità di energia, i film risultano danneggiati non appena si superano i $180\text{mJ}/\text{cm}^2$. Questo fenomeno è probabilmente dovuto alla bassa temperatura di deposizione (120°C) che determina stress interni nel film. Il risultato finale è stato abbastanza soddisfacente; il PET non ha mostrato deformazioni a causa del processo ed ha conservato le caratteristiche di trasparenza. In fig. 6 è riportata una foto del substrato di PET successivamente alla deposizione del film di silicio amorfo. Nella zona in alto a sinistra è possibile intravedere la piccola zona ($5\text{mm}\times 5\text{mm}$) sottoposta a cristallizzazione.

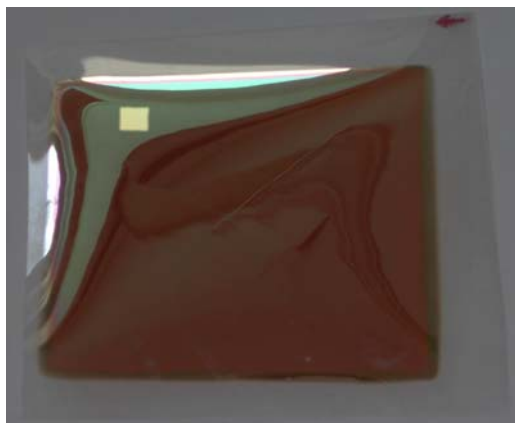
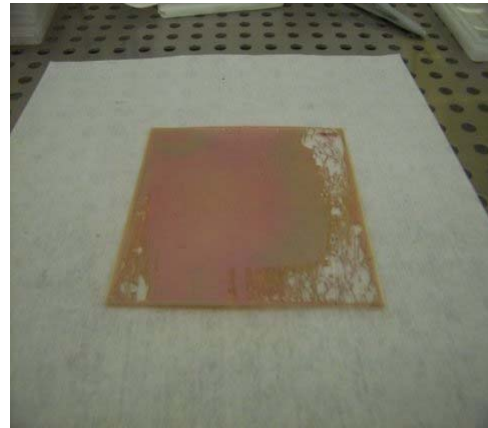
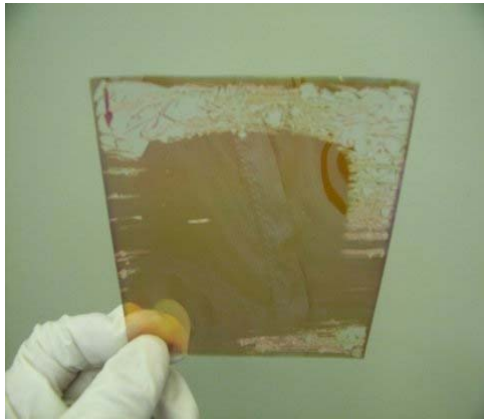


Fig. 6 - Silicio policristallino su PET

La verifica dell'adesione dello strato di silicio amorfo sul substrato di PET non ha, invece, avuto buon esito. I campioni hanno evidenziato,

infatti, una spontanea delaminazione nel tempo degli strati inorganici dal substrato polimerico, nonostante la presenza dello strato intermedio di ossido di silicio, come è possibile osservare nelle seguenti immagini:



Per superare questo inconveniente si è pensato alla deposizione di silani come promotori d'adesione tra il substrato polimerico e il successivo film inorganico da crescere su di esso. Il trattamento prevede l'attivazione della superficie, la deposizione del silano con relativa reazione sul substrato e la successiva deposizione del film inorganico.

IV.3 Deposizione di silano quale promotore di adesione

I silani assolvono alla funzione di promotori di adesione in quanto presentano una struttura bipolare in grado di creare punti di saldatura in un sistema binario organico – inorganico. Hanno la seguente formula generale:



nella quale

X = gruppo organico funzionale [ad es. vinilico, ammino, epossidico etc.] che va a legarsi al componente organico (PET nel nostro caso);

$(OCH_3)_3$ = gruppo alcossico [metossi, etossi, etc.] che dopo un pre-trattamento di idrolisi per la formazione di silanolo va a legarsi al componente inorganico (SiO_2 nel nostro caso).

Il silano che si vuole depositare è un “Glicidossipropiltrimetossisilano” (denominazione commerciale A187) nel quale l'estremità funzionale X è costituita da un gruppo epossidico, ragion per cui si è pensato ad un trattamento di attivazione del PET che consentisse di arricchire la

superficie del polimero di siti carbossilici in grado di poter interagire con la funzionalità epossidica.

L'attivazione superficiale del PET è stata realizzata mediante un trattamento di funzionalizzazione chimica in soluzione che prevedeva i seguenti step:

1. idrolisi per immersione dei campioni in una miscela di 0.25 N di NaOH e acetonitrile (1:1; v/v) sotto agitazione a 60°C per 18h;
2. lavaggio con acqua sotto agitazione a 23°C (3 volte per 10min);
3. ossidazione per immersione in una soluzione di KMnO_4 in 1.2 N H_2SO_4 (5g/100ml) per 1h a 60°C con agitazione;
4. lavaggio con 6N HCl per 15min a 23°C sotto agitazione;
5. lavaggio con acqua a 23°C sotto agitazione (2 volte per 10min).

Al termine del trattamento, per verificarne l'efficacia, sono state effettuate sia sul campione tal quale, sia su quello funzionalizzato, delle misure di tensione superficiale.

Da letteratura, infatti, risulta che un polimero non trattato superficialmente presenta un valore di tensione superficiale intorno ai 30dynes/cm mentre un polimero che ha subito in buon trattamento superficiale presenta un valore di tensione superficiale compreso tra i 38 - 40dynes/cm. Per le misure di tensione superficiale è stato utilizzato preliminarmente uno "Standard Test Ink Kit" della SOFTAL

ELECTRONIC costituito da un set di flaconcini contenenti soluzioni a diversi valori di tensione superficiale in un range da 30 – 72dynes/cm.

Disponendo un sottile strato di soluzione con valore di tensione superficiale noto sulla superficie del campione e valutando attraverso osservazione visiva il tempo di contrazione dei bordi si può effettuare una misurazione della tensione superficiale del campione in esame.

La misura effettuata sul PET non funzionalizzato, pur nella sua parziale accuratezza, ha presentato una evidente semplicità ed ha permesso di valutare un valore di tensione superficiale compreso tra i 30 – 34dynes/cm in accordo con quanto previsto in letteratura. La prova effettuata sul campione di PET trattato superficialmente, invece, si è rivelata tutt'altro che semplice in quanto, a causa di un parziale assorbimento superficiale, non si registrava una netta differenziazione nel comportamento delle diverse soluzioni di misura. Una prima ipotesi formulata attribuisce tale fenomeno ad un trattamento eccessivamente incisivo. Ne consegue che si è stabilito di effettuare la funzionalizzazione in condizioni più blande eliminando, cioè, lo step di ossidazione con soluzione di KMnO_4 e 1.2 N H_2SO_4 e riducendo contestualmente anche la durata dello step di idrolisi con soluzione 0.25 N NaOH + Acetonitrile (1:1; v/v).

La verifica dell'ipotesi formulata è tutt'ora in corso anche attraverso misurazioni di angolo di contatto e tensione superficiale del PET prima e dopo il trattamento di funzionalizzazione. In caso di esito positivo, una volta accertata l'efficacia del trattamento, si procederà immediatamente con la deposizione del silano e del successivo strato inorganico con le relative necessarie verifiche atte a determinare l'efficienza del silano quale promotore d'adesione. Tali prove sono previste nel prosieguo del progetto di ricerca MICROPOLYS.

IV.4 Deposizione e cristallizzazione di a-Si:H su AryLite™

Ancora una volta si è proceduto ad una preliminare deposizione di uno strato di SiO₂ (spessore 1µm) a protezione del substrato. La deposizione mediante PECVD è avvenuta ad una pressione di 600mTorr e con una potenza RF di 5W.

Successivamente un film sottile di silicio amorfo (a-Si:H) avente uno spessore di 100nm è stato depositato mediante PECVD sullo strato di SiO₂. Il gas di processo è costituito da SiH₄ puro ad una pressione di 750 mTorr e con una potenza di RF pari a 3W. La velocità di crescita del film è approssimativamente di 1.4 Å/sec.

La temperatura di deposizione sia per SiO₂ che a-Si:H è stata di 220°C. In tabella 2 sono riassunte tutte le condizioni operative dei processi di deposizione.

Tabella 2 - Condizioni operative deposizioni su AryLite™

Substrate	Pressure [torr]		Power [W]		PECVD Dep. Temperature [°C]
	SiO _x	a-Si:H	SiO _x	a-Si:H	
AryLite™	0.6	0.75	5	3	220

La deidrogenazione è stata condotta nell'intervallo 120 – 150mJ/cm². Nella successiva cristallizzazione il valore minimo di densità di energia

per una uniforme cristallizzazione è stato $190\text{mJ}/\text{cm}^2$, mentre il massimo valore utilizzabile senza danneggiare i film è $220\text{mJ}/\text{cm}^2$. In questo caso è preferibile utilizzare un processo a doppio step: un primo impulso al valore minimo di densità di energia ($190\text{mJ}/\text{cm}^2$) ed un secondo impulso con densità di energia maggiore. In fig. 7 è riportata una foto del substrato di AryLite™ successivamente alla deposizione del film di silicio amorfo. Come nel caso del PET, il substrato ha conservato le proprietà di trasparenza ma presenta una deformazione maggiore dovuta presumibilmente alla presenza di un livello maggiore di stress interni indotti dal processo. A differenza del PET, invece, l'AryLite ha evidenziato anche ottime caratteristiche di adesione dovute probabilmente all'elevato grado di addentaggio meccanico del film di SiO_2 alla superficie sufficientemente scabra del polimero raggiunto grazie alla maggiore temperatura di deposizione (220°C per AryLite, 120°C per il PET) consentita dalla migliore stabilità termica dell' AryLite rispetto al PET.



Fig.7 - Silicio policristallino su AryLite

IV.5 Simulazione del comportamento meccanico di un multistrato organico – inorganico

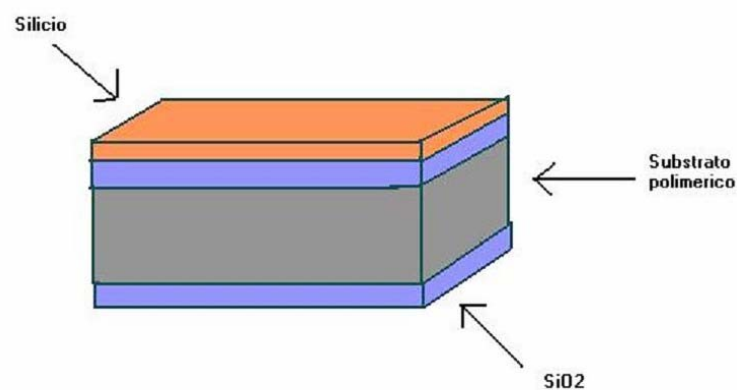
Verificato il buon esito del processo di deposizione dei film sottili inorganici sul substrato polimerico, nell'ambito dell'ottimizzazione e lo sviluppo delle prestazioni di dispositivi parzialmente polimerici, è stata avviata un'attività di collaborazione con il dott. Michele Meo dell'Università di Cranfield (United Kingdom) finalizzata allo sviluppo di un modello per la simulazione del comportamento meccanico di un dispositivo multistrato organico – inorganico.

La simulazione di tale comportamento attraverso modellazione potrebbe risultare utile per la risoluzione delle seguenti problematiche:

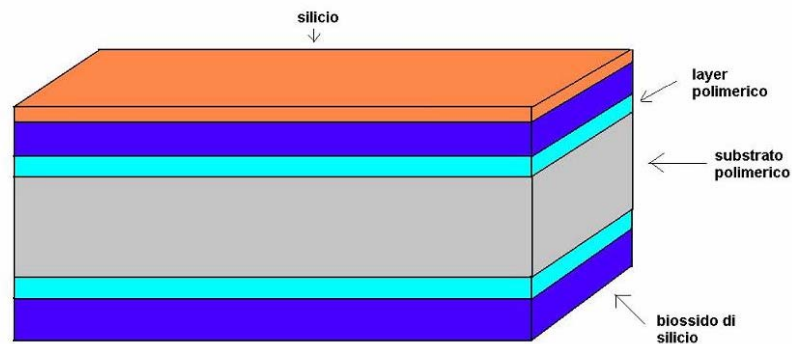
1. valutazione degli stati tensionali all'interfaccia;
2. valutazione del comportamento a flessione e conseguente determinazione della deformazione massima a rottura dello strato di materiale conduttivo (poli-Si);
3. valutazione della eventuale necessità di un “*bond-layer*” organico o inorganico con la funzione di rilassare le tensioni all'interfaccia determinate dai diversi coefficienti di espansione termica degli strati a contatto;

4. valutazione della storia termo-meccanica del dispositivo per la determinazione dell'effetto delle elevate temperature di processo che potrebbero indurre notevoli deformazioni dei materiali.

La geometria del dispositivo da studiare è definibile come a lastre piane e parallele. Le dimensioni globali del dispositivo sono state assunte dell'ordine dei 10 x 10 cm. Nell'ambito della definizione di un preliminare programma di lavoro, si è ritenuto opportuno procedere step by step partendo da una configurazione iniziale del multistrato quanto più semplice ai fini della modellazione meccanica, cioè un dispositivo così costituito nell'ipotesi di interfaccia perfetta (gli spessori sono puramente indicativi):



Il passo successivo prevede l'analisi di una configurazione più complessa con l'introduzione dello strato polimerico per la riduzione delle tensioni all'interfaccia:



L'ultimo e conclusivo step riguarda l'analisi della storia termomeccanica del dispositivo (punto 4) viste le tante difficoltà che tale valutazione comporta e per le quali si richiede una futura definizione delle opportune modalità operative.

L'affidabilità di tali dispositivi è strettamente collegata alle proprietà di frattura dei film estremamente sottili e fragili che li compongono, ragion per cui una piena conoscenza del loro comportamento meccanico in risposta sia ai carichi termomeccanici in fase di processo, sia ai carichi prevedibili in fase di utilizzazione, e la determinazione delle proprietà di adesione all'interfaccia risultano essenziali.

Il primo passo in questo senso è stato determinare le proprietà meccaniche dei diversi layer. Per quanto riguarda i substrati polimerici, ove possibile, come nel caso dell'AryLite™, sono state utilizzate le informazioni già raccolte in fase di caratterizzazione preliminare del materiale, mentre per quanto riguarda il PET si è proceduto ad una analisi meccanica in entrambe le direzioni di stiro.

Sono state eseguite prove a trazione al dinamometro meccanico INSTRON 4204 utilizzando una cella di carico di 1kN ed una velocità della traversa di 25mm/min. Come dettato dalla norma di riferimento ASTM D 882 – 02a per la determinazione delle proprietà meccaniche di film sottili, sono stati preparati provini aventi un tratto utile di lunghezza pari a 250mm e larghezza 10 mm.

Le curva stress–strain rappresentative del comportamento meccanico del campione di PET nelle due direzioni principali sono riportate in fig. 7 e 8. Dalla pendenza del tratto lineare iniziale in cui il materiale presenta comportamento elastico reversibile è stato valutato il modulo elastico E , pari rispettivamente a 4.013GPa e 3.733GPa nelle due direzioni di stiro, mentre seguendo il comportamento del materiale fino a rottura se ne è valutato il relativo carico σ_R che è risultato praticamente coincidente nelle due direzioni. Il PET esibisce un tipico comportamento plastico.

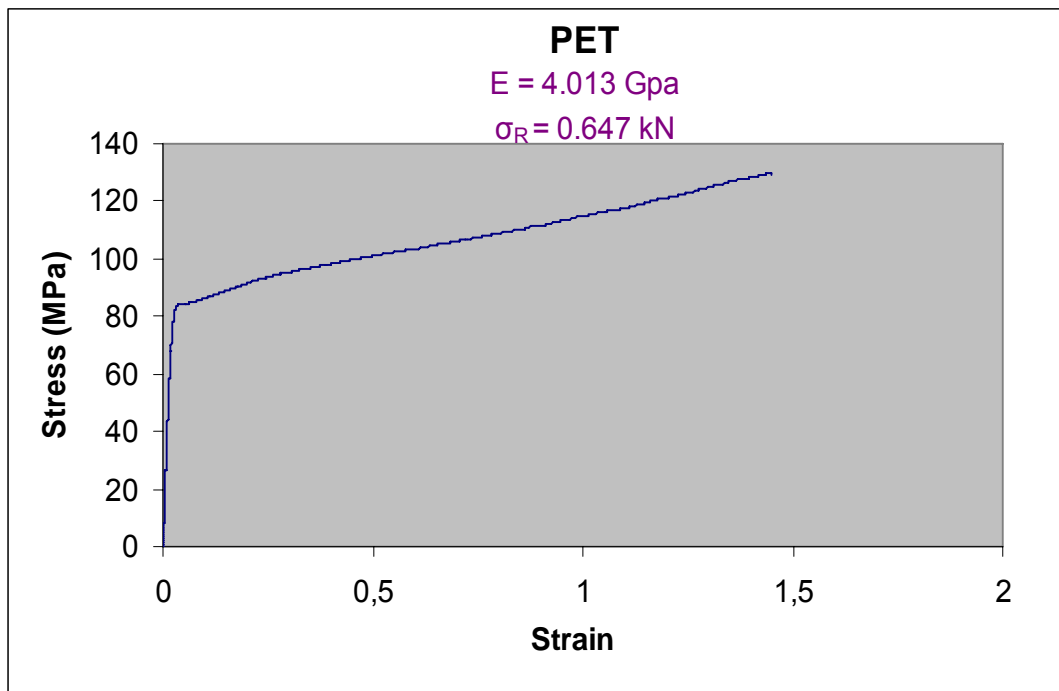


Fig. 7

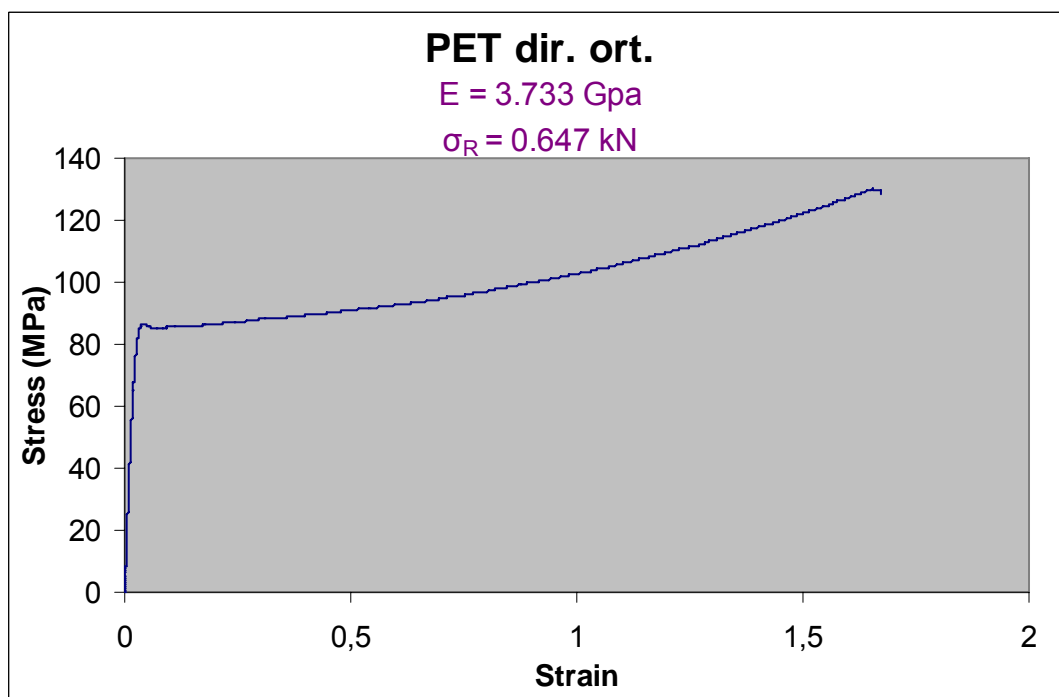


Fig. 8

Per quanto riguarda, invece, la determinazione delle proprietà meccaniche dello strato barriera di SiO_2 e dello strato semiconduttivo di

silicio policristallino, non è stato possibile utilizzare i metodi di analisi convenzionali a causa degli spessori sub-micronici dei film. Pertanto si è fatto ricorso a metodi di misura alternativi tra i quali la Nanoindentazione e lo Scratching Test che si sono sempre più affermate negli ultimi anni quali tecniche, su scala micro e nanometrica, per la valutazione delle proprietà meccaniche e strutturali dei materiali nonché per la comprensione dei fenomeni interfacciali su tali scale di grandezza.

IV.5.1 Nanoindentazione

Il termine “nanoindentazione” si riferisce a tecniche di indentazione utilizzate per determinare proprietà meccaniche a partire da volumi molto piccoli di materiale. In un comune esperimento di indentazione, una punta di geometria nota viene fatta penetrare in direzione normale dentro la superficie di un materiale, applicando ad essa un carico crescente fino ad un valore massimo predefinito P_{Max} .

Il carico viene poi gradualmente ridotto fino al parziale o completo rilassamento del materiale.

Il modulo elastico e la durezza di un rivestimento possono essere determinati dalla curva carico-profondità di penetrazione. In fig. 9 è riportata la tipica curva che si ottiene dalla prova di indentazione.

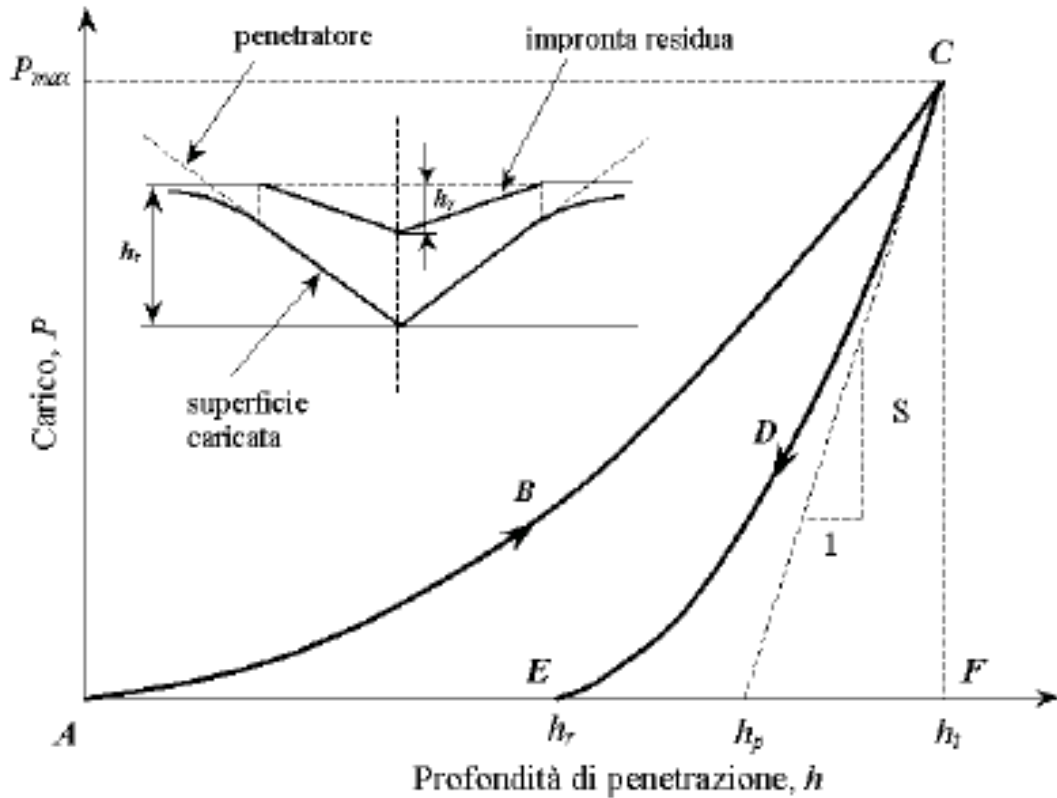


Fig. 9 - curva carico-profondità di penetrazione ottenuta da una prova di nanoindentazione

Durante la fase di carico, curva ABC in figura, la profondità di penetrazione h è data dalla somma della componente elastica e di quella plastica. Al punto C, dove il carico P è massimo, la penetrazione totale è indicata con h_t . Durante la fase di scarico, curva CDE, si ha il ritorno elastico sia del materiale a contatto con il penetratore che di quello della zona circostante e la profondità residua è pari ad h_r . Da un punto di vista

energetico l'area ABCF in fig. 9 rappresenta il lavoro Wt dato dalle forze esterne durante la fase di carico, l'area EDCF rappresenta il lavoro We dato dal ritorno elastico del materiale deformato, di conseguenza l'area ABCDE, che può essere ottenuta per differenza dalle aree precedenti, coincide con il lavoro Wr irreversibile che ha causato la deformazione permanente del provino.

I rapporti Wr / Wt e h_r / h_t vengono utilizzati per descrivere il comportamento elastoplastico del materiale durante l'indentazione.

Il modulo elastico può essere determinato con la procedura originariamente proposta da Loubet et al. [28] e da Doerner e Nix [29] e successivamente sviluppata da Oliver e Pharr [30]. Essa si basa sull'analisi elastica, proposta da Sneddon [31], del contatto di un punzone su un semispazio infinito. Nell'analisi si è ipotizzato che l'area di contatto fra il penetratore e il provino resti costante quando inizia la fase di scarico. La pendenza della curva carico-profondità di penetrazione allo scarico è data dalla seguente relazione

$$S = \frac{dP}{dh} = \alpha E_r \sqrt{A}$$

dove S rappresenta la rigidezza del contatto fra il penetratore e il provino, A è la proiezione dell'area di contatto, E_r è il modulo elastico ridotto ed α è una costante che è pari a $2/\sqrt{\pi}$ per penetratori

assialsimmetrici [31] e 1.167 per penetratori Berkovich [34]. Il modulo elastico ridotto, che tiene conto sia del contributo del penetratore che del provino, è espresso come

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_f^2}{E_f}$$

dove E_f e ν_f sono il modulo di Young ed il coefficiente di Poisson del rivestimento (film) ed E_i e ν_i sono le analoghe quantità del penetratore (indenter). Essendo, in generale, note le proprietà elastiche del penetratore, da una prova di durezza è possibile determinare unicamente il rapporto $E_f / (1 - \nu_f^2)$.

La relazione esistente fra la profondità di penetrazione e la proiezione dell'area di contatto è espressa mediante la seguente equazione

$$A = k h_p^2$$

dove h_p è la profondità di penetrazione effettiva definita in fig. 9 e k è una costante che vale 24.5 per penetratori Berkovich e Vickers.

Oliver e Pharr [30], avendo osservato che il ritorno elastico sul contorno della superficie di contatto risulta inferiore rispetto alla zona centrale (vedi fig. 9), hanno proposto di correggere il valore della profondità di penetrazione effettiva nel modo seguente

$$h'_p = h_p - 0.25(h_t - h_p)$$

Per determinare il modulo elastico è quindi necessario che il carico massimo applicato sia tale da produrre una deformazione permanente sulla superficie del rivestimento.

Pur non essendo i valori del modulo elastico, determinati dalle prove di indentazione, influenzati dal valore di h [29] e quindi dal valore del carico massimo, la profondità di penetrazione non deve eccedere il 10-25% dello spessore del rivestimento, altrimenti i risultati risultano influenzati dalle proprietà del substrato [35].

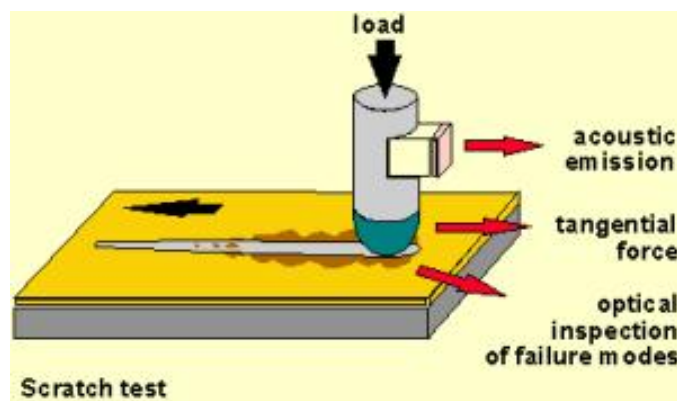
La durezza H , essendo espressa dal rapporto fra il carico massimo applicato e la proiezione dell'area di contatto, nel caso di un penetratore Berkovich risulta pari a

$$H = \frac{P_{\max}}{A} = \frac{P_{\max}}{24.5(h_p')^2}$$

E' da osservare che tutti i punti della curva $P-h$ ottenuti durante la fase di carico possono essere utilizzati per determinare la durezza. Pertanto è possibile evidenziare, con una sola prova, l'influenza della profondità di penetrazione sulla durezza.

IV.5.2 Scratch Test

Il Micro Scratch Test è una tecnica ideale per la caratterizzazione delle proprietà meccaniche superficiali dei ricoprimenti e dei film sottili, quali l'adesione, la fragilità, la deformazione. La sua capacità di caratterizzare il sistema film/substrato e di quantificare parametri come la forza d'attrito e la forza di adesione, mediante l'applicazione di diversi metodi complementari, la rende uno strumento insostituibile nella ricerca, e nel controllo di qualità di materiali.



Lo scratch test consiste nel produrre uno stress all'interfaccia tra il ricoprimento e il substrato. Questo si effettua premendo una punta, metallica o diamantata (Rockwell), in direzione normale alla superficie del campione con un carico costante o crescente. Contemporaneamente il campione viene mosso a velocità costante e lo stress che ne deriva all'interfaccia provoca la delaminazione del ricoprimento. Il carico minimo al quale si registra un fenomeno di delaminazione o scheggiatura viene

chiamato “Carico Critico” (L_c). I dati relativi al carico critico vengono poi utilizzati nella quantificazione delle proprietà di adesione del film. Vengono inoltre misurati la forza normale, la forza tangenziale o forza di attrito e la profondità di penetrazione della punta. Questi parametri, assieme all’emissione acustica, danno un quadro completo del sistema film/substrato da analizzare.

IV.5.3 Caratterizzazione nanotribologica di SiO₂ e a-Si:H

Le prove sono state effettuate nel SURFACE NanoLab della HYSITRON Inc. ad Hueckelhoven (Germania), utilizzando un HYSITRON TRIBOSCOPE®, una strumentazione per test nanomeccanici ad elevata risoluzione capace di operare nella duplice modalità di nanoindentazione e scratching.

Per le prove è stato utilizzato un “cube-corner indenter” diamantato avente un modulo elastico $E = 1140\text{GPa}$ ed un rapporto di Poisson $\nu = 0.07$. Purtroppo al momento della preparazione dei campioni per le prove nanotribologiche, non è stato possibile procedere alla ricristallizzazione del silicio amorfo depositato a causa dell'indisponibilità del laser ad eccimeri. L'analisi è stata condotta, dunque, sui seguenti campioni:

- un campione di solo substrato AryLite™ (spessore 100 μm);
- un campione di composito a strati (2*2 cm) per analisi lato a-Si-H;
- un campione di composito a strati (2*2 cm) per analisi lato SiO₂.

Al momento, sul lato SiO₂ sono stati eseguiti solo test di nanoindentazione.

I campioni, sia per le prove di nanoindentazione che di scratch, sono stati fissati con un collante speciale sull'apposito piano dello strumento.

Sono stati condotti diversi test con carichi massimi applicati rispettivamente di 100 μ N, 200 μ N, 400 μ N, 800 μ N e 1600 μ N.

Nei test di nanoindentazione, il carico è stato incrementato con una velocità costante fino ad un valore di picco predefinito e mantenuto a quel valore per un certo tempo, dopodichè il carico è stato ridotto con la stessa velocità.

Nella figura seguente viene riportato un esempio di un programma di carico seguito nel corso di uno dei test:



Figura 10 - Indentation-Loadfunction

Il test di scratch è stato effettuato, invece, applicando un carico normale massimo di 1000 μ N. Il programma di carico eseguito è riportato nelle

figure seguenti insieme allo spostamento unidirezionale del piano di alloggio del campione nel corso del test.

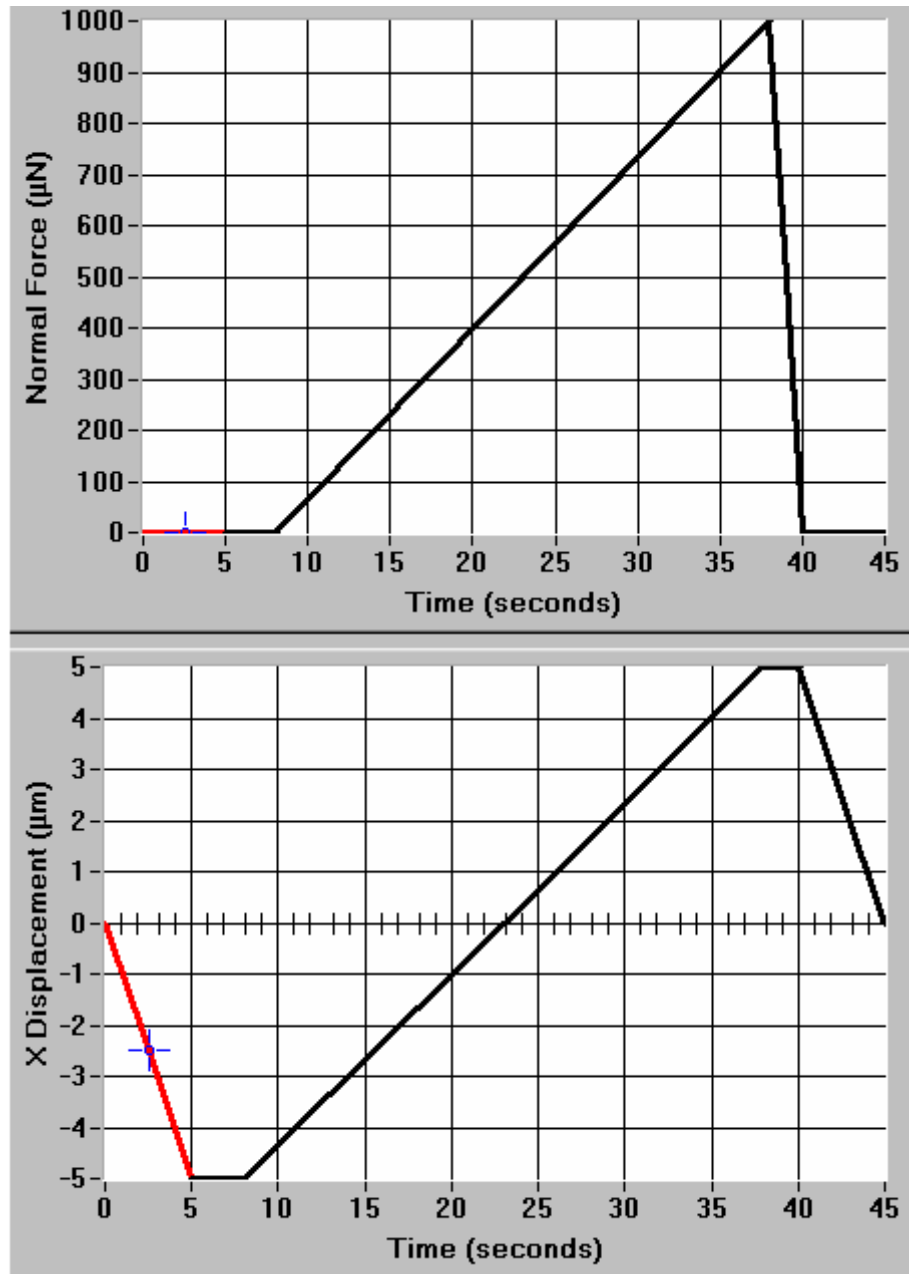


Fig. 11 - scratch-Loadfunction

I risultati delle prove di nanoindentazione, per i diversi carichi massimi applicati, effettuate sul a-Si:H + substrato (definito in figura “coated”),

nella tipica curva carico-profondità di penetrazione, sono di seguito presentati:

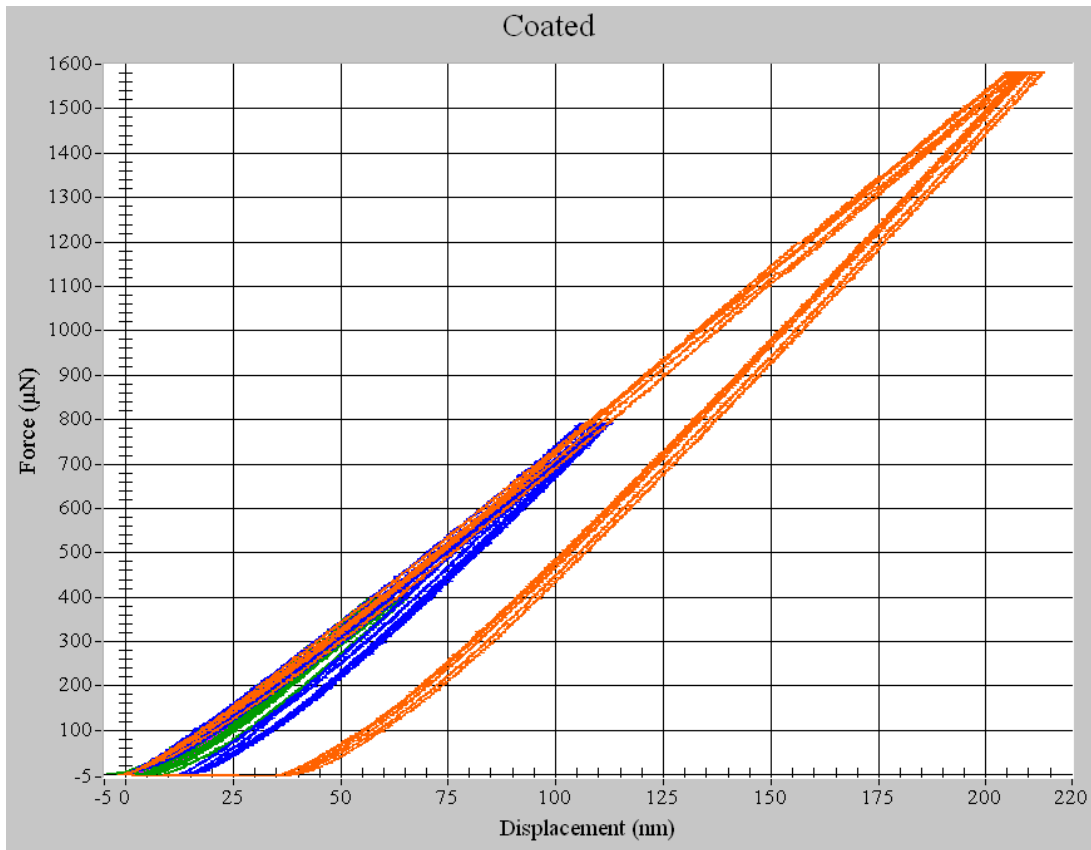


Fig. 12 - curva carico-profondità di penetrazione per il a-Si:H + substrato

E' possibile dedurre che la zona di comportamento plastico del campione non sia stata raggiunta, essendo la funzione di carico lineare: per un carico applicato di $800\mu\text{N}$, mantenuto per un certo tempo, la corrispondente profondità di penetrazione è circa 112.5nm , mentre per un carico massimo applicato di $1600\mu\text{N}$, il displacement è di 214nm . Quindi, duplicando il carico applicato il corrispondente displacement raddoppia. Il campione non presenta, pertanto, deformazioni permanenti.

Nella figura successiva viene, invece, presentato un confronto tra le curve carico-profondità di penetrazione ottenute per il a-Si:H + substrato ed il solo substrato polimerico.

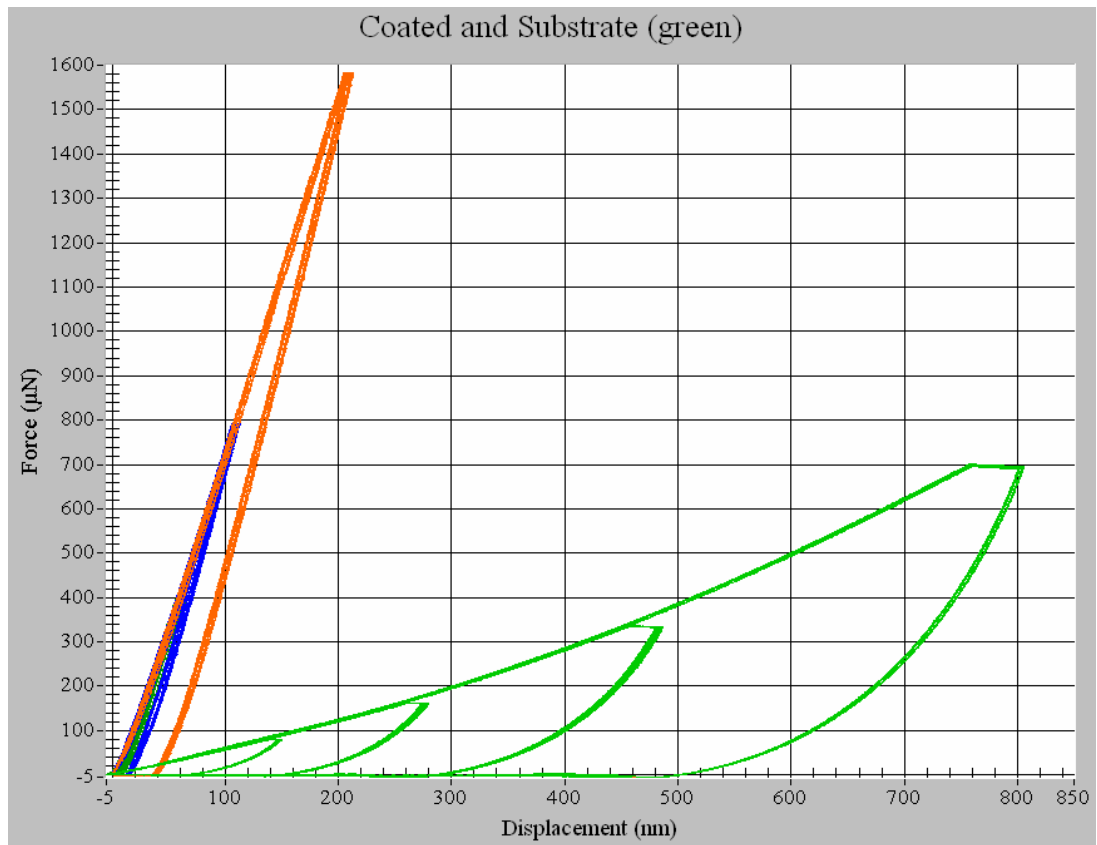


Fig.13- confronto curve carico-profondità di penetrazione del a-Si:H e l'AryLite

Il confronto tra i due set di curve consente di determinare gli effetti del film sottile di a-Si:H nel test di indentazione. Il campione di solo substrato (curva arancione) non evidenzia un grosso displacement in seguito al carico applicato, mentre un displacement chiaramente superiore risulta dai test eseguiti sul solo substrato (curva verde). Da questa osservazione si può concludere che il film si a-Si:H contribuisce

in larga parte alla rigidità della superficie quando quest'ultima è soggetta ad un carico trasversale localizzato.

Le curve generate dai test di nanoindentazione sono state utilizzate, poi, per determinare le proprietà meccaniche dei campioni esaminati.

Per quanto riguarda la valutazione della durezza H dei singoli campioni, essa può essere definita come il rapporto tra il carico massimo applicato e la proiezione dell'area di contatto.

$$H = \frac{P_{\max}}{A} \quad (1)$$

Per la determinazione di A è stata utilizzata una funzione di calibrazione del tipo $A(h_c)$:

$$A = 2.5980 h_c^2 - 1413.8 h_c + 220120 h_c^{1/2} + 2170100 h_c^{1/8} - 3369800 h_c^{1/16} \quad (2)$$

La profondità di contatto h_c è calcolata dalla seguente relazione

$$h_c = h_{\max} - \varepsilon \frac{P_{\max}}{S} \quad (3)$$

Data la curva carico-profondità di penetrazione, una tangente alla curva di scarico nel punto di massimo (P_{\max} , h_{\max}) può essere tracciata. La

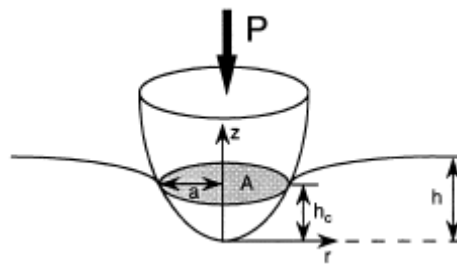
pendenza della suddetta tangente $\frac{dP}{dh_{h_{MAX}}}$ definisce la rigidità del

contatto S per il test di indentazione. Il parametro ε è inserito nella definizione della profondità di contatto al fine di computare gli effetti di

bordo; per tale ragione, la flessione della superficie al perimetro di contatto è valutata considerando la costante geometrica ε pari a 0.75.

Dunque, un valore di durezza è stata calcolato per ogni step di carico applicato sul campione considerato; i valori calcolati, tuttavia, rappresentano solo un “limite inferiore” per la durezza, in quanto non sono state registrate deformazioni plastiche dei campioni. I valori di durezza valutati per i campioni esaminati sono riassunti in Tabella 3.

Oltre alla durezza è stato valutato anche il modulo elastico dei diversi campioni. Il raggio di contatto a (vedi figura sottostante) varia con la



Processo fisico in un test di indentazione

profondità di contatto h_c in accordo alla seguente relazione

$$a = \sqrt{2h_c R - h_c^2} \quad (4)$$

dove R è il raggio nominale del tip; pertanto, essendo nota la funzione d'area $A(h_c)$, l'area di contatto A può essere posta in relazione al raggio di contatto a . Data la rigidezza di contatto in fase di scarico S e il raggio nominale dell'indentor tip R , il modulo di Young ridotto del campione può essere calcolato utilizzando la relazione

$$E_r = S \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A}} \quad (5)$$

I test di indentazione sono stati effettuati in accordo alla norma ISO Standard 14577 – parte 4 che raccomanda di misurare valori di modulo in funzione della profondità di indentazione. Per la valutazione dei valori di modulo elastico dei campioni, i risultati sono stati diagrammati riportando il modulo di Young ridotto E_r in funzione del rapporto a/t_c (raggio di contatto/spessore del film)¹; tuttavia, poiché lo spessore del film non ha alcun effetto sul modulo stimato ad una profondità nulla di penetrazione, E_r è stato riportato in funzione del solo raggio di contatto a (fig. 13 e 14). I valori di modulo elastico ridotto calcolati sono riassunti in Tabella 3.

I valori riportati sono medi in quanto per ogni valore di carico massimo applicato sono stati effettuati diversi test.

Tabella 3 - Durezza e Modulo Elastico ridotto a-Si:H, SiO₂ e AryLite

Sample	Hardness (Gpa)		Reduced Elastic Modulus (Gpa)		Contact Radius (nm)
	average	stdev	average	stdev	
a-Si:H 0100μN	4.62	0.46	41.76	1.37	83.47896
a-Si:H 0200μN	6.49	0.72	39.58	1.69	99.08593
a-Si:H 0400μN	8.25	0.77	35.52	1.44	123.9197
a-Si:H 0800μN	8.89	0.42	28.97	0.60	168.3344
a-Si:H 1600μN	8.70	0.20	22.01	0.23	240.6009

¹ Note from ISO 14577: “A linear fit to indentation elastic modulus vs. a/t_c to zero is a first approximation in the range $a/t_c < 2$. However, in general, a non-linear relationship appears to apply and can be reproduced by finite element analysis (FEA). The exact nature of this non-linear relation is not known and so a linear fit over the restricted range indicated is a robust first approximation but is not applicable over a range wider than this.

Sample	Hardness (Gpa)		Reduced Elastic Modulus (Gpa)		Contact Radius (nm)
	average	stdev	average	stdev	
SiO ₂ 0100μN	4.869	0.849	35.733	3.220	81.877
SiO ₂ 0200μN	5.056	0.727	30.044	2.125	112.544
SiO ₂ 0400μN	4.563	0.423	23.346	1.192	166.253
SiO ₂ 0800μN	3.908	0.195	16.920	0.446	253.347
SiO ₂ 1600μN	3.460	0.173	11.963	0.290	381.358
Substrate 0100μN	0.35	0.00	3.61	0.03	
Substrate 0200μN	0.34	0.00	3.45	0.03	
Substrate 0400μN	0.35	0.00	3.36	0.02	
Substrate 0800μN	0.35	0.00	3.30	0.01	

Da una prima analisi dei dati riassunti in tabella 3 si osserva immediatamente, al crescere del carico massimo applicato, una sensibile variazione della durezza e del modulo elastico ridotto del a-Si:H ed SiO₂. Ciò trova una ragionevole spiegazione tenuto conto degli spessori in gioco. Al crescere del carico applicato infatti, cresce ovviamente la profondità di penetrazione dell'indenter, ragion per cui per film di spessori così ridotti come il a-Si:H (0.1μm) ed SiO₂ (1μm) si risente in misura sempre maggiore l'influenza del substrato polimerico (200μm) sottostante.

I dati relativi al solo substrato polimerico risultano pressoché costanti, come ovvio, in quanto l'analisi è stata condotta su un campione di solo polimero.

In fig. 13 è riportato l'andamento del modulo elastico ridotto al variare del raggio di contatto relativamente alla prova eseguita sul campione di silicio amorfo idrogenato + substrato:

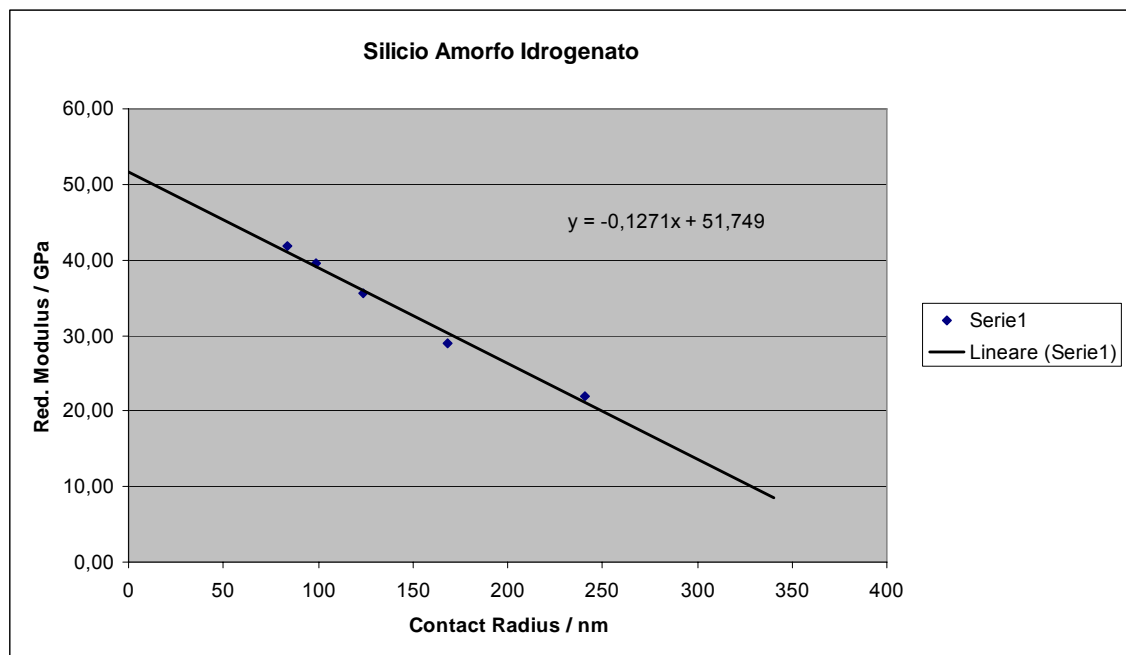


Fig. 13- Modulo elastico ridotto in funzione del raggio di contatto per il a-Si:H

Interpolando linearmente i punti, dall'intercetta con l'asse delle ordinate si ottiene il valore di $E_r = 51.749 \text{ GPa}$ per il silicio amorfo idrogenato in assenza di carico.

In egual maniera si è proceduto per il biossido di silicio. In fig. 14 si riportano i valori del modulo elastico ridotto in funzione del raggio di contatto, con interpolazione questa volta polinomiale dei punti per determinare all'intercetta con l'asse delle ordinate il valore di E_r per il SiO_2 in assenza di carico.

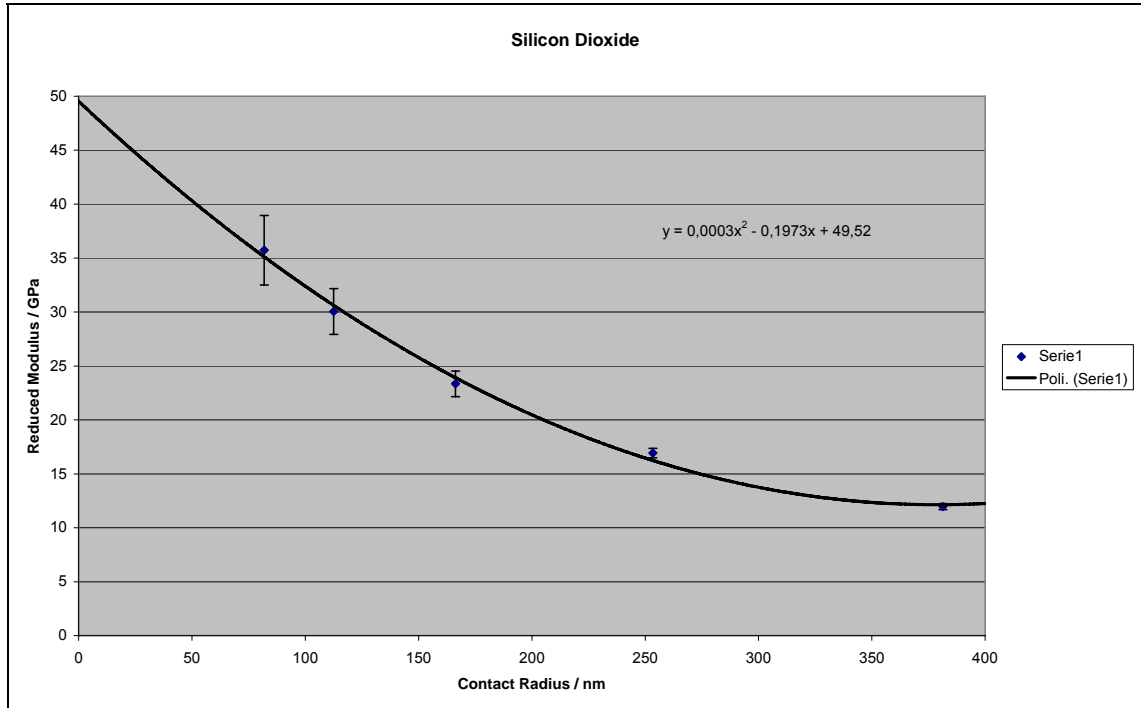


Fig. 14 - Modulo elastico ridotto in funzione del raggio di contatto per il SiO₂

Il valore ricavato è stato $E_r = 49.52 \text{ GPa}$ per il SiO₂.

I valori di E_r calcolati sono funzioni sia delle proprietà meccaniche dell'indenter che del campione attraverso la seguente relazione:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{(1 - \nu_1^2)}{E_1} + \frac{(1 - \nu_2^2)}{E_2} \quad (6)$$

dove E_2 e ν_2 sono il modulo di Young ed il coefficiente di Poisson del rivestimento (film) ed E_1 e ν_1 sono le analoghe quantità del penetratore (indenter) a noi note ($E_1 = 1140 \text{ GPa}$ e $\nu_1 = 0.07$).

Purtroppo non essendo noto il valore del coefficiente di Poisson dell'AryLite non è stato possibile procedere ad una valutazione del

modulo elastico del polimero attraverso l'equazione (6), note tutte le altre grandezze, e confrontarlo con il valore indicato dal produttore e confermato dalle analisi meccaniche e dinamico-meccaniche effettuate nel corso della caratterizzazione. Un simile raffronto sarebbe stato utile per valutare l'efficacia della tecnica e l'attendibilità dei risultati. Una verifica indiretta può essere, tuttavia, effettuata valutando proprio il coefficiente di Poisson del polimero, assumendo come valore del modulo elastico quello indicato dal produttore ($E = 2.9\text{GPa}$). Procedendo in tal senso e considerando un valore medio del modulo elastico effettivo ($\bar{E}_r = 3.43\text{GPa}$), fatte le opportune sostituzioni nell'equazione (6), si ricava un valore del coefficiente di Poisson dell'AryLite pari a $\nu = 0.39$.

Tale valore rientra nel tipico intervallo di variabilità del coefficiente di Poisson che per la maggior parte dei materiali, quindi anche per i polimeri, è $0 \leq \nu < 0.5$.

Considerando, invece, il valore del coefficiente di Poisson del silicio amorfo idrogenato riportato in letteratura ($\nu = 0.25$), dall'equazione (6) si ottiene un valore del modulo elastico del a-Si:H pari a $E = 50.8\text{GPa}$. Purtroppo in letteratura non sono disponibili molte informazioni relative alle proprietà meccaniche del silicio amorfo idrogenato per poter effettuare una comparazione.

Procedendo in maniera analoga per l'ossido di silicio, per un valore del coefficiente di Poisson pari a $\nu = 0.17$, è stato determinato un valore del modulo elastico $E = 50.26\text{GPa}$. Tale valore si discosta, anche se non di molto, dal quello riportato in letteratura che generalmente risulta compreso nell'intervallo $66.3 - 74.8\text{GPa}$.

Per quanto riguarda, invece, le prove di scratching eseguite al fine di determinare le proprietà di adesione all'interfaccia $\text{SiO}_2\text{-a-Si:H}$, la strumentazione utilizzata offre la possibilità di collegare l'indenter con un AFM (Atomic Force Microscope) per la raccolta di immagini *in situ*; la foto che segue propone giustappunto un immagine della superficie del film di a-Si:H, al termine del test di scratching, in cui è possibile osservare in maniera chiara la traccia lasciata dal passaggio dell'indenter.

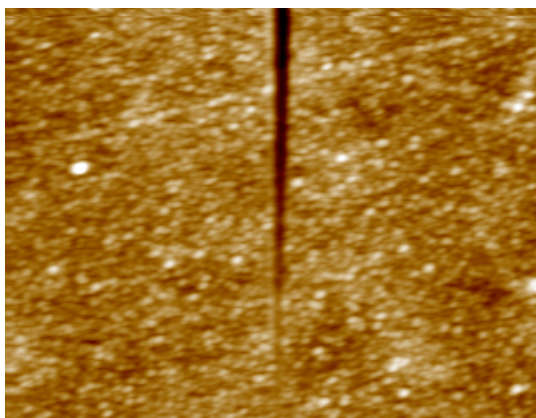
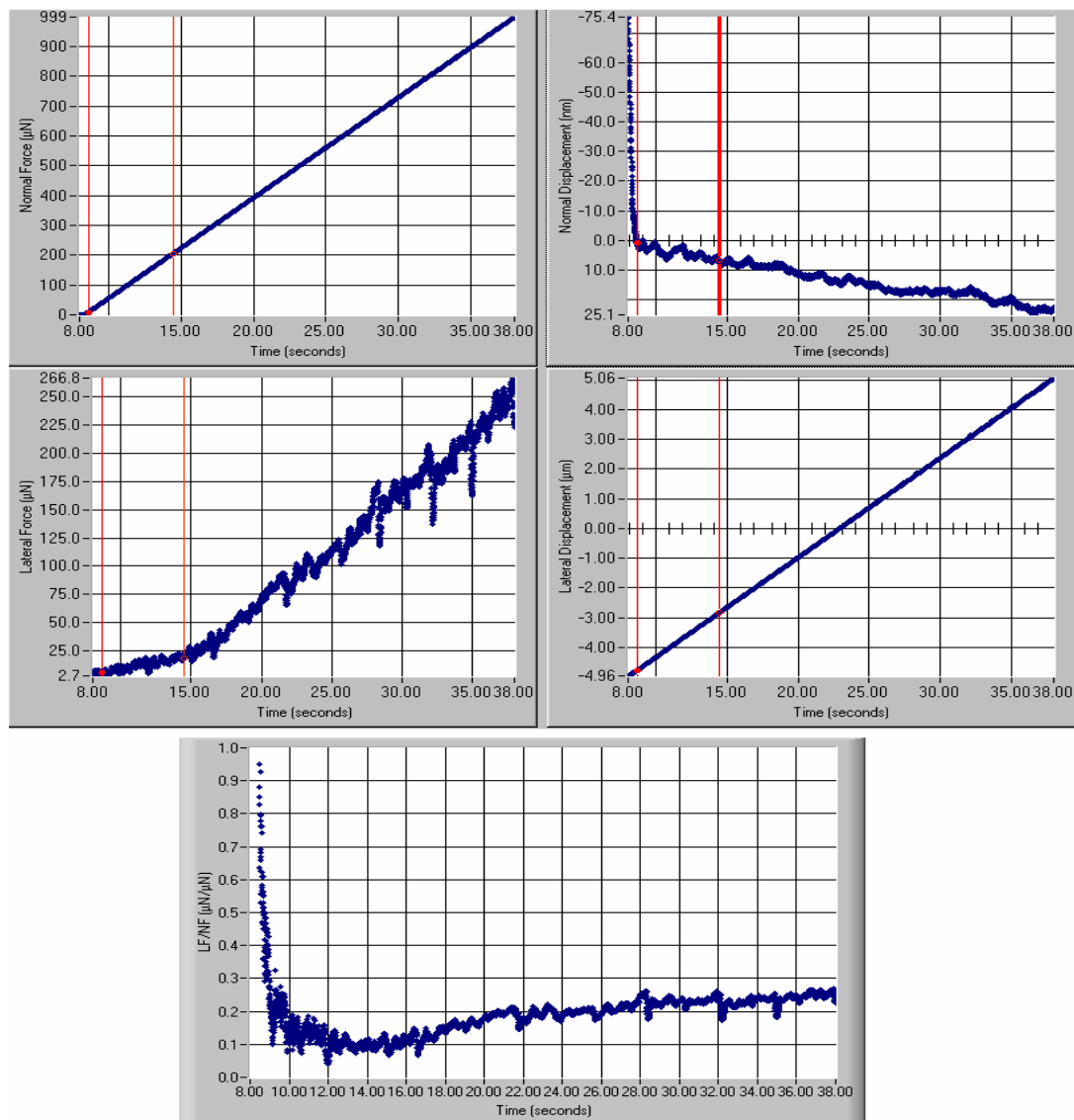


Fig. 15 - immagine AFM raccolta dall'indenter al termine dello scratching

I risultati dei test, effettuati con il programma di carico riportato in fig. 11 ed un carico massimo di 1000 μ N, sono riportati nei grafici seguenti. Vengono diagrammati gli andamenti in funzione del tempo del carico normale e laterale, dello spostamento normale e laterale dell'indenter, ed infine del Coefficiente di Frizione definito come il rapporto tra carico laterale e carico normale.



Scratch-Results: Lateral Force/Normal Force = Friction Coefficient

In una prova di scratch con carico progressivo, il carico critico (L_c) è definito come il più piccolo carico al quale un failure apprezzabile si verifica sul campione. Il carico critico dipende dalla forza meccanica (adesione e coesione) del coating sul substrato oltre che da parametri legati al test stesso come la velocità di carico, la velocità di scratching, la geometria ed il materiale dell'indenter.

Fenomeni di failure del film possono essere rilevati nei seguenti modi in un test di Scratch:

- dalla rilevazione di un brusca variazione nell'andamento dello spostamento dell'indenter;
- da una immediata variazione nell'andamento della Frictional Force tra l'indenter e la superficie;
- mediante osservazione microscopica della traccia dell'indenter;
- dalla rilevazione di un improvviso rilascio di energia acustica.

Osservando i grafici riportati in precedenza, quello che è possibile rilevare è una leggera variazione di pendenza nell'andamento del carico laterale e dello spostamento normale, nell'intervallo tra 9–15sec opportunamente evidenziato. La mancata rilevazione di bruschi cambiamenti negli andamenti suddetti lascia presupporre, dunque, l'assenza di fenomeni delaminativi o di eventuali failure del film di a-

Si:H. Tutto questo sta a testimoniare le buone proprietà di adesione del sistema $\text{SiO}_2/\text{a-Si:H}$ esaminato.

Terminata la caratterizzazione tribologica dei film di SiO_2 e a-Si:H, nonché della loro interfaccia, si è proceduto in ultima analisi ad una caratterizzazione meccanica dell'intero composito a strati.

Sono state eseguite prove a trazione al dinamometro meccanico INSTRON 4204 utilizzando una cella di carico di 1kN ed una velocità della traversa di 1mm/min. Secondo quanto dettato dalla norma ASTM D 1708 – 02a “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics By Use of Microtensile Specimens”, sono stati preparati provini aventi un tratto utile di lunghezza pari a 22mm, larghezza 5mm e spessore 0,201mm.

Nella fig. 16 è riportato l'andamento della curva stress-strain del multistrato esaminato, mentre in fig. 17 è riportata per confronto la medesima curva per l'AryLite.

Tenuto conto che lo spessore del substrato (200 μm) risulta di almeno due ordini di grandezza superiore rispetto agli spessori dei film inorganici su di esso depositati, appare evidente come il comportamento meccanico del multistrato risenta in maniera preponderante delle proprietà meccaniche

del polimero.

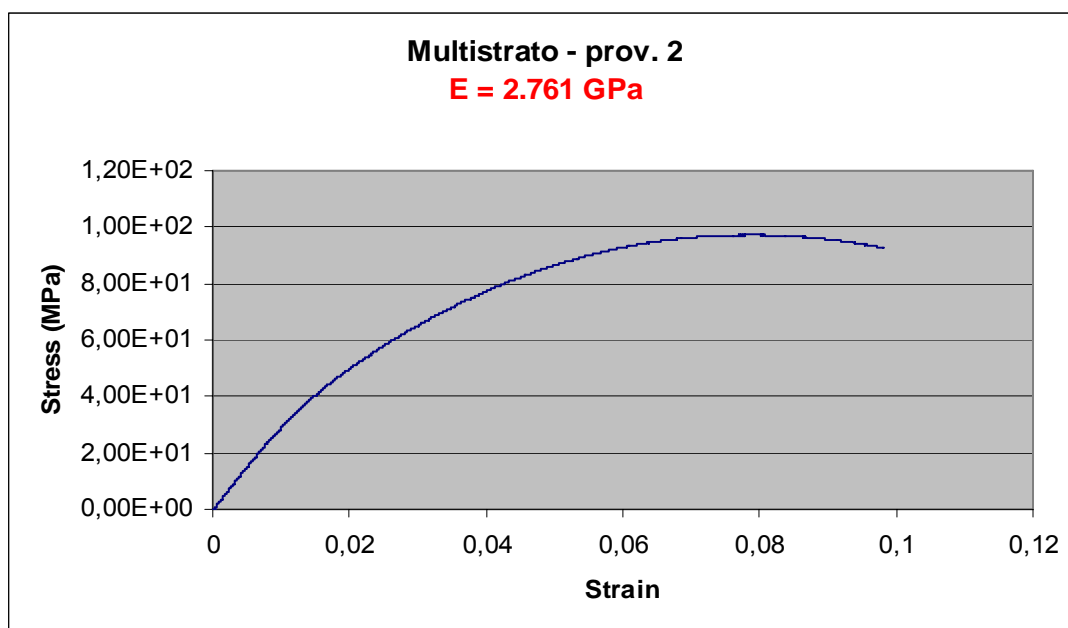


Fig. 16

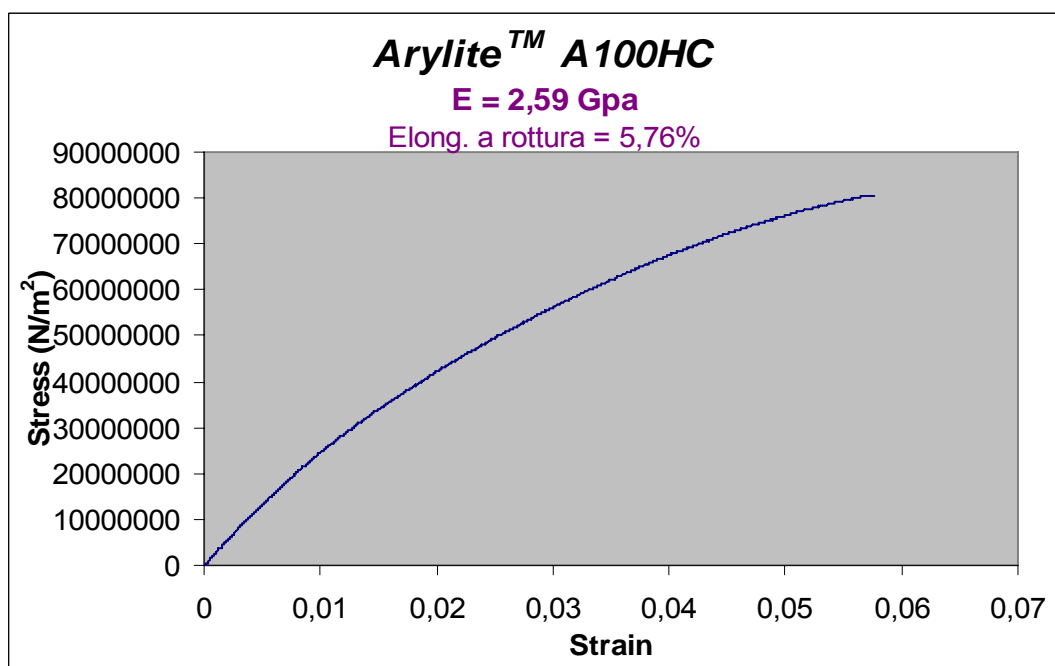


Fig. 17

Sia in termini di modulo elastico che di elongazione a rottura, l'effetto degli strati di ossido di silicio e di silicio amorfo idrogenato sulle proprietà del multistrato è praticamente trascurabile.

Conclusa la fase di caratterizzazione per la determinazione delle proprietà meccaniche dei diversi costituenti del dispositivo, analisi statiche e dinamiche agli Elementi Finiti sono state sviluppate al fine di simulare la risposta strutturale del dispositivo sotto varie tipologie di carico.

IV.5.4 Simulazione agli Elementi Finiti

La simulazione agli Elementi Finiti è stata effettuata nei laboratori della School of Engineering dell'Università di Cranfield, ed in particolare dal Crashworthiness, Impact & Structural Mechanics Group di cui fa parte il dott. Michele Meo.

La modellazione e l'analisi statica sono state realizzate utilizzando il software per elementi finiti ANSYS r.8. Il problema dinamico è stato risolto utilizzando il risolutore dinamico LS-DYNA 3-D, mentre il file di input dei dati per le differenti simulazioni è stato scritto nel linguaggio parametrico (APDL) del ANSYS. Diverse iterazioni sono state effettuate al fine di ottenere un comportamento rappresentativo della struttura nelle diverse

situazioni di carico applicato simulate. Il file dati, generato in uscita al termine di ogni iterazione, esprime gli indici di stress e di failure indotti ed è stato utilizzato per l'ottimizzazione del design.

Si è deciso di utilizzare sia i valori massimi che minimi di ogni proprietà meccanica per lo sviluppo della simulazione. Nella Tabella 4 vengono riassunte le proprietà meccaniche dei diversi film utilizzate per la simulazione.

Tabella 4 - Proprietà meccaniche differenti film

Sample (Sandwich panel)							
Parameters	units	Si		SiO ₂		Polymer	
characteristics		isotropic		isotropic		orthotropic	
		Min	Max	Min	Max	Min	Max
Young's Modulus	GPa	130	190	66.3	74.8	2.05	4.285
Poisson's Ratio		0.22	0.42	0.15	0.19	0.37	0.44
Shear Modulus	GPa	45.77	66.901	27.9	32.3	0.69	1.46
Tensile Strength	MPa	45	155	45	155	43	
Compressive Strength	MPa	-1100	-1600	-1100	-1600	-86	
Shear strength	MPa	30		30		30	
Modulus at rupture	MPa	110	200	110	200		
Thickness	μm	0.01	1	1	10	100	500

IV.5.4.1 Analisi statica. Prima iterazione (Shell modelling)

Obiettivo di questa prima iterazione è modellare la struttura del dispositivo come un laminato composito a 4 strati. I quattro diversi strati sono stati modellati come tre differenti materiali unidirezionali, isotropici

e con appropriate proprietà meccaniche. Si è assunto che la piastra frontale abbia un comportamento elastico. Gli spessori iniziali sono stati settati a 1, 10 e 500 μm rispettivamente per il silicio amorfo, l'ossido di silicio e il substrato polimerico, cioè sono stati considerati i valori massimi assumibili.

Sarebbe stato interessante esaminare carichi di diversa intensità e con diversi punti di applicazione, ma dal punto di vista dell'ottimizzazione del design, si è deciso di identificare principalmente il caso peggiore di carico (dal punto di vista sia di ampiezza che di punto di applicazione).

In accordo con la geometria del dispositivo, tre punti di applicazione dovrebbero essere investigati più a fondo, ma il caso di carico peggiore si è dimostrato essere un carico trasversale applicato nel centro del dispositivo (punto 1 in fig. 18).

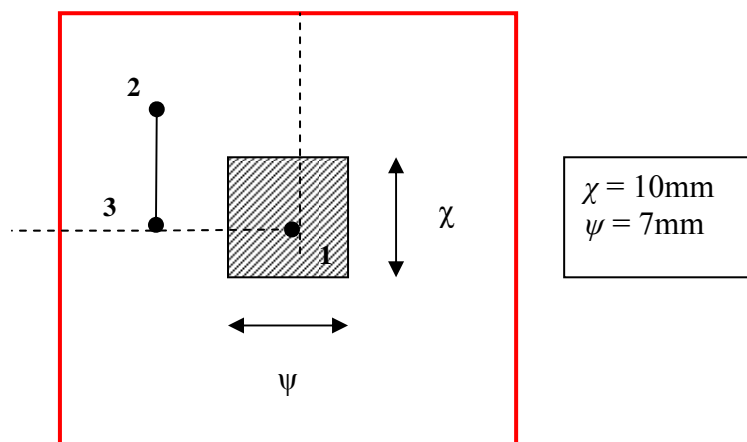


Fig. 18 - Shell design: punti di applicazione carichi critici

Per la simulazione si è scelto di applicare una forza trasversale globale di 0.5N che è stata distribuita su tutta l'area di carico. Al fine di valutare i limiti strutturali del dispositivo, ai diversi materiali sono stati attribuiti sia il valore minimo che massimo delle relative proprietà meccaniche. L'attenzione è stata focalizzata principalmente sulla flessione risultante e sugli stress indotti all'interno dello strato superficiale, nell'ottica di prevenire qualsiasi fenomeno di failure all'interno di questa area per salvaguardare l'integrità del dispositivo.

Basandosi sulla soluzione teorica di Navier, con una pressione trasversale applicata pari a $\frac{load}{\chi \cdot \psi} = \frac{0.5}{0.010 \cdot 0.007} = 7.14 kPa$, la flessione prevedibile considerando i valori minimi delle proprietà meccaniche è di 43.06µm, mentre quella valutata mediante la simulazione è di 43.9µm.

La discrepanza tra i valori deriva dalle differenti modalità di applicazione del carico sulla struttura. La medesima osservazione permane considerando i valori massimi delle proprietà meccaniche, per i quali i valori di flessione prevedibile sono rispettivamente 36.2µm (teorico) e 37.5µm (simulazione FE).

La distribuzione degli stress nelle direzioni x ed y, sulla base della geometria assunta, è risultata simile. Ancora, gli strati di silicio ed ossido

presentano comportamenti simmetrici dal momento che è stato assunto come dato in ingresso che abbiano la stessa resistenza seppur con proprietà meccaniche diverse.

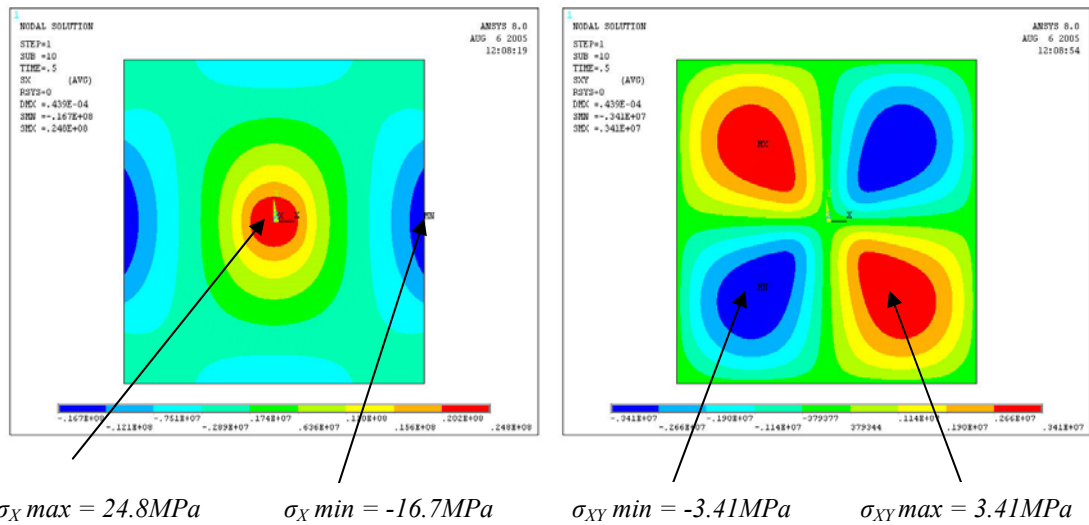


Fig. 19 - Distribuzioni degli stress nel piano (σ_x) ad a shear (σ_{xy}) nello strato superficiale (min. proprietà meccaniche)

La fig. 19 presenta la distribuzione degli stress nel piano per lo strato superficiale di silicio, valutati considerando il valore minimo delle proprietà meccaniche.

Gli stress attraverso il polimero sono stati valutati trascurabili se confrontati con quelli valutati nello strato superficiale. Attraverso lo spessore, gli stress sostenuti dal substrato sono troppo piccoli per poter arrecare danni alla struttura. In accordo con quanto previsto

teoricamente, quindi, non si registrano stress apprezzabili in direzione z come è osservabile dalla fig. 20.

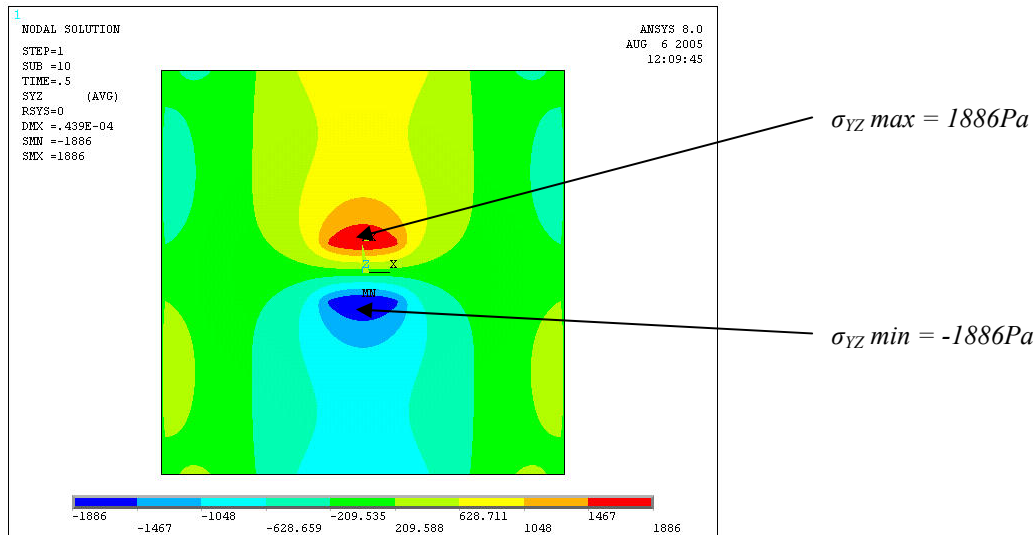


Fig. 20 - stress σ_{yz} nel substrato polimerico (min. proprietà meccaniche)

Per quanto riguarda l'analisi di possibili fenomeni di failure, i relativi indici sono stati calcolati utilizzando sia la teoria del massimo stress (SMA XF, non interattiva) che la teoria di Tsai-Wu (STWSI, interattiva).

In fig. 21 sono riportati gli indici di failure (che devono essere compresi tra -1 ed 1) valutati per lo strato superficiale di silicio, che rimane l'area di maggiore criticità per quanto riguarda gli stress statici.

Considerando in ingresso valori minimi di proprietà meccaniche, la stessa distribuzione di indici di failure è stata rilevata attraverso gli strati di

ossido di silicio, con un $S_{MAXF} = 0.2$ e un $STWSI = 0.37$, a testimoniare l'assenza di crack in questi strati. Di contro, un indice di failure critico $STWSI = 1.096$ è stato calcolato per lo strato superficiale di silicio (vedi fig. 21), ragion per cui un crack risultante è stato assunto in tale strato.

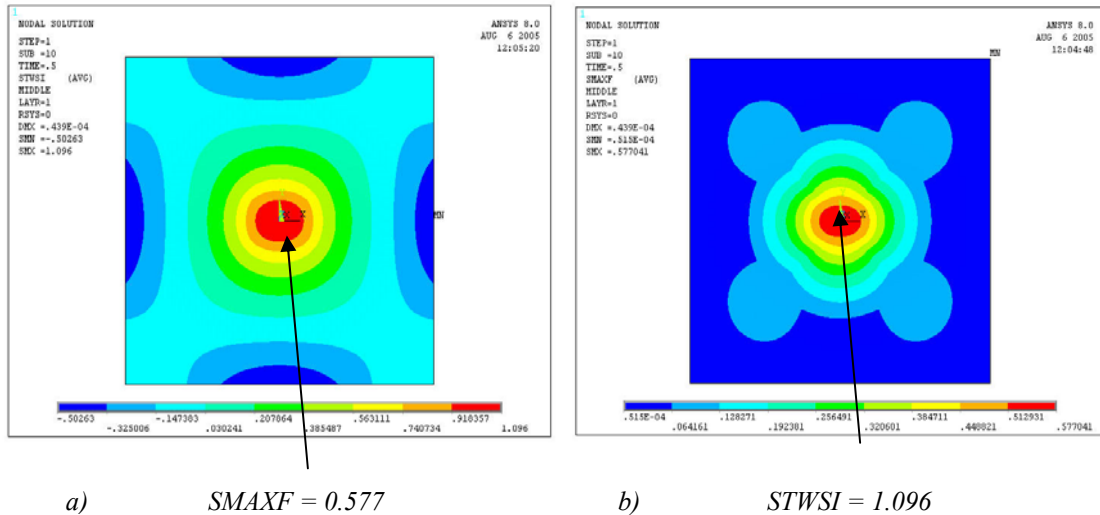


Fig. 21- indici di failure nello strato di silicio (min. proprietà meccaniche): a) S_{MAXF} ; b) $STWSI$

Fornendo, invece, i valori massimi delle proprietà meccaniche come dati in ingresso, nello strato critico (silicio) il massimo indice di Tsai-Wu calcolato è risultato pari a 0.37 (no crack), mentre nello strato di ossido di silicio è risultato <0.1 .

Per verificare i risultati forniti dalla simulazione agli elementi finiti, è stata costruita una semplice routine in MATLAB per calcolare, applicato un certo carico, la flessione risultante nel punto di applicazione e gli indici di failure. I risultati ottenuti presentano una buona confrontabilità

con i valori estratti dalla simulazione. Entrambe le analisi, infatti, hanno rilevato il failure dello strato superficiale di silicio quando si considerano in ingresso i valori minimi delle proprietà meccaniche. Nella tabella 5 sono riassunti i risultati della modellazione Shell.

Tabella 5 - Shell modelling: risultati della simulazione

Layer Description	Thickness (μm)	Load (N)	Max Deflection (μm)	Failure (min properties)	Failure (max properties)
SiO2	10	0,5	FE 43,9	No cracks	No cracks
Polymer core	500			No cracks	No cracks
SiO2	10		Theory 43,06	No cracks	No cracks
Si	1			Cracking (1.096)	No cracks

IV.5.4.2 Seconda iterazione (Solid modelling)

In questa seconda iterazione il core polimerico è stato considerato come elemento solido a 3-D, mentre gli strati inferiore e superiore sono stati ancora considerati elementi shell stratificati.

Applicando ancora una volta una forza trasversale di 0.5N, la flessione valutata con la simulazione è stata di 46.5 μ m (rispetto ai 43.9 μ m della prima iterazione) considerando le minime proprietà meccaniche.

Per quanto riguarda, invece, la valutazione degli stress indotti, in fig. 22 è rappresentata la distribuzione degli stress nel piano (σ_x) ed a shear (σ_{xy}) nello strato superficiale di silicio.

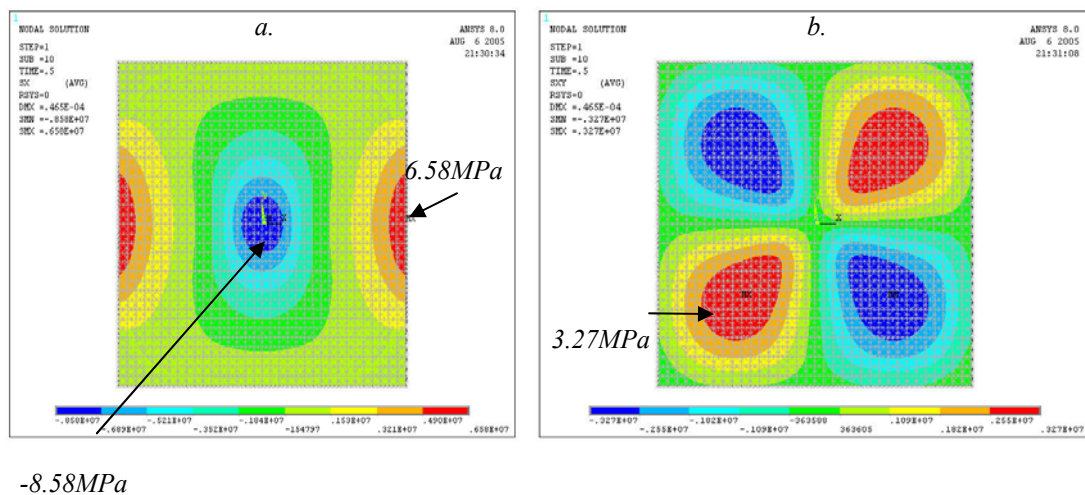


Fig.22 – Distribuzione degli stress in piano (a. σ_x ; b. σ_{xy}) nello strato sup. di silicio

Da un confronto con la distribuzione degli stress di fig. 19 valutati nella prima iterazione, si può osservare immediatamente che le zone di compressione e tensione nel piano xy sono invertite. Inoltre, lo strato di silicio appare meno stressato rispetto al primo modello. Questa è una conseguenza della modellazione solida: il core polimerico funge da supporto per lo strato superficiale, e la distribuzione degli stress evidenzia una maggiore efficienza della struttura.

Il core polimerico sopporta un livello maggiore di stress, 48700Pa rispetto ai 1886Pa stimati nel primo modello, attraverso il suo spessore (piano yz). Questo testimonia che il substrato svolge efficacemente la sua funzione di sostegno dello strato superficiale attraverso un trasferimento degli sforzi dallo strato di silicio al core polimerico. Nella tabella 6 sono riportati i dati estratti dal Solid modelling.

Tabella 6 - Solid modelling: risultati della simulazione

Layer Description	Thickness (μm)	Load (N)	Max Deflection (μm)	Failure (min properties)	Failure (max properties)
SiO2	10	0,5	FE 46.5	No cracks	No cracks
Polymer core	500			No cracks	No cracks
SiO2	10		Theory 43,06	No cracks	No cracks
Si	1			Cracking	No cracks

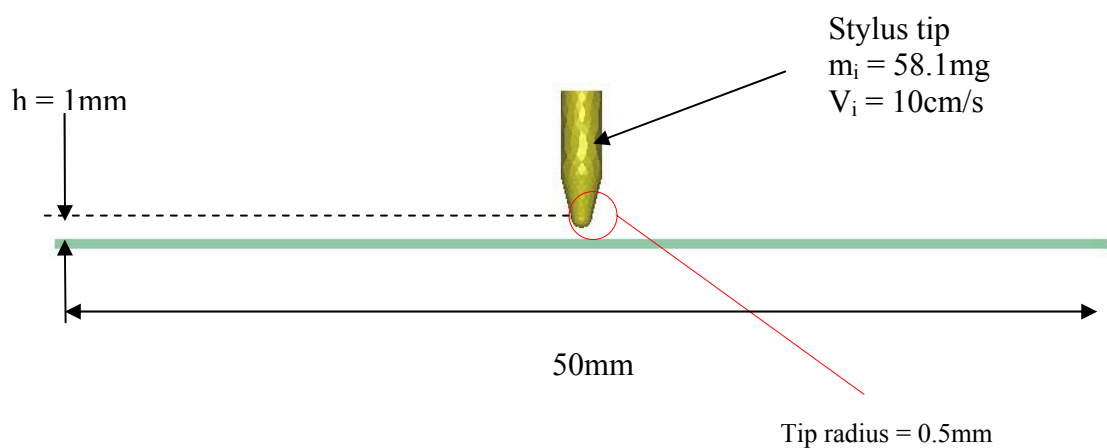
Benché il secondo modello abbia dimostrato una buona accuratezza nella determinazione del comportamento della struttura in risposta all'applicazione di carichi trasversali, esso non include una modellazione dell'interfaccia. Quest'ultimo rimane un aspetto importante del processo di simulazione dal momento che la maggior parte dei problemi riscontrabili in fase di manufacturing sono riferibili a fenomeni di failure dell'interfaccia.

IV.5.4.3 Analisi dinamica. Impatto a bassa velocità

Sono state effettuate simulazioni di impatto a bassa velocità in un intervallo compreso tra 10cm/s e 1m/s. Il primo valore dovrebbe riprodurre l'impatto di uno stilo sul dispositivo finale, mentre l'ultimo è stato considerato per simulare una situazione eccezionale in conseguenza di un impatto drastico.

IV.5.4.3.1 Problema quasi statico

Una prima simulazione è stata effettuata applicando una velocità iniziale di 10cm/s ad un proiettile lasciato cadere da una altezza di 1mm dalla superficie del dispositivo (vedi fig. sotto).



Valori di spostamento e stress sono stati stimati in punti rappresentativi: in corrispondenza degli elementi 211, 216, 296 per gli stress ed in corrispondenza dei nodi (261, 356, and 361), rispettivamente legati agli elementi precedenti, per gli spostamenti (fig. 23).

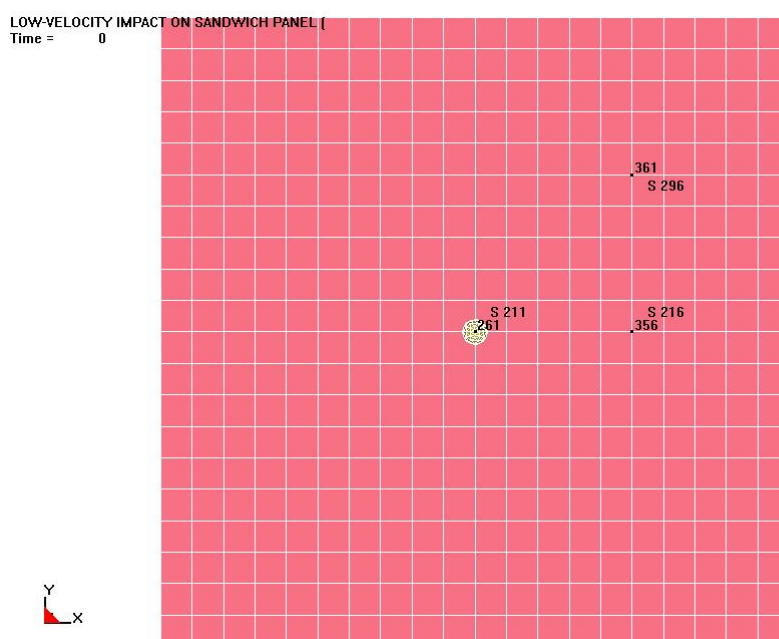


Fig. 23 – Simulazione quasi statica: punti di applicazione esaminati

La risposta in seguito all’impatto, espressa in termini di spostamento verticale nello strato superficiale, adottando il modello materiale “composite damage” (vedi Appendice), è illustrata in fig. 24.

Il segnale a carattere dinamico presenta una frequenza di circa 37Hz ed evidenzia una deformazione permanente di circa 0.03mm nel punto di impatto. La penetrazione dell'indenter nel centro del dispositivo (nodo 261) determina un rigonfiamento nei punti vicini, come testimoniato dal valore positivo dello spostamento dei nodi 356 e 361; tuttavia la simulazione ha dimostrato come nel tempo questo rigonfiamento vada riducendosi progressivamente fino a scomparire del tutto.

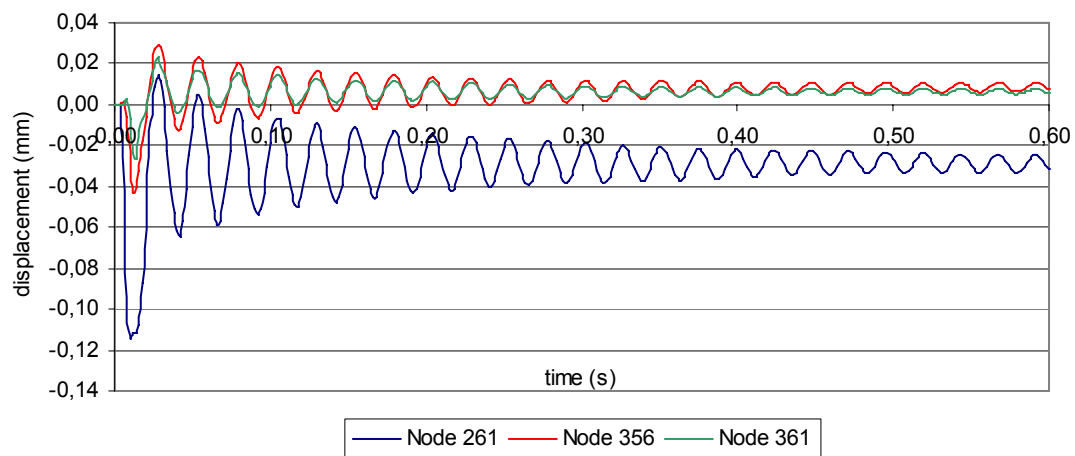


Fig. 24 – Simulazione quasi statica: spostamento lungo l'asse z dei punti esaminati (modello materiale "composite face sheet")

A conferma di quanto emerso, sono state effettuate simulazioni del comportamento degli strati superficiali adottando anche il modello materiale "plastic kinematic" ed "elastic" in maniera tale da individuare quello più rappresentativo.

Un confronto dello spostamento in direzione verticale valutato per il nodo 261 (centro del dispositivo), con i tre differenti modelli adottati, è riportato in fig. 25. Dal diagramma emerge che i tre modelli riflettono un comportamento quasi simile in termini di spostamento prevedibile in direzione verticale nello strato superficiale. In effetti, incrementando il tempo di simulazione, il modello materiale “elastic” (green line) sembra condurre ad un recupero elastico totale della deformazione iniziale. Questo indurrebbe a concludere che probabilmente il modello materiale “elastic” sia il meno appropriato per rilevare la risposta reale del dispositivo a seguito dell’impatto.

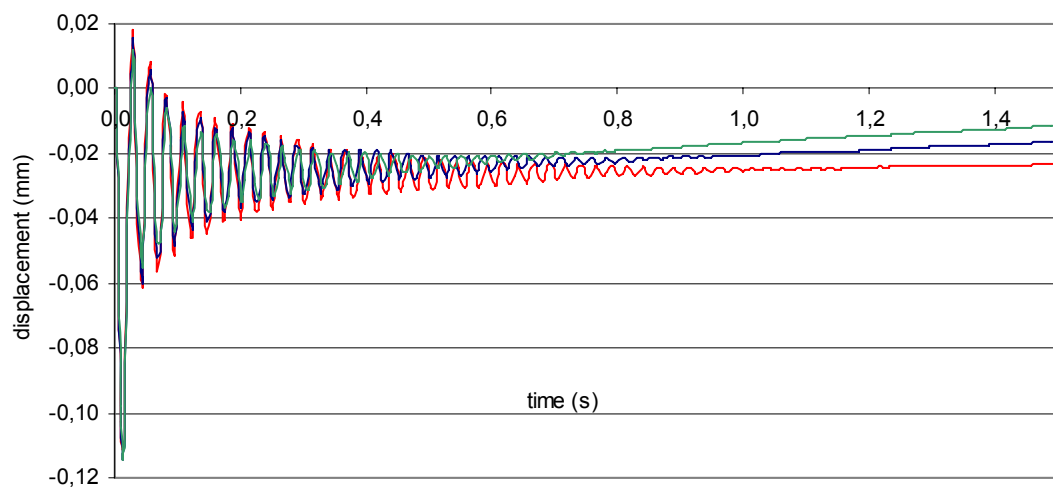


Fig. 25 – Confronto spostamento verticale nodo 261

Al fine di mettere in relazione i rispettivi comportamenti degli strati superficiali e del core polimerico, è stato effettuato un bilancio energetico.

Data la velocità iniziale V_i del proiettile e la sua massa m_i , l'energia cinetica al tempo dell'impatto è data dalla seguente relazione:

$$K = \frac{1}{2} m_i V_i^2 = \frac{1}{2} \cdot 5.81 \cdot 10^{-5} \cdot 0.1^2$$
$$K = 0.2905 \cdot 10^{-6} J$$

Il bilancio di energia è basato sull'ipotesi che il contatto tra il proiettile e lo strato superficiale sia senza attrito, ragion per cui l'energia cinetica sviluppata dall'impatto dovrebbe essere immagazzinata nella struttura senza alcuna dissipazione.

Ne consegue che l'energia immagazzinata all'interno della struttura è data dalla somma dell'energia cinetica e dell'energia interna; quest'ultima rivela il riarrangiamento della struttura in conseguenza dell'impatto (ad esempio sotto forma di deformazione plastica del core polimerico).

In fig. 26 è possibile osservare come la struttura sviluppi energia al suo interno in seguito all'impatto, energia che può essere messa in relazione a fenomeni interfacciali o alla deformazione plastica del polimero.

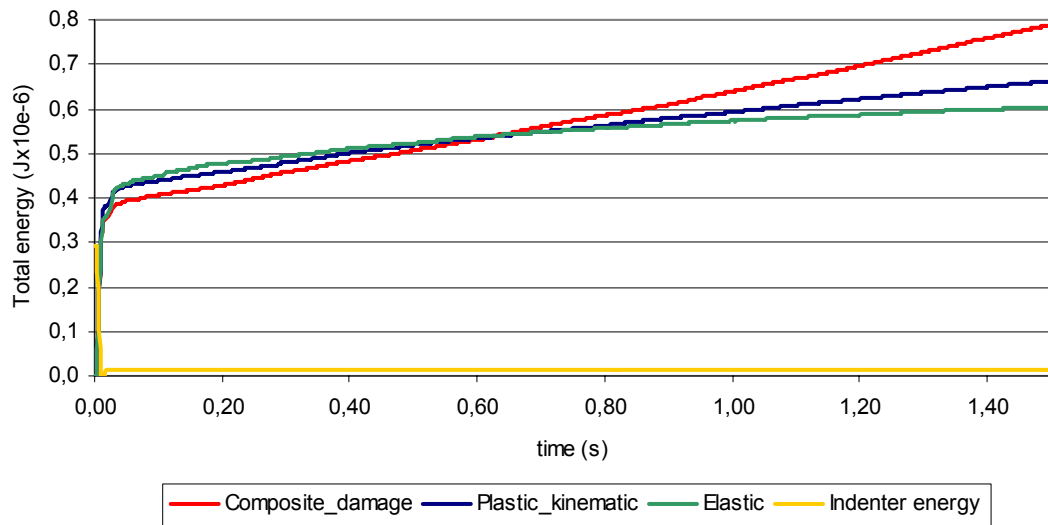


Fig. 26 – Distribuzione di energia all'interno della struttura secondo diversi modelli materiali

Inizialmente l'energia sviluppata dalla struttura (somma dell'energia cinetica ed interna lungo i diversi strati che la costituiscono) risulta maggiore quando si utilizza il modello “plastic kinematic” rispetto al modello “composite damage”. Questo andamento si inverte, però, dopo 0.6s della simulazione. L'energia immagazzinata nella struttura in seguito all'impatto viene dissipata. Questo fenomeno prova un recupero elastico che non è in accordo con la deformazione plastica subita dal core.

Non appena, infatti, il polimero si flette sotto l'impatto del proiettile, la maggior parte dell'energia cinetica generata dall'impatto dovrebbe essere assorbita dal core ed immagazzinata come energia interna.

Tutto questo è dimostrato dalla fig. 27 che presenta la distribuzione di energia all'interno delle differenti componenti del dispositivo.

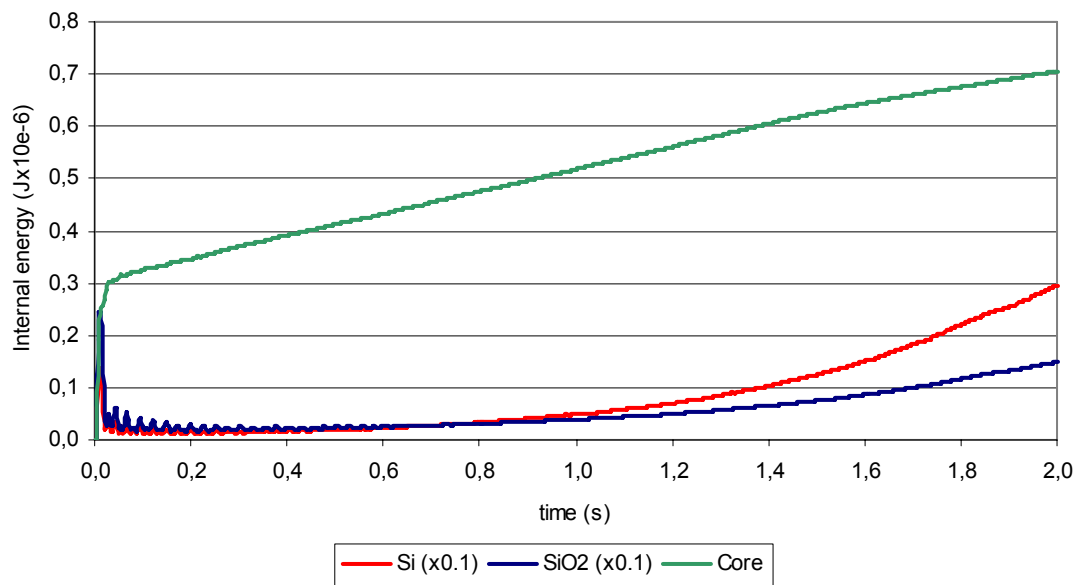


Fig. 27 – Distribuzione di energia all'interno dei differenti layer del dispositivo

Si evince come l'energia interna dovuta all'impatto, inizialmente assorbita dal core polimerico sotto forma di deformazione plastica, venga in seguito ceduta agli strati superiori.

L'energia interna sia dello strato di silicio che di ossido di silicio è trascurabile se confrontata con l'energia immagazzinata nel core e non accerta il failure degli strati. Si può concludere, invece, che il core polimerico presenta una deformazione permanente in conseguenza dell'impatto.

In accordo con i dati emersi dalle diverse simulazioni, il modello materiale “composite damage” si è dimostrato essere quello più accurato per la descrizione della risposta dinamica dello strato superficiale, e in ragione di questo verrà utilizzato nelle future simulazioni.

IV.5.4.3.2 Evento di impatto remoto

Impatti con velocità iniziale dell'indenter tra i 50cm/s fino a 1m/s sono stati simulati utilizzando un indenter sferico con una massa di 14.7mg. Eventi di corpi estranei impattanti a simili velocità sono considerati molto remoti ma possono risultare comunque estremamente interessanti in termini di ottimizzazione del design.

a) Impatto a 50cm/s

Gli strati superficiali sono stati modellati utilizzando il modello materiale "composite damage". Il proiettile lasciato cadere da una altezza di 1 cm ha impattato il centro del dispositivo.

In figura 28 è riportato lo spostamento previsto in direzione verticale nello strato superficiale. Si identifica ancora una volta una deformazione permanente del core senza fenomeni di failure dello strato superficiale.

La profondità residua di indentazione è valutata pari a circa 0.122mm che corrisponde al 24% dello spessore del core (0.5mm).

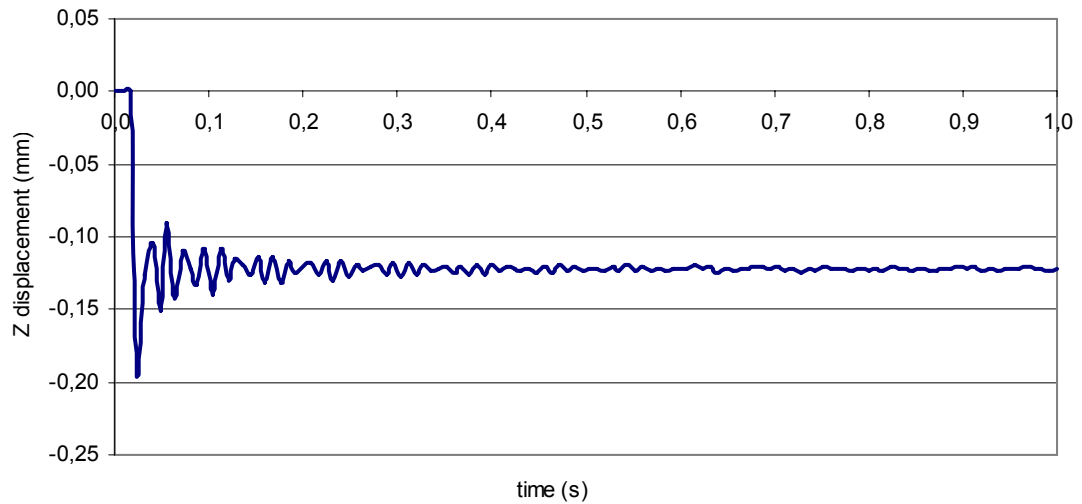


Fig. 28 – Spostamento in direzione verticale dello strato superficiale (impatto 50cm/s)

In accordo con Zhou e Stronge [36], il limite della profondità residua di indentazione per assumere un comportamento rigido-plastico del core è fissato al 20% del suo spessore. Essendo la discrepanza entro il 5% critico, si può concludere che il modello utilizzato per simulare il core polimerico ben descrive la risposta dinamica della struttura.

Le forze di contatto sul nodo centrale 261 sono state monitorate durante l'impatto. L'andamento riportato in figura 29 dimostra che l'interfaccia è sottoposta ad uno stress di tipo tensionale in quanto il valore della forza si conserva positivo. In accordo con la propagazione dello shock d'onda, le forze di contatto valutate sugli altri nodi 356 e 361 sono in quadratura di fase e presentano la stessa ampiezza.

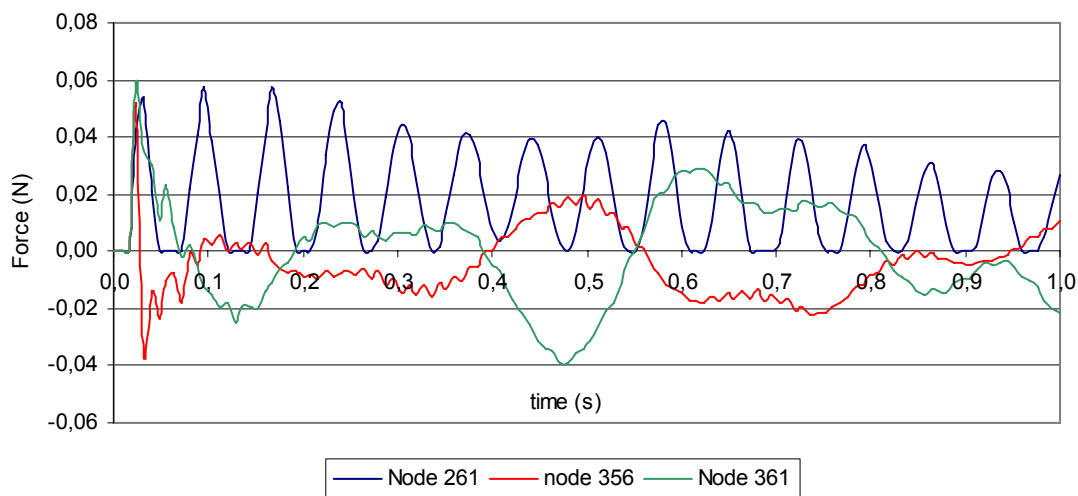


Fig. 29 – Andamento delle forze di contatto

b) Impatto a 1m/s

Dalla simulazione di un corpo estraneo impattante alla velocità di 1m/s è emerso il failure dello strato superficiale, che evidenzia il superamento del limite di velocità sostenibile. L'impatto avviene dopo 0.016s ed il failure si verifica 24ms dopo l'inizio della simulazione; inoltre, il proiettile rimbalza sulla superficie del dispositivo (fig. 30).

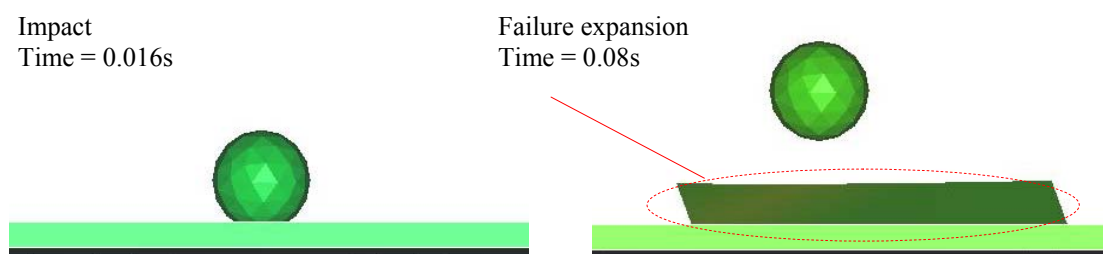


Fig. 30 – Failure dello strato superficiale in seguito all'impatto

L'impatto determina ancora una volta una deformazione plastica del core (fig. 31) con una profondità residua di indentazione di circa 0.25mm corrispondente al 50% dello spessore del core stesso, quindi abbondantemente oltre il limite di Zhou e Stronge per poter considerare il polimero a comportamento rigido-perfettamente plastico.

In conclusione, l'impatto ad 1m/s è risultato troppo drastico ai fini dell'analisi dinamica per l'ottimizzazione del design del dispositivo.

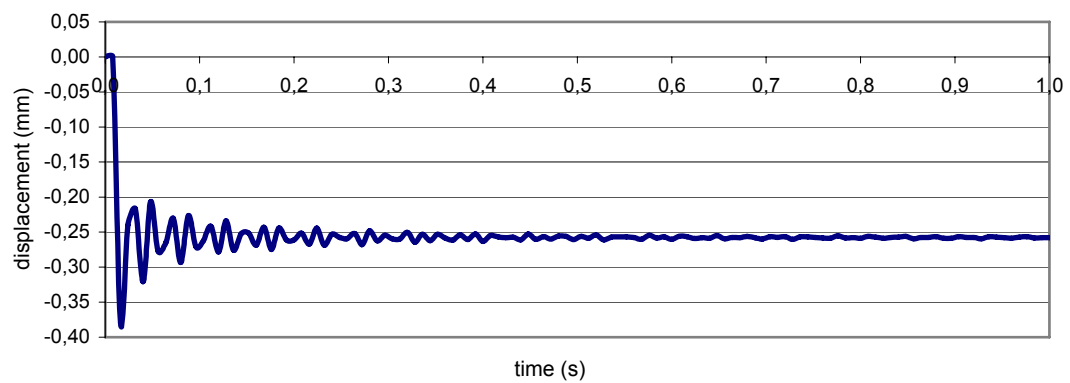


Fig. 31 – Spostamento in direzione z dello strato superficiale (impatto 1m/s)