

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

FACOLTÀ DI SCIENZE MM.FF.NN.

Corso di Laurea in Scienza dei Materiali

TESI DI LAUREA

**NUOVE CONFIGURAZIONI DA SPUTTERING
PER FILM SOTTILI DI NIOBIO IN CAVITA'
ACCELERATRICI PER COLLIDER LINEARI
DI NUOVA GENERAZIONE**

Relatore: Prof. V. Palmieri

Correlatore: Dott. G. Lanza

Candidato: Andrea Frigo

N° matr.: 459306/MT

Anno Accademico 2004/05

Contenuti

INTRODUZIONE	IX
0.1 Contesto scientifico e scopo di questa tesi	ix
0.2 Struttura della tesi	xiii
CAPITOLO 1	3
Finalità di questo lavoro di tesi e stato dell'arte della tecnologia	3
1.1 Film sottili di niobio in cavità risonanti di rame per acceleratori SRF	3
1.1.1 Cavità acceleratrici in radiofrequenza	3
1.1.2 Cavità acceleratrici superconduttive	5
1.1.3 Fondamenti di radiofrequenza	7
1.1.4 Le proprietà principali del niobio	9
1.1.5 Vantaggi dell'applicazione delle tecniche di deposizione alla produzione di cavità superconduttive	11
1.1.6 Configurazione standard di magnetron sputtering delle cavità	13
1.2 Il Q-slope	14
1.2.1 Un problema da risolvere	14
1.2.2 Linee guida della ricerca odierna	15
1.3 Sviluppo di tecniche innovative per migliorare la qualità dei film	16
1.3.1 Deposizione per arco	16
1.3.2 Evaporazione e ionizzazione tramite Electron Cyclotron Resonance	20
1.3.3 Studio di nuove configurazioni da sputtering	22
CAPITOLO 2	23
Teoria dello sputtering	23
2.1 Il plasma	24
2.1.1 Definizione	24
2.1.2 La scarica a bagliore	25
2.1.3 Temperatura di ioni ed elettroni	27
2.1.4 Il potenziale di plasma	29
2.1.5 Formazione dello sheath	29
2.2 DC sputtering	30
2.2.1 Regioni nella scarica	32
2.2.2 Mantenimento della scarica	34
2.2.3 Emissioni secondarie	35
2.2.4 Lo sputtering Yield	35
2.2.5 Deposition rate e contaminanti	36
2.2.6 DC bias sputtering	37
2.3 RF Sputtering	38

2.3.1	Self bias degli elettrodi RF	38
2.3.2	Distribuzione dei potenziali	39
2.3.3	Temperatura della scarica RF	40
2.3.4	Matching networks	41
2.4	Magnetron sputtering	42
2.4.1	Il moto delle cariche	42
2.4.2	Configurazioni di magnetron sputtering	44
2.4.3	Caratteristiche tensione corrente	45
2.4.4	Controllo delle proprietà del film depositato	45
2.5	Work Breakdown Structure dell'elaborato di tesi	47

CAPITOLO 3 **49**

L'apparato sperimentale e la preparazione dei campioni **49**

3.1	Il sistema utilizzato e i miglioramenti effettuati	49
3.1.1	Il sistema da vuoto	49
3.1.2	Il catodo	54
3.1.3	Il sistema di baking e i quadri elettrici di controllo	56
3.2	Preparazione dei substrati	59
3.2.1	Substrati di quarzo	59
3.2.2	Cavità di rame	59
3.3	Protocollo di lavoro	59

CAPITOLO 4 **59**

Metodi per aumentare l'RRR e costruzione di nuove configurazioni **59**

4.1	Sputtering rate	59
4.1.1	Inclusione di impurezze nel film	59
4.1.2	Costruzione di innovativi magnetron planari ad alto rate	59
4.2	Incidenza ortogonale	59
4.2.1	Effetto dell'angolo sulle proprietà dei film	59
4.2.2	Progettazione di un catodo sagomato	59
4.3	Bombardamento ionico	59
4.3.1	Effetto del BIAS sulle proprietà del film	59
4.3.2	Progettazione di una griglia di bias per le cavità	59
4.4	Efficienza di ionizzazione del magnetron	59
4.4.1	Grado di ionizzazione nel plasma	59
4.4.2	Deposizioni a corrente pulsata	59
4.5	Configurazione magnetron sputtering con catodo sagomato	59
4.5.1	Deposizioni effettuate e parametri utilizzati	59
4.5.2	Curve corrente-tensione	59
4.6	Configurazione biased magnetron sputtering	59
4.6.1	Evoluzione del sistema e parametri adottati	59
4.6.2	Curve corrente-tensione	59

CAPITOLO 5	59
Tecniche di caratterizzazione dei campioni e risultati ottenuti	59
5.1 Misura delle proprietà superconduttive	59
5.1.1 Il PPMS	59
5.1.1.1 L'apparato sperimentale	59
5.1.1.2 Risultati ottenuti	59
5.1.2 Calcolo di RRR e di T_c dalla misura della resistenza a 77K	59
5.1.2.1 L'apparato sperimentale	59
5.1.2.2 Risultati ottenuti	59
5.2 Analisi microstrutturale: diffrazione a raggi X	59
5.2.1 Scansione goniometrica	59
5.2.1.1 L'apparato sperimentale	59
5.2.1.2 Risultati ottenuti	59
5.2.2 Tessiture	59
5.2.2.1 L'apparato sperimentale	59
5.2.2.2 Risultati ottenuti	59
5.3 Misura degli spessori	59
5.3.1 Apparato sperimentale	59
5.3.2 Risultati ottenuti	59
5.4 Comparazione dei risultati	59
CAPITOLO 6	59
Configurazione biased sputtering ad area catodica estesa	59
6.1 Gli studi effettuati	59
6.2 Progettazione	59
CONCLUSIONI	59
APPENDICE	59
INDICE DELLE FIGURE	59
BIBLIOGRAFIA	59

INTRODUZIONE

0.1 Contesto scientifico e scopo di questa tesi

Non è certo un'esagerazione affermare che la superconduttività in radiofrequenza è la tecnologia per acceleratori di particelle in più rapida evoluzione. In tutto il mondo sono stati costruiti numerosi acceleratori di particelle che utilizzano strutture acceleratrici basate sulla SRF (superconductivity radio frequency). I campi di utilizzo di questi acceleratori spaziano in applicazioni fisiche e industriali includendo la fisica particellare, la fisica nucleare, la radiazione di sincrotrone e i laser a elettroni liberi.

Il progredire della ricerca scientifica richiede che vengano costruiti acceleratori in grado di creare fasci di energia sempre maggiore.

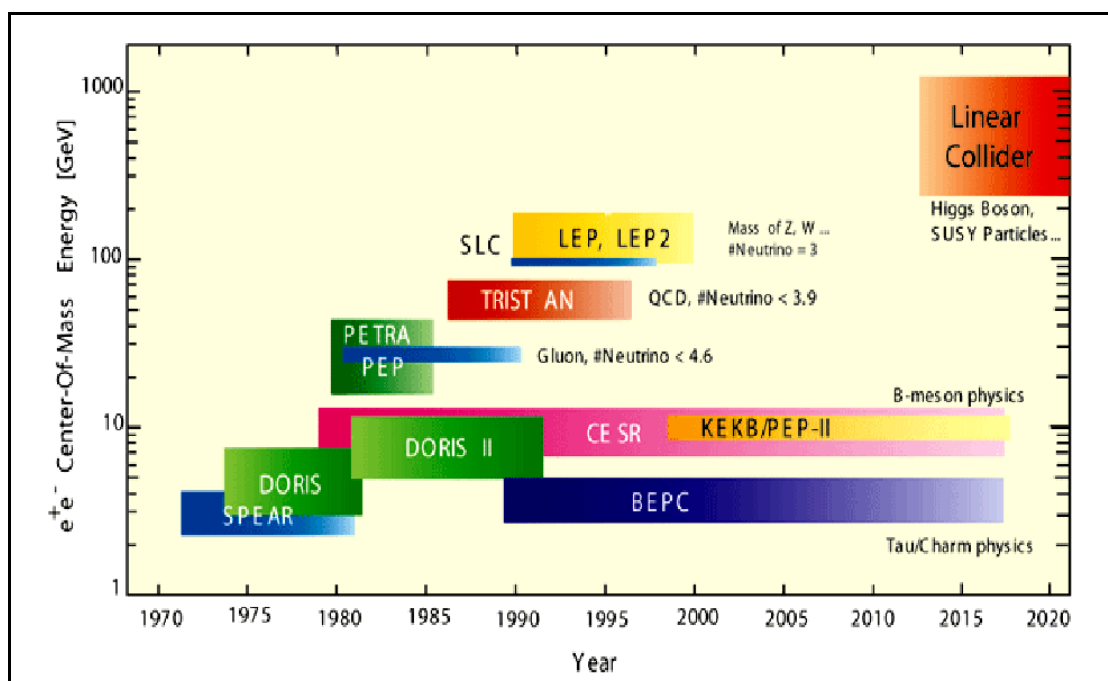


Figura 0-1: Alcuni acceleratori e valori tipici dell'energia del fascio accelerato.

Ciò che spinge la comunità scientifica ad intensificare l'attività di ricerca e sviluppo in questi anni è l'International Linear Collider (ILC): un mastodontico progetto internazionale di acceleratore costituito da oltre 20.000 cavità risonanti superconduttive e destinato a studiare le collisioni particellari ad alta energia tra protoni ed elettroni. L'ILC fornirebbe ai fisici delle particelle elementari uno strumento per affrontare molti interrogativi fondamentali del XXI secolo sulla materia oscura, le extra-dimensioni e la natura fondamentale della materia, dell'energia, dello spazio e del tempo. Sin dal suo

concepimento, l'ILC è stato progettato, finanziato, gestito e portato avanti quale progetto scientifico internazionale.

Il 20 agosto 2004 a Pechino, il "Comitato Internazionale per gli Acceleratori del Futuro"(ICFA), riunitosi nel corso di una convention di fisica, ha approvato la raccomandazione di un gruppo di fisici incaricato di promuovere un acceleratore di particelle a livello internazionale quale scelta tecnologica per il futuro.

I 12 membri di tale gruppo di esperti, presieduto dal professor Barry Barish del "California Institute of Technology" hanno raccomandato, come scelta tecnologica del futuro, che la comunità mondiale di Fisica Particellare adotti strutture acceleratrici superconduttrici che agiscono a 2 Kelvin piuttosto che strutture normal conduttive "a caldo" ovvero a temperatura ambiente.

"Sia la tecnologia normal conduttiva a caldo che la tecnologia di superconduzione a freddo sono a disposizione dell'International Linear Collider", ha sancito la commissione di cui il prof. Barish è a capo. "Ciascuna offre i propri vantaggi e ciascuna è il frutto di molti anni di R&D condotti da gruppi estremamente competenti ed ingegneri e scienziati fortemente dediti al proprio lavoro. In questo momento, sarebbe troppo costoso, in termini di tempo e di denaro, portare avanti entrambe le tecnologie. Il primo incontro con il gruppo di esperti ha avuto luogo nel gennaio 2004, quando abbiamo iniziato a fare le prime valutazioni inerenti le due tecnologie. La decisione non è stata facile, visto il buon stato di avanzamento di entrambe le tecnologie; siamo consapevoli che la scelta comporterà conseguenze significative per i laboratori coinvolti. Sulla base della verifica da noi operata, raccomandiamo che il progetto del linear collider sia basato sulla tecnologia superconduttiva".

E' dunque assodato per la comunità scientifica che l'utilizzo di cavità acceleratrici superconduttive negli acceleratori di particelle comporta notevoli vantaggi sia in termini di prestazioni che economici. La tecnologia superconduttiva basata sul niobio permette di raggiungere campi acceleranti elevati con un dispendio di energia molti ordini di grandezza inferiore a quello delle cavità normal-conduttive in rame. Anche considerando la potenza spesa per il mantenimento della temperatura dell'elio liquido, il guadagno netto in termini economici è ancora incalcolabile.

L' ILC dunque prevede l'utilizzo di 20.000 cavità superconduttrici in niobio massiccio, che al prezzo di 500 €/Kg significa solo per il materiale grezzo un costo complessivo di 150 milioni di Euro!!!

INTERNATIONAL ILC WORKSHOP

First ILC Workshop

Towards an International Design of a Linear Collider

November 13th (Sat) through 15th (Mon), 2004

KEK, High Energy Accelerator Research Organization
1-1 Oho, Tsukuba, Ibaraki 305-0801, Japan

Program Committee:
Kaoru Yokoya (KEK), Hitoshi Hayano (KEK),
Kenji Saito (KEK), David Burke (SLAC),
Steve Holmes (FNAL), Gerald Dugan (Cornell),
Nick Walker (DESY), Jean-Pierre Delahaye (CERN),
Olivier Napoli (CEA/Saclay)

Local Organizing Committee:
Yoji Totsuka (KEK)(Chair), Fumihiko Takasaki (KEK)(Deputy-chair),
Junji Urakawa (KEK), Kiyoshi Kubo (KEK), Shigeru Kuroda (KEK),
Nobuhiro Terunuma (KEK), Toshiyasu Higo (KEK), Tsunehiko Omori (KEK),
Toshiaki Tauchi (KEK), Akiya Miyamoto (KEK), Masao Kuriki (KEK),
Kiyosumi Tsuchiya (KEK), Shuichi Noguchi (KEK), Eiji Kako (KEK)

International Advisory Committee:
Robert Aymar (CERN), Albrecht Wagner (DESY),
Michael Witherell (FNAL), Yoji Totsuka (KEK),
Jonathan Dorfan (SLAC), Won Namkung (PAL),
Brian Foster (Oxford), Maury Tigner (Cornell),
Hesheng Chen (IHEP), Alexander Skrinsky (BINP),
Carlos Garcia Canal (UNLP),
Sachio Komamiya (Tokyo), Paul Grannis (SUNY)

<http://lcdev.kek.jp/ILCWS/>

Figura 0-2: Poster del primo workshop tenutosi per pianificare la costruzione dell'ILC¹.

L'utilizzo di cavità acceleratrici in niobio depositato per sputtering su rame anziché in niobio bulk rappresenta un potenziale vantaggio in termini di costo. Ideato dal professor Benvenuti al CERN per le cavità del LEP e importato in Italia per le cavità "Quarter Wave Resonator" di ALPI, lo sputtering di niobio su rame è un approccio tutto italiano per fornire innovazione tecnologica e speranza di riduzione dei costi ad un'impresa colossale sia in termini lavorativi che economici.

Sfortunatamente questo tipo di cavità possiede un grande limite, cioè la diminuzione dell'efficienza all'aumentare del campo accelerante noto in letteratura come problema del Q-slope.

Questo lavoro di tesi è stato svolto nell'ambito di una possibile soluzione al problema del Q-slope a partire dai risultati ottenuti dai precedenti lavori svolti dal gruppo di Scienze dei Materiali del laboratorio di superconduttività presso i Laboratori Nazionali di Legnaro dell'INFN.

Dopo aver cercato di comprendere le cause che sono alla base dell'abbassamento dell'efficienza, sono stati eseguiti studi mirati a ideare possibili soluzioni e a valutarne l'effettiva efficienza: questo lavoro preliminare ha permesso di progettare nuove configurazioni per il ricoprimento delle cavità di rame. Pertanto 16 serie di campioni e due cavità di rame sono state depositate e sufficientemente analizzate con diverse tecniche di analisi superficiale.

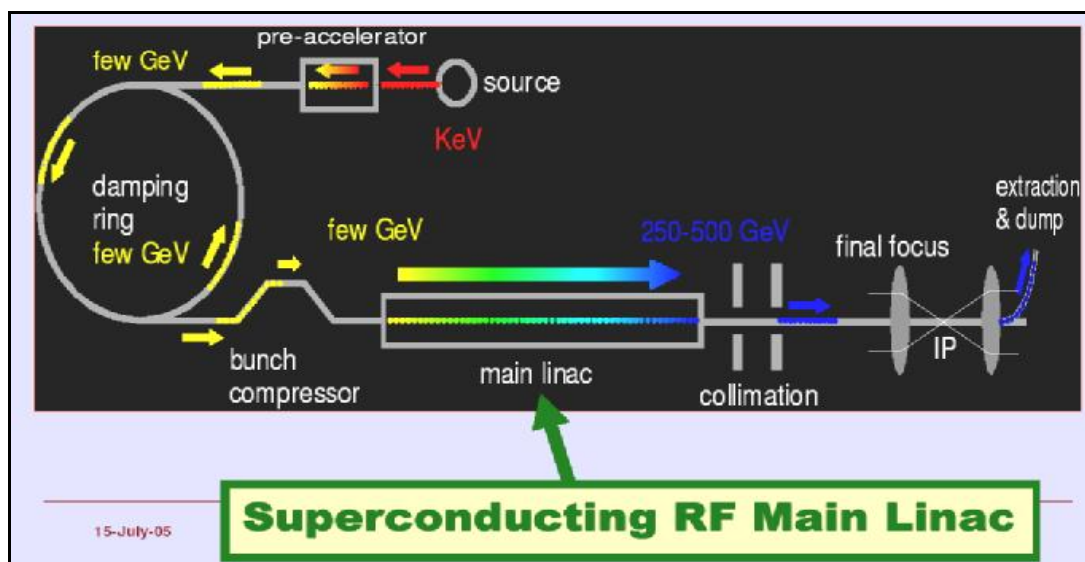


Figura 0-3: Progetto iniziale per l'ILC¹.

0.2 Struttura della tesi

Allo scopo di guidare il lettore nella consultazione dell'elaborato, in questo paragrafo sono sintetizzati i contenuti di ciascun capitolo.

Nel *capitolo 1* sono descritti i fondamenti della radiofrequenza, in particolare sono esposte le caratteristiche che differenziano le cavità superconduttive da quelle normal-conduttive e sono sottolineati gli aspetti che rendono la ricerca sulle cavità acceleratrici così intensa e promettente. Una parte è dedicata alla descrizione delle problematiche che affliggono le cavità di rame ricoperte di niobio e lo stato dell'arte della ricerca scientifica.

Il *capitolo 2* fornisce una descrizione teorica del processo di sputtering e della sua applicazione alla deposizione di film sottili. Sono presentate le tre principali tecniche (DC, RF e magnetron sputtering) con l'intenzione di comprendere in che modo sia possibile variare le proprietà del film influenzando sulla configurazione e sui parametri di deposizione.

Nel *capitolo 3* viene descritto l'apparato utilizzato per fare le deposizioni e il metodo di preparazione dei substrati.

Il *capitolo 4* è di fondamentale importanza all'interno dell'elaborato: in esso sono presentati quattro possibili metodi per migliorare le proprietà dei film sottili di niobio: sono descritti i relativi fondamenti teorici e gli studi effettuati per testarne l'efficacia. Nella seconda parte del capitolo trova spazio la descrizione delle configurazioni per magnetron sputtering costruite insieme al riepilogo delle deposizioni effettuate.

Nel *capitolo 5* sono descritte le tecniche di caratterizzazione utilizzate prima attraverso una breve introduzione teorica, poi con uno schema dell'apparato di misura; sono inoltre raccolti tutti i risultati delle misure sui campioni e i relativi commenti.

Il *capitolo 6* contiene la progettazione di una configurazione da sputtering che è frutto delle conoscenze acquisite con il lavoro precedente.

In appendice è riportato il listato del programma per la simulazione dei campi magnetici.

Capitolo 1

Finalità di questo lavoro di tesi e stato dell'arte della tecnologia

Dalla lettura di questo capitolo si evince il motivo dell' interesse per le deposizione di film sottili presso la comunità scientifica. Vengono approfondite le caratteristiche del niobio e delle cavità acceleratrici su cui viene depositato. Sarà mostrato lo stato dell'arte della tecnologia delle cavità di niobio su rame, i problemi ancora da risolvere e le linee di sviluppo della ricerca odierna nei vari gruppi di ricerca.

1.1 Film sottili di niobio in cavità risonanti di rame per acceleratori SRF

1.1.1 Cavità acceleratrici in radiofrequenza

Una cavità risonante è una regione di spazio racchiusa da una superficie di materiale conduttivo in grado di immagazzinare al suo interno una certa quantità di energia sotto forma di onde elettromagnetiche oscillanti stazionarie, in una forma analoga a quella di un circuito risonante a bassa frequenza.

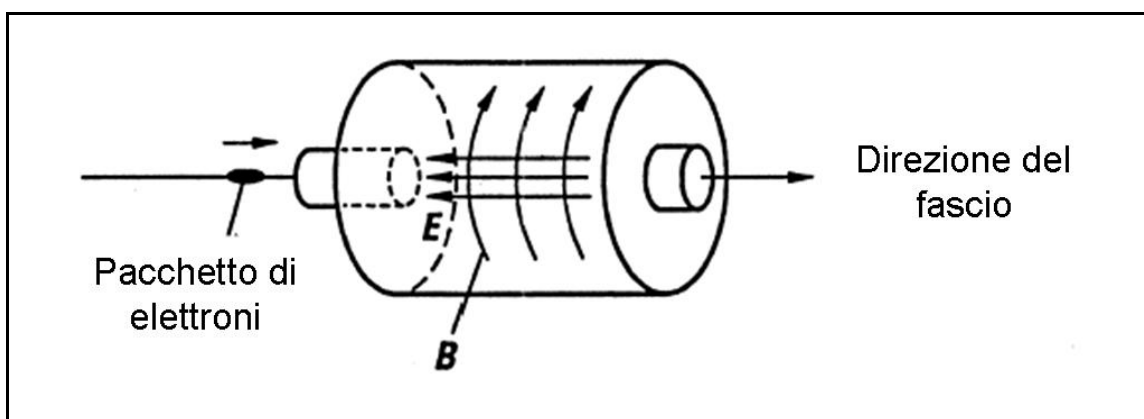


Figura 1-1: Forma dei campi elettrico e magnetico in una cavità risonante³

La soluzione delle equazioni di Maxwell per un risonatore presuppone che siano possibili un infinito numero di diversi stati stazionari, ai quali corrispondono diverse frequenze di risonanza e di configurazioni di campo. Per una particolare geometria della

cavità, tutti gli stati stazionari costituiscono l'insieme dei modi normali. Ogni modo normale ha una caratteristica distribuzione di campi all'interno del volume racchiuso e di correnti circolanti sulle pareti del conduttore. Un fascio di particelle può essere accelerato ad opera dell'interazione con i campi oscillanti in radiofrequenza contenuti nelle cavità se la struttura è eccitata nel modo $p/2$ e la particella è sincrona con la fase dell'onda (si veda Figura 1-2).

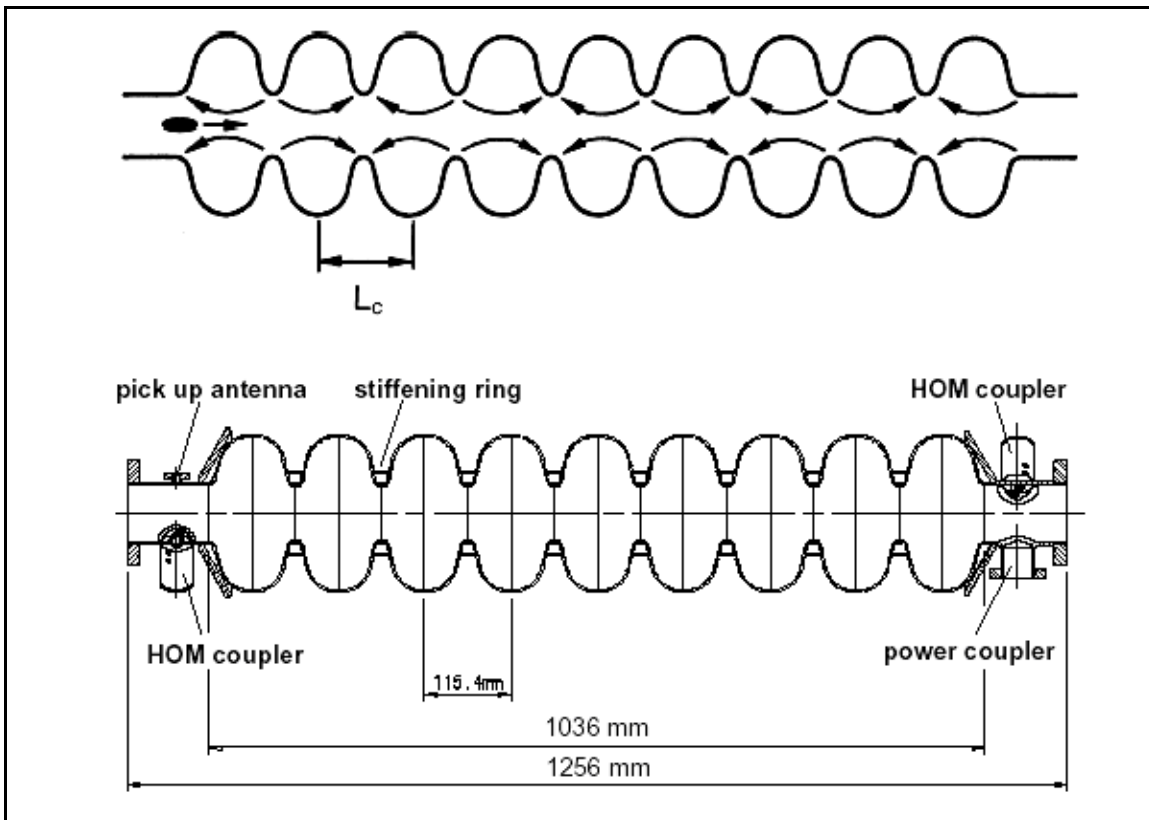


Figura 1-2 Sezione schematica di una cavità superconduttiva a 9 celle dell'acceleratore TESLA. Nella parte superiore le frecce indicano la direzione del campo elettrico accelerante. La lunghezza della cella è $\frac{1}{2}$ la lunghezza d'onda della RF utilizzata (1.3 GHz): la particella attraversando le celle incontra un campo che punta sempre nella stessa direzione e subisce un'accelerazione continua. Alle estremità vi sono aperture per l'inserimento delle antenne (*pick-up antenna* e *power coupler*) che iniettano la RF, altre aperture sono per le antenne che sopprimono i modi di ordine superiore (*HOM coupler*)².

Un parametro importante è il campo accelerante E_{acc} : si tratta del campo responsabile del guadagno di energia potenziale per unità di carica V_{acc} che una particella acquisisce quando attraversa l'asse longitudinale della cavità di lunghezza L .

Per un generico elemento risonante eccitato in un particolare modo normale si definisce un parametro Q – detto *fattore di merito* – definito dalla:

$$Q = 2\pi f \frac{U}{P_d} \quad \text{Eq. 1-1}$$

dove: f è la frequenza di risonanza del modo normale
 U è l'energia totale immagazzinata nella cavità
 P_d è la potenza complessiva dissipata alle pareti

Il fattore di merito indica l'efficienza nel conservare l'energia immagazzinata: esso è proporzionale al numero di oscillazioni con frequenza f che il sistema risonante compie prima di dissipare $1/e$ dell'energia totale immagazzinata quando non alimentato da fonti esterne; ad esempio nel caso di un pendolo è il numero di oscillazioni prima che l'ampiezza si riduca a $1/e$ del valore originario.

Nei casi pratici di cavità superconduttive Q è un numero molto grande ($10^9 \div 10^{10}$), poiché la bassa resistenza superficiale del materiale implica $P_d \sim 0.1W$.

È possibile ricavare una relazione di inversa proporzionalità tra Q e la resistenza superficiale R_s . Il fattore di merito può essere infatti riscritto come:

$$Q = \frac{G}{R_s} \qquad \text{Eq. 1-2}$$

dove G è definito come *fattore geometrico* della cavità, ha le dimensioni di una resistenza e dipende solo dalla geometria della cavità.

Come vedremo nei paragrafi successivi il comportamento di R_s a basse temperature distingue le cavità acceleranti normalconduttive, costituite di rame OFHC (Oxide Free High Conductivity) dalle cavità acceleratrici superconduttive costituite di niobio, piombo o film di niobio su rame.

1.1.2 Cavità acceleratrici superconduttive

L'esigenza di contenere le dimensioni dell'acceleratore e le potenze dissipate, al fine di diminuire i costi di fabbricazione e di funzionamento, impone alle cavità la condizione restrittiva di essere in grado di generare elevati campi acceleranti con un'elevata efficienza di conversione dell'energia elettromagnetica. Per ridurre al minimo la potenza dissipata sulla superficie della cavità, devono essere utilizzati materiali con bassa resistenza, ma anche utilizzando un ottimo conduttore come il rame, la maggior parte della potenza RF erogata dall'alimentatore va perduta sotto forma di calore. Normalmente il massimo campo accelerante ottenibile in strutture normal-conduttive è di 2 MV/m a causa della intrinseca difficoltà incontrata nel raffreddare le cavità.

Il principale vantaggio offerto dall'utilizzo di cavità superconduttive è invece il più alto valore di campo accelerante ottenibile. Essendo la resistenza superficiale del materiale

superconduttivo più bassa rispetto a quella del metallo, la potenza dissipata dalle pareti della cavità normal-conduttive è di molto superiore. Le strutture superconduttive presentano inoltre una bassissima perdita di segnale RF e quindi permettono una progettazione della forma volta a ottimizzare altre proprietà³. La forma viene scelta in modo da minimizzare l'interazione tra il fascio accelerato e la cavità così da consentire l'accelerazione di correnti più alte senza avere peggioramenti nella qualità del fascio.

Sebbene una notevole quantità di energia sia necessaria per mantenere le cavità superconduttive sotto la temperatura di transizione tramite dei criostati, la tecnologia superconduttiva ha dato prova di garantire un notevole risparmio nei consumi energetici ed è largamente adottata. Alcuni esempi di acceleratori attualmente funzionanti con cavità superconduttive sono ALPI presso i Laboratori Nazionali di Legnaro (INFN), HERA presso i laboratori di DESY, CEBAF presso il Jefferson Lab e il TRISTAN a KEK mentre il LEP del CERN è stato smantellato pochi anni fa per lasciare posto all'LHC.

La maggior parte delle cavità superconduttive in radiofrequenza sono interamente costituite di niobio massivo. Il niobio combina le tre importanti caratteristiche necessarie per questa applicazione: buone proprietà meccaniche, conducibilità termica elevata e alta temperatura di transizione.



Figura 1-3: Fotografia di un sistema di accelerazione superconduttivo a KEK: le cavità giacciono all'interno del grande criostato³.

1.1.3 Fondamenti di radiofrequenza

Resistenza superficiale

La resistenza di un materiale superconduttore sotto la T_c è zero per una corrente continua, ma è diversa da zero per una corrente RF a causa dell'impedenza superficiale che limita la corrente e quindi permette al campo elettromagnetico di penetrare sotto lo strato superficiale e di dissipare potenza.

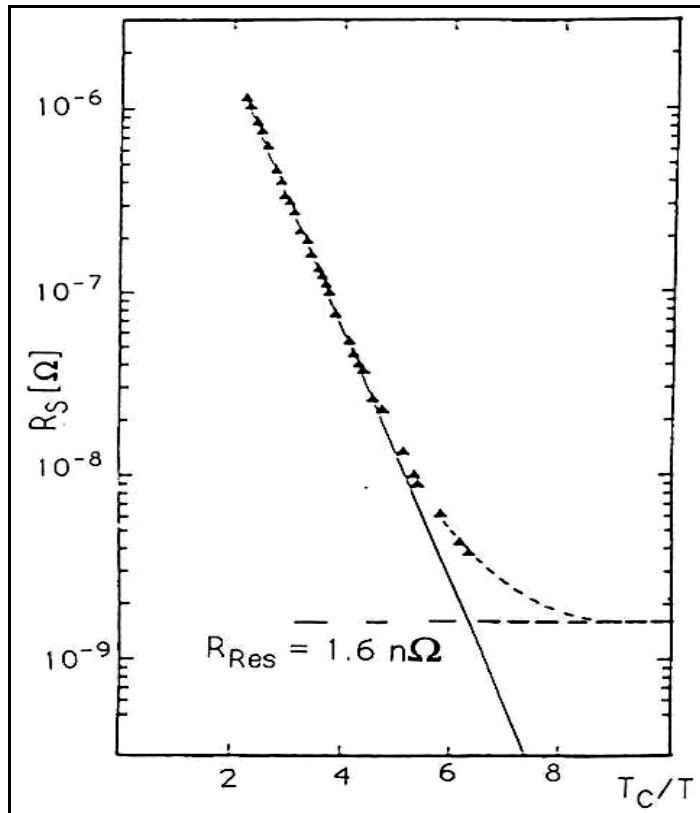


Figura 1-4: Andamento tipico della resistenza superficiale di un superconduttore. La linea continua è la sola resistenza BCS, mentre quella tratteggiata comprende il termine residuo.

La parte reale dell'impedenza superficiale è R_s : in Figura 1-4 è mostrato il suo andamento in funzione di T per una data frequenza. La linea continua rappresenta il calcolo teorico secondo la teoria BCS. Il modello è in accordo con tutti i dati se al termine teorico $R_{BCS}(T)$ viene aggiunto anche un secondo - detto resistenza residua superficiale e indicato con R_{res} - indipendente dalla temperatura.

L'espressione generale per la resistenza superficiale diventa:

$$R_s(T, \omega) = R_{BCS}(T, \omega) + R_{res}(\omega) \quad \text{Eq. 1-3}$$

La resistenza residua tiene conto in maniera mediata delle perdite superficiali che non sono descritte dalla teoria microscopica. Le sue origini fisiche non sono ben comprese,

data la difficoltà di isolare le cause intrinseche e microscopiche del materiale da quelle tecnologiche, come ad esempio la cattiva pulizia della superficie o presenza di difetti.

Il vantaggio dell'utilizzare i materiali superconduttori nel campo della radiofrequenza sta proprio nella bassa resistenza superficiale. Infatti confrontando i valori approssimativi di R_s per il rame e per il niobio a diverse temperature si nota come per il secondo materiale la transizione superconduttiva faccia crollare la resistenza superficiale di 5 ordini di grandezza.

Freq. = 1GHz	R_s
Cu (300K)	5 m Ω
Cu (4.2K)	1m Ω
Nb (300K)	25 m Ω
Nb (4.2K)	100 n Ω

Tabella 1-1: Valori indicativi di resistenza superficiale per rame e niobio a diverse temperature, ipotizzando una frequenza di 1GHz.

La temperatura di impiego delle cavità è solitamente scelta in modo tale che almeno la parte della resistenza superficiale dipendente dalla temperatura sia ridotta ad un valore tollerabile.

Dal momento che abbassando la temperatura R_s tende asintoticamente a R_{res} , enormi sforzi sono volti ad abbassare il valore della resistenza residua.

Riscaldamento RF

Difetti microscopici presenti sulla superficie interna delle cavità superconduttive immerse in campi RF causano alte correnti e quindi provocano un riscaldamento locale. La conducibilità termica della cavità risonante limita la quantità di calore che può essere dissipato dagli agenti raffreddanti. L'innalzamento della temperatura può provocare una perdita locale delle proprietà superconduttive: si tratta del fenomeno del quenching.

Multipacting

Nelle cavità risonanti RF alcuni elettroni del fascio deviati possono colpire le pareti della cavità creando elettroni secondari; questi a loro volta possono assorbire energia dal campo e quindi generare in cascata altri elettroni secondari. Gli urti di questi elettroni secondari con le pareti provocano il riscaldamento della cavità e possono indurre il fenomeno del quenching. Questo fenomeno a soglia può essere ridotto cambiando la forma

delle cavità e aumentando la conducibilità termica, ma in generale non può essere completamente eliminato.

Emissione di campo

Un altro importante fenomeno che limita il valore di E_{acc} raggiungibile è l'emissione di campo. Quando il campo elettrico superficiale locale supera 20 MV/m, gli elettroni vengono emessi dalla superficie per effetto tunnel. Questi elettroni assorbono energia dal campo RF e poi la cedono sotto forma di calore sulla superficie.

1.1.4 Le proprietà principali del niobio

Il niobio è un metallo di transizione del gruppo V B e periodo 5. Allo stato puro si presenta come un metallo di colore grigio azzurro, tenero e duttile. Tra gli elementi superconduttori è quello con la più alta temperatura critica (T_c); le sue caratteristiche sono elencate in Tabella 1-2.

Le proprietà superconduttive del niobio sono estremamente sensibili alla presenza di impurezze e ai trattamenti subiti dal materiale.

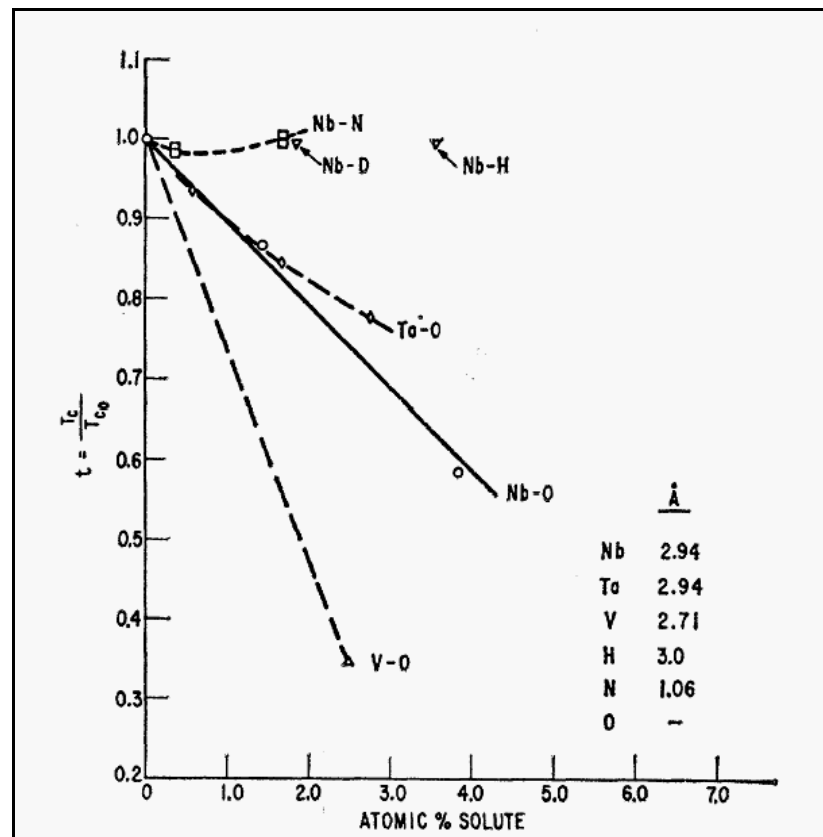


Figura 1-5: Variazione della temperatura critica di niobio, vanadio e tantalio in funzione della concentrazione relativa di alcuni soluti. t è il rapporto tra la temperatura critica misurata e la temperatura critica del materiale puro.

Gli studi di DeSorbo⁵ sull'influenza delle concentrazioni di ossigeno o azoto su Tc e resistività del niobio massivo evidenziano che concentrazioni sotto il limite di solubilità di questi due elementi comportano una diminuzione della Tc e un aumento della resistività (Figura 1-5).

A basse concentrazioni il niobio forma soluzioni solide interstiziali sia con l'ossigeno che con l'azoto. La deformazione della struttura cristallina, confermata dall'aumento del parametro reticolare, è alla base della variazione delle proprietà elettriche del superconduttore.

Generali	
Numero atomico	41
Peso atomico	92.90 g/mole
Raggio atomico	2.08 Å
Densità	8570 kg m ⁻³
Struttura cristallina	
Struttura cristallina	b.c.c.
Gruppo spaziale	Im3m
a (parametro reticolare)	3.3033 Å
Proprietà fisiche	
Resistività elettrica (300K)	14.9 μΩ·cm
Conducibilità termica a 300 K	53.7 W m ⁻¹ K ⁻¹
Temperatura di Debye	275 K
Temperatura di fusione	2741 K
Proprietà superconduttive	
Temperatura critica	9.26 K

Tabella 1-2: riepilogo delle caratteristiche del niobio

1.1.5 Vantaggi dell'applicazione delle tecniche di deposizione alla produzione di cavità superconduttive

In una cavità superconduttiva la radiazione elettromagnetica RF può penetrare solo per uno spessore pari a dieci volte la lunghezza di penetrazione di London, cioè circa 50 nm a 4,2 K. Questo significa che tutto il niobio che non giace in questo strato superficiale viene sfruttato solo per garantire rigidità meccanica alla struttura⁶.

Una soluzione alternativa è usare il rame come materiale di sostegno, ricoprendolo internamente con un film superconduttivo. L'esperienza del CERN (LEP II) e dell'INFN di Legnaro (ALPI) con cavità di rame ricoperte per sputtering con niobio ha dato buoni risultati dimostrando che è possibile ottenere elevati fattori di merito Q_0 rispetto alle cavità di niobio massivo. Le cavità di rame ricoperte di niobio presentano i seguenti vantaggi:

Stabilità termica

La conducibilità termica a 4,2 K del niobio puro ($RRR^1=300$) è di circa 75 W/m·K mentre quella del rame OFHC (Oxide Free High Conductivity) normalmente utilizzato è di circa 400 W/m·K. È molto più facile per il substrato di rame smaltire il calore che si genera sulle pareti interne verso il bagno di elio in cui è immersa la cavità (vedi Figura 1-6 e Figura 1-7).

Come spiegato in precedenza la presenza di difetti, l'emissione di campo e il multipacting sono una fonte di riscaldamento delle cavità. La grande conducibilità termica del rame rende le cavità di niobio su rame più resistenti al fenomeno del quenching.

Basso costo

La produzione di cavità ricoperte di niobio permettono di abbassare notevolmente i costi di produzione, dal momento che nelle applicazioni degli acceleratori il costo del rame è circa 1/50 del costo del niobio.

Insensibilità al campo magnetico terrestre

La resistenza superficiale del niobio è causata da impurezze, ossidi, ruvidità superficiale ma anche dall'intrappolamento delle linee del campo magnetico terrestre durante il raffreddamento. Le cavità di niobio su rame si mostrano 10 volte meno sensibili di quelle bulk all'effetto del campo magnetico terrestre⁴.

¹ Il Residual Resistivity Ratio (RRR) è il rapporto tra la resistenza a temperatura ambiente (300K) e la resistenza a 10 K del metallo ed è un indice della purezza del materiale.

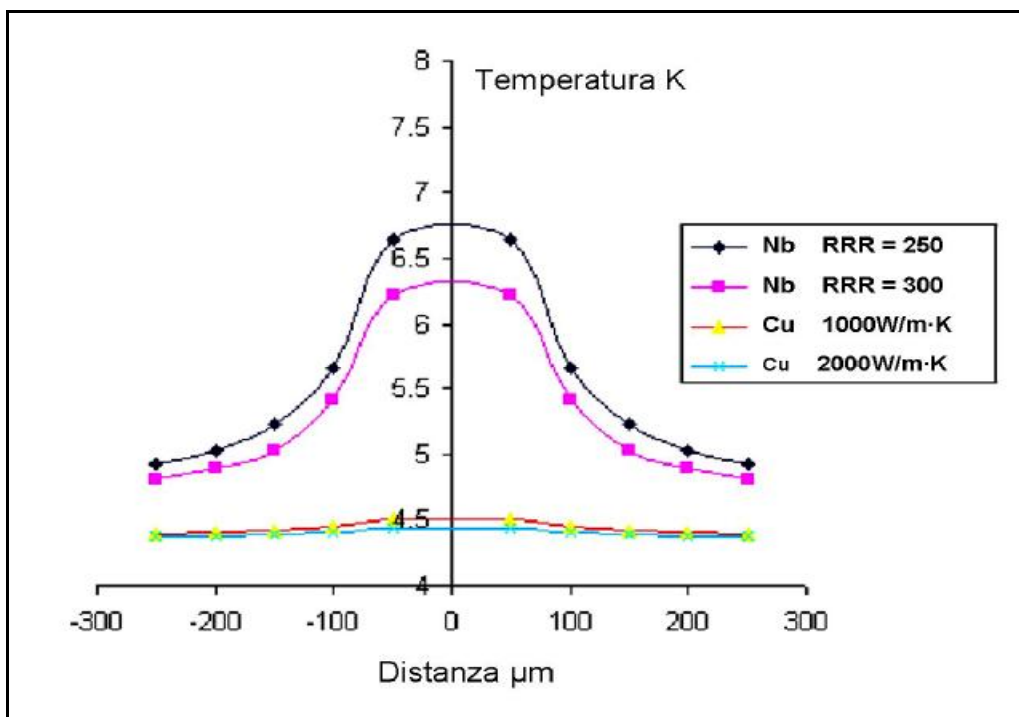


Figura 1-6: Stima della temperatura locale in prossimità di un difetto di 50 micron sulla superficie di cavità immerse in un bagno di elio liquido e sottoposte a radiazione RF. Le cavità niobio su rame mostrano un incremento di temperatura in prossimità del difetto di entità molto minore rispetto alle cavità niobio bulk⁴.

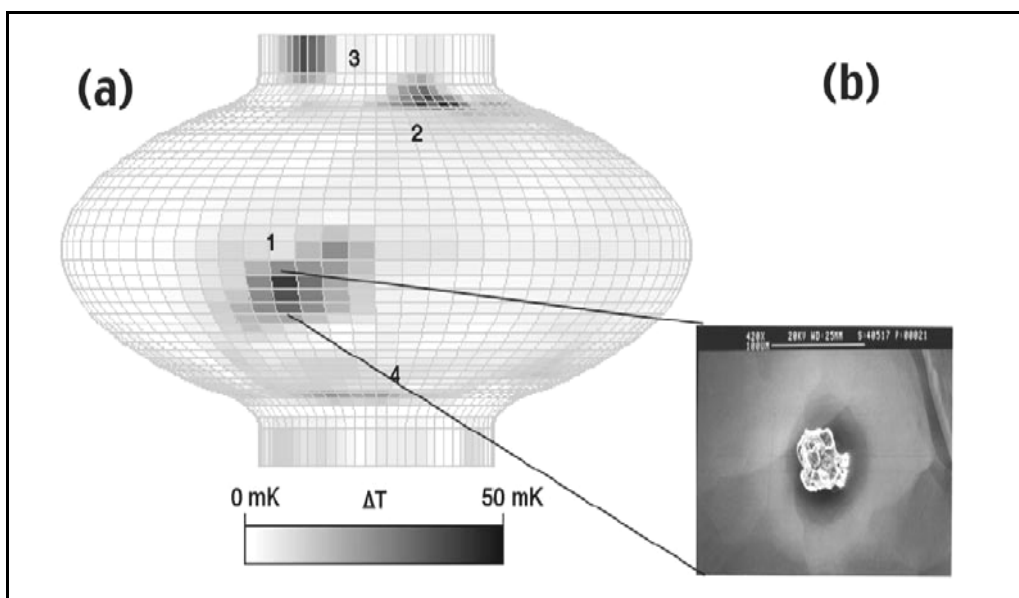


Figura 1-7: a) Mappa delle temperature superficiali di una cella 1,5 GHz di niobio su rame. b) Foto al SEM del difetto responsabile del riscaldamento⁷.

Maggiore purezza dei film sottili

Durante le lavorazioni meccaniche necessarie per dare alle cavità niobio bulk la forma desiderata vengono incluse impurezze nel materiale: tipiche inclusioni possono essere elementi quali il ferro, il nickel o qualche ossido. Queste particelle non abbassano

necessariamente l'RRR ma emergono anche dopo vigorosi attacchi acidi alla superficie e richiedono costose procedure di pulizia durante la formatura. Al contrario la deposizione di film sottili in vuoto permettono un miglior controllo della qualità superficiale.

1.1.6 Configurazione standard di magnetron sputtering delle cavità

Al CERN è stato realizzato il LEP, il più grande acceleratore superconduttivo con cavità di niobio su rame. I film di niobio spessi $1,5 \mu\text{m}$ sono depositati sulla superficie interna delle cavità per sputtering con una configurazione a magnetron cilindrico (si veda Figura 1-8).

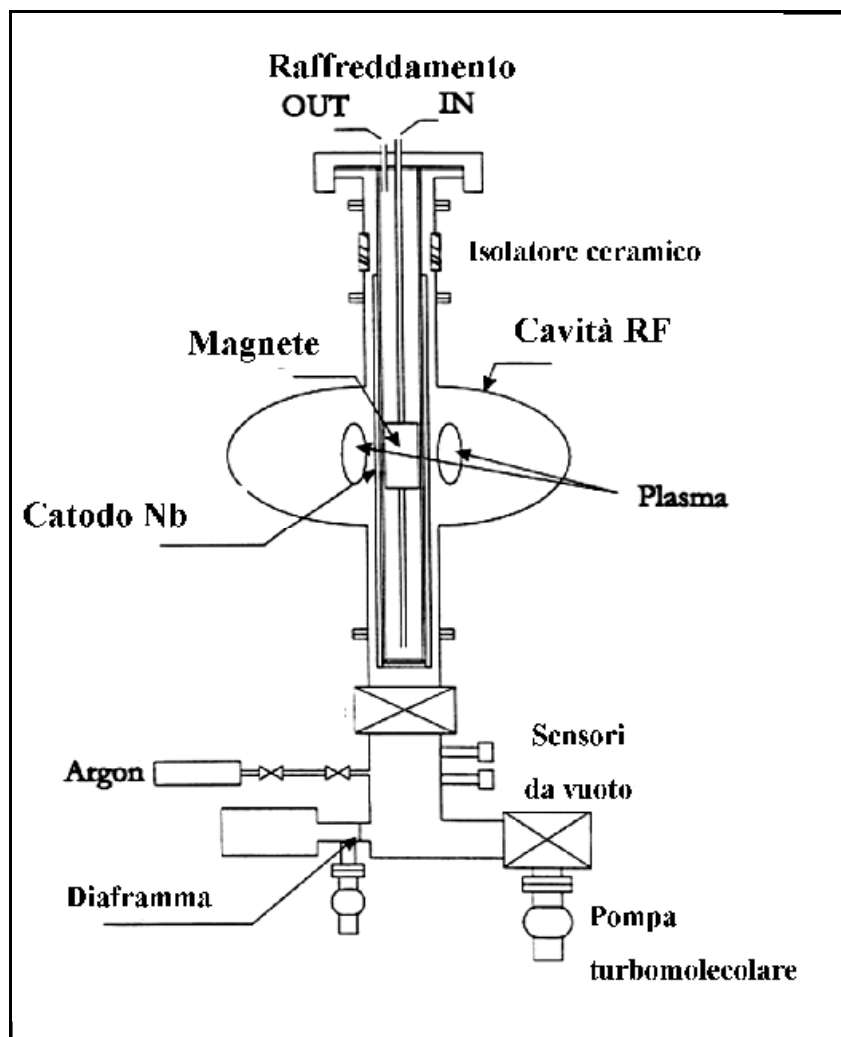


Figura 1-8: Schema del sistema di deposizione utilizzato al CERN. La cavità esterna (*RF cavity*) costituisce l'anodo del sistema e il substrato da depositare; il catodo (*Nb cathode*) giace al suo interno in posizione coassiale. Tutta la parte inferiore rappresenta il sistema di pompaggio della camera, le valvole e i misuratori da vuoto, mentre nella parte superiore sono schematizzati l'isolatore ceramico (*ceramic insulator*) e il sistema di raffreddamento (*cooling*)

Una scarica a bagliore a bassa pressione viene accesa dentro la cavità di rame e provoca l'espulsione di atomi di niobio dal catodo cilindrico posizionato lungo l'asse. Per aumentare l'efficienza di ionizzazione (si veda 2.4) dentro al catodo viene fatto scorrere un magnete. Per ottenere le qualità desiderate del film depositato si segue un rigoroso protocollo di lavoro⁸.

1.2 Il Q-slope

1.2.1 Un problema da risolvere

Si è visto in **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.** che il fattore di merito Q indica l'efficienza di immagazzinamento dell'energia all'interno della cavità. La produzione di cavità di niobio su rame ha permesso il raggiungimento di alti valori di Q ma contemporaneamente ha fatto emergere un altro problema: aumentando il campo accelerante, il valore di Q degrada fino a diventare anche 1/10 del suo valore di partenza: questo effetto è detto Q slope.

Questo comportamento è stato osservato anche nelle cavità di niobio massivo ma a campi acceleranti molto più alti (25 – 40 MV/m)⁹.

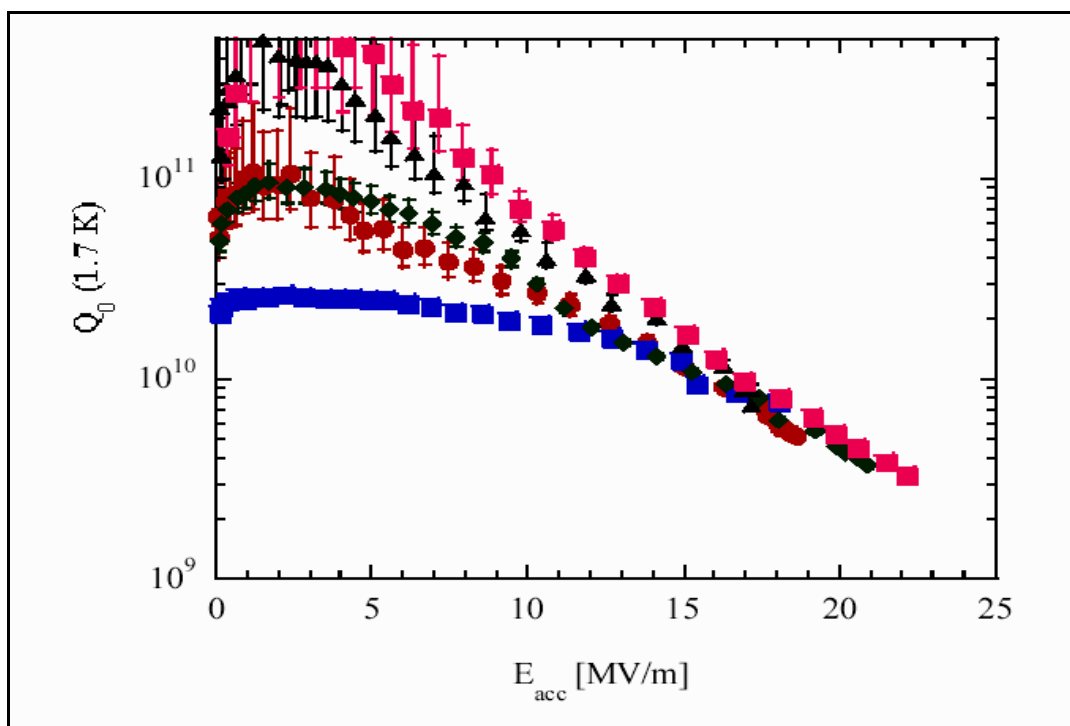


Figura 1-9: Valore di Q per diversi campi acceleranti per cavità di rame sputterate al CERN. Simboli diversi indicano cavità differenti⁴.

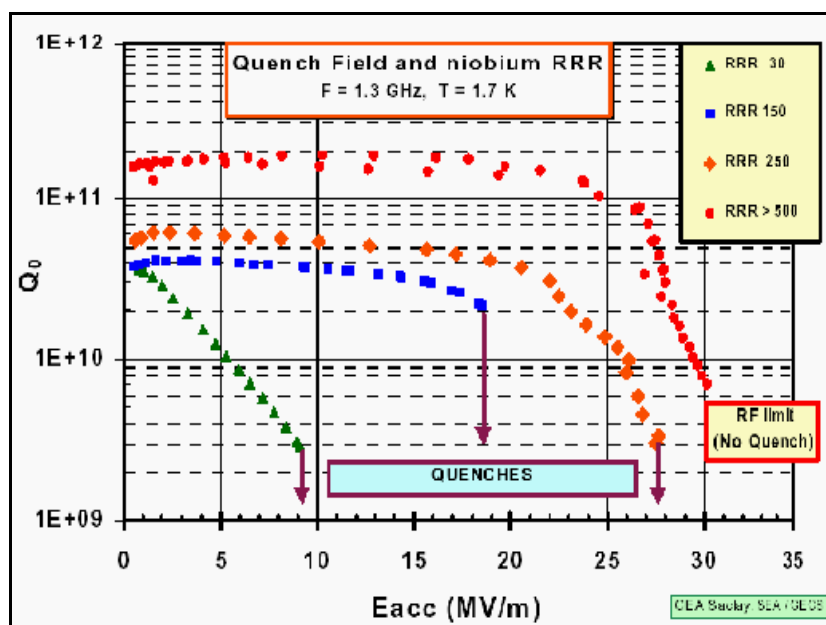


Figura 1-10: Valore di Q per diversi campi acceleranti per cavità di niobio bulk⁹.

La diminuzione di Q ad alti campi acceleranti si oppone alla necessità di ottenere cavità con prestazioni sempre migliori. Non vi è fino ad ora una completa comprensione dei motivi che originano questo comportamento nelle cavità sputterate.

1.2.2 Linee guida della ricerca odierna

Le ipotesi più accreditate per spiegare il fenomeno del Q-slope sono la presenza di impurezze nel film, la presenza di difetti o i bordi di grano dei cristalli cresciuti. Vari gruppi di ricercatori cercano di approfondire le conoscenze sull'argomento studiando:

- ruvidità superficiale, deposizioni non omogenee, demagnetizzazione, dimensione dei grani;
- preparazione del substrato per elettropulitura, influenza dell'angolo di deposizione;
- riduzione del campo critico a causa dei difetti;
- formazione da parte degli atomi di idrogeno di legami col niobio;
- formazione di stati di ossidazione locale;

Sembra dunque assodato presso la comunità scientifica che per eliminare il Q slope non vi sia altro modo se non quello di alzare il valore di RRR fino a 100. In questo caso i valori di Q potranno essere più bassi degli attuali¹⁰ in quanto vi è un minimo nella curva teorica della perdita RF in funzione dell'RRR intorno a valori di RRR di circa 15.

1.3 Sviluppo di tecniche innovative per migliorare la qualità dei film

Per venire a capo del problema del Q-slope in vari laboratori si stanno progettando sistemi di deposizione alternativi a quello adottato dal CERN.

1.3.1 Deposizione per arco

Presso la sezione INFN dell'università Roma2, in collaborazione con il Soltan Institute polacco, si studia la possibilità di adottare sistemi di deposizione ad arco per il ricoprimento delle cavità di rame.

La vaporizzazione tramite arco avviene a basse pressioni quando la scarica elettrica, ad elevata corrente e bassa tensione, si manifesta tra due elettrodi posti a breve distanza. A questo punto la scarica vaporizza il materiale a partire da uno dei due elettrodi mentre si forma un plasma tra essi. Karl T. Compton definisce l'arco come "una scarica in un gas o in un vapore che ha una caduta di potenziale al catodo dell'ordine del minimo potenziale di ionizzazione o di eccitazione del gas o del vapore stesso". J. M. Lafferty aggiunge che "l'arco è una scarica auto-sostenuta capace di supportare le alte correnti prodotte da un meccanismo di emissione elettronica dal catodo negativo".

L'arco si sostiene perlomeno parzialmente grazie al plasma prodotto dall'erosione di uno dei due elettrodi e, sebbene l'accensione della scarica sia facilitata da una minima pressione di gas nobile, non necessita l'immissione di un gas per il mantenimento della scarica come nel caso dello sputtering.

La Figura 1-11 schematizza una tipica curva tensione-corrente di una scarica in vuoto tra due elettrodi. In questa rappresentazione è possibile osservare i vari tipi di scarica che si possono formare in vuoto. A correnti minori di 10^{-5} A, una piccola scarica può essere mantenuta se si forniscono elettroni o se in qualche modo si eccita esternamente il sistema^{II}.

Quando si supera una corrente critica o se il potenziale applicato è sufficientemente elevato da ionizzare il gas, si forma una scarica che può autosostenersi (*normal glow discharge*): si ha, così, la formazione di una scarica luminescente generata da elettroni e ioni. Generalmente in questo tratto della curva un aumento della corrente non provoca un rilevante aumento della tensione, e non c'è un'apprezzabile erosione degli elettrodi.

^{II} Questo particolare fenomeno è denominato scarica di Townsend.

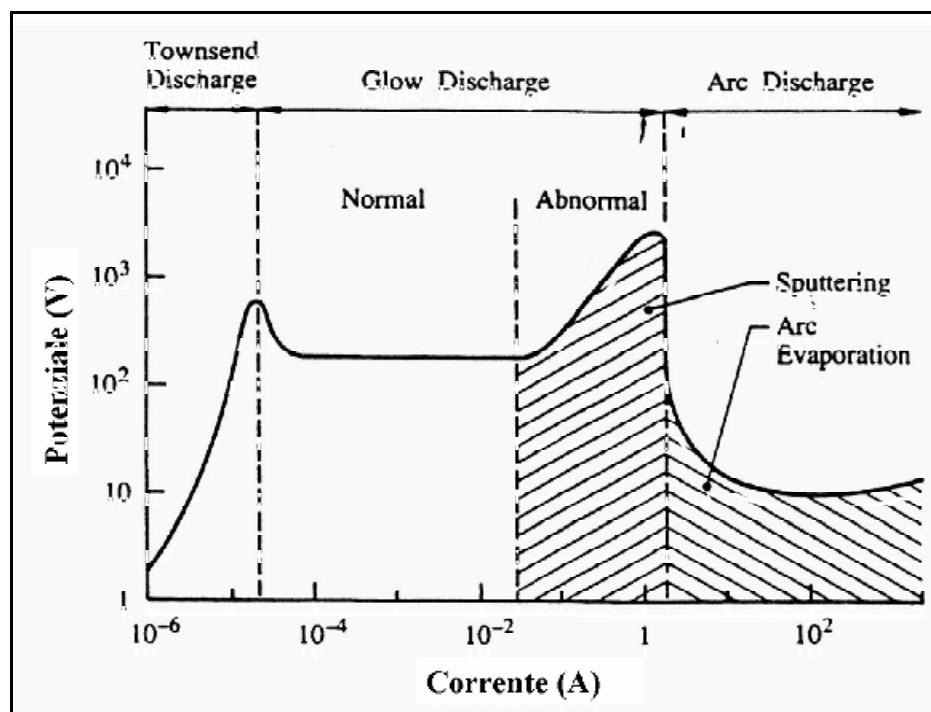


Figura 1-11: Curva Tensione-Corrente in una scarica in vuoto¹¹.

Se, però, la corrente è aumentata ulteriormente (fino a circa 0.1 A) si nota, ad un certo punto, un apprezzabile aumento della tensione (*abnormal glow discharge*) e l'elettrodo caricato negativamente (catodo) è bombardato dagli ioni del gas che ne erodono la superficie. È proprio in questa zona della curva V-I che operano tutte le sorgenti per *sputtering*.

Aumentando ulteriormente la corrente si produce una scarica che si autosostiene in vuoto. Il catodo emette elettroni, e la scarica, che ha la caratteristica di avere elevate correnti (centinaio di Ampere) e basse tensioni (qualche decina di Volt) può autosostenersi senza l'immissione di gas nel sistema: questa è il tipo di scarica utilizzata per le deposizioni ad arco.

L'arco in vuoto è dunque una scarica che si sostiene grazie alla ionizzazione del materiale originato da uno degli elettrodi. Prima che avvenga la scarica non c'è alcun materiale tra gli elettrodi che favorisca il fenomeno, di conseguenza bisogna prevedere un sistema di innesco in modo da superare la barriera di potenziale che è presente prima dell'evaporazione. In particolare si può intervenire o con inneschi meccanici (che mettono a contatto fisico gli elettrodi) oppure con inneschi ad alta tensione (in modo che una piccola zona del catodo riesca ad avere una sufficiente emissione elettronica tale da espellere materiale che servirà per autosostenere la successiva scarica).

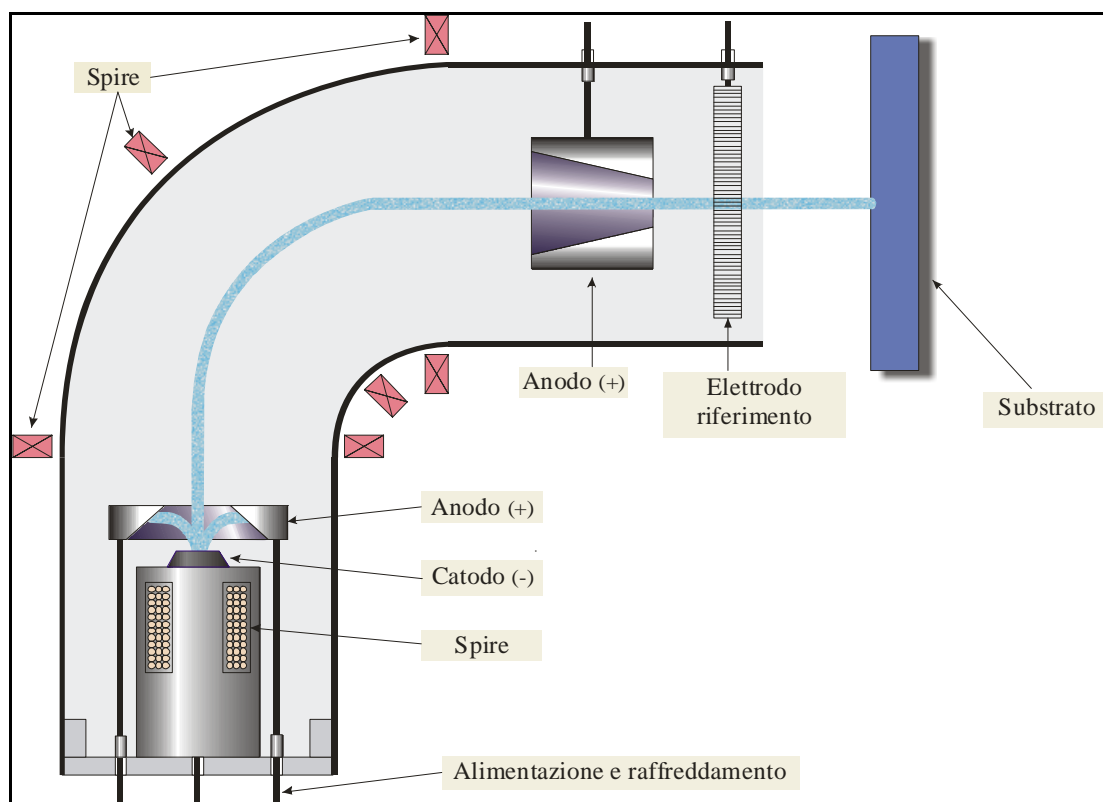


Figura 1-12: Schema di sorgente ad arco catodico con filtro di macroparticelle¹². Sono indicati i due anodi, il filtro, il catodo e il substrato da depositare. Il filtro è costituito da delle spire percorse da corrente: il campo magnetico da loro generato deflette gli elettroni. Gli ioni che sono originati alla superficie del target seguono gli elettroni e sono costretti a seguire una traiettoria curvilinea, mentre le macroparticelle neutre procedono nel tragitto rettilineo e non arrivano al substrato.

Il flusso di materiale che è emesso da una sorgente per arco catodico discreto o pulsato è composto da ioni, macroparticelle, elettroni e da una piccola parte di atomi neutri. Il motivo per il quale questa tecnica viene studiata per la deposizione di film superconduttivi nelle cavità è proprio l'alto grado di ionizzazione del plasma generato. Da varie indagini effettuate si è osservato che gli atomi neutri emessi sono all'incirca l'1-2% e che la maggior parte delle macroparticelle è espulsa a bassi angoli (tra 0° e 30°), mentre il flusso di ioni è principalmente emesso in una direzione perpendicolare al piano del catodo. L'emissione di macroparticelle è invece un problema che può essere risolto utilizzando un filtro di macroparticelle come quello mostrato in Figura 1-12 e Figura 1-13.

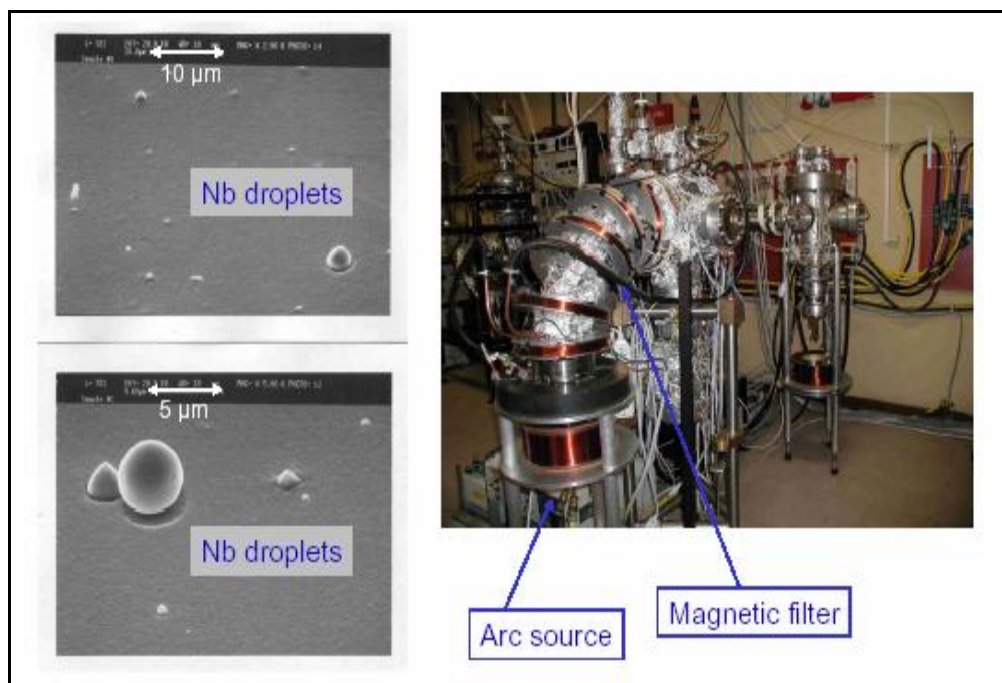


Figura 1-13: Immagini SEM di macroparticelle sopra la superficie del film depositato (a sinistra); immagine di un sistema di deposizione ad arco con filtro di macroparticelle (a destra)¹³.

Gli ioni prodotti dalla scarica invece possono essere facilmente guidati da opportuni campi elettrici verso la superficie della cavità e in particolare possono essere fatti arrivare con direzione di incidenza perpendicolare.

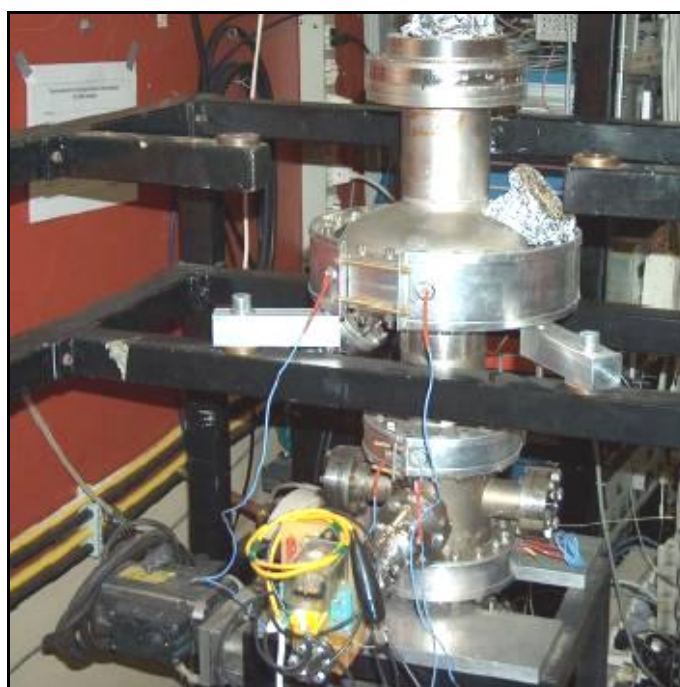


Figura 1-14: Sistema per la deposizione in cavità risonanti tramite l'uso di sorgenti ad arco catodico¹³.

1.3.2 Evaporazione e ionizzazione tramite Electron Cyclotron Resonance

Al Jefferson Lab (Virginia, USA) si cerca di migliorare le proprietà fisiche e morfologiche dei film di niobio tramite l'uso combinato dell'evaporazione tramite fascio elettronico ed ECR. Gli atomi della specie da depositare vengono ionizzati dopo essere stati evaporati dalla superficie del target per mezzo di un fascio di elettroni.

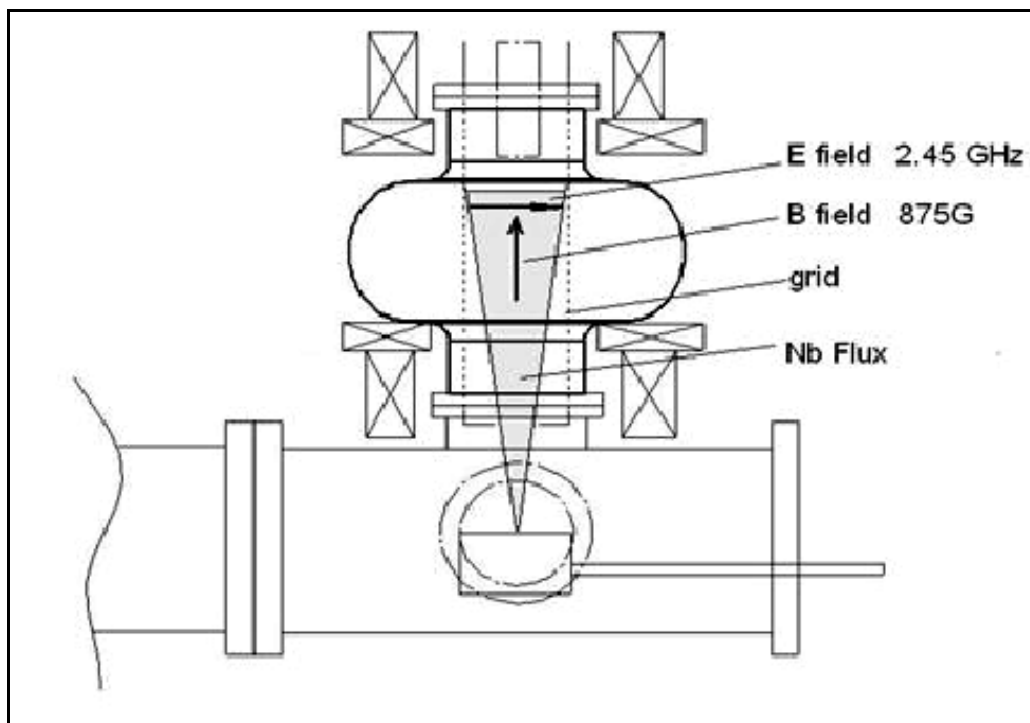


Figura 1-15: Schema del sistema di deposizione tramite evaporazione ed ECR

I maggiori vantaggi offerti dalla tecnica sono⁴:

- non è necessario l'immissione di argon in camera per mantenere la scarica;
- la possibilità di operare a vuoti maggiori aumenta la purezza dei film depositi;
- energia di deposizione controllabile e flusso di particelle incidenti ortogonale alla superficie del substrato;
- assenza di macroparticelle.

Un elettrone che si muove in direzione perpendicolare rispetto ad un campo magnetico subisce una deflessione che lo porta a ruotare attorno alle linee di campo magnetico. Immaginiamo un campo elettrico periodico costantemente perpendicolare al campo magnetico esterno; se la frequenza di oscillazione del campo è uguale alla

frequenza di ciclotrone della carica^{III} allora essa sarà costantemente soggetta ad un'accelerazione come mostrato in Figura 1-16. Nel caso più generale la traiettoria non giace sul piano ma si sviluppa nello spazio.

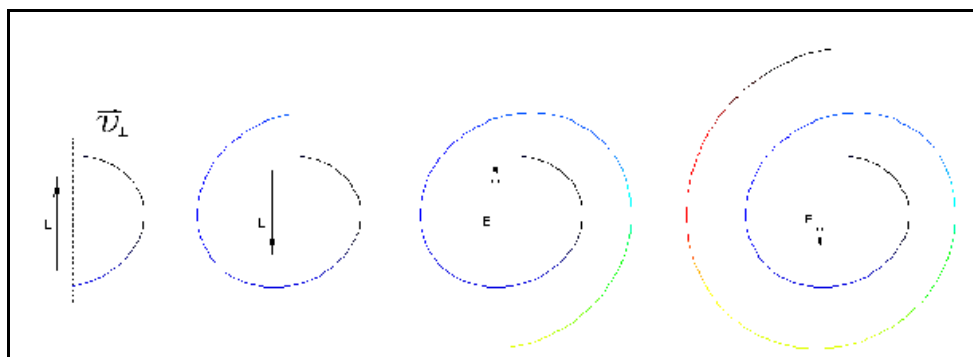


Figura 1-16: Percorso di un elettrone immerso in un campo magnetico entrante nel foglio accelerato da un campo elettrico oscillante con frequenza di ciclotrone⁴.

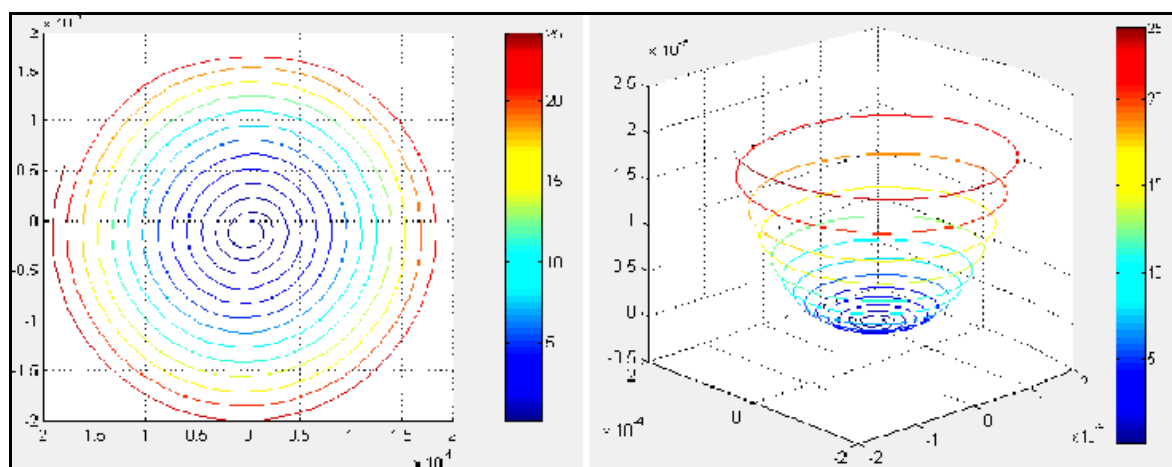


Figura 1-17: Caso più generale del percorso compiuto da un elettrone immerso in un campo magnetico e soggetto ad un campo elettrico oscillante perpendicolare⁴.

Il campo elettrico oscillante applicato nella tecnica ECR fornisce agli elettroni una tale quantità di energia che essi possono ionizzare le specie neutre e dare origine al plasma di niobio a pressioni molto basse.

I primi risultati mostrano la possibilità di ottenere alti valori di RRR, superfici lisce e prive di difetti macroscopici

^{III} per maggiore chiarezza si veda 2.4.1

1.3.3 Studio di nuove configurazioni da sputtering

Durante questo anno di lavoro eseguito presso i laboratori INFN di Legnaro, si è svolta un'attività di ricerca volta a sviluppare sorgenti per sputtering alternative allo scopo di cercare una soluzione al sopra citato problema del Q-slope.

Le soluzioni tecnologiche che sono state adottate nella progettazione delle nuove configurazioni sono emerse da un attento studio dei problemi microscopici che sono all'origine delle proprietà fisiche e morfologiche dei film depositati. E' dunque fondamentale conoscere la teoria dello sputtering per poter comprendere la relazione esistente tra metodo di deposizione utilizzato, parametri adottati e proprietà finali del film depositato.

Capitolo 2

Teoria dello sputtering

Questo capitolo introduce i processi fisici che stanno alla base dello sputtering per comprendere in che modo si può intervenire per ottenere film dalle proprietà desiderate. Dopo aver affrontato lo studio del plasma sono introdotte le tre principali tecniche che utilizzano il plasma per deposizione di film sottili e ricoprimenti. Tutto quello descritto qui verrà utilizzato nel capitolo 4 per progettare miglioramenti alla tecnica di deposizione.

Lo sputtering è un processo fisico in cui atomi di un materiale sono emessi dalla superficie di un solido attraverso il trasferimento di momento causato dal bombardamento di particelle energetiche, solitamente ioni positivi di un gas inerte¹⁵. Quando l'energia cinetica delle particelle incidenti supera $4H$ (dove H è il calore di sublimazione del materiale bersaglio) si assiste ad un forte aumento degli atomi espulsi dalla superficie del solido, cioè ad un processo di sputtering.

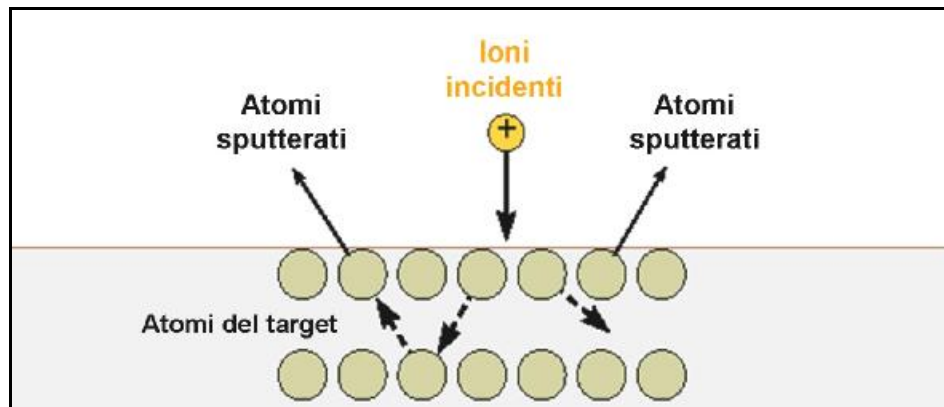


Figura 2-1: Meccanismo di sputtering¹⁴

Lo sputtering è stato sviluppato come tecnica di deposizione superficiale in alternativa alle tecniche di evaporazione termica o tramite fascio elettronico. Esso è particolarmente studiato in quanto possiede i seguenti vantaggi:

- migliore aderenza dello strato depositato sul substrato;
- migliore controllo dello spessore;
- migliore sfruttamento del materiale di partenza;
- grande versatilità nella scelta del target e del substrato.

Il primo problema da affrontare nell'implementare il processo di sputtering è trovare una fonte di ioni uniforme e abbondante sopra la superficie del target costituito dalla sostanza da depositare. Il plasma è il punto di arrivo della nostra ricerca, ma è anche il punto di partenza perché solo comprendendo i processi fisici che ne stanno alla base è possibile progettare un miglioramento delle proprietà dei film depositi.

2.1 Il plasma

2.1.1 Definizione

Il plasma è un gas parzialmente ionizzato contenente un ugual numero di cariche positive e di cariche negative¹⁵. Il plasma utilizzato in questo lavoro di tesi è per la maggior parte costituito da specie neutre essendo caratterizzato da un grado di ionizzazione¹ che oscilla tra 10^{-3} e 10^{-1} .

In prima approssimazione si può pensare ad uno spazio neutro occupato da tre insiemi numericamente costanti nel tempo: atomi neutri, ioni positivi ed elettroni negativi. I principali processi che avvengono dentro il volume occupato dal gas ionizzato sono ionizzazione, ricombinazione, eccitazione e rilassamento. A causa del rilassamento di atomi eccitati tramite impatto elettronico il plasma si presenta luminoso. Per mantenere una densità stazionaria di ioni e di elettroni il processo di ricombinazione deve essere bilanciato dal processo di ionizzazione. Dato che la cattura di un elettrone da parte di un ione positivo è un processo spontaneo, per sostenere la scarica è necessaria una fonte esterna di energia, ad esempio un campo elettrico.

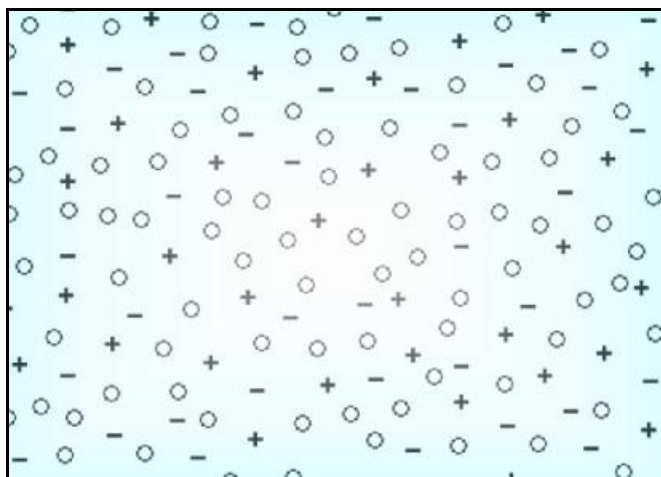


Figura 2-2: Distribuzione di carica nel plasma.

¹ Definito come il rapporto tra il numero di atomi ionizzati e il numero di atomi neutri.

2.1.2 La scarica a bagliore

Si consideri una scarica a bagliore in un gas a bassa pressione tra due elettrodi affacciati posti a diverso potenziale. Applicando un potenziale DC crescente tra i due elettrodi, la corrente che fluisce è trascurabile finché non si supera una tensione di soglia detta potenziale di scarica (vedi Figura 1-11).

Per accendere la scarica sono sufficienti le ionizzazioni date dagli elettroni liberi e dai raggi cosmici amplificate dal campo E in un meccanismo a valanga. Gli elettroni vengono accelerati verso l'anodo e, se possiedono abbastanza energia, possono provocare la ionizzazione di atomi del gas. Gli ioni risultanti vengono accelerati verso il catodo e urtando la superficie possono produrre elettroni secondari. Aumentando ancora la tensione applicata, il numero di elettroni secondari prodotti al catodo diventa sufficiente a generare abbastanza ioni da bilanciare quelli che vengono perduti: la scarica si autosostiene e si forma plasma tra gli elettrodi (normal discharge).

La distribuzione del potenziale e delle cariche in una scarica di questo tipo si riflette visivamente in un alternarsi di regioni luminose e di spazi bui lungo la sezione trasversale della scarica stessa¹⁴ (vedi Figura 2-3).

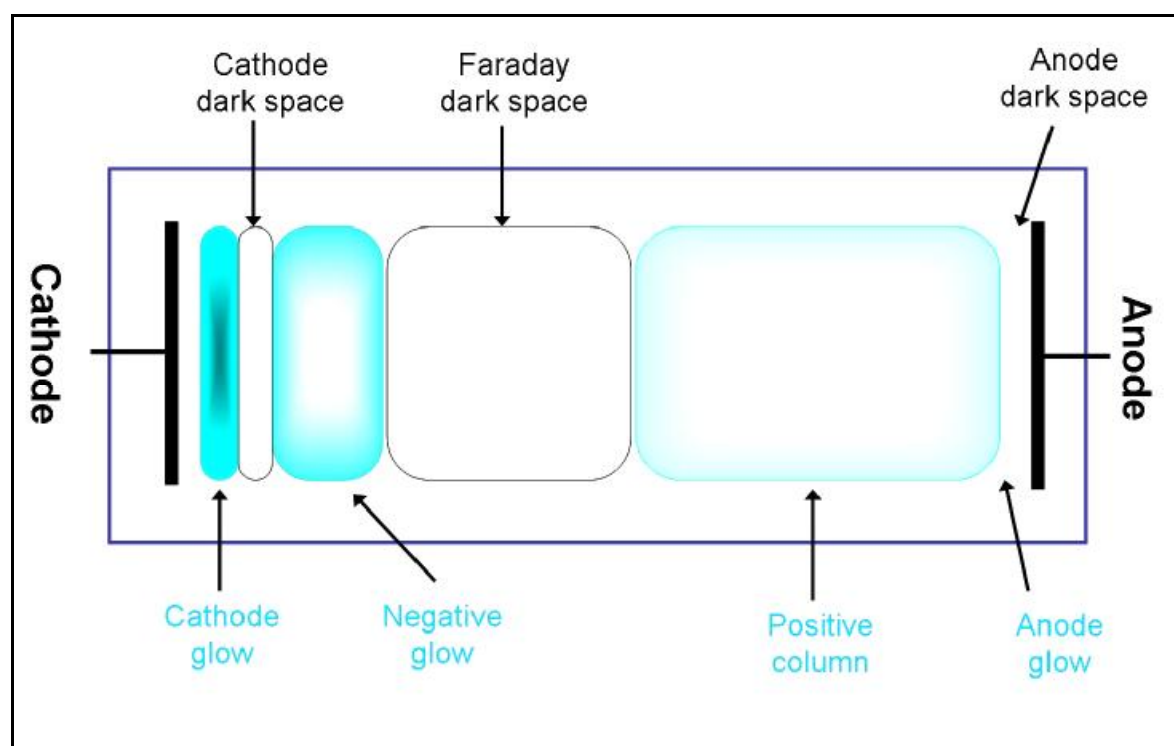


Figura 2-3: Schema della struttura di una scarica a bagliore.

Gli elettroni vengono accelerati dalle cariche positive accumulate sulla superficie del catodo in corrispondenza del cathode dark space. La regione globalmente neutra chiamata negative glow è quella in cui gli elettroni hanno acquisito energia tale da ionizzare un numero di neutri sufficiente a mantenere la scarica.

Una volta perduta la loro energia nelle collisioni, gli elettroni percorrono la regione successiva (Faraday dark space) senza causare ionizzazione o eccitazione degli atomi, perciò non viene emessa luce visibile; in questa zona non sono prodotti ioni negativi e quindi si forma una carica spaziale negativa. Gli elettroni che oltrepassano per diffusione lo spazio oscuro di Faraday vengono accelerati verso l'anodo ed hanno sufficiente energia per effettuare altre collisioni ionizzanti originando una regione luminosa detta colonna positiva: questa è la regione che contiene un plasma omogeneo e ben definito. Per avere una stima qualitativa dei valori assunti dalle varie variabili in gioco, si veda la Figura 2-4.

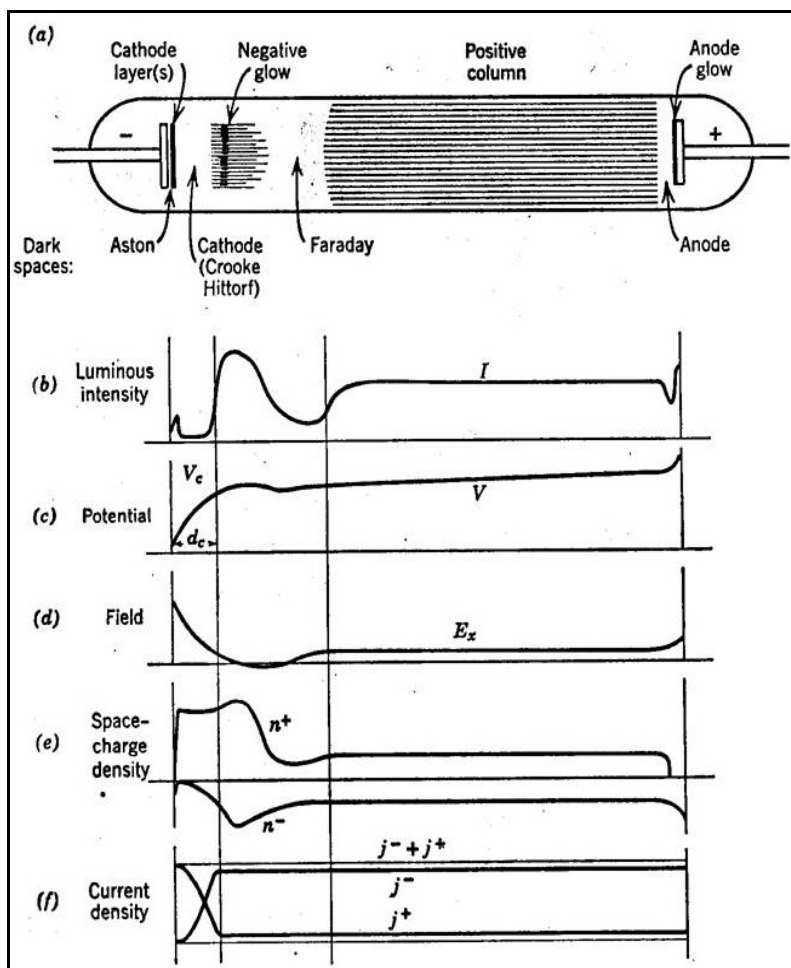


Figura 2-4 a): Schema della struttura di una scarica a bagliore;
 b), c) e d): intensità luminosa, potenziale e campo elettrico della scarica rispetto alla posizione;
 e), f) densità di carica spaziale e densità di corrente rispetto alla posizione per le due specie di portatori di carica, ioni ed elettroni¹⁶.

Nei processi di sputtering solitamente la separazione tra gli elettrodi è piccola ed l'anodo si trova all'interno della negative glow, perciò la colonna positiva e lo spazio oscuro di Faraday non esistono: si tratta di una scarica anormale. Si notino le seguenti caratteristiche del sistema:

- Il plasma non assume un potenziale intermedio rispetto quello dei due elettrodi.
- Il campo elettrico è confinato solo agli strati in prossimità di anodo e catodo.
- I campi elettrici in corrispondenza degli sheath sono tali da respingere gli elettroni che cercano di raggiungere le superfici in entrambe le direzioni.

2.1.3 Temperatura di ioni ed elettroni

Quali sono i motivi per i quali il plasma possiede le caratteristiche sopra elencate? Si consideri un campo E che agisce su un elettrone stazionario di massa m_e e di carica $-e$. La distanza x percorsa nel tempo t è data da:

$$x = \frac{1}{2} at^2 \quad \text{Eq. 2-1}$$

dove a è l'accelerazione dovuta alla forza esercitata dal campo:

$$m_e a = -eE \quad \text{Eq. 2-2}$$

Il lavoro fatto dal campo è dunque:

$$W = -Eex = -Ee \frac{1}{2} \frac{-Ee}{m_e} t^2 = \frac{(Eet)^2}{2m_e} \quad \text{Eq. 2-3}$$

Una relazione simile vale per gli ioni, ma a causa del fatto che $m_i \gg 2000 \cdot m_e$, il campo elettrico fornisce energia primariamente agli elettroni. Il calcolo effettuato è alquanto semplicistico perché non tiene in considerazione gli urti degli elettroni contro ioni o atomi del plasma. Una particella 1 in moto che urta elasticamente^{II} con un angolo θ contro una particella 2 stazionaria le trasferisce una energia frazionaria pari a:

$$\frac{E_2}{E_1} = \frac{4m_1 m_2}{(m_1 + m_2)^2} \cos^2 \theta \quad \text{Eq. 2-4}$$

ma la funzione di trasferimento nell'approssimazione $m_1 \ll m_2$ diventa

$$\frac{E_2}{E_1} = \frac{4m_1}{m_2} \cos^2 \theta \quad \text{Eq. 2-5}$$

^{II} Ciò presuppone conservazione del momento lineare e dell'energia del sistema

Nel caso in cui un elettrone collide contro un atomo di argon, il rapporto tra le masse è circa 130000 e la funzione di trasferimento ha un valore di 10^{-4} cioè solo una piccolissima energia può essere ceduta dalla particella negativa. D'altra parte invece gli ioni e gli atomi del plasma scambiano facilmente la loro energia tra di loro e con le superfici con cui vengono in contatto. Il risultato finale è che gli elettroni possono avere un'energia media alta, mentre gli ioni possiedono un'energia di poco superiore a quella degli atomi. Per il gas neutrale, secondo la distribuzione di Maxwell-Boltzmann vale

$$\frac{1}{2}mv^2 = \frac{3}{2}k_B T \quad \text{Eq. 2-6}$$

dunque gli atomi hanno un'energia di 1/40 eV a 290 K.

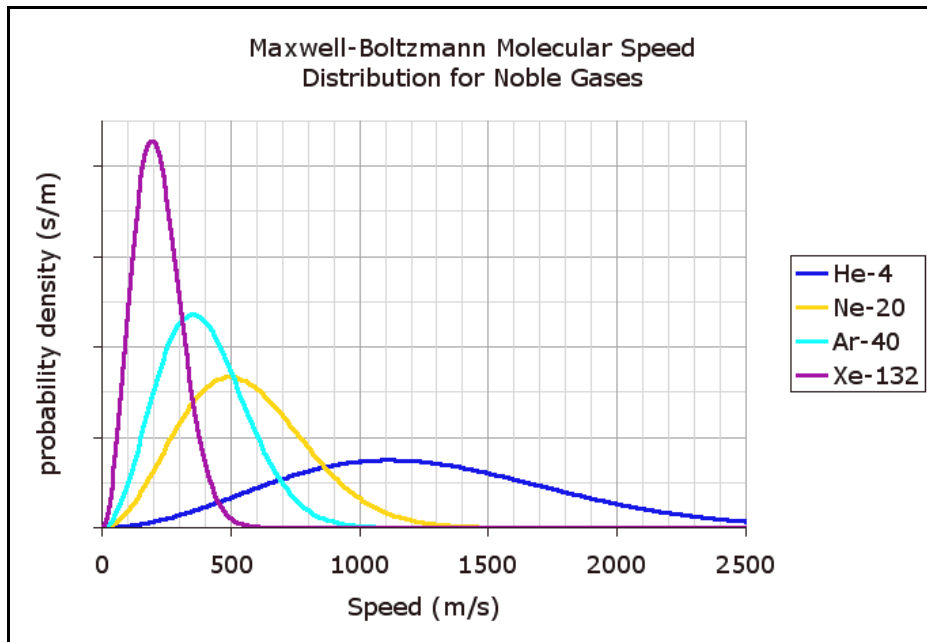


Figura 2-5: Densità di popolazione a diverse velocità per diversi atomi a $T=293 \text{ K}^{17}$

L'energia degli elettroni in plasmi da scarica a bagliore^{III} è sperimentalmente pari a 2-5 eV. Nell'assunzione che il gas di elettroni sia in equilibrio (scambi di energia tra elettroni frequenti ed efficienti) è possibile associare agli elettroni con questa energia una temperatura "cinetica" superiore ai 20000 K. Temperature rappresentative per gli ioni sono intorno a 500 K¹⁵. Si veda la Tabella 2-1 per un riepilogo dei parametri del plasma. E' implicito nell'utilizzo del concetto di velocità media che le particelle viaggiano a velocità

^{III} In questo lavoro di tesi si pone particolare attenzione a questo tipo di plasmi perché sono quelli di cui ci serviamo per compiere le deposizioni

sia superiori che inferiori a \bar{v} . La distribuzione delle velocità è di tipo Maxwell-Boltzmann: il 90% delle particelle viaggia a velocità compresa tra $2\bar{v}$ e $\bar{v}/2$.

	Neutri	Ioni	Elettroni
Massa	$6.6 \cdot 10^{-23}$ g	$6.6 \cdot 10^{-23}$ g	$9.1 \cdot 10^{-28}$ g
Temperatura	293 K 1/40 eV	500 K 0.04 eV	23200 K 2 eV
Velocità media	$4.0 \cdot 10^4$ cm/sec	$5.2 \cdot 10^4$ cm/sec	$9.5 \cdot 10^7$ cm/sec

Tabella 2-1: Tipici valori dei parametri per un plasma a bagliore di argon

2.1.4 Il potenziale di plasma

Cosa succede ad una superficie isolante immersa nel plasma? Inizialmente la superficie è bombardata da ioni ed elettroni con un flusso di carica proporzionale alla velocità delle particelle:

$$j_e = \frac{en_e \bar{v}_e}{4} \quad \text{Eq. 2-7}$$

$$j_i = \frac{en_i \bar{v}_i}{4} \quad \text{Eq. 2-8}$$

Essendo il flusso di elettroni maggiore rispetto a quella di ioni o atomi, il substrato isolante inizia a caricarsi negativamente e a sviluppare un potenziale negativo rispetto al plasma: le cariche negative iniziano ad essere respinte, quelle positive ad essere attratte. In brevissimo tempo si stabilisce un equilibrio dinamico in cui si equivalgono i flussi delle particelle di carica opposta.

Chiamando V_p il potenziale di plasma e V_f quello della superficie isolante in contatto col plasma avremo $V_p > V_f$; *il plasma dunque è positivo rispetto a qualsiasi oggetto immerso in esso.*

2.1.5 Formazione dello sheath

Il potenziale negativo assunto dal substrato isolante provoca la formazione di uno strato di carica positiva chiamato *sheath* attorno alla superficie. La densità di carica nello sheath è ricavabile con l'equazione di Poisson:

$$\frac{d^2V}{dx^2} = -\frac{r}{e_0} = \frac{dE}{dx} \quad \text{Eq. 2-9}$$

La luminosità nel plasma è dovuta ai processi di rilassamento degli atomi eccitati per impatto elettronico. Nello sheath la densità elettronica è bassa, quindi esso presenta una luminosità più bassa rispetto alla scarica. Lo spessore di questo strato è approssimativamente due volte la lunghezza di Debye, definita come

$$I_D = \left(\frac{kT_e e_0}{n_e e^2} \right)^{1/2}. \quad \text{Eq. 2-10}$$

I_D è una misura della distanza sopra la quale non si notano variazioni nella neutralità di carica a causa di una perturbazione del potenziale trascurabile rispetto al potenziale di plasma. La differenza di potenziale tra plasma e substrato isolante è dato da:

$$V_p - V_f = \frac{kT_e}{2e} \ln \left(\frac{m_i}{2.3m_e} \right) \quad \text{Eq. 2-11}$$

ed assume un valore di circa 15 V per plasmi debolmente ionizzati. La carica che si accumula sul substrato attrae ioni positivi e respinge elettroni: questo non aumenta il flusso di ioni, perché il flusso è limitato dalla velocità che gli ioni possono assumere, ma aumenta l'energia delle particelle incidenti¹⁵.

2.2 DC sputtering

Si è visto come elettroni e ioni vengono persi dal plasma verso gli elettrodi e verso le superfici della camera in cui avviene il processo. I processi di perdita includono ricombinazione ioni-elettroni, neutralizzazione ionica per emissione Auger dal catodo e neutralizzazione elettronica all'anodo. Oltre a questo, le particelle energetiche del plasma perdono molta energia negli urti contro le pareti: il risultato è un sensibile aumento della temperatura delle pareti della camera lambite dal plasma.

Un campo elettrico continuo che acceleri gli elettroni abbastanza da consentire loro di ionizzare gli atomi neutri è il modo più semplice per fornire al plasma l'energia e le cariche perdute: proprio su questo principio si basa il DC sputtering.

I sistemi di sputtering a diodo DC utilizzano due elettrodi affacciati ai quali è applicato una differenza di potenziale per creare una scarica. Il catodo è l'elettrodo cui viene imposto il potenziale più basso ed è chiamato target perché è il bersaglio del bombardamento ionico.

Esso è solitamente costituito dal materiale che si intende depositare ed è spesso raffreddato, mentre il substrato da depositare costituisce l'altro elettrodo. In un sistema DC, il campo elettrico è sempre diretto dal substrato al target. Generalmente per sostenere le scariche viene usato un gas nobile come l'argon; dalla Eq. 2.4 emerge che l'utilizzo di gas caratterizzati da un peso atomico simile agli atomi del target massimizza il trasferimento di energia e quindi accresce il flusso di atomi sputterati.

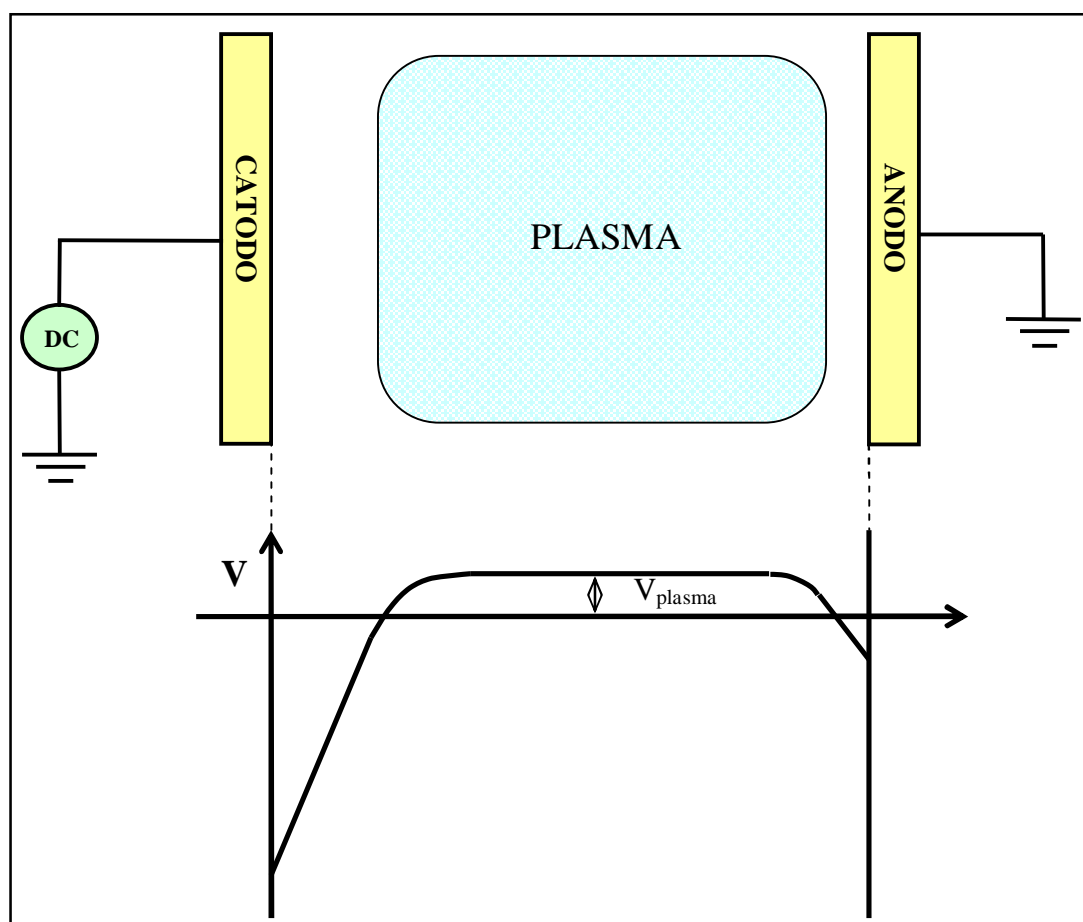


Figura 2-6: Il potenziale di plasma in funzione della posizione rispetto agli elettrodi.

All'applicazione di un potenziale, gli elettroni primari vengono accelerati verso l'anodo e promuovono la ionizzazione degli atomi del gas. Dal momento in cui si è accesa la scarica a bagliore, questi ioni vengono accelerati verso il catodo e promuovono l'emissione sia di atomi sputterati che di elettroni secondari dalla superficie. Gli elettroni secondari vengono a loro volta accelerati verso il plasma e contribuiscono alla ionizzazione delle specie neutre. La Figura 2-7 è uno schema riassuntivo di questi processi.

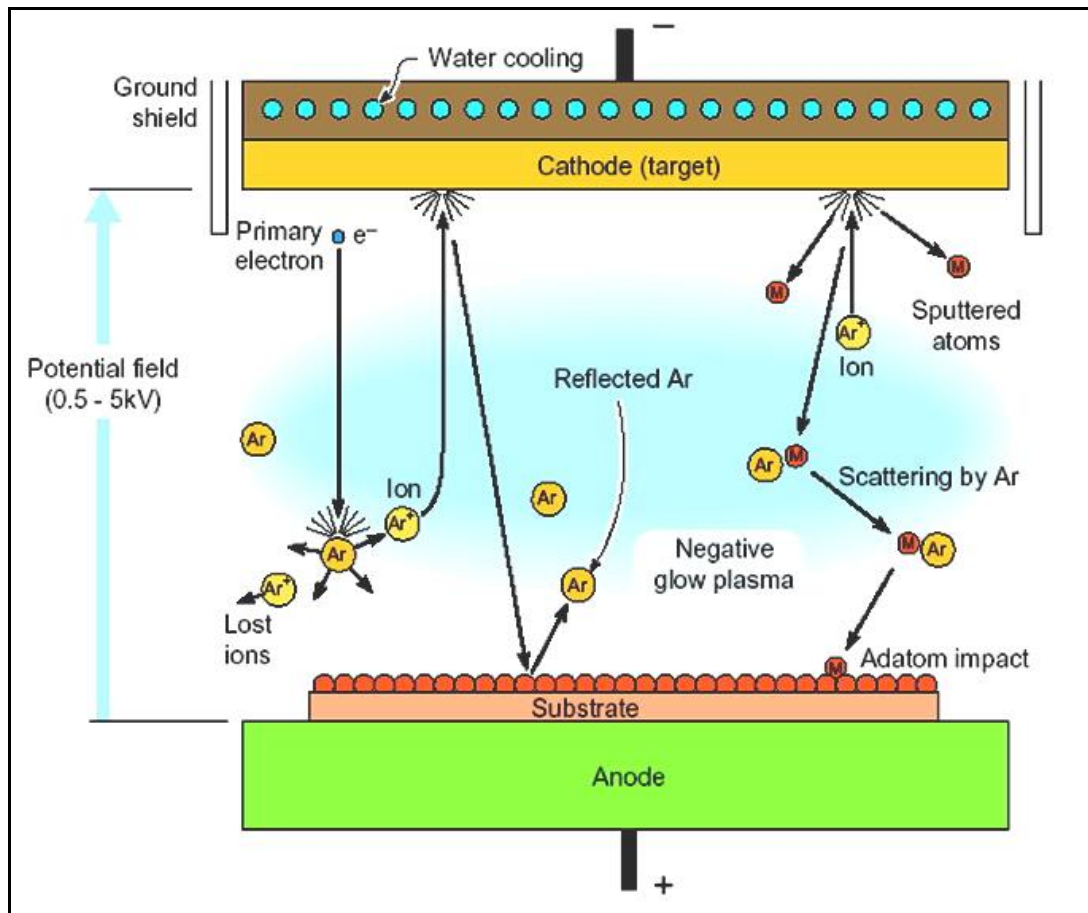


Figura 2-7: Processi che avvengono tra due elettrodi a seguito della formazione di una scarica a bagliore²¹.

2.2.1 Regioni nella scarica

Nel momento in cui si accende la scarica, si formano due sheath in corrispondenza dei due elettrodi e si possono individuare tre zone principali.

La regione in prossimità dell'anodo è simile allo sheath che si forma attorno ad un substrato isolante immerso nel plasma (si veda 2.1.5). Questo strato, spesso qualche lunghezza di Debye, provoca una lieve accelerazione degli ioni verso il substrato e si oppone al flusso di elettroni, sebbene la differenza di potenziale di circa 10 V non sia sufficiente a fermare gli elettroni più veloci.

La regione adiacente al catodo è caratterizzata da un forte campo elettrico che accelera elettroni in direzione del plasma e da un eccesso di cariche positive (le uniche responsabili del trasporto di carica in questa zona). Gli elettroni secondari generati dagli urti sulla superficie del target vengono accelerati ad alta energia. Questo sheath è diverso da quelli precedentemente visti: in esso non viene rispettata la neutralità, così che il suo spessore può arrivare a qualche centimetro. Sia questo strato che quello in prossimità dell'anodo tendono a confinare gli elettroni nella scarica a bagliore frapposta.

La terza zona è il volume compreso tra questi sheaths: qui avviene la maggior parte dei meccanismi di ionizzazione. Essa è costituita da plasma (si veda 2.1.1) solo in prima approssimazione. In particolare non vi è uniformità e anisotropia a causa dell'iniezione di elettroni veloci dal cathode sheath.

E' possibile individuare tre popolazioni di elettroni nella scarica:

- “*primary electrons*”: elettroni secondari ad alta energia originati sulla superficie del catodo dal bombardamento ionico, prevalentemente monoenergetici e direzionali. La loro energia è determinata dal campo accelerante in prossimità del catodo;
- “*secondary electrons*”: si muovono in direzioni casuali con distribuzione Maxwelliana perché originati nelle collisioni ionizzanti;
- “*ultimate electrons*”: elettroni in equilibrio termico col plasma, descrivibili tramite una distribuzione di Maxwell-Boltzmann con energia tra 1 e 3 eV. E' questa la popolazione più densa, $\sim 10^3$ volte la densità di primari e secondari¹⁵.

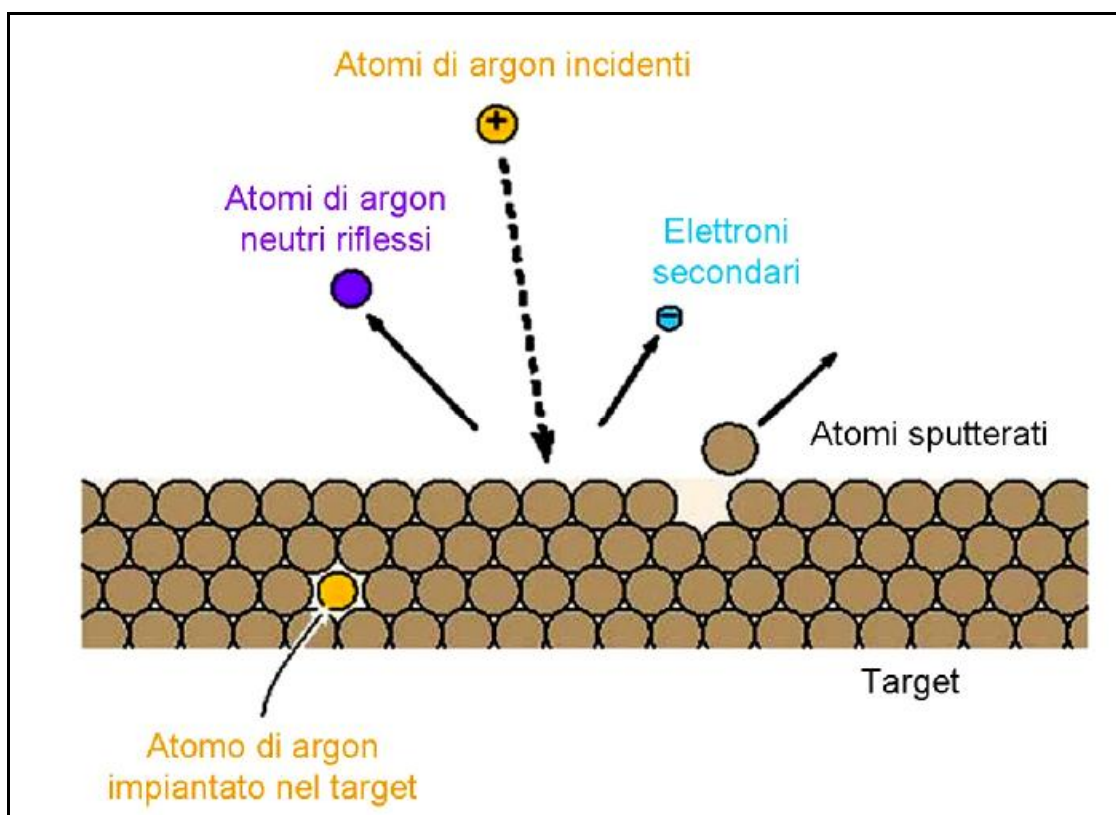


Figura 2-8: Gli ioni positivi di argon che vengono accelerati verso la superficie del target possono provocare emissione di atomi sputterati o di elettroni secondari, ma possono anche impiantarsi o essere riflessi come neutri.²¹

2.2.2 Mantenimento della scarica

Condizione necessaria per mantenere la scarica è che ogni elettrone ceda abbastanza energia e promuova abbastanza ionizzazioni da indurre la formazione di un altro elettrone. Perché questo si verifichi nei sistemi a diodo:

- lo spazio tra gli elettrodi deve essere maggiore del cammino libero medio degli elettroni;
- la pressione di esercizio viene mantenuta tra 10^{-2} e 10^0 mbar;
- la differenza di potenziale deve essere elevata (500-5000 V) così da generare alti campi acceleranti.

Una volta accesa la scarica, il campo elettrico cede energia agli elettroni primari, i quali, tramite interazioni con le oscillazioni di plasma, aumentano la temperatura del plasma¹⁵. Un forte riscaldamento del catodo avviene a seguito della cessione di energia da parte del bombardamento ionico, ma anche l'anodo subisce riscaldamento a seguito dell'impatto con elettroni secondari. Gli atomi emessi dal target hanno una distribuzione angolare approssimativamente a coseno dell'angolo con la normale al target (si veda Figura 2-9), prima di arrivare sul substrato, subiscono una serie di collisioni con le particelle del plasma.

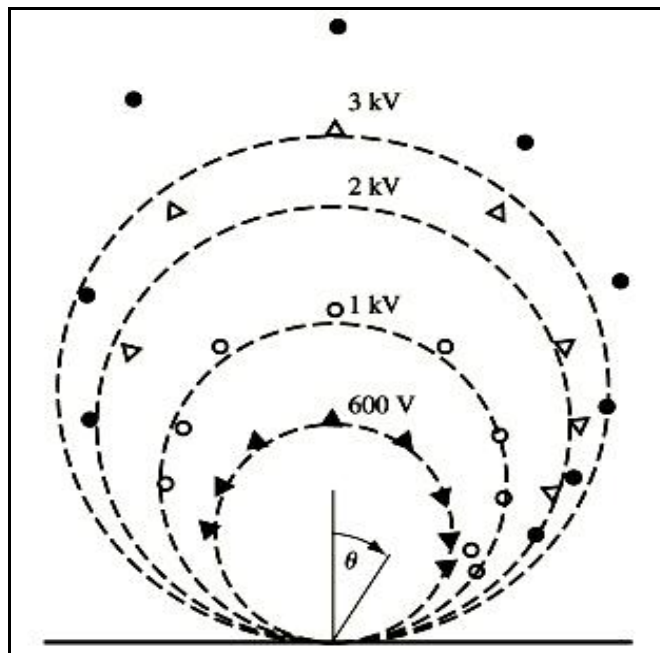


Figura 2-9: Distribuzione angolare degli atomi emessi dal target per diverse energie degli ioni incidenti¹⁸. Le linee tratteggiate sono le distribuzioni a coseno calcolate. I punti sperimentali rivelano che ad energie elevate l'emissione non segue un andamento a coseno dell'angolo di incidenza.

2.2.3 Emissioni secondarie

Per una comprensione più profonda dei meccanismi coinvolti nel processo di sputtering non si può trascurare la presenza nel sistema di:

- radiazione UV-visibile generata dal rilassamento delle specie eccitate;
- raggi X emessi dal catodo o nell'anodo a seguito del bombardamento rispettivamente di ioni o di elettroni veloci;
- gas desorbito, generato per bombardamento ionico al catodo. All'aumentare dell'energia degli ioni incidenti si ha il rilascio di gas fisisorbiti, chemisorbiti e assorbiti;
- particelle retrodiffuse dalle particelle nella scarica a bagliore: queste non raggiungono il substrato;
- ioni emessi dal catodo.

2.2.4 Lo sputtering Yield

La possibilità di compiere deposizioni dipende non solo dalla disponibilità di ioni per bombardare il catodo. La velocità di erosione del solido analizzato è determinata principalmente dello *sputtering yield* Y definito come:

$$Y = \frac{\text{Numero atomi emessi}}{\text{Particella incidente}} \quad \text{Eq. 2-12}$$

Il valore dello sputtering yield di un dato elemento dipende da:

- energia degli ioni incidenti;
- massa degli ioni incidenti;
- angolo di incidenza sul target;
- corrente di ioni per unità di superficie;
- natura della matrice in cui l'elemento è contenuto.

Il valore di Y oscilla normalmente tra 0.5 e 20 e dipende primariamente dall'energia depositata sulla superficie:

$$Y = \Lambda F_D(E_0) \quad \text{Eq. 2-13}$$

Λ riassume le proprietà del materiale tra cui l'energia di legame superficiale. Per un bersaglio amorfo monoelemento:

$$\Lambda \cong \frac{3}{4p^2NU_0} \quad \text{Eq. 2-14}$$

dove N è la densità atomica del campione e U_0 è l'energia di legame superficiale.

$F_D(E_0)$ invece è la densità dell'energia depositata sulla superficie e può essere espressa come:

$$F_D(E_0) = \alpha NS_n(E_0) \quad \text{Eq. 2-15}$$

dove N è la densità atomica del bersaglio, $S_n(E_0)$ è lo stopping power nucleare, α è un fattore dimensionale che considera l'effetto schermante degli elettroni, l'angolo e l'energia del fascio incidente, il rapporto tra la massa degli ioni e degli atomi del bersaglio.

2.2.5 Deposition rate e contaminanti

I processi di sputtering avvengono all'interno di camere in cui viene generato un grado di vuoto tale da consentire lo stabilirsi di una scarica a bagliore. All'interno del sistema sono presenti diversi gas desorbiti dalle pareti della camera oltre al gas nobile che sostiene il plasma. Tutte le superfici, compresa quella del substrato, sono soggette a bombardamento da parte di tutti questi gas e da parte degli atomi emessi dal catodo.

La deposition rate è una misura della velocità con cui gli atomi arrivano al substrato e per un sistema di deposizione a diodo DC assume tipicamente un valore prossimo a 10^{15} atomi/cm²·sec. Questo flusso corrisponde al flusso di atomi generato da un gas con una pressione parziale in camera di soli 10^{-5} mbar! Qualsiasi contaminante in camera con una pressione maggiore o uguale a 10^{-5} mbar causa un bombardamento del substrato con frequenza pari alla frequenza con cui arrivano gli atomi del target da depositare. C'è da osservare tuttavia che l'energia degli atomi sputterati è di 10-40 eV mentre l'energia degli atomi contaminanti incidenti è di una frazione di eV, quindi questi ultimi possono con maggiore difficoltà stabilire legami chimici, sebbene possano essere facilmente fisisorbiti.

Volendo ottenere film di elevata purezza e di composizione corrispondente a quella del catodo è necessario utilizzare sistemi da vuoto capaci di raggiungere vuoti limite dell'ordine di 10^{-10} mbar.

2.2.6 DC bias sputtering

Ci si potrebbe aspettare di influenzare le proprietà del film che viene cresciuto cambiando il flusso e l'energia delle particelle che incidono sul substrato. E' difficile modificare il comportamento delle particelle neutre, ma è possibile controllare quelle cariche utilizzando un campo elettrico locale: questa è la base del bias sputtering.

Questa tecnica consiste nell'aumentare la differenza di potenziale tra il plasma e il substrato. I metodi per fare ciò sono essenzialmente due:

- isolare il substrato dalla camera e applicarvi un potenziale negativo;
- lasciare il substrato a massa e inserire nel plasma una griglia cui viene applicato un potenziale positivo.

In entrambe le configurazioni l'anodo non è più costituito dal substrato ed è possibile determinare l'entità del potenziale che accelera gli ioni del plasma verso la superficie del film in crescita. L'applicazione del potenziale di bias permette di modificare le proprietà morfologiche del film in crescita¹⁹ ma si possono ottenere anche notevoli miglioramenti della purezza grazie al desorbimento dei gas contaminanti fisisorbiti²⁰.

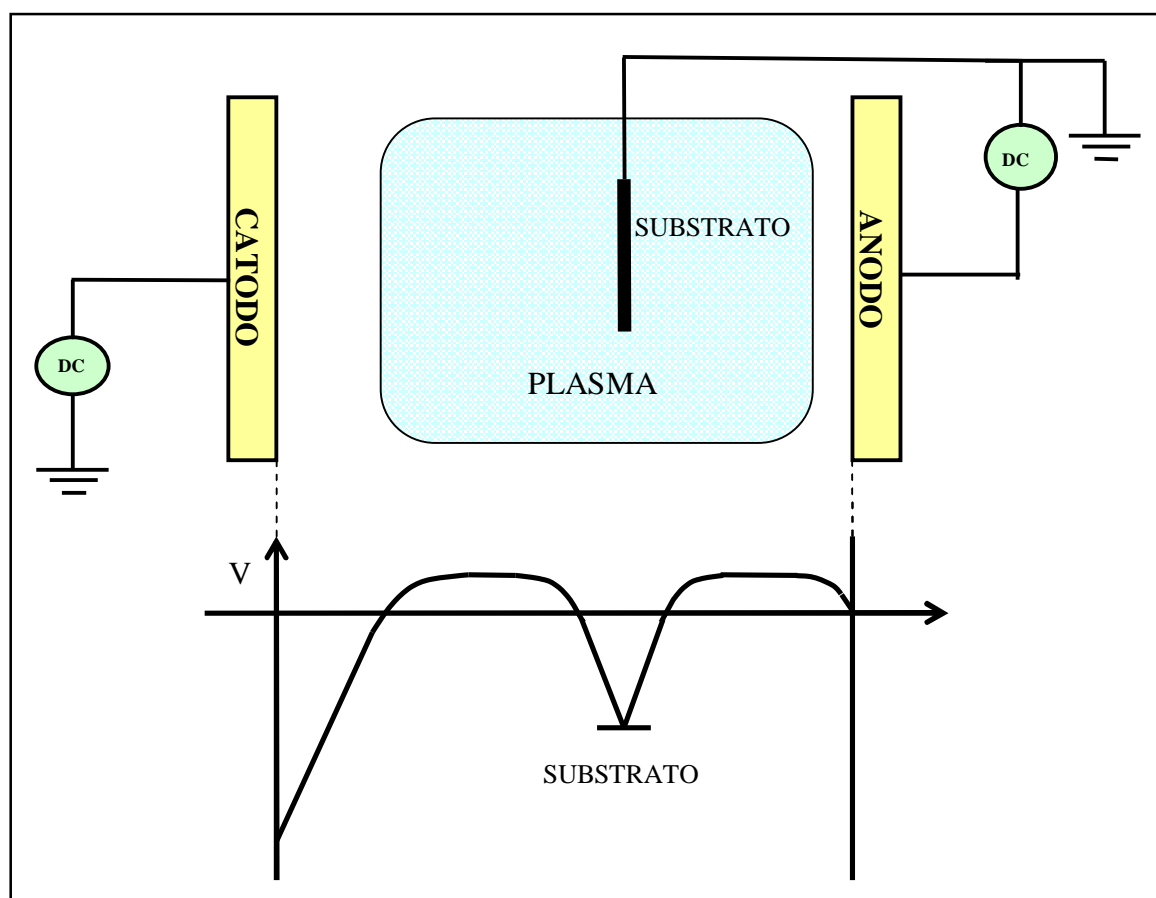


Figura 2-10: Distribuzione del potenziale in un sistema di sputtering bias DC

2.3 RF Sputtering

In un sistema a diodo DC, la glow discharge non può essere sostenuta se il target è un isolante a causa della rapida formazione sulla sua superficie di uno strato positivo che si oppone all'arrivo di altri ioni. Il tempo necessario per caricare completamente la faccia di un target isolante è dell'ordine dei ms . Solo utilizzando campi AC con frequenza superiori a 100kHz possiamo pensare di sostenere una scarica continua.

Si usa dunque una tensione in radiofrequenza a 13.56 MHz^{IV} per sostenere tra gli elettrodi una scarica con accoppiamento capacitivo. Lo schema del sistema è molto simile a quello già visto per il DC sputtering.

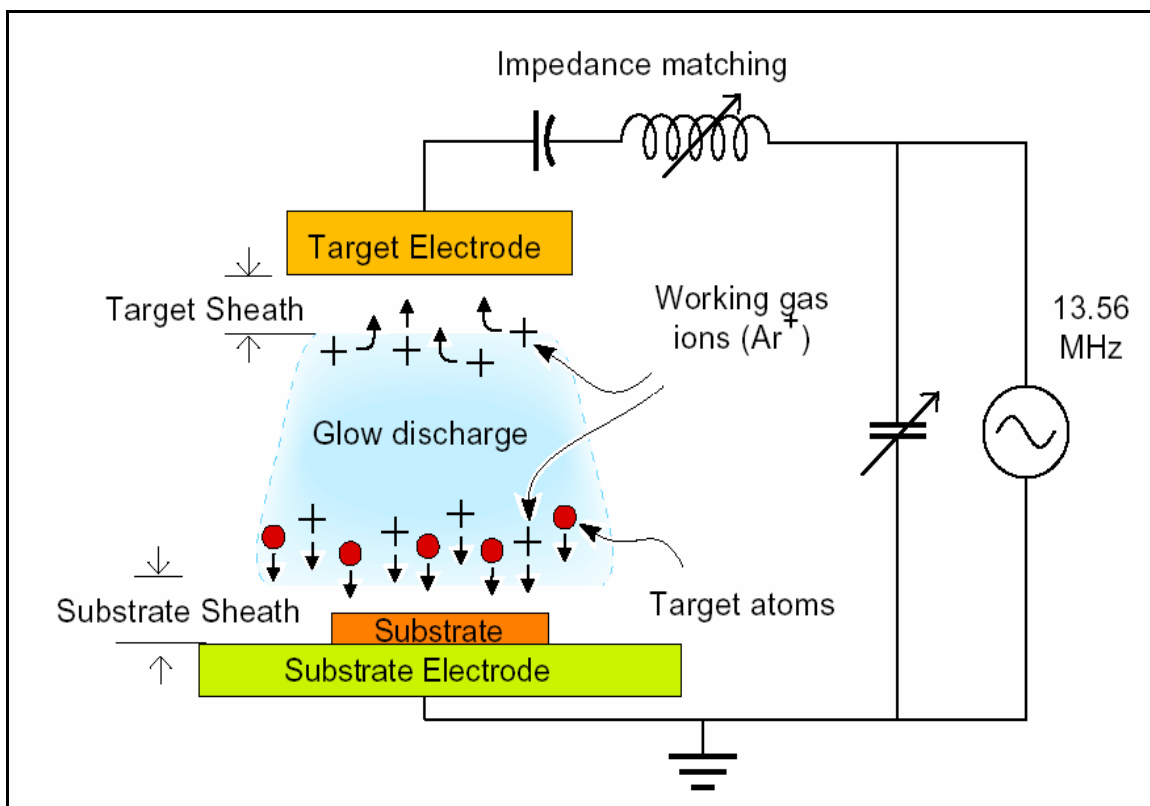


Figura 2-11: Schema di un sistema di RF diode sputtering²¹.

2.3.1 Self bias degli elettrodi RF

L'applicazione di una tensione sinusoidale agli elettrodi può far pensare che il bombardamento del target isolante avvenga solo per metà del ciclo. In realtà a causa della

^{IV} L'autorità internazionale per le telecomunicazioni consente di produrre a 13,56 MHz determinate potenze senza che queste interferiscano con le trasmissioni di onde radio

differenza tra le mobilità dei due portatori di carica, gli elettroni riescono a trasportare una maggior quantità di carica per unità di tempo rispetto agli ioni a parità di campo elettrico. La condizione che deve essere rispettata è che in ogni ciclo il flusso di carica complessivo sia nullo. Se al generatore il segnale è sinusoidale con media nulla, agli elettrodi il segnale è sempre sinusoidale con uguale frequenza ma con media non nulla e chiamata *voltage offset DC* (si veda Figura 2-10 e Figura 2-12). Ne deriva che agli elettrodi il potenziale è positivo solo per una frazione breve ogni ciclo e il bombardamento ionico è pressoché continuo. Si noti che in questa configurazione possono sputterare sia anodo che catodo.

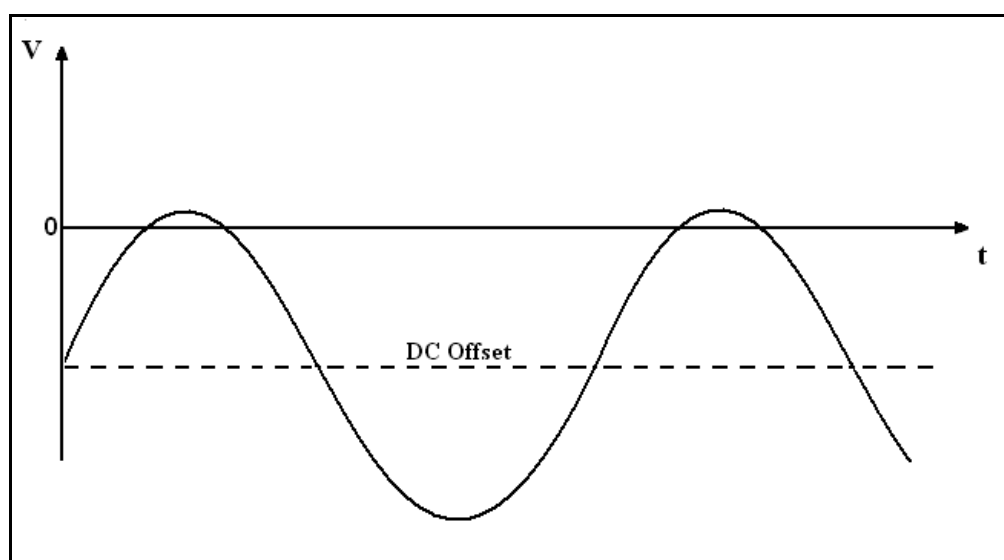


Figura 2-12: Andamento del potenziale per lo sputtering RF.

2.3.2 Distribuzione dei potenziali

Nell'assunzione di scarica equipotenziale sui due elettrodi si sviluppano sheaths con uguale potenziale:

$$V_a = V_b \quad \text{Eq. 2-16}$$

Nel caso in cui venga posta una capacità tra i due elettrodi, allora vi sarà un'asimmetria e dunque:

$$\frac{V_a}{V_b} = \left(\frac{A_b}{A_a} \right)^n \quad \text{Eq. 2-17}$$

dove A_a e A_b sono le aree degli elettrodi.

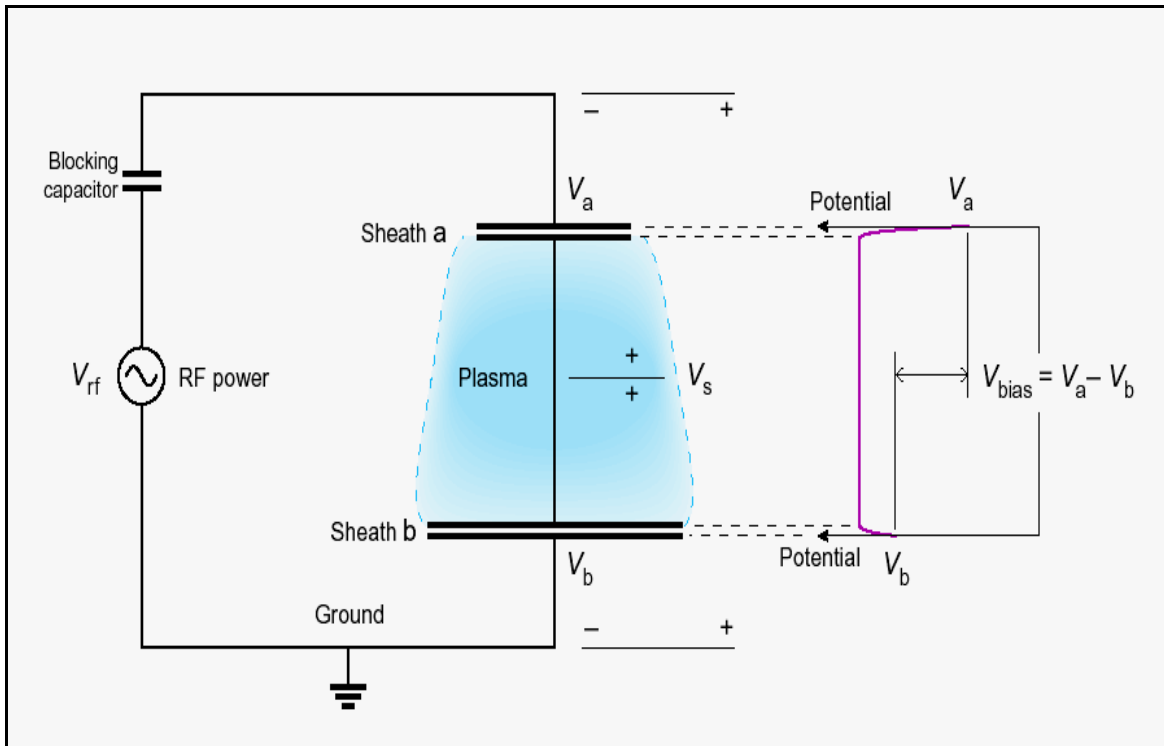


Figura 2-13: Distribuzione dei potenziali in un sistema RF asimmetrico²¹.

Il valore di n è pari a 4 per Koenig e Massel²², ma sperimentalmente assume valori compresi tra 1 e 4. L'effetto della capacità nel circuito è quello di determinare un potenziale molto più grande sull'elettrodo di area inferiore. Generalmente il substrato da depositare è collegato elettricamente alla camera ed entrambi sono posti a massa, così che il potenziale dello sheath sia tale da non consentire lo sputtering di queste superfici.

La geometria del sistema, la potenza generata dall'alimentatore RF e la pressione in camera determinano l'energia degli ioni incidenti sul target

2.3.3 Temperatura della scarica RF

Nei sistemi RF la scarica può essere accesa a pressioni inferiori rispetto al caso DC a causa della maggiore efficacia di ionizzazione a queste frequenze. Si consideri un elettrone che oscilla lungo l'asse x in un campo E sinusoidale:

$$E = E_0 \cos \omega t \quad \text{Eq. 2-18}$$

dall'equazione del moto

$$m_e a = -eE \cos \omega t \quad \text{Eq. 2-19}$$

si ricava:

$$v_e = -\frac{eE_0}{m_e \omega} \sin \omega t \quad \text{Eq. 2-20}$$

e

$$\text{Energia} = \frac{1}{2} m_e v_e^2 = \frac{1}{2} \frac{e^2 E_0^2}{m_e \omega^2} \sin^2 \omega t \quad \text{Eq. 2-21}$$

La forza del campo e la sua frequenza sono fondamentali nel determinare il moto degli elettroni.

Il moto oscillatorio rende più efficace il confinamento degli elettroni all'interno della scarica. Inoltre, rispetto al caso DC, gli elettroni possiedono un'energia più alta anche con campi elettrici bassi per cui non è necessario applicare al catodo un alto potenziale. Gli ioni al contrario possiedono una massa tale che l'energia ceduta loro dal campo è trascurabile.

E₀ (V/cm)	Ampiezza (cm)	Velocità (cm/sec)	Energia (eV)
1	0.24	$2.1 \cdot 10^7$	0.11
10	2.42	$2.1 \cdot 10^8$	11.3
100	24.2	$2.1 \cdot 10^9$	1130

Tabella 2-2: Ampiezza del periodo di oscillazione della carica ed energia cinetica di elettroni oscillanti in un campo oscillante a 16,56 MHz.

2.3.4 Matching networks

Tra l'alimentatore RF e il catodo va posto un dispositivo chiamato matching network. Il suo compito è quello di massimizzare la potenza dissipata nella scarica. Nel circuito utilizzato la potenza massima si ottiene se il carico applicato all'alimentatore ha un'impedenza pari al coniugato dell'impedenza dell'alimentatore¹⁵. Il matching network controlla la potenza riflessa e la minimizza aggiustando la sua impedenza in modo che il carico totale sia solo resistivo.

2.4 Magnetron sputtering

Lo sputtering a diodo non è molto efficiente perché gli elettroni effettuano un numero limitato di collisioni ionizzanti prima di andare persi. Un metodo adottabile per aumentare la resa è quello di allungare per mezzo di un campo magnetico il tragitto percorso dall'elettrone prima che esso collida con l'anodo o con le pareti.

Un sistema magnetron sputtering consiste essenzialmente in un sistema a diodo in cui un campo magnetico esterno (opportunamente sagomato) agisce in prossimità del catodo in modo da aumentare l'efficienza di ionizzazione degli elettroni.

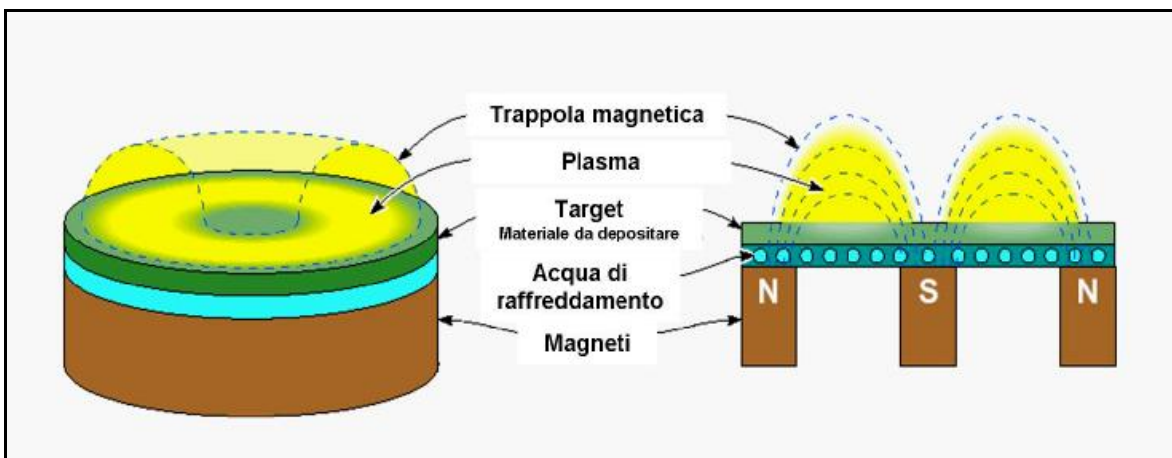


Figura 2-14 Disposizione del target e dei magneti in un sistema magnetron sputtering²¹

Se il campo magnetico è applicato parallelamente alla superficie del target, gli elettroni secondari che vengono accelerati verso il substrato subiscono una deflessione ad opera della forza di Lorentz e sono forzati a spiraleggiare attorno alle linee di campo. Aumentando l'efficienza di ionizzazione è possibile depositare film a pressioni inferiori rispetto ai sistemi a diodo DC o RF ma nel contempo il target subisce un forte riscaldamento.

2.4.1 Il moto delle cariche

Se il campo magnetico è uniforme l'elettrone comincia a orbitare attorno alle linee di B con la sua frequenza di ciclotrone:

$$w_c = \frac{eB}{m_e} \quad \text{Eq. 2-22}$$

se possiede anche una componente del moto lungo la direzione delle linee di

campo, il suo percorso sarà un'elica attorno alle linee stesse. In tal caso l'elettrone è intrappolato su una linea del campo magnetico applicato e per spostarsi da una linea all'altra deve necessariamente subire un urto come mostrato in Figura 2-15.

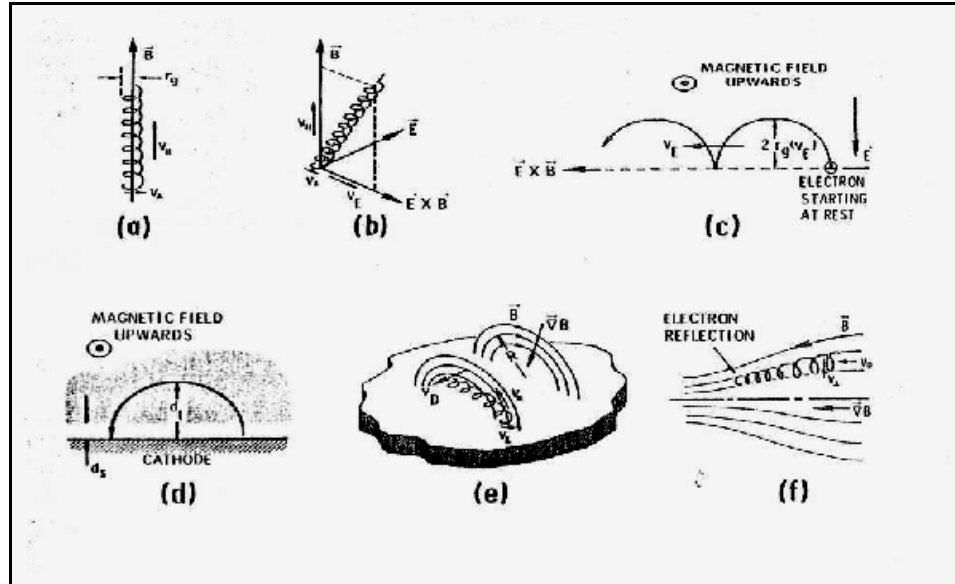


Figura 2-15: Traiettorie degli elettroni in un campo magnetico²³.

In presenza di campo elettrico l'elettrone si muove anche lungo una direzione perpendicolare alle direzioni dei due campi (*deriva $E \times B$*): l'equazione del moto di una particella di carica e , massa m e velocità v in un campo elettrico E e magnetico M è:

$$\frac{d\mathbf{v}}{dt} = \frac{e}{m} (\mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B}) \quad \text{Eq. 2-23}$$

ovvero

$$\mathbf{F} = e(\mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B}) \quad \text{Eq. 2-24}$$

A causa del fatto che gli ioni hanno massa molto superiore rispetto agli elettroni, solo questi ultimi risentono dei campi magnetici (solitamente 50-500 G) utilizzati nei dispositivi magnetron. La forza di cui le cariche risentono è perpendicolare sia al campo elettrico che a quello magnetico ed ha intensità massima nel caso in cui i due campi siano ortogonali:

$$|\mathbf{v} \times \mathbf{B}| = |\mathbf{v}| \cdot |\mathbf{B}| \cdot \text{sen} \mathbf{q}_{vB} \quad \text{Eq. 2-25}$$

2.4.2 Configurazioni di magnetron sputtering

È possibile disegnare sistemi di magnetron sputtering virtualmente di qualsiasi geometria (purché la velocità di deriva descriva una linea chiusa), ma i più utilizzati sono magnetron planari di forma circolare oppure magnetron cilindrici.

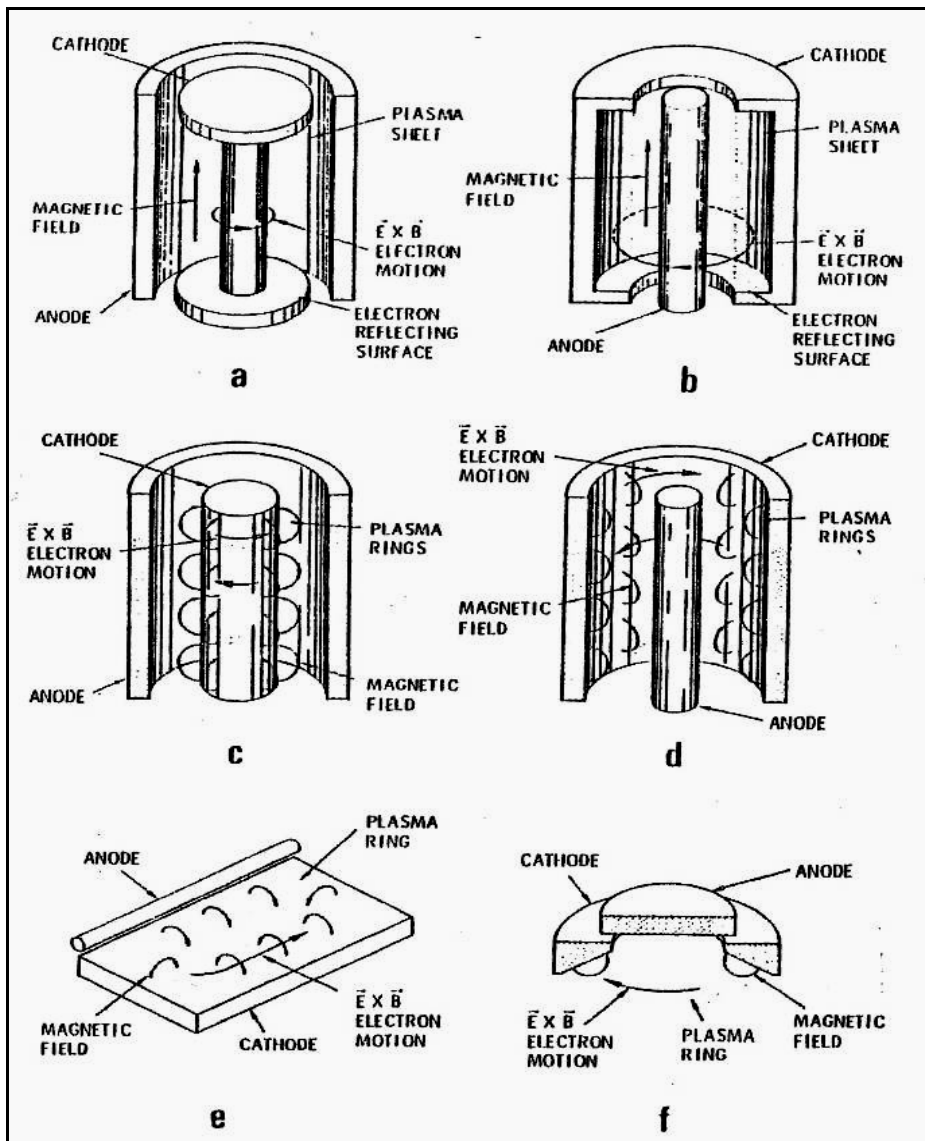


Figura 2-16: Schema delle principali sorgenti per magnetron sputtering; *a* e *c* sono post-magnetron cilindrici; *b* e *d* sono hollow-magnetron cilindrici; *e* è un magnetron planare *f* è chiamato s-gun²⁴.

In questo lavoro di tesi oltre a magnetron planari (Figura 2-16 e) sono stati utilizzati magnetron cilindrici post magnetron. La configurazione cilindrica è costituita da un catodo cilindrico centrale di materiale da depositare e da un arrangiamento di magneti interni o esterni al catodo tale da produrre un intenso campo in direzione assiale. In tal modo il moto degli elettroni è confinato lungo l'asse del sistema dove si forma un plasma che si estende

in direzione radiale (Figura 2-16 a). Due alette a potenziale negativo in corrispondenza delle due basi del catodo fungono da schermo elettrostatico per gli elettroni e impediscono la fuga aumentando l'efficienza di ionizzazione²⁵.

2.4.3 Caratteristiche tensione corrente

La caratteristica tensione corrente di un magnetron rivela abbondanti informazioni sui processi di ionizzazione in una scarica in plasma; maggiore è l'efficienza della ionizzazione e minore è la tensione necessaria per raggiungere una data densità di corrente catodica, cioè è necessario impiegare minore potenza elettrica per ottenere una fissata velocità di deposizione. Esistono due possibili modelli che tentano di descrivere la dipendenza della corrente in funzione della tensione imposta:

il primo – dovuto a Thornton²³ – prevede un andamento del tipo:

$$I = aV^n \quad \text{Eq. 2-26}$$

dove l'esponente n (compreso tra 5 e 10) è tanto maggiore quanto più efficace è il confinamento da parte del campo magnetico.

Un secondo modello prevede invece una curva caratteristica del tipo:

$$I = a(V - V_0)^2 \quad \text{Eq. 2-27}$$

dove V_0 rappresenta il potenziale di innesco del plasma.

2.4.4 Controllo delle proprietà del film depositato

La temperatura del substrato è un parametro molto importante per controllare le proprietà del film depositato in quanto influenza la mobilità degli atomi che arrivano sulla superficie. Thornton è arrivato alla formulazione del diagramma in Figura 2-17 utilizzando dati accumulati depositando con magnetron cilindrici su substrati a diverse temperature e pressioni:

- nella zona 1 è favorito il processo di nucleazione: il film è composto da grani colonnari non in contatto che rendono il film ruvido;
- la zona T è una zona di transizione che consiste in una struttura densa di grani fibrosi non ben distinti;
- nella zona 2 è favorito il processo di crescita dei grani cristallini a causa dell'alta mobilità degli atomi adsorbiti: sono presenti grani colonnari separati da densi bordi di grano intercristallini;

- la zona 3 consiste di grani cristallini con uguale direzione di crescita: sono il risultato di processi come la diffusione bulk e la ricristallizzazione.

La struttura della zona 1 può essere trasformata in una struttura più densa (zona 2) tramite bombardamento ionico.

Essa può essere mantenuta costante tramite un sistema di riscaldamento e/o raffreddamento.

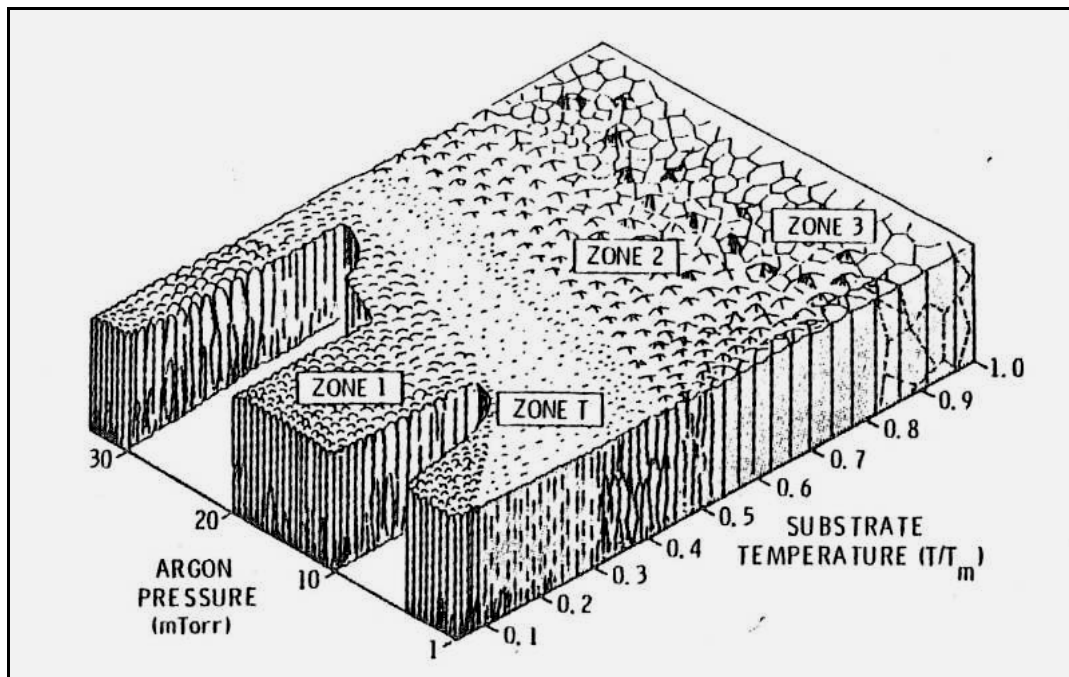


Figura 2-17: Forma dei grani del film al variare della pressione e del rapporto T/T_{melting} del substrato²⁴.

2.5 Work Breakdown Structure dell'elaborato di tesi

La WBS è una struttura orientata ai risultati che raggruppa gli elementi di progetto al fine di organizzare e definire il campo d'azione complessivo: il lavoro non inserito nella Wbs è escluso dal progetto. Ogni livello di scomposizione rappresenta un ulteriore grado di dettaglio dell'elemento di progetto. La Wbs è spesso utilizzata per sviluppare o confermare la comune comprensione del campo d'azione; in questo caso è un metodo per visualizzare e far meglio comprendere il lavoro svolto durante questo anno di internato di tesi.

Capitolo 3

L'apparato sperimentale e la preparazione dei campioni

Il capitolo illustra la struttura e le caratteristiche del sistema da vuoto utilizzato e contiene due paragrafi dedicati alla preparazione dei substrati e alla procedura utilizzata.

3.1 Il sistema utilizzato e i miglioramenti effettuati

Il sistema da vuoto utilizzato per le deposizioni è stato progettato ed ottimizzato per il ricoprimiento di cavità di rame 1,5 GHz durante precedenti lavori di tesi³⁶. I lavori eseguiti sul sistema di pompaggio durante questa tesi sono stati semplici lavori di manutenzione ordinaria (sostituzione di filamenti delle gauges, lavaggio di parti della camera...). Ci sono state invece implementazioni del sistema di baking e dei quadri elettrici di controllo del sistema.

3.1.1 Il sistema da vuoto

Partendo dallo scarico, il sistema è composto da una pompa rotativa (RP) a doppio stadio Edwards E2M18 che raggiunge il vuoto massimo di 10^{-3} mbar e utilizza l'olio TW Edwards a bassa tensione di vapore. Dopo la rotativa vi è una valvola elettropneumatica (in Figura 3-1 indicata con V1) che si apre all'accensione della pompa e si chiude con il suo spegnimento oppure in caso di interruzione della corrente. Il sistema è dotato di una trappola di assorbimento (ZT) per risolvere il problema del backstreaming, cioè del riflusso di olio e aria dalla zona a basso vuoto verso la camera da alto vuoto. Alla trappola segue un'altra valvola ad angolo VAT (V2) che, isolando la rotativa dal sistema, viene utilizzata durante il leak test.

Due croci in successione, poste tra la valvola V2 e la pompa turbomolecolare, completano la zona a basso vuoto: ad una è collegata la valvola lineare VAT (V3) da utilizzare per la detenzione di fughe senza interrompere il pompaggio in camera; all'altra si collega la valvola V4 della prima linea di azoto per il venting della zona dietro la gate(GT).

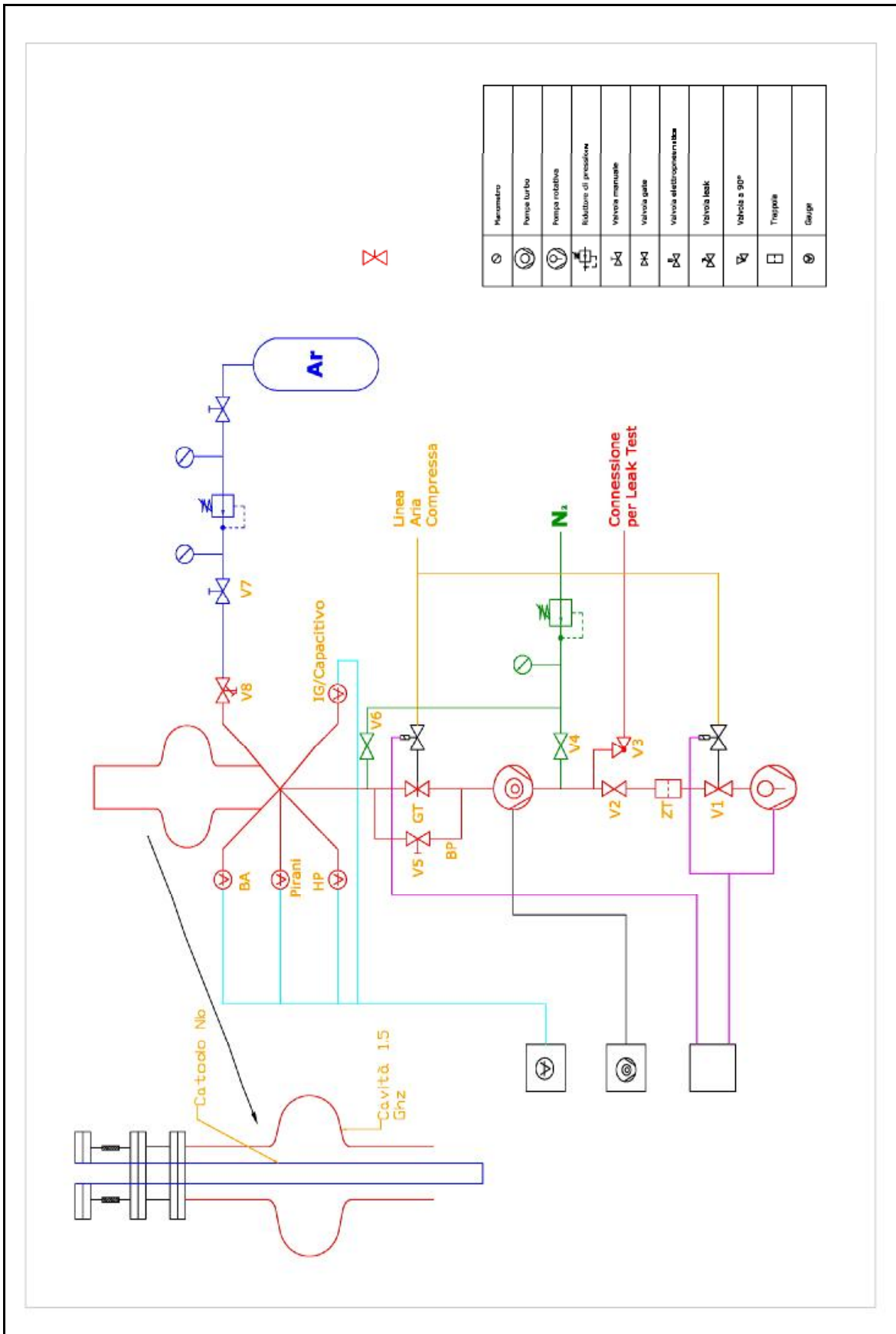


Figura 3-1: Schema completo del sistema da vuoto

La pompa turbomolecolare Seiko Seiki TP300 (TP) è a levitazione magnetica per cui non utilizza olio, il pannello di controllo della pompa è relativamente semplice ma non prevede una riduzione automatica dei giri della pompa (Stand-by): questo inconveniente è stato superato dotando il sistema di un by-pass (BP) che collega la pompa direttamente alla camera tramite un tombak avente una conduttanza molto bassa. Questo permette di lavorare in camera a pressioni di 10^{-3} - 10^{-1} mbar durante lo sputtering mantenendo la pompa al massimo dei giri senza danneggiarla o affaticarla.

La pompa turbo non riparte se c'è un'interruzione di corrente per un tempo superiore ai 50ms, in questo caso il pannello della pompa è dotato di batterie che alimentano le bobine dei cuscinetti magnetici per far rallentare le palette. L'arresto della pompa in caso di black out rappresenta un grave problema perché il pompaggio si ferma e, nonostante il sistema rimanga sigillato e non ci siano problemi di contaminazione, rimane bloccato fino a quando la pompa non viene riattivata.

Il pannello della pompa turbo è collegato ad un pannello di controllo da cui è possibile comandare l'apertura e chiusura della gate. Questo pannello è programmato in modo tale che la gate si apra solo quando la pompa ha raggiunto il massimo dei giri. Questo non risulta un problema se si raggiunge un vuoto preliminare in camera utilizzando il bypass, per cui all'avvio del pompaggio il by-pass deve sempre essere aperto. La gate rimane chiusa durante l'accelerazione della turbo perché una buona evacuazione del sistema da sputtering per cavità acceleratrici deve avvenire molto lentamente soprattutto nella fase di flusso viscoso (1 - 10^{-3} mbar) quando è molto facile sollevare polvere o particolato nel sistema.

Tra la turbo e la gate c'è una croce a cui è collegato il by-pass che consiste in un tombak e una valvola (V5) UHV All-Metal Bakeable Varian che si collega direttamente alla camera.

La camera da sputtering è stata idealmente divisa in tre zone: la base, la cavità e il catodo. La base è connessa al sistema di pompaggio tramite la valvola gate ed è dotata di un oblò tramite cui è possibile monitorare visivamente il plasma. Alla base sono collegate le seguenti gauge per la misura di pressione:

- Bayard-Alpert IMR112 Balzers (10^{-3} - 10^{-8} mbar) BA,
- Ion Gauge IMR 132 Balzers(10^{-6} - 10^{-13} mbar) IG,
- Pirani TPR018 (10^3 - 10^{-3} mbar) PG,
- Capacitivo CMR264 Pfeiffer(10^1 - 10^{-4} mbar) CG.

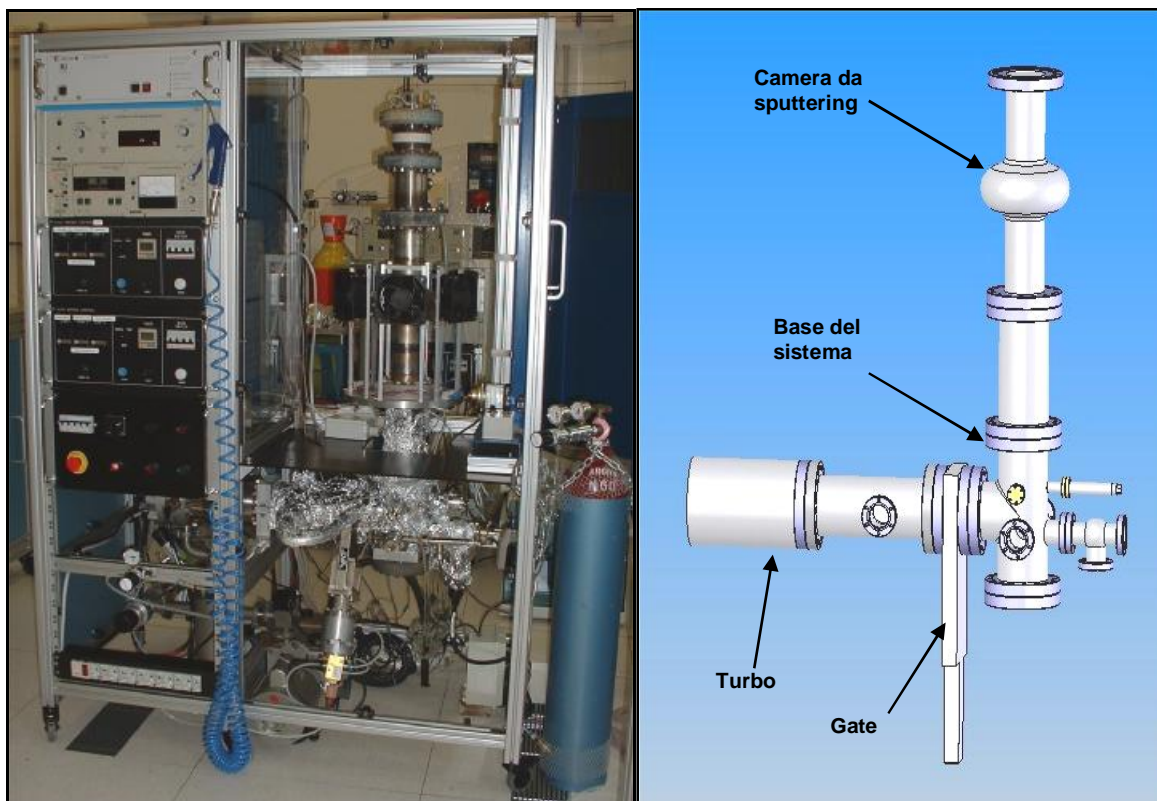


Figura 3-2: Fotografia e disegno del sistema utilizzato per fare le deposizioni.

Alla base arrivano tre linee di gas, quella di azoto per il venting della zona a basso vuoto, quella della miscela ossigeno-azoto per il venting della camera ad alto vuoto e quella di argon puro per lo sputtering. La miscela di ossigeno-azoto (utilizzata solo per le ultime deposizioni) entra in camera passando per una valvola (V6) UHV All-Metal: essa è utilizzata per garantire un'ossidazione controllata della superficie in assenza di umidità ($H_2O < 1$ ppm). L'azoto, la cui pressione viene controllata tramite un regolatore di pressione a doppio stadio, entra tramite V4 nella zona dietro la gate, mentre l'argon N₆₀ (purezza 99,9999%) è "stoccato" in una bombola da 15 l fissata al sistema. La connessione tra la bombola e la linea utilizza un sistema di Cajon, seguito da una valvola ad angolo all-metal (V7) e da una valvola di precisione all-metal dosing valve (V8). La sequenza è necessaria perché la valvola di precisione non può essere chiusa completamente senza rischiare di danneggiarla. Durante il pompaggio ed il baking la valvola di precisione rimane sempre aperta mentre la valvola all metal che la precede si apre solo durante lo sputtering. Mettere una valvola di precisione per regolare il flusso di argon alla base della camera significa che la maggior parte del gas viene immediatamente pompato e solo una piccola frazione di gas viene scambiata con la camera. In questo modo la pressione in camera è più stabile ed inoltre viene ridotta la contaminazione del film dovuta al gas.

Per la maggior parte delle deposizioni, non si è usata una cavità in rame ma una cavità in acciaio con degli appositi portacampioni costituiti da due strisce di larghezza 120 mm di acciaio inossidabile modellate ad assumere la forma interna della cavità. I portasubstrati vengono agganciati ciascuno ad una vite posta sulla parete del cut off inferiore; sono forati lungo tutta la loro lunghezza e ad ogni buco corrisponde una posizione del substrato.

La camera in acciaio ha dimensioni standard per una cavità 1,5 GHz monocella, alle estremità sono state saldate due flangie CF100 per connetterla al sistema da vuoto. A livello dell'equatore la cavità è dotata di una flangia CF35 cui può essere fissato un oblò. Sopra e sotto la cavità sono state inserite due camere di altezza 25 cm che la separano dalla base e dal sistema del catodo. Questo accorgimento serve ad evitare che, durante lo sputtering, atomi si depositino su valvola e gauge e permette di usare un catodo di lunghezza superiore a quella della cavità in modo da poter depositare lungo tutta la sua superficie.



Figura 3-3: Portacampioni utilizzati per le deposizioni dei substrati

Tutte le flangie della zona ad alto vuoto sono di tipo Conflat o Cajon con guarnizioni rispettivamente in rame e argento. Ricordiamo che ogni superficie a contatto con il vuoto mostra un'emissione di gas dovuta essenzialmente a quattro fattori:

- *Permeazione*, cioè passaggio di gas attraverso la parete di separazione tra un ambiente a pressione maggiore ed uno a pressione più bassa,

- *Diffusione dalla massa interna del solido*, che può essere di tipo interstiziale o attraverso le vacanze,

- *Desorbimento* di molecole precedentemente adsorbite
- *Tensione di vapore* del materiale componente la superficie stessa.

L'effetto combinato di tali fenomeni prende il nome di *degassamento*, e rappresenta (assieme ad eventuali fughe) il principale limite alla minima pressione raggiungibile in un sistema per Ultra Alto Vuoto.

La velocità specifica di degassamento di un sistema viene espressa in termini di quantità di gas emesso per unità di tempo e di superficie, cioè in $(\text{Pa}\cdot\text{m}^3)/(\text{s}\cdot\text{m}^2)$ o in $(\text{mbar}\cdot\text{l})/(\text{s}\cdot\text{cm}^2)$ e dipende dal tipo di materiale considerato oltre che dalla sua storia. Per avere una stima del tasso di degasaggio del sistema completamente assemblato è stata adoperata la seguente procedura: si chiude la gate, in modo da sigillare la camera, e si misura l'andamento della pressione in camera con il passare del tempo). La pressione base è $1.7\cdot 10^{-9}$ mbar. Stimando una superficie interna pari a circa 0.4 m^2 ed un volume di 8.3 lt , si è calcolato il tasso di degasaggio come

$$\frac{dP}{dt} \cdot \frac{V}{A} \quad \text{Eq. 3-1}$$

Il valore dP/dt è la velocità di risalita della pressione in camera ricavata interpolando linearmente la variazione di pressione con il passare del tempo. Dopo un baking di 35h a 150°C si è ottenuto un tasso di degasaggio pari a $8.4\cdot 10^{-14}$ $(\text{mbar}\cdot\text{lt})/(\text{s}\cdot\text{cm}^2)$. Il valore è buono per ottenere film superconduttivi di niobio.

3.1.2 Il catodo

Il sistema del catodo è composto da un tubo in acciaio sul quale viene infilato il target costituito da un tubo di niobio (saldato per con la tecnica dell'electron beam) con una RRR superiore a 250 (l'alta purezza è necessaria per ridurre le contaminazioni del film dovute al catodo). Durante lo sputtering il catodo è soggetto a bombardamento ionico e può arrivare a temperature di $1000\text{-}1500^\circ\text{C}$ in funzione della potenza. Per evitare il superamento della temperatura di smagnetizzazione, chiamata temperatura di Curie e pari a soli 80°C , è necessario che il magnete che scorre nel catodo sia raffreddamento tramite un flusso di aria compressa.

Il tubo di acciaio inossidabile, saldato ad una flangia CF100 e chiuso alla base tramite saldatura TIG, serve a sostenere il catodo ($\varnothing_{\text{est}} 32.8$) di niobio e lo schermo di quarzo; il contatto termico ed elettrico con il catodo di niobio avviene attraverso nove linguette di acciaio tensionate in modo da aumentare in maniera reversibile il diametro del

tubo in acciaio (Figura 3-5). Un disco di niobio, fissato con una vite al tubo di acciaio previene la caduta del catodo, mentre lo schermo di quarzo evita che l'isolatore venga metallizzato. Se non utilizzato, tutto il sistema del catodo viene lasciato in una clean room classe 1000 per mantenerlo pulito ed evitare che vi si depositi polvere.

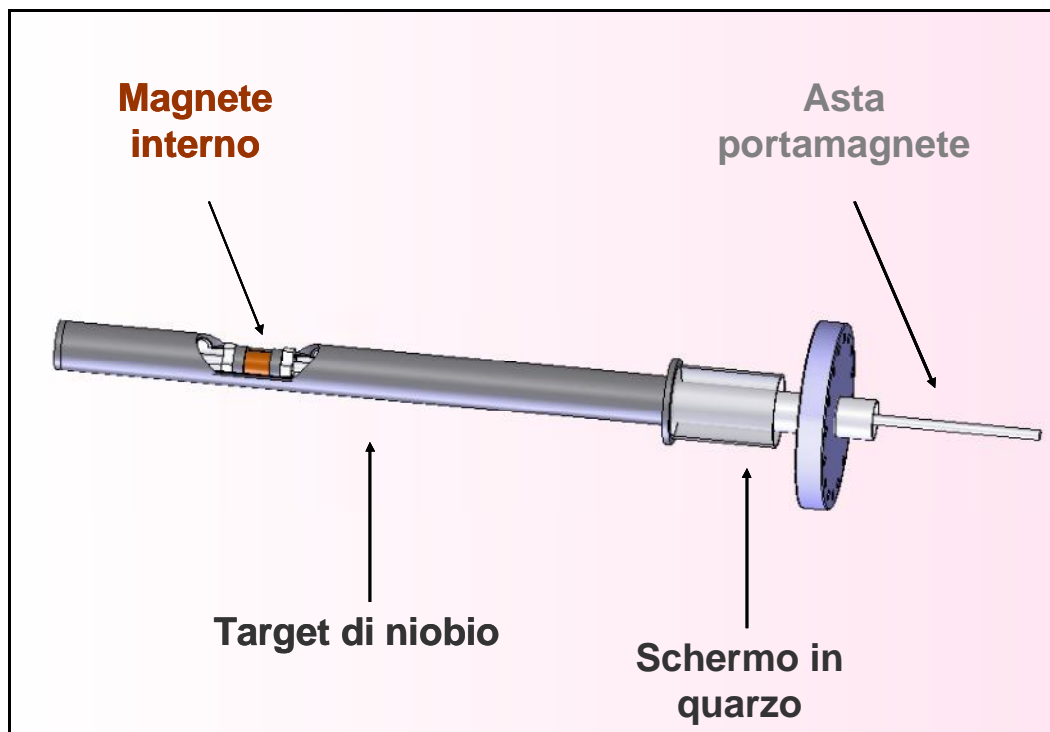


Figura 3-4: Disegno del catodo; la flangia CF 100 e il tubo in acciaio garantiscono l'isolamento del sistema da vuoto. Lo spaccato rende visibile il magnete interno che giace a pressione atmosferica ed è mosso tramite l'asta. Lo schermo in quarzo impedisce che il tubo di acciaio possa sputterare e inquinare i film depositati.



Figura 3-5: Particolare delle linguette in acciaio costruite per garantire il contatto elettrico tra tubo in acciaio e target di niobio.

All'interno del tubo di acciaio scorre un magnete permanente di Nd-Fe-B stretto tra due tondini in ferro (che minimizzano la dispersione delle linee di campo) fissato su un

tubo di acciaio di diametro 9mm. Scorrendo dentro il catodo il magnete si pone a potenziale catodico, quindi si è studiato un sistema di isolamento che permetta a tutta l'asta su cui è montato il magnete di rimanere a potenziale nullo (si veda). Attraverso il tubo che sorregge il magnete viene forzato un flusso di aria compressa a 7 bar per garantire un raffreddamento efficiente del magnete durante lo sputtering. La movimentazione del magnete lungo tutto il catodo avviene tramite un pistone montato a lato della camera da sputtering che si muove comandato da una pulsantiera ad una velocità regolabile dall'utente. Per conoscere in ogni istante la posizione si utilizza un pannello che riproduce la sagoma della cavità.

In base alle configurazioni sviluppate il catodo è stato modificato mantenendo però inalterate le caratteristiche descritte in questo paragrafo.

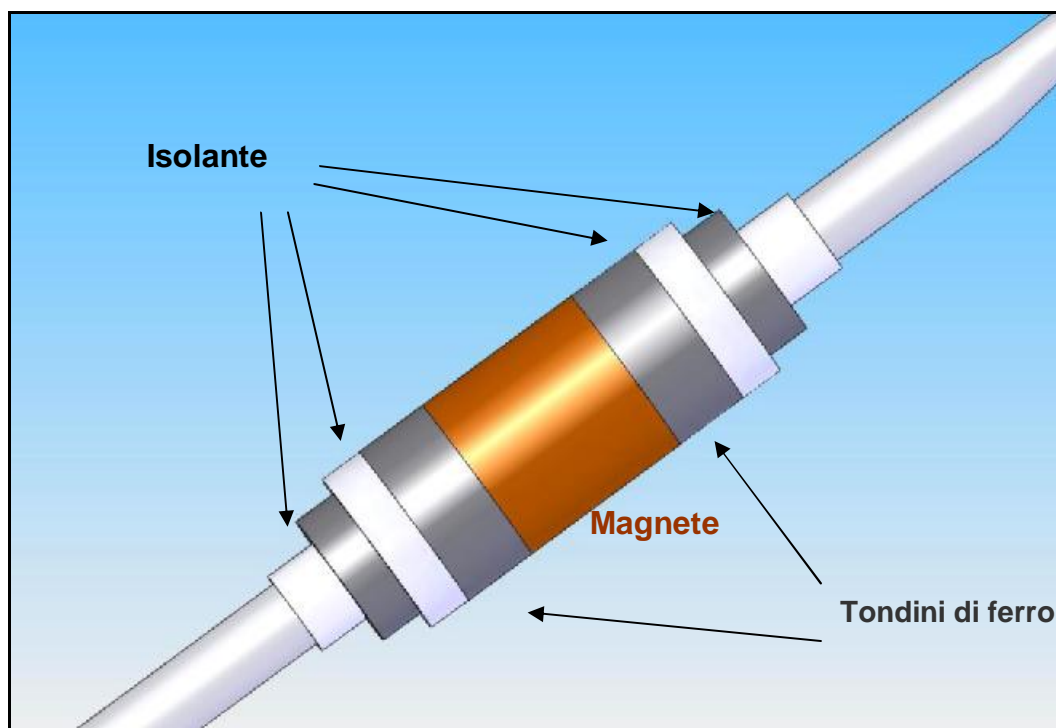


Figura 3-6: Schema del sistema di isolamento tra l'asta e il magnete.

3.1.3 Il sistema di baking e i quadri elettrici di controllo

Per raggiungere livelli di vuoto ottimali per la deposizione di niobio è necessario effettuare un trattamento di baking di tutto il sistema da vuoto di almeno 30h: questo procedimento migliora di due ordini di grandezza e passa da 10^{-7} mbar fino a $10^{-9} - 10^{-10}$ mbar. Il trattamento di baking del sistema viene eseguito applicandovi all'esterno delle

fasce riscaldanti o degli anelli riscaldanti stretti attorno alle flangie, alimentati a 220 V e controllati in temperatura tramite termoregolatori che pilotano i relè.



Figura 3-7: Particolare della scatola che contiene tutti i fili delle fasce riscaldanti.

Il sistema è diviso in sette zone per garantire un riscaldamento uniforme, per suddividere il carico di potenza e per consentire una temperatura più bassa in alcune di esse. Gli elementi riscaldanti di sei zone sono collegati a due unità UHV BAKING CONTROL che sono in grado di attuare la regolazione e il controllo della temperatura. Il riscaldamento della settima zona (la pompa turbomolecolare) invece è autonomo e viene gestito con un interruttore della scatola di derivazione; il collare riscaldante della turbo funziona in coppia con un ventilatore che raffredda le componenti elettriche della pompa.

A causa dell'alto numero di elementi riscaldanti (più di venti), si è reso necessario raccogliere tutti i collegamenti elettrici e tutti i fili delle fasce in una scatola di plastica. In essa entrano sei cavi (relativi a sei zone del sistema) ed escono tutti i cavi che vanno alle fasce e agli anelli. Questo lavoro ha permesso di aggiungere una fascia riscaldante sul tombac del by-pass ma soprattutto ha consentito di collegare a massa tutte le resistenze e quindi di mettere in sicurezza il sistema. La temperatura viene controllata attraverso sensori a termoresistenza collegati alla scatola di controllo, da posizionare in corrispondenza dei riscaldatori.

La maggior parte degli elementi da riscaldare è di acciaio inossidabile e sopporta temperature fino a 200°C ma ci sono anche zone in cui la temperatura è più critica, ad esempio la gate utilizzata ha un o-ring di viton per cui il riscaldamento non può superare i 120°C e anche l'isolatore ceramico va trattato a temperature inferiori ai 150°C. In Tabella 3-1 sono elencate le temperature standard impostate per ciascuna zona.

Un quadro di controllo è stato progettato e costruito per permettere il baking di un'ottava zona, cioè il tubo del catodo, ma anche per mantenere le cavità di rame ad una temperatura costante durante le deposizioni mediante il controllo simultaneo di fasce riscaldanti e di ventilatori di raffreddamento (si veda Figura 3-9, Figura 3-10 e Figura 3-11).



Figura3-8: Particolare delle due scatole UHV BAKING CONTROL e della scatola di derivazione principale.

Zona		Temperatura (°C)
1	Catodo esterno	200
2	Cavità	160
3	Gate	100
4	Gauges e CF35	150
5	Precamera	150
6	By-pass	150
7	Pompa turbomolecolare	120
8	Catodo interno	200

Tabella 3-1: Temperature di baking standard impostate per ciascuna zona.



Figura 3-9: Foto dell'esterno del quadro.

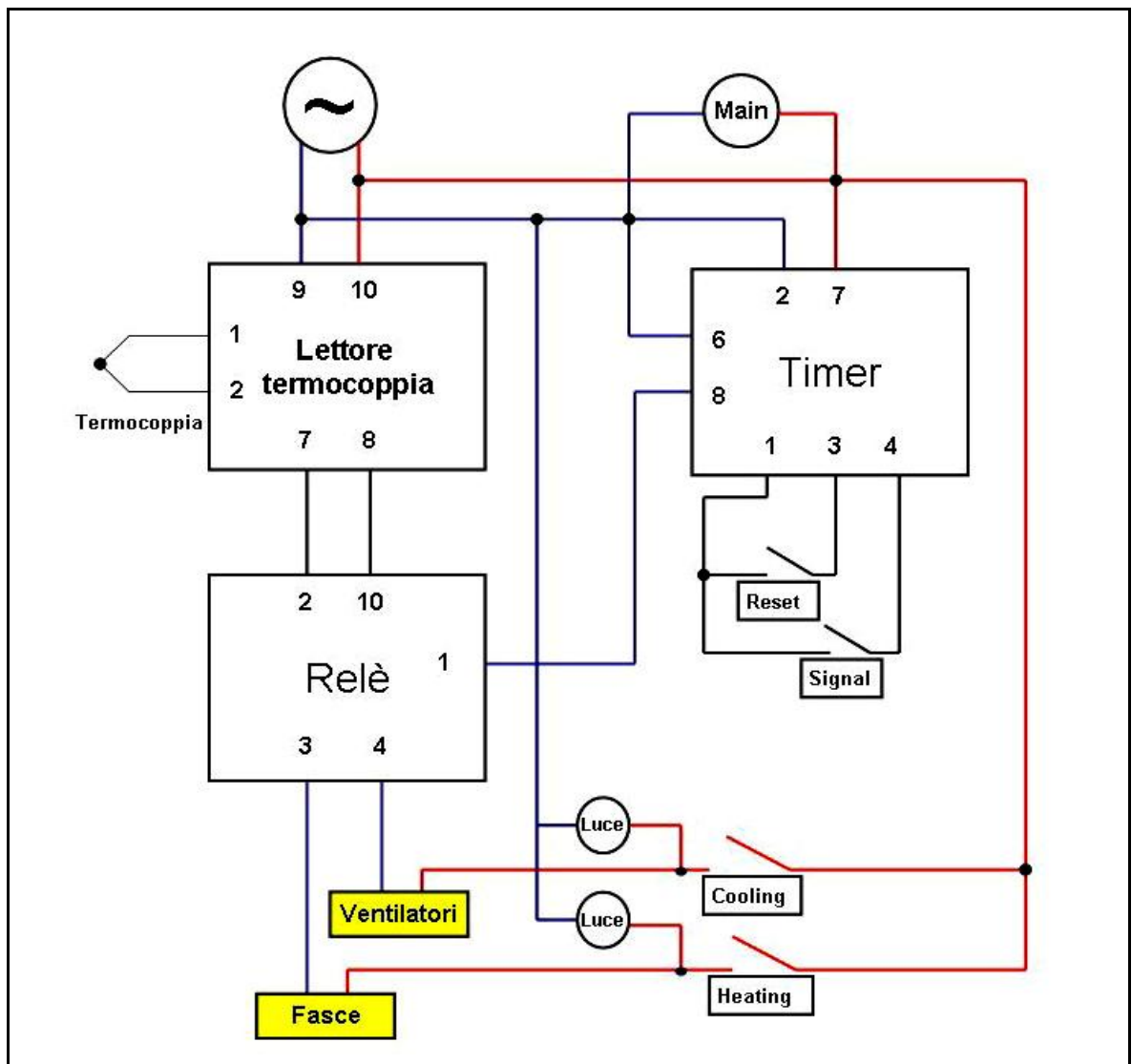


Figura 3-10: Schema del circuito costruito per il controllo della temperatura di deposizione della cavità.

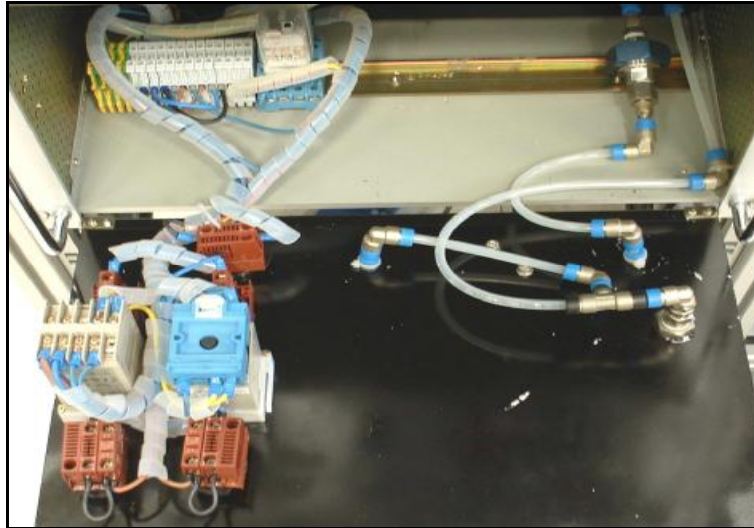


Figura 3-11: Foto dell'interno del quadro per il controllo della temperatura di deposizione della cavità. In alto a destra si vede il filtro per l'azoto del rientro.

3.2 Preparazione dei substrati

Il lavoro svolto durante l'internato è stato finalizzato alla deposizione di alcuni substrati di quarzo di prova e alla deposizione di due cavità 1,5 GHz di rame. Una parte notevole del lavoro di deposizione consiste nei processi di pulizia e di preparazione superficiale dei substrati.

3.2.1 Substrati di quarzo

Il film depositato risente della morfologia del substrato e in qualche modo la riproduce seguendone la rugosità, i bordi di grano e i difetti: la crescita del film è inizialmente epitassiale ma con l'aumento dello spessore si ha un passaggio ai parametri tipici della sua struttura bulk del materiale depositato. Il risultato è una serie di tensioni meccaniche interne e una deformazione del reticolo del film che ne influenza le caratteristiche. Oltre al mismatch reticolare¹, un altro parametro da considerare è la differenza di deformazione termica tra substrato e film (eccessive differenze possono portare alla delaminazione). Durante questo lavoro di tesi si è scelto di lavorare su substrati di quarzo 9x9 mm perché:

- sono montabili facilmente sui portacampioni;
- possono essere analizzati al diffrattometro e al PPMS (si veda 5.1.1);
- sono facilmente lavabili e relativamente poco costosi.

¹ definito come il rapporto tra il parametro reticolare del substrato e quello del materiale da depositare bulk

La pulizia dei substrati è essenziale per la buona adesione del film: ecco la procedura adottata per la pulizia dei vetri:

- lavaggio con acqua deionizzata e sapone neutro in vasca ad ultrasuoni,
- lavaggio con acqua deionizzata in vasca ad ultrasuoni,
- risciacquo con alcol etilico,
- conservazione in alcol etilico in contenitori di polietilene.

3.2.2 Cavità di rame

Le cavità di rame appena uscite dall'officina meccanica presentano una superficie interna sporca e grezzamente rifinita, caratteristiche che ne impediscono l'immediata deposizione. All'interno del laboratorio di chimica dei LNL le cavità sono state lavate ad ultrasuoni per rimuovere i residui di lavorazione per essere poi spazzolate con mole Scotch-Brite per una migliore finitura meccanica della superficie.

In un secondo momento le cavità sono state trattate per elettropulitura, un processo che avviene in una soluzione di acido fosforico e butanolo a freddo e senza agitazione. L'erosione della superficie è attivata applicando una differenza di potenziale tra la cavità e il catodo di rame coassiale ad essa. Per garantire l'uniformità del trattamento il catodo segue la forma della cavità, la quale è messa in rotazione attorno al proprio asse da un motorino controllato in remoto. Il processo dura circa 45 minuti e asporta in media erode 300 nm/min.

In seguito si effettua per 10 minuti un trattamento chimico detto SUBU5 a base di acido sulfamico (di proprietà intellettuale del CERN); la superficie così trattata è talmente reattiva che una repentina passivazione in una soluzione di acido sulfamico è necessaria perché non si ossidi immediatamente.

Il terzo passaggio è un lavaggio ad alta pressione HPWR (High Pressare Water Rinsing): la cavità viene montata nell'apposito sistema e subisce un lavaggio a 250 bar con acqua deionizzata 18 M Ω ·cm e filtrata 0.2 μ m per 40 minuti. L'alta pressione è generata da un'idropulitrice industriale che forza l'acqua attraverso due ugelli montati su una testa rotante semovente che scorre lungo tutta la lunghezza dei cut-off.

Appena terminato l'HPWR la cavità viene chiusa con due flangie CF100, una cieca e l'altra con una valvola ed è così pronta per essere trasportata velocemente (le pareti non si devono asciugare in aria) in prossimità del sistema di asciugatura. Questo è costituito da una pompa scroll in serie ad una turbo: il vuoto favorisce l'evaporazione di tutta l'acqua residua.

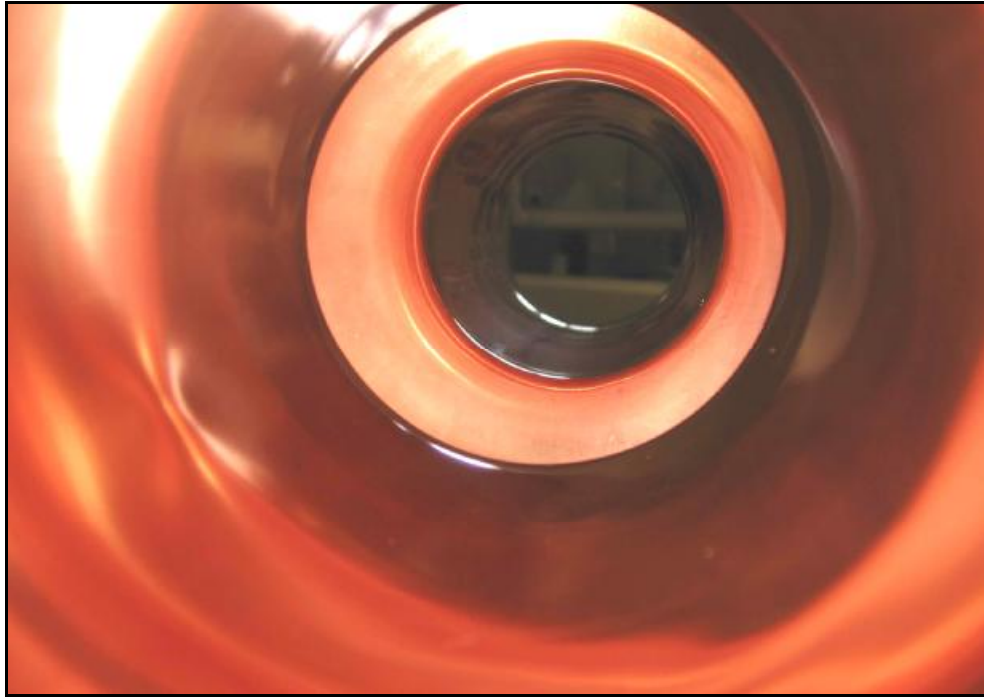


Figura 3-12: Interno della cavità dopo il processo di pulizia chimica.

3.3 Protocollo di lavoro

Sia per le deposizioni di prova su quarzi che per le deposizioni in cavità di rame è stato applicato un protocollo di lavoro standard con la finalità di rendere confrontabili i film ottenuti. Nonostante ciò per le diverse configurazioni sono state cambiate tensione e corrente degli alimentatori, tempi e pressione di deposizione per ottenere film con spessori compresi tra 150 e 200 nm.

Chiusura del sistema

Per le deposizioni su campioni, la cavità di acciaio va fissata alla flangia del sistema da vuoto e il catodo viene introdotto dall'alto tramite un carroponete facendo attenzione a non rompere i quarzi. Per le deposizioni su cavità invece l'inserimento del catodo avviene in una clean room classe 1000 con l'ausilio di una barra scanalata che facilita l'allineamento orizzontale e l'inserimento concentrico, impedendo che la superficie interna venga strisciata.

Pompaggio

Una volta montato il catodo e effettuato il serraggio delle flangie, si fa iniziare il pompaggio accendendo la rotativa e la turbomolecolare (che impiega circa 20 minuti per arrivare a regime). Durante la prima fase di pompaggio è facile che la polvere presente nel sistema si sollevi perché si è ancora in regime viscoso, quindi il pompaggio deve avvenire

lentamente attraverso il by-pass in modo che il sistema impieghi almeno un'ora per raggiungere la pressione di 10^{-3} mbar. A questo punto viene aperta la gate e chiuso il by-pass: la pressione passa immediatamente a 10^{-6} mbar e raggiunge 10^{-7} mbar in tre ore.

Baking

Ogni deposizione è preceduta da un backing di almeno 30 ore seguito da 10 ore per il raffreddamento del sistema; durante questa fase la valvola leak viene lasciata completamente aperta. Se il sistema non presenta qualche fuga (reale o virtuale) arriva sempre ad un vuoto non superiore a $2 \cdot 10^{-9}$ mbar. Nel caso la pressione sia più alta è necessario eseguire un leak test ed eventualmente ripetere la procedura dopo aver individuato e risolto il problema.

Deposizione

Il flusso di gas per sostenere la scarica è regolato tramite la leak valve; viene utilizzato Argon puro al 99,9999%. La pressione in camera è misurata con la gauge capacitiva mentre la turbomolcolare lavora a regime pompando attraverso il by-pass. Durante tutto il processo il plasma viene monitorato attraverso gli oblò della camera. L'aria compressa viene forzata nel tubo di acciaio che sorregge il catodo ad una pressione di 7 bar.

Per rimuovere lo strato di ossido formatosi sulla superficie del catodo durante l'esposizione all'aria viene effettuato un pre-cleaning scorrendo il magnete lungo tutta la lunghezza del catodo per la durata di 6 minuti e mezzo ad una pressione di $1 \cdot 10^{-2}$ mbar e con una corrente di 1 A. Successivamente vengono depositati film nelle camere sopra e sotto le flangie della cavità fornendo al catodo una corrente di 1,6 A per 2 minuti: queste fasi preliminari servono non solo a pulire il catodo, ma anche a depositare film-getter che riducono la pressione dei gas residui in camera.

La deposizione effettiva inizia dalla flangia superiore, il magnete si muove lungo il tubo in nove posizioni equidistanti. La stessa procedura viene ripetuta nel beam-tube inferiore, sempre partendo dalla flangia e muovendo il magnete verso la cella. Spenta la scarica il magnete viene posizionato all'equatore e viene depositata la cella abbassando la pressione in camera e alzando la corrente fornita al catodo (i parametri saranno elencati di volta in volta).

Mentre la deposizione su quarzi non prevede un controllo in temperatura, per la deposizione sulla cavità viene utilizzato un sistema di fasce riscaldanti e di ventilatori che mantiene una temperatura costante di 150°C .

Finita la deposizione si chiude la linea di argon e la pressione scende immediatamente sotto i 10^{-7} mbar. La camera impiega almeno 24 ore per raffreddarsi e tornare alla pressione base di 10^{-9} mbar. A sistema freddo si spegne il pompaggio e si ripristina la pressione atmosferica con una miscela di ossigeno-azoto per aprire la camera ed estrarre i campioni.



Figura 3-13: Ventilatori per il raffreddamento della cavità durante le deposizioni.

Capitolo 4

Metodi per aumentare l'RRR e costruzione di nuove configurazioni

Nel paragrafo 1.2 si è focalizzata l'attenzione sul problema dell'abbassamento del fattore di merito all'aumentare del campo accelerante per le cavità niobio su rame: aumentare l'RRR dei film depositati è passaggio obbligato per migliorare le proprietà superconduttive.

Questo capitolo è di fondamentale importanza: le conoscenze teoriche acquisite in merito alle cavità acceleratrici di niobio su rame e in merito allo sputtering sono necessari per studiare nuovi sistemi di deposizione e progettare nuove configurazioni per magnetron sputtering delle cavità. Alla fine del capitolo sono analizzate le configurazioni costruite e testate.

Per progettare configurazioni magnetron in grado di depositare film dalle qualità richieste si è partiti dalla procedura di sputtering di tipo CERN schematizzata in Figura 4-1.

I metodi utilizzabili per innalzare il valore di RRR dei film di niobio sono:

- aumentare lo sputtering rate;
- indurre bombardamento ionico del film in crescita;
- creare un catodo cavity-shaped;
- aumentare l'efficienza di ionizzazione del magnetron.

Per ciascun metodo si sono considerati i seguenti aspetti:

- i fondamenti teorici che ne stanno alla base;
- le conoscenze della comunità scientifica in merito alla tecnica analizzata;
- gli studi effettuati dal candidato per verificare l'efficacia della tecnica e l'applicabilità alla deposizione nelle cavità.

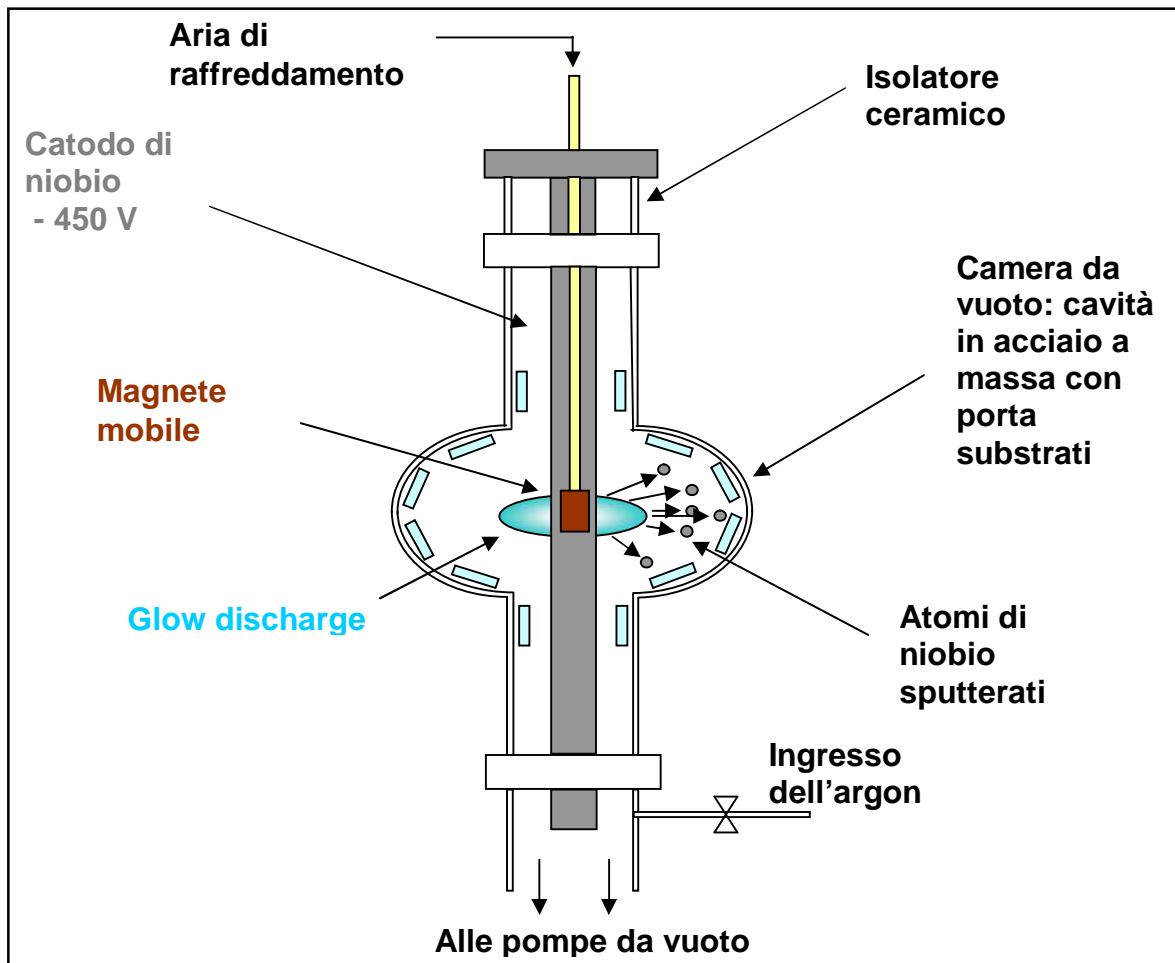


Figura 4-1: Schema della configurazione standard per sputtering di tipo CERN

4.1 Sputtering rate

4.1.1 Inclusione di impurezze nel film

La frazione f_i di impurezze della specie i intrappolate nel film è dato da²⁶:

$$f_i = \frac{N_i \alpha_i}{N_i \alpha_i + R} \quad \text{Eq. 4-1}$$

dove N_i è il numero di atomi della specie i -esima che bombardano l'unità di area del film nell'unità di tempo, α_i è il relativo sticking factor¹ e R è la deposition rate del film.

Ci sono tre modi per ridurre il valore di f_i :

- aumentare lo sputtering rate R ;
- abbassare il numero di atomi della specie i -esima che arrivano sulla superficie (ad esempio abbassando il vuoto di base del sistema);
- abbassare il valore α_i della probabilità di adesione della specie i .

¹ ovvero la probabilità che un atomo della specie i che arriva sulla superficie vi rimanga adeso

La velocità di deposizione può essere aumentata massimizzando la probabilità di ionizzazione degli elettroni: più lungo è il percorso compiuto dagli elettroni, maggiore è il numero di collisioni ionizzanti che essi effettuano. La forza che impone alle cariche negative di spiraleggiare intorno alle linee del campo magnetico è massima nel caso in cui campo elettrico e campo magnetico formino tra loro un angolo di 90° (paragrafo 2.4.1).

Per ottenere maggiori sputtering rate è necessario dunque costruire configurazioni in cui sia massima l'area del catodo per la quale campo elettrico e campo magnetico sono perpendicolari. Modificare la forma del target è uno dei modi possibili per ottenere la sopraccitata condizione.

4.1.2 Costruzione di innovativi magnetron planari ad alto rate

Le linee del campo elettrico in prossimità di un elettrodo conduttore posto a potenziale negativo sono tutte entranti con direzione perpendicolare rispetto alla superficie e con una densità costante. Si comprende dunque che la condizione “campo elettrico perpendicolare a campo magnetico” equivale alla condizione “campo magnetico parallelo alla superficie del target”.

Nei magnetron planari circolari convenzionali il campo magnetico è generato da una distribuzione di magneti posti sotto la superficie del target. Come si può notare dalla simulazione in Figura 4-2, l'area del target per la quale le linee del campo magnetico sono parallele alla superficie è molto limitata.

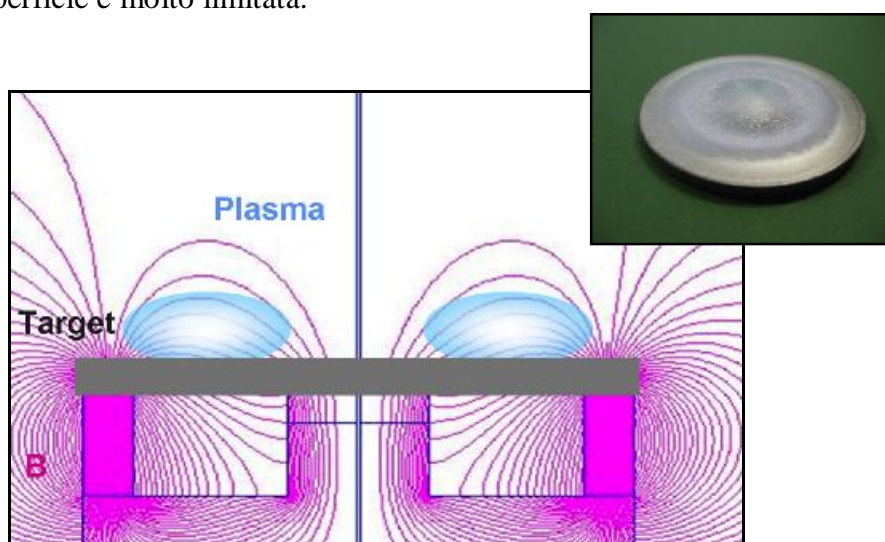


Figura 4-2: Sezione di magnetron circolare con target planare. La simulazione delle linee del campo magnetico è stata effettuata con il codice di calcolo Pandira[®]. In alto a destra fotografia del target.

Per stimare l'entità dell'aumento della velocità di deposizione, si sono costruiti due target da 2" modificati in modo che la superficie seguisse le linee del campo magnetico.

Dovendo utilizzare una configurazione di magneti già esistente, il primo passo è stato quello di misurare l'intensità del campo magnetico in modo da poter definire con precisione il diametro della circonferenza per la quale le linee sono orizzontali. La tecnica adottata consiste nel mappare per varie posizioni del target l'intensità del campo tramite la sonda di un gaussmetro mantenuta in posizione verticale. Quando la sonda rileva un valore di campo verticale pari a zero, significa che tutte le linee del campo magnetico sono parallele al target (si veda Figura 4-3).

Una volta determinata sperimentalmente la forma del campo magnetico, si sono costruiti tre target di niobio da 2" (Figura 4-4):

1. "target planare": planare spesso 3 mm;
2. "target squadrato": con un toroide di diametro interno 12mm, esterno 26 mm e alto 12mm;
3. "target arrotondato": con un toroide arrotondato R5 di diametro interno 12 mm, diametro esterno 26 mm e alto 9 mm.

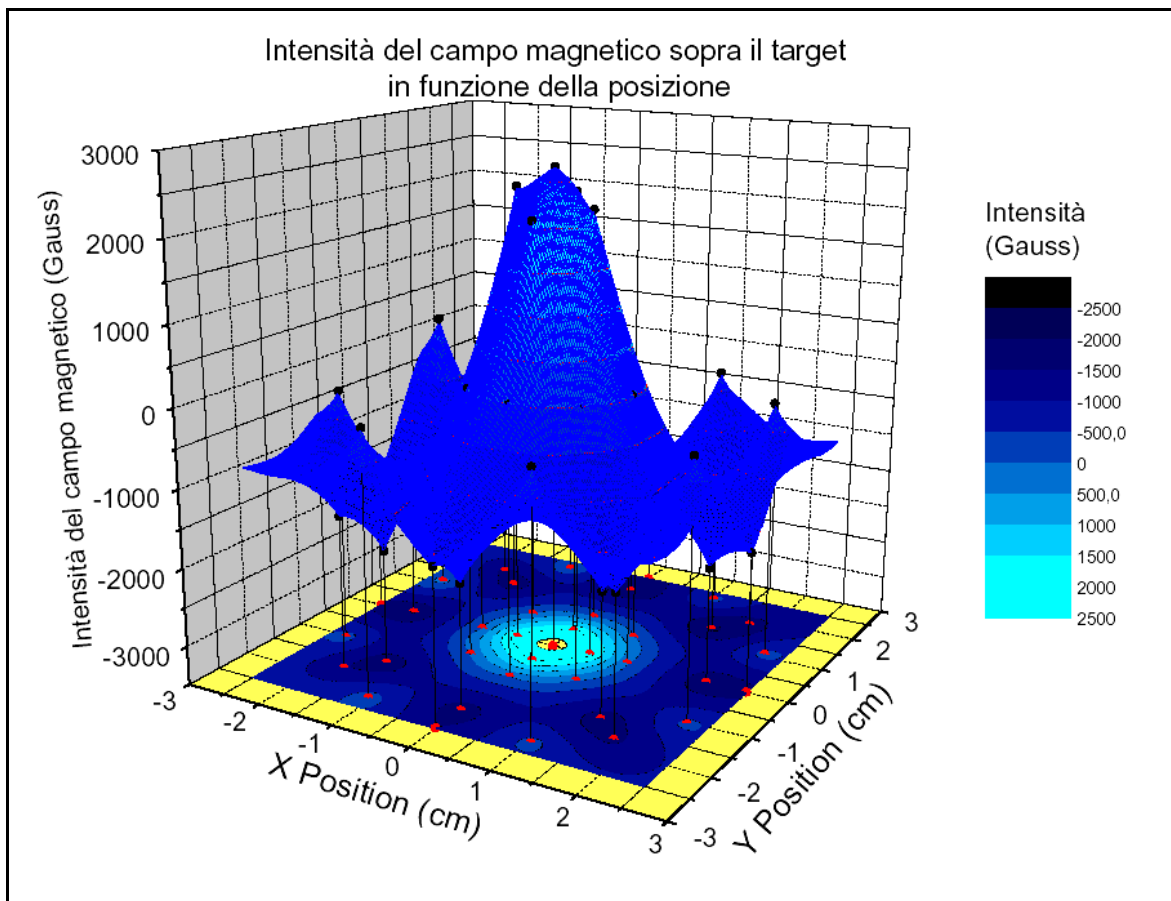


Figura 4-3: Grafico dell'intensità del campo magnetico in funzione della posizione ad una distanza di 10 mm sopra il target.

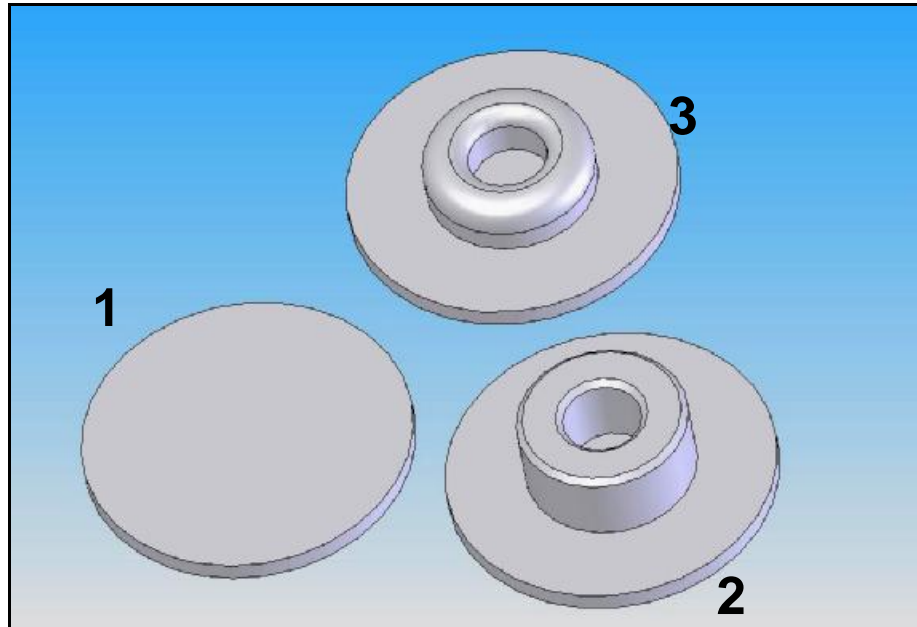


Figura 4-4: Disegni dei tre target 2'' di niobio: 1) planare 2) squadrato e 3) arrotondato.

I due target toroidali sono stati costruiti a diverse altezze in modo da cercare una forma del target che approssimasse meglio le linee del campo. In Figura 4-5 e

Figura 4-6 sono riportati due schematizzazioni qualitative dei diversi target e del loro posizionamento nel campo prodotto dai magneti permanenti.

Per ognuno dei tre target sono poi state raccolte curve tensione-corrente a pressioni di $1,1 \cdot 10^{-2}$ e $2,5 \cdot 10^{-2}$ mbar. I punti raccolti sono stati interpolati con la formula $I = aV^n$ tramite il programma Microcal Origin[®] 7.0 con l'intento di avere per ognuno dei tre una stima del valore di n (si veda 2.4.3).

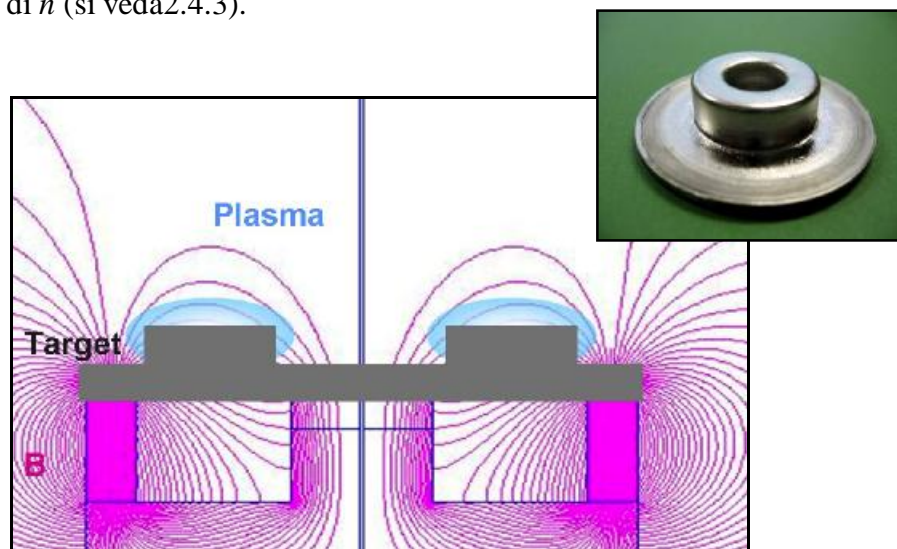


Figura 4-5: Sezione di magnetron circolare con target squadrato. La simulazione delle linee del campo magnetico è stata effettuata con il codice di calcolo Pandira[®]. In alto a destra fotografia del target.

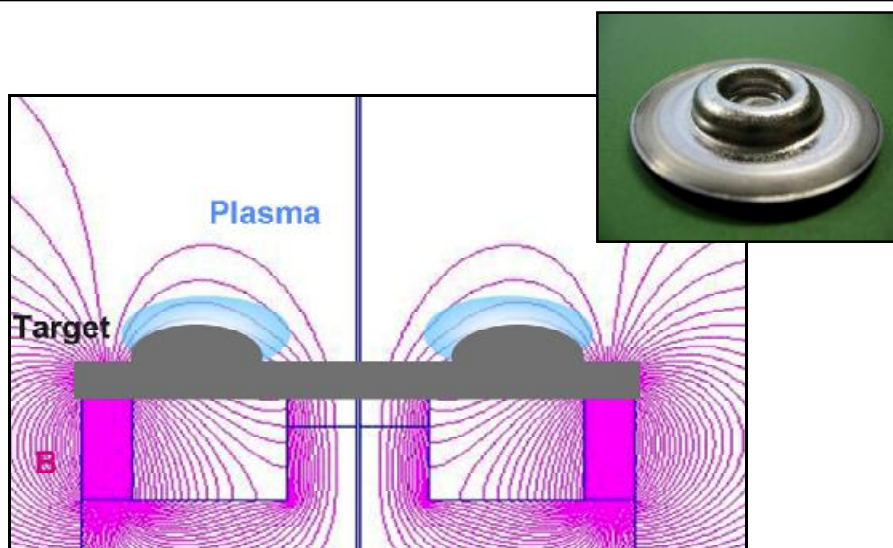


Figura 4-6: Sezione di magnetron circolare target arrotondato. La simulazione delle linee del campo magnetico è stata effettuata con il codice di calcolo Pandira®. In alto a destra fotografia del target.

I dati raccolti e i relativi fit sono riportati in Figura 4-7 e Figura 4-8. Si nota chiaramente un incremento dell'efficienza di ionizzazione nel passaggio dal target planare a quelli toroidali indicato da:

- progressivo aumento del valore di n (Tabella 4-1);
- innalzamento della corrente tra catodo e anodo a parità di potenziale applicato;
- abbassamento della tensione cui si accende la scarica.

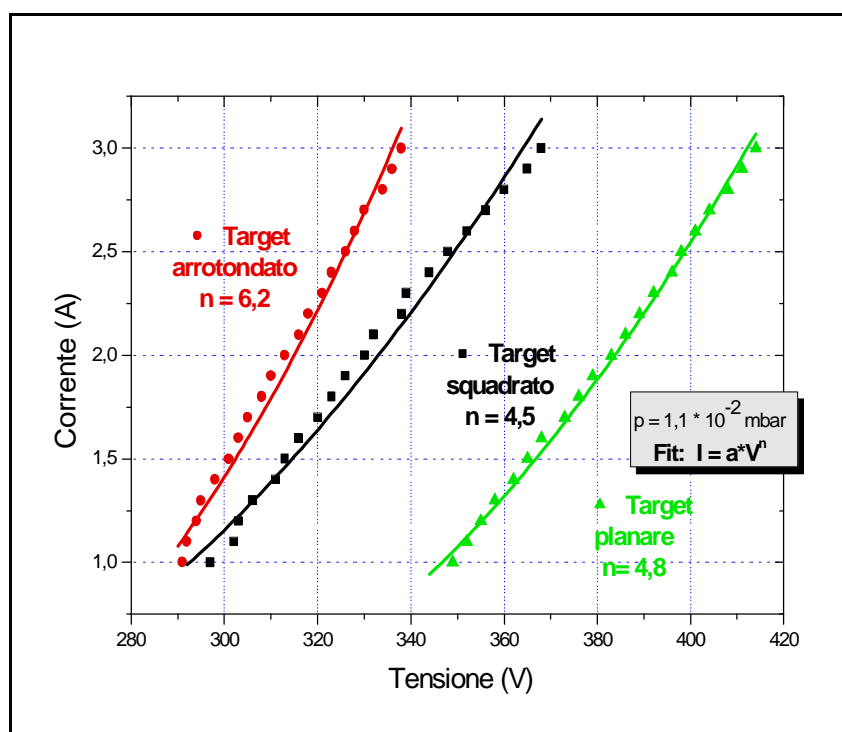


Figura 4-7: Curve tensione-corrente per i tre target da 2" a $p=1.1 \cdot 10^{-2}$ mbar.

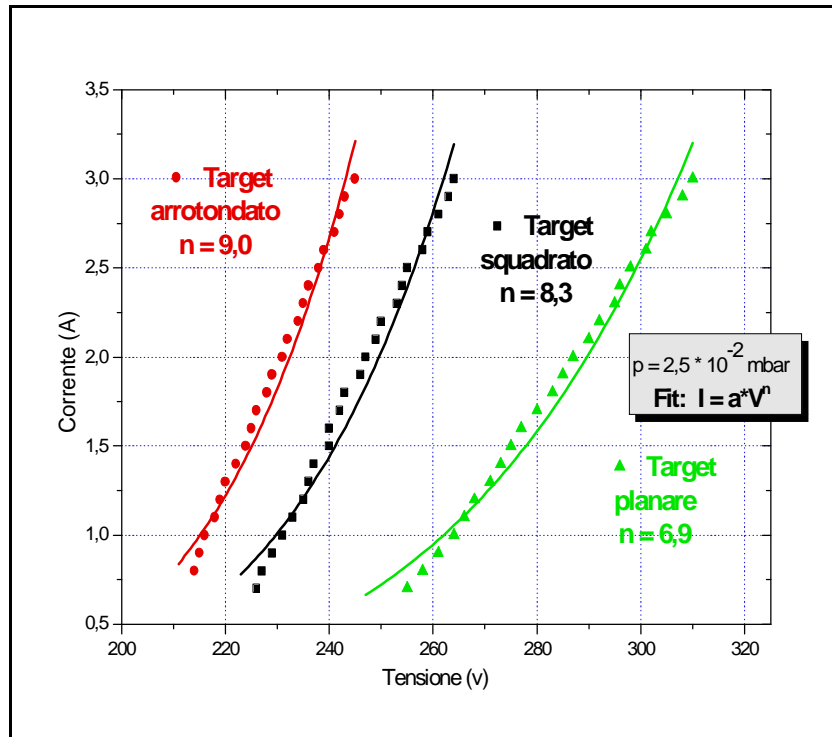


Figura 4-8: Curve tensione-corrente per i tre target da 2'' a $p=2.5 \cdot 10^{-2}$ mbar.

Pressione (10^{-2} mbar)	Valore di n		
	Target planare	Target squadrato	Target arrotondato
1.1	4.8	4.5	6.2
2.5	6.9	8.3	9.0

Tabella 4-1: Valori del coefficiente n nei fit $I=a \cdot V^n$ a pressioni diverse per i tre target 2''

Il target arrotondato da 8 mm è quello caratterizzato dalla massima efficienza di ionizzazione perché è quello che presenta la maggiore area superficiale parallela alle linee del campo magnetico. Questo è intuibile anche visivamente tramite le foto scattate ai plasmi durante le deposizioni di prova: nel caso del target arrotondato il plasma permea completamente la superficie, mentre nel caso del target squadrato si nota la formazione di due corone di plasma tra loro indipendenti (durante l'acquisizione delle curve caratteristiche per il target squadrato, si è notato che l'accensione delle due corone di plasma avveniva a tensioni leggermente diverse.). Un problema riscontrato durante l'acquisizione delle curve caratteristiche è la difficoltà di raffreddare il target ad alte correnti.

In conclusione si è dimostrato che la progettazione di target in cui viene massimizzata l'area superficiale in cui campo elettrico e campo magnetico sono perpendicolari porta ad un incremento dell'efficienza di ionizzazione e quindi dello sputtering rate.

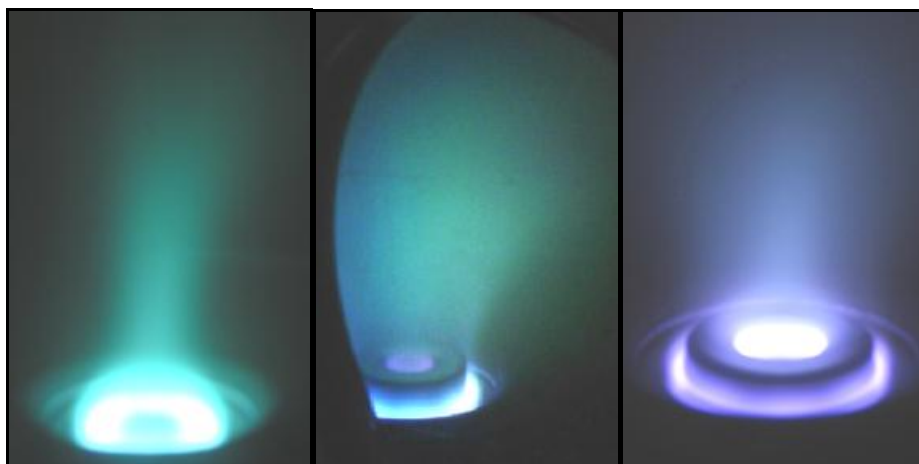


Figura 4-9: Da sinistra verso destra foto del target planare, del target quadrato e del target arrotondato.

4.2 Incidenza ortogonale

4.2.1 Effetto dell'angolo sulle proprietà dei film

Studi effettuati su film di niobio, depositati per magnetron sputtering a diversi angoli target-substrato, mostrano che le proprietà morfologiche e fisiche variano²⁷. Aumentando l'angolo di incidenza degli atomi rispetto alla normale al substrato:

- la ruvidità superficiale cresce mostrando un massimo a 75° ;
- la T_c cala;
- il valore di RRR cala;
- il film mostra angoli di crescita preferenziali e diversi dalla normale²⁸.

Un'ipotesi accreditata dalle simulazioni (si veda Figura 4-15) è che per angoli di incidenza maggiori di 75° gli atomi sputterati arrivino radenti alla superficie e promuovano l'abbattimento delle strutture colonnari dendridiche.



Figura 4-10: Porta substrati di quarzo utilizzato per variare sistematicamente l'angolo di deposizione e montato su flangia cieca CF 100²⁷.

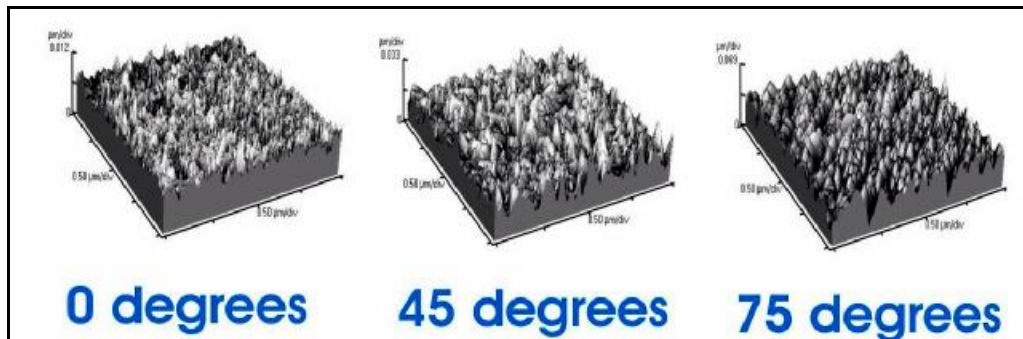


Figura 4-11: Immagini topografiche AFM di campioni depositati per magnetron sputtering a diversi angoli target-substrato²⁹.

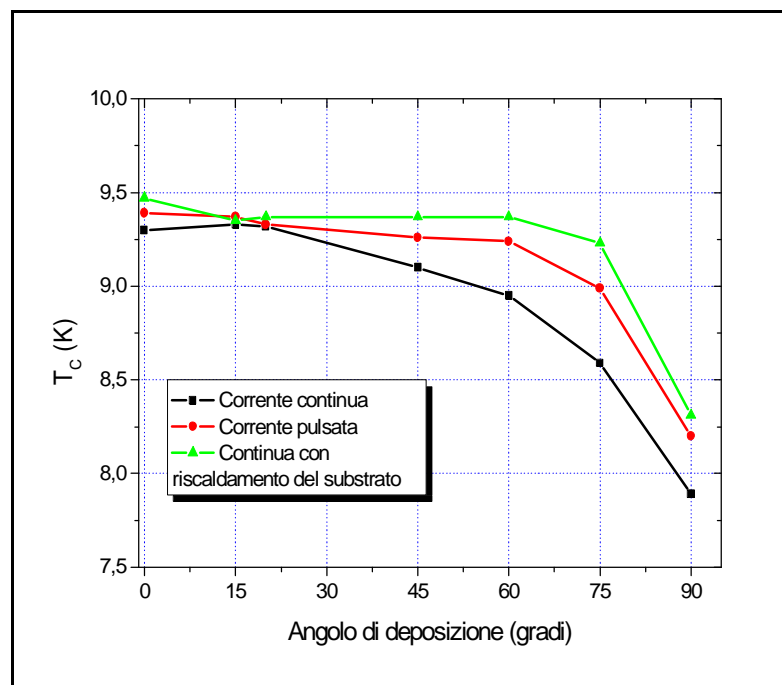


Figura 4-12: Variazione della temperatura di transizione per diversi angoli di deposizione e diverse configurazioni²⁹.

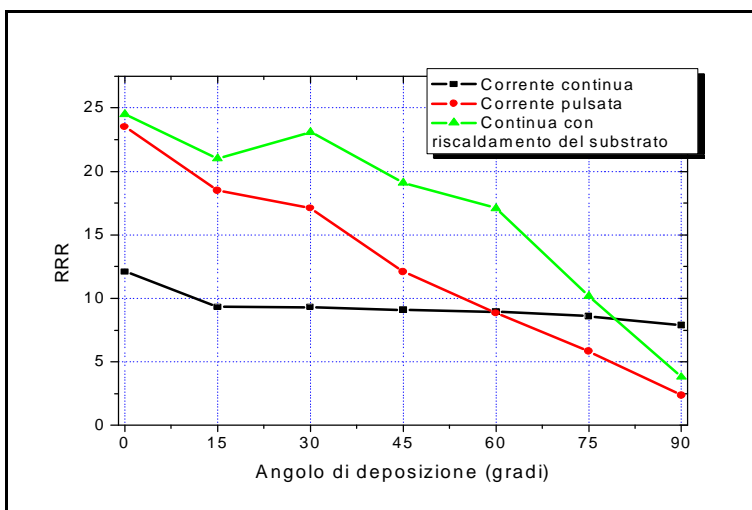


Figura 4-13: Variazione del valore di RRR per diversi angoli di deposizione e diverse configurazioni²⁹.

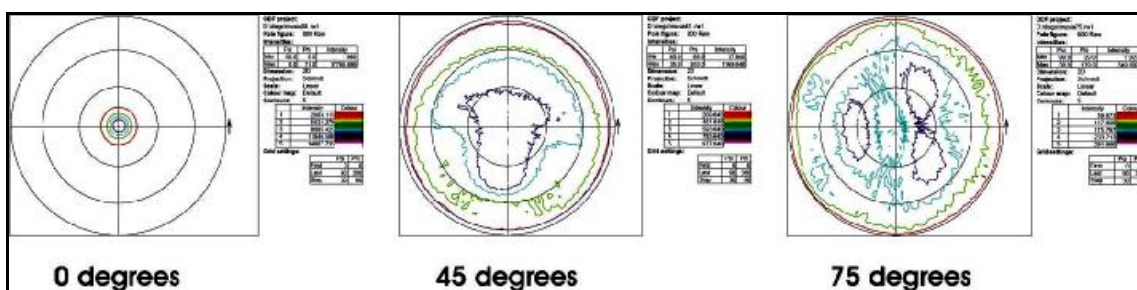


Figura 4-14: Tessiture dei film cresciuti a diversi angoli di deposizione ottenuti tramite analisi con diffrattometro²⁸.

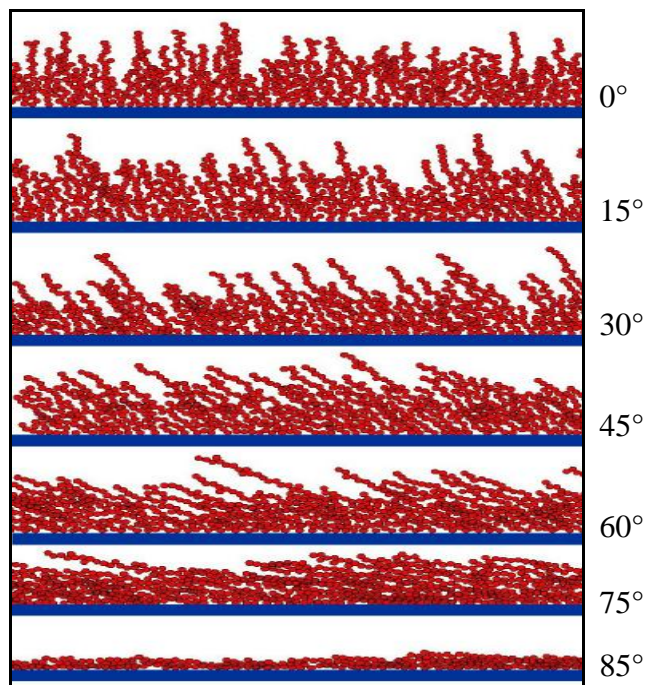


Figura 4-15: Simulazione di deposizione da sorgente lineare con angoli target – substrato di 0°,15°,30°,45°,60°,75°,85° (dall'alto verso il basso)²⁹.

4.2.2 Progettazione di un catodo sagomato

L'unico modo per depositare ad angoli sempre ortogonali rispetto all'anodo è quello di costruire un catodo che presenti la medesima forma del substrato.

La deposizione di tipo CERN delle cavità prevede che la deposizione dei cut-off (ovvero i tubi alle estremità della cella) avvenga spostando il magnete lungo il catodo di niobio, costituito da un tubo. Per la cella invece, il magnete deve essere posizionato a livello dell'equatore e una volta accesa la glow discharge, la deposizione avviene contemporaneamente su tutta la superficie. In questo modo la deposizione avviene ad angoli che variano da 0° a 35° a seconda della zona della cavità.

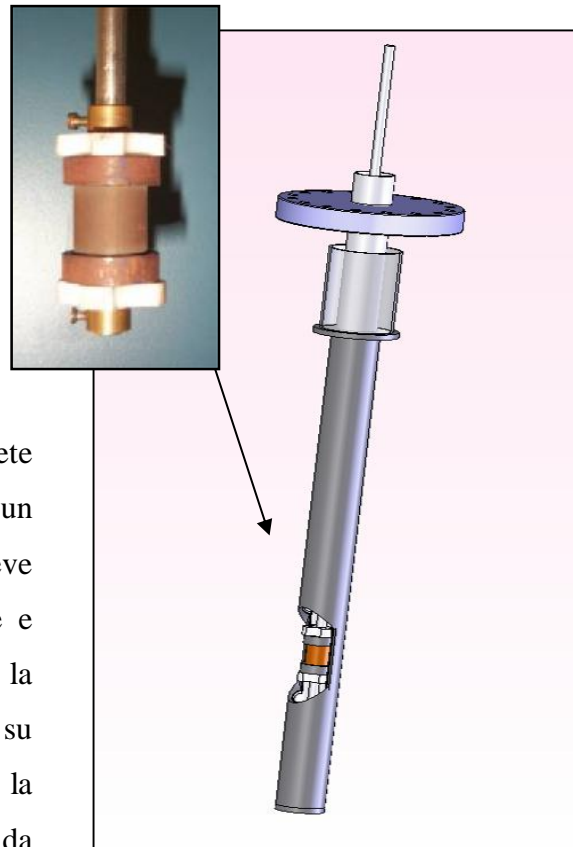


Figura 4-16: Particolare del catodo e del magnete nella configurazione CERN

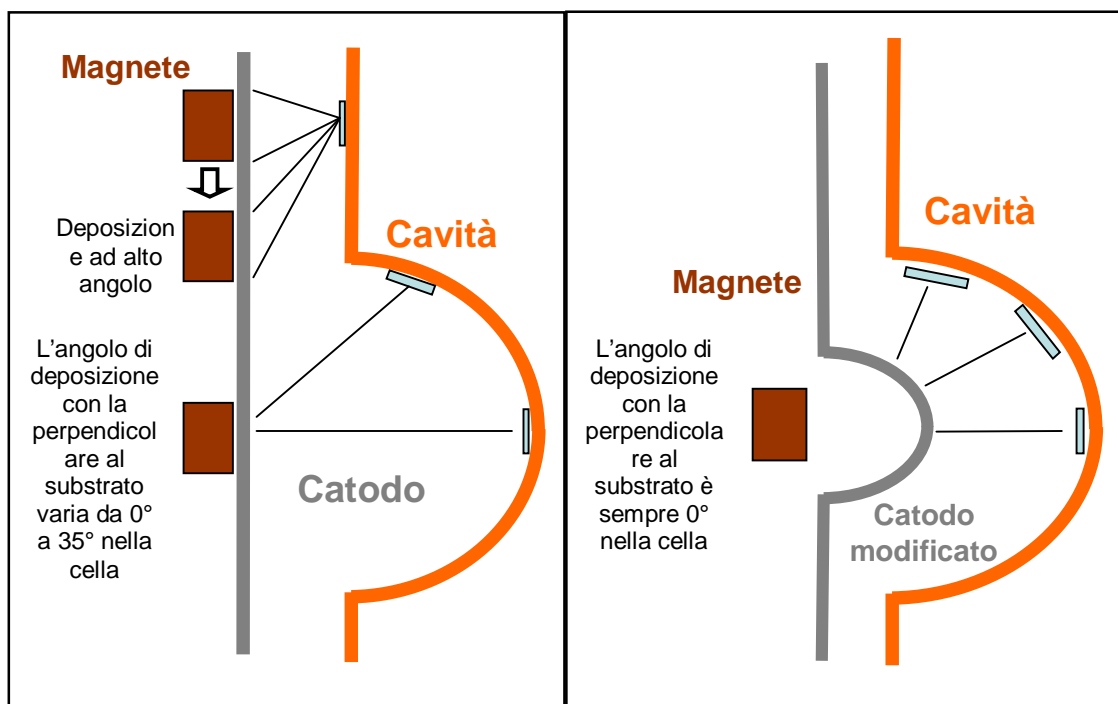


Figura 4-17: Angoli di deposizione nel caso del catodo cilindrico (a sinistra), nel caso del catodo modificato (a destra).

Per risolvere questo problema il catodo dovrà quindi presentare un rigonfiamento in corrispondenza della cella della cavità come in Figura 4-17.

Tramite il software Pandira® si è simulata la forma del campo prodotto dal magnete, posto tra due tondini di ferro, che veniva utilizzato per depositare in configurazione CERN. Il programma è in grado di calcolare la forma dei campi magnetici una volta definita la dimensione, la direzione e la curva di magnetizzazione dei magneti utilizzati (nel nostro caso Nd-Fe-B): in appendice è allegato il listato del codice utilizzato.

Nella sezione cilindrica di Figura 4-18 le linee di campo sono quelle di colore fucsia mentre in nero sono indicate le superfici della cavità e del catodo. Dai calcoli emerge che l’anello non può avere un diametro superiore a 50 mm perché a distanze maggiori di 25 mm dall’asse del catodo il campo è inferiore a 100G, che è l’intensità di campo minima per garantire l’accensione della glow discharge con i parametri di pressione e corrente adatti ad avere uno accettabile sputtering rate. Si noti anche come le linee di campo seguano abbastanza fedelmente la superficie dell’anello equatoriale e ci si aspetta che garantiscano un’erosione uniforme del target.

Dimensioni del magnete	$\varnothing_{\text{interno}} =$	8	mm
	$\varnothing_{\text{esterno}} =$	20	mm
	h =	20	mm
Dimensioni del ferro	$\varnothing_{\text{interno}} =$	9	mm
	$\varnothing_{\text{esterno}} =$	23	mm
	h =	8,5	mm

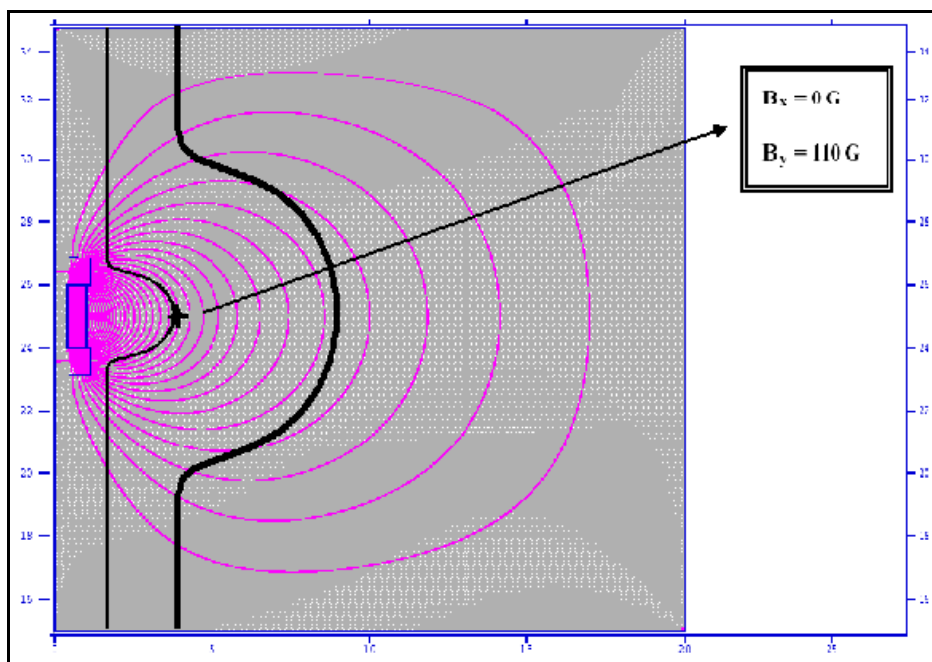


Figura 4-18: Simulazione del campo magnetico prodotte dal magnete standard effettuata con Pandira®.

Una volta puntualizzate le caratteristiche desiderate, si è proceduto alla progettazione col software Solid Works 2004[®] di un anello di niobio di diametro esterno 48,5 mm da posizionare attorno al catodo cilindrico (si veda Figura 4-19).

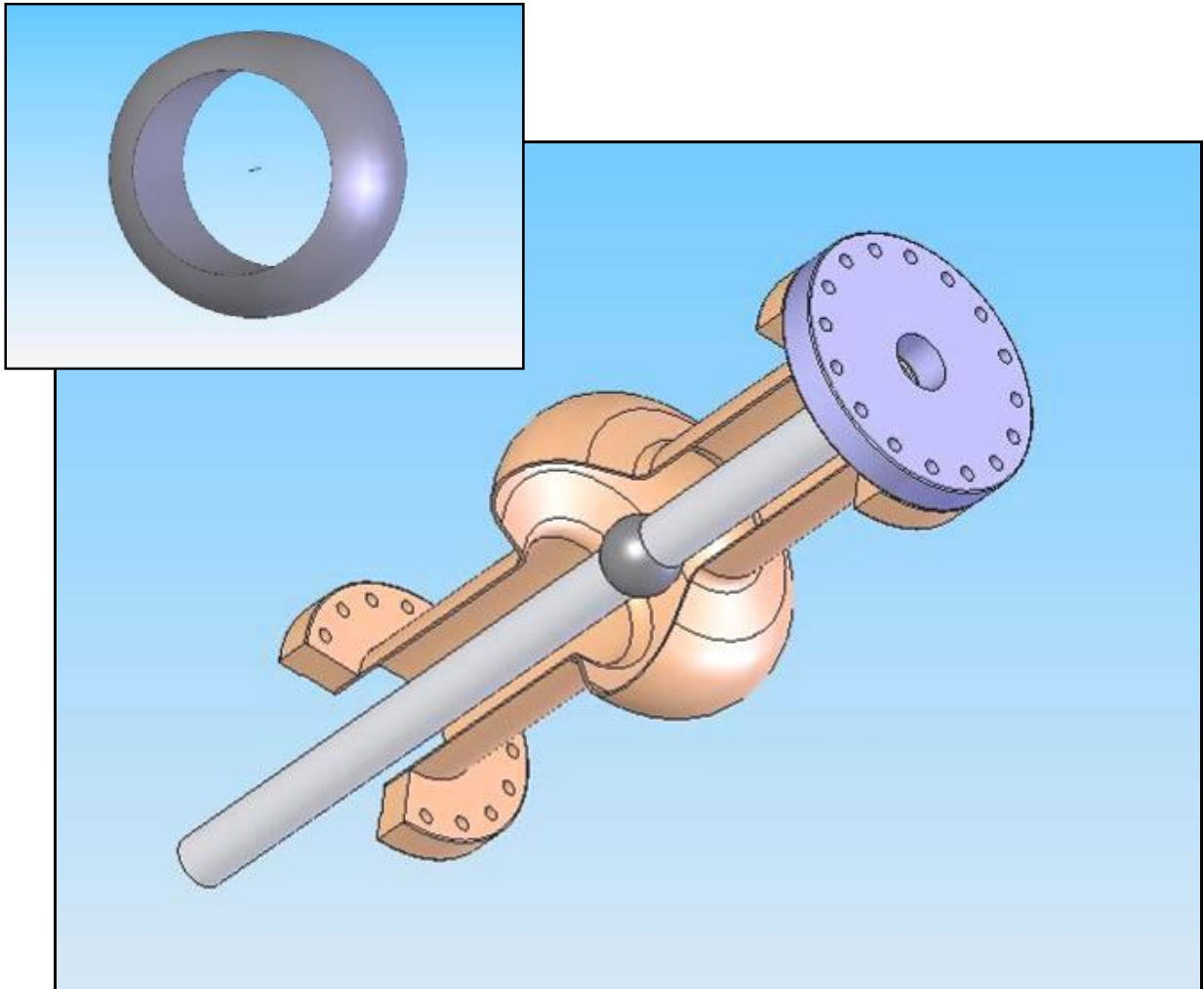


Figura 4-19: Disegno del catodo sagomato.

La progettazione del catodo sagomato, volta ad aumentare il rate di sputtering e a ridurre il problema dell'angolo, è culminata con la costruzione di un anello di niobio da posizionare sull'equatore del catodo. L'anello ha un diametro di 48,5 mm e un'altezza di 27 mm (si veda Figura 4-20) ed è provvisto di due aperture che garantiscono il pompaggio del volume di spazio racchiuso tra l'anello e il tubo di niobio.



Figura 4-20: Foto dell'anello di niobio per il catodo sagomato.

Contemporaneamente si è deciso di ordinare dei magneti cilindrici che producano un campo magnetico più intenso con l'intenzione di costruire catodi sagomati con maggiori diametri equatoriali.

Dato che l'utilizzo di campi magnetici perpendicolare a quelli elettrici in prossimità del catodo ha mostrato di poter garantire un maggiore rate di sputtering (si veda 4.1.2), prima di decidere la forma dei magneti da ordinare, è eseguita una serie di simulazioni tramite il software Pandira[®] per determinare la forma necessaria a garantire un campo magnetico parallelo al target.

In Figura 4-21 sono riportati alcuni risultati delle simulazioni effettuate.

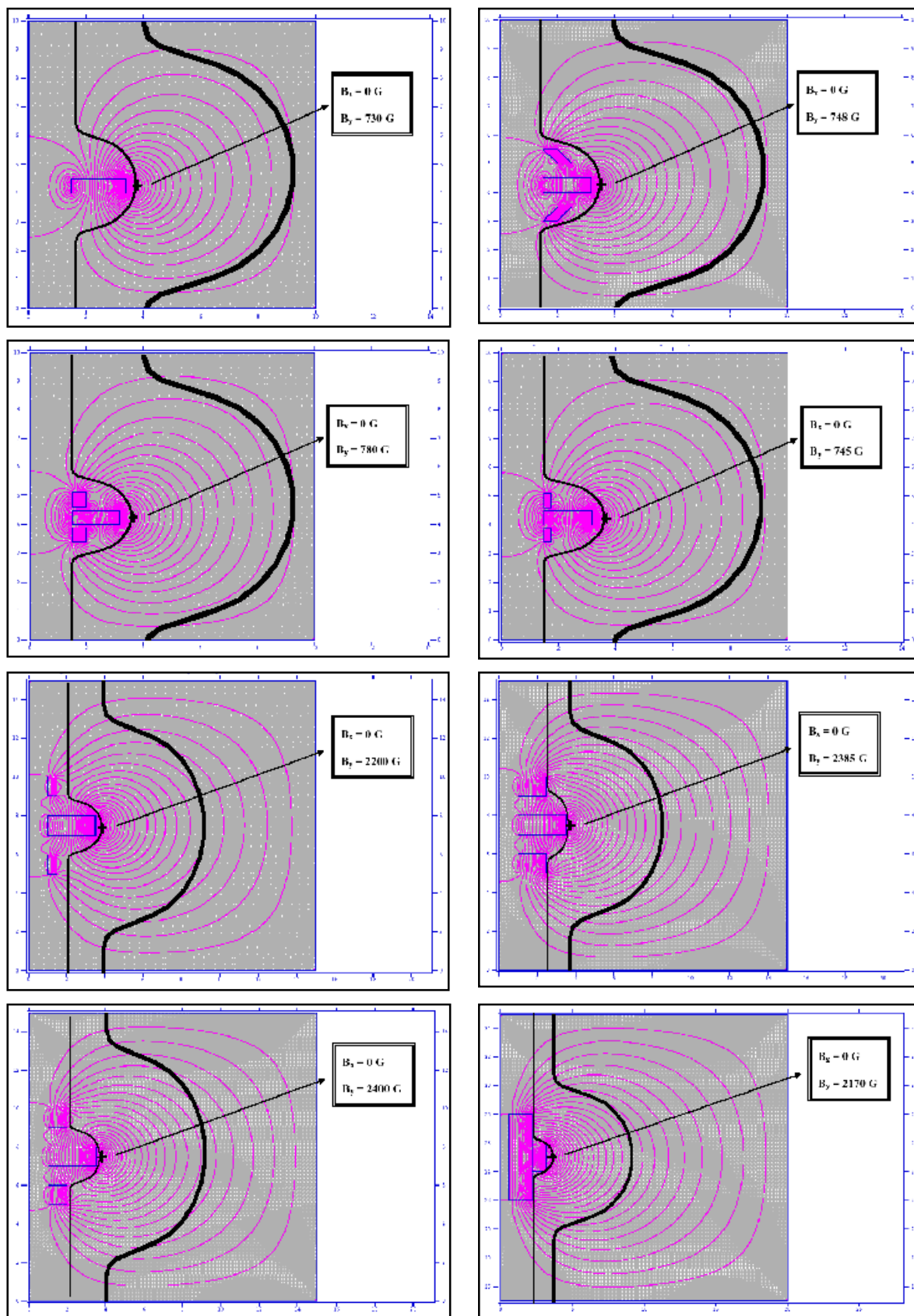


Figura 4-21: Risultati della simulazione dei campi magnetici effettuata con Pandira®.

4.3 Bombardamento ionico

4.3.1 Effetto del BIAS sulle proprietà del film

Accrescere la differenza di potenziale tra il plasma e il substrato applicando la tecnica DC bias sputtering (si veda 2.2.6) da un lato di aumenta la mobilità superficiale degli atomi che arrivano sulla superficie, dall'altro di favorisce il resputtering delle specie fisisorbite.

La frazione f_i di impurezze della specie i intrappolata nel film descritta dall'Eq. 4-1 in questo caso diventa:

$$f_i = \frac{(N_i a_i - b)}{(N_i a_i - b) + R} \quad \text{Eq. 4-2}$$

dove compare β che è una funzione della corrente di bias dovuta agli ioni delle impurezze²⁶.

All'aumentare del valore di β aumenta la purezza del film perché il bombardamento ionico favorisce il rilascio degli atomi che urtano il substrato con bassa energia (ad esempio gli atomi dei gas residui in camera) e che sono dunque debolmente legati.

Il lavoro di Poitevin ha dimostrato che l'applicazione di tensioni di bias maggiori di 80 V in sistemi di deposizione DC fa migliorare sensibilmente le proprietà dei film di TiN¹⁹ :

- maggiore densità;
- superficie più liscia;
- minore quantità di ossigeno incluso nel film;
- minore resistività.

Una grande influenza della tensione di bias sulle caratteristiche dei film è documentata da Kay anche per i film di niobio³⁰. Il debole bombardamento ionico promosso tramite l'utilizzo di questa tecnica permette la riduzione dei difetti²⁰ e della concentrazione di gas nobile nel film. Emerge con chiarezza dai vari esperimenti che l'applicazione di un bias migliora le qualità fino a potenziali di 100-200 V mentre per potenziali superiori si ha un progressivo degradamento delle proprietà³¹. Gli effetti positivi derivanti dall'applicazione di un potenziale di bias sono già stati sfruttati nei laboratori dell'INFN di Legnaro per lo sputtering del niobio su più di 40 cavità risonanti QWR^{II} di rame.

^{II} Quarter Wave Resonator

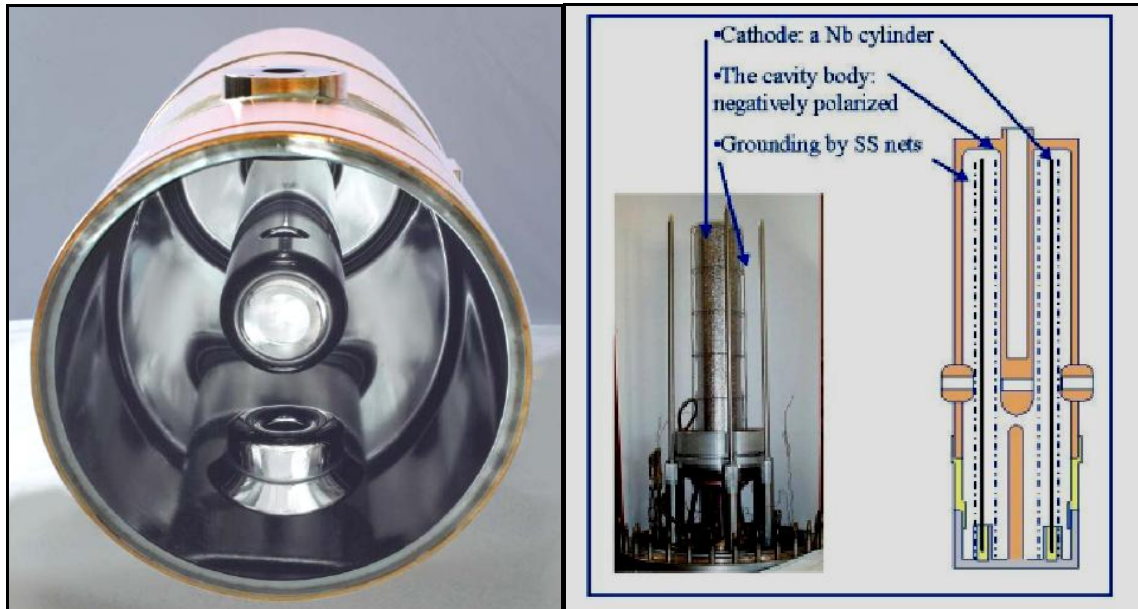


Figura 4-22: Fotografia di una cavità QWR di rame sputterata internamente di niobio (a sinistra); foto e schema del sistema di deposizione con griglia posta a potenziale di bias (a destra) ³².

4.3.2 Progettazione di una griglia di bias per le cavità

Anche nel caso in cui l'efficienza di ionizzazione venga aumentata per mezzo di un campo magnetico, è possibile far crescere la differenza di potenziale tra plasma e cavità (mantenuta a massa) immergendo nella glow discharge un elettrodo posto a potenziale positivo per mezzo di un altro alimentatore che funga da nuovo catodo.

Questo elettrodo positivo dovrà essere posto ad una piccola distanza dalla superficie del catodo e dovrà avere una forma tale da non intercettare gli atomi che vengono sputterati o quantomeno da creare zone d'ombra più piccole possibili.

La soluzione adottata consiste in una griglia, che deve essere costituita da un materiale conduttore e resistente al riscaldamento provocato dal bombardamento elettronico cui sarà soggetto. Ci si può aspettare che la griglia raggiunga alte temperature in corrispondenza del campo magnetico a causa dell'alta temperatura delle particelle del plasma in queste zone; materiali adatti allo scopo sono il titanio, l'acciaio o il niobio. Il progetto iniziale prevede l'utilizzo di una rete di acciaio costituita da fili di 2mm di diametro con maglie quadrate da 50 mm lungo i cut-off e da 25 mm in prossimità dell'equatore (per garantire una maggiore uniformità di campo in corrispondenza della cella). Per ottenere una forma cilindrica la rete è prima calandrata e poi saldata al TIG ponendo attenzione affinché le saldature non diventino causa di schermatura del substrato (si veda Figura 4-24).

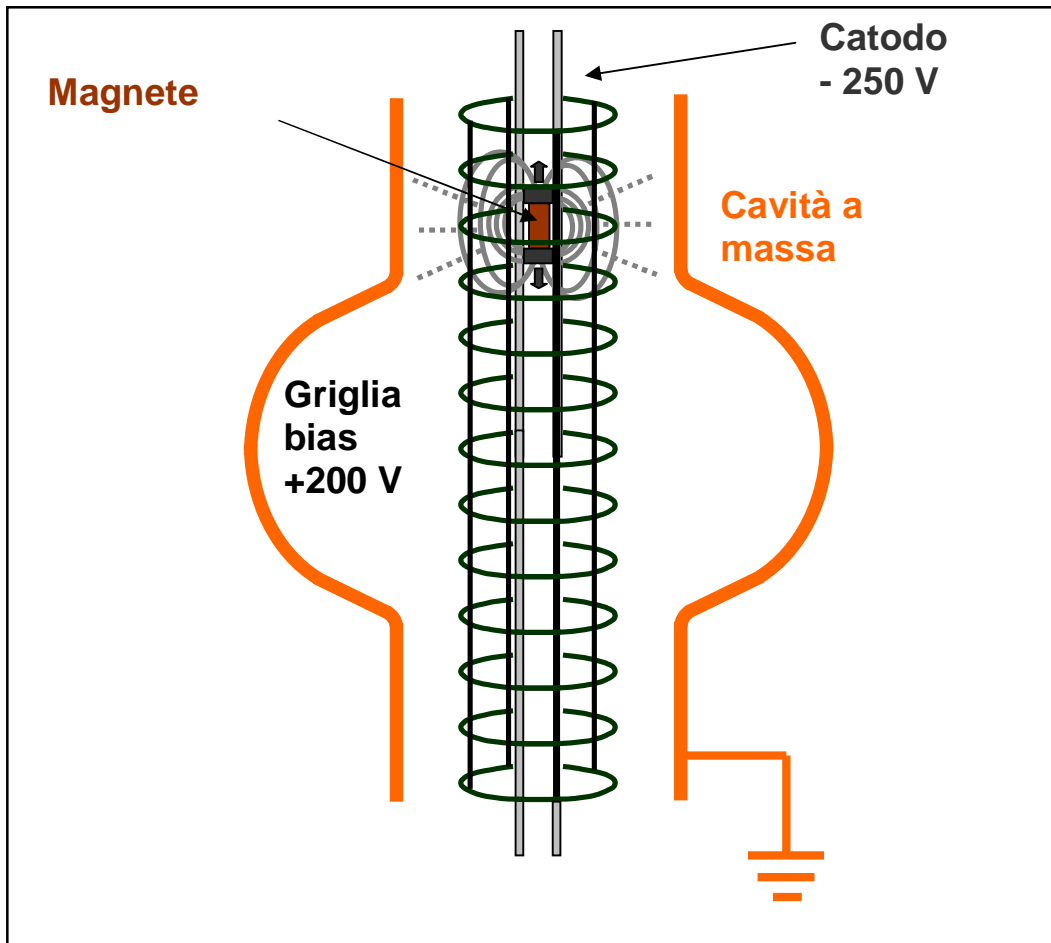


Figura 4-23: Schema della griglia di bias.

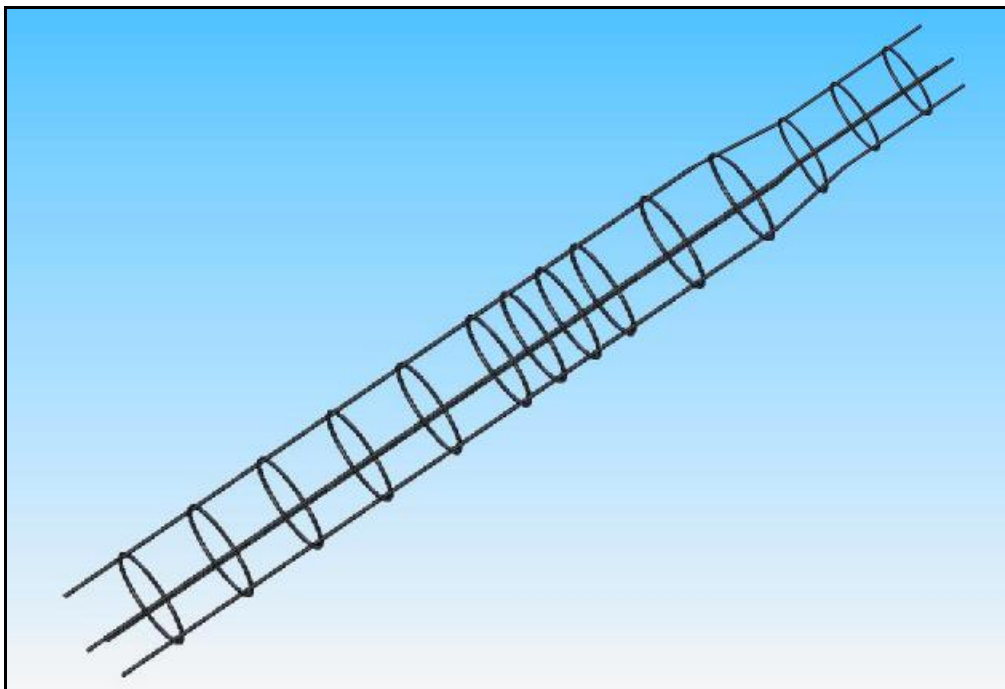


Figura 4-24: Progetto della griglia bias.

Un problema tecnologico da risolvere è quello di vincolare la griglia al catodo garantendo che essa rimanga ad una distanza costante lungo tutta la superficie del target e assicurandosi che vi sia un buon isolamento elettrico tra i due elettrodi e rispetto alla cavità. La soluzione adottata è quella di costruire dei dischi in acciaio che possano ancorarsi per mezzo di tre isolatori ai dischi di niobio solidali al catodo e che fungono da schermo elettrostatico (si veda particolare in Figura 4-25).

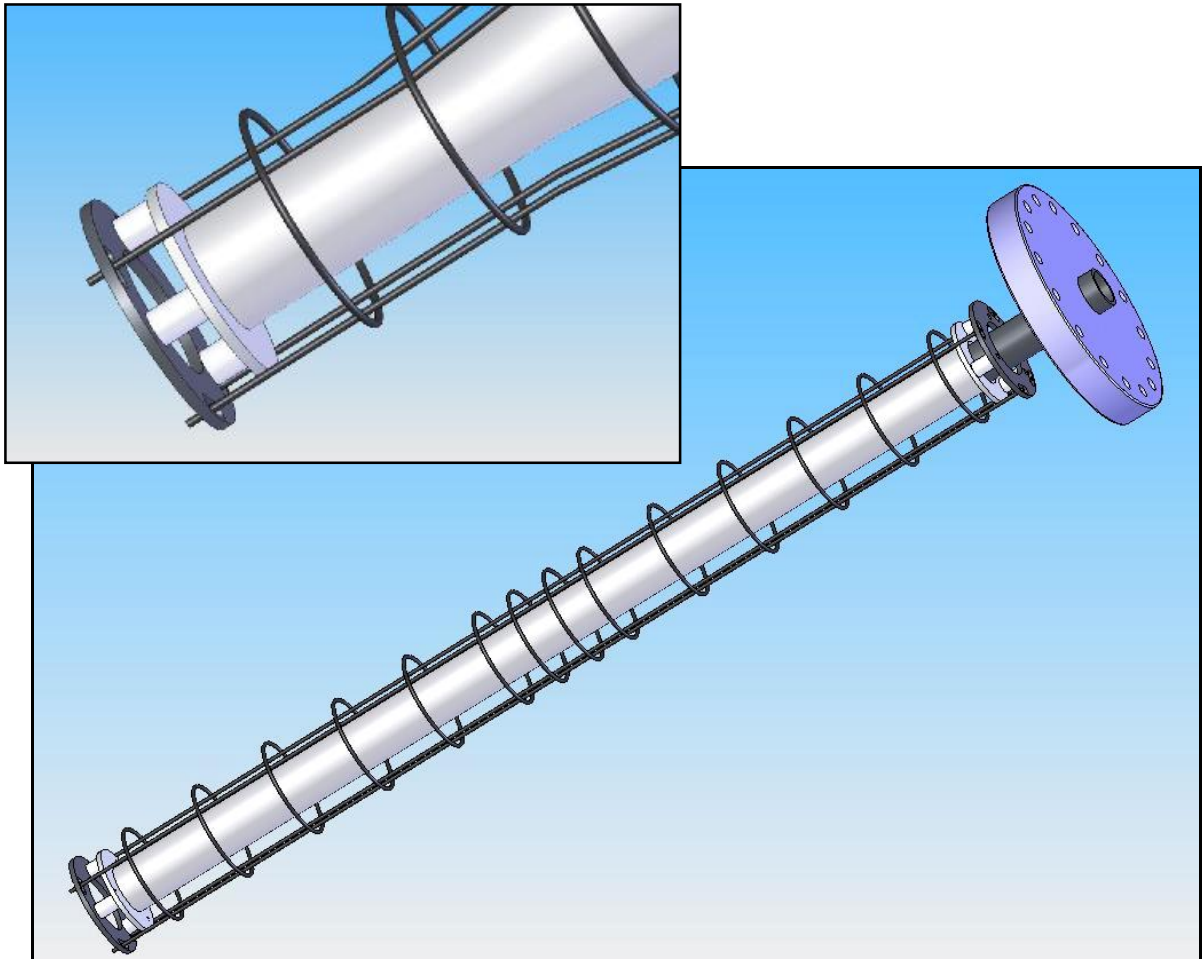


Figura 4-25: Progetto del sistema di ancoraggio della griglia al catodo e particolare degli isolatori ceramici.

Le variabili da tenere sotto controllo in questa configurazione sono non solo la corrente e la tensione applicata al catodo, ma anche la tensione applicata alla rete e la relativa corrente (chiamate rispettivamente tensione di bias e corrente di bias.). I circuiti elettrici che realizzano la distribuzione di potenziali desiderata sono due; essi sono concettualmente identici sebbene le correnti erogate dagli alimentatori siano molto diverse.

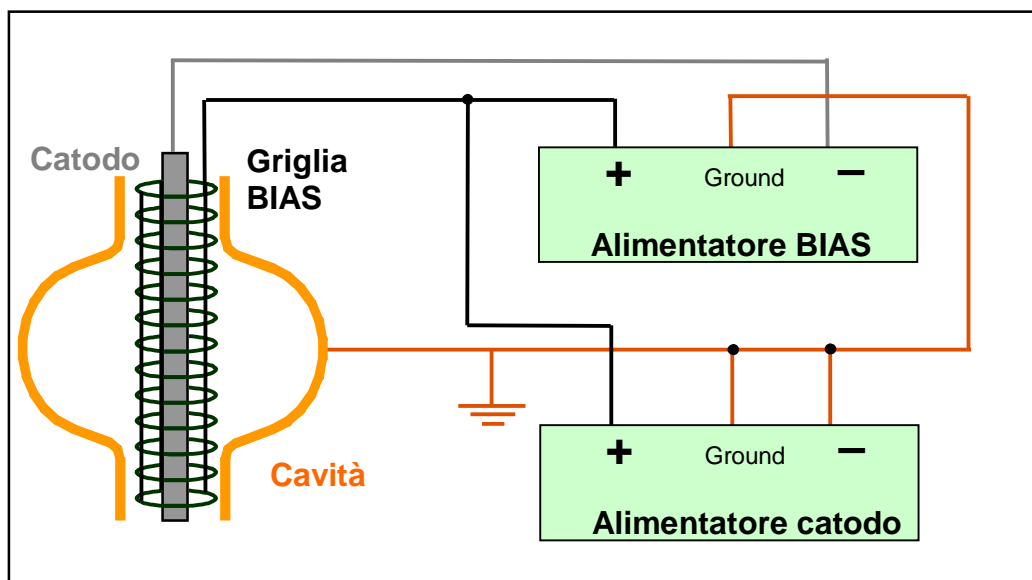


Figura 4-26: Schema del "circuito A" per la connessione del bias.

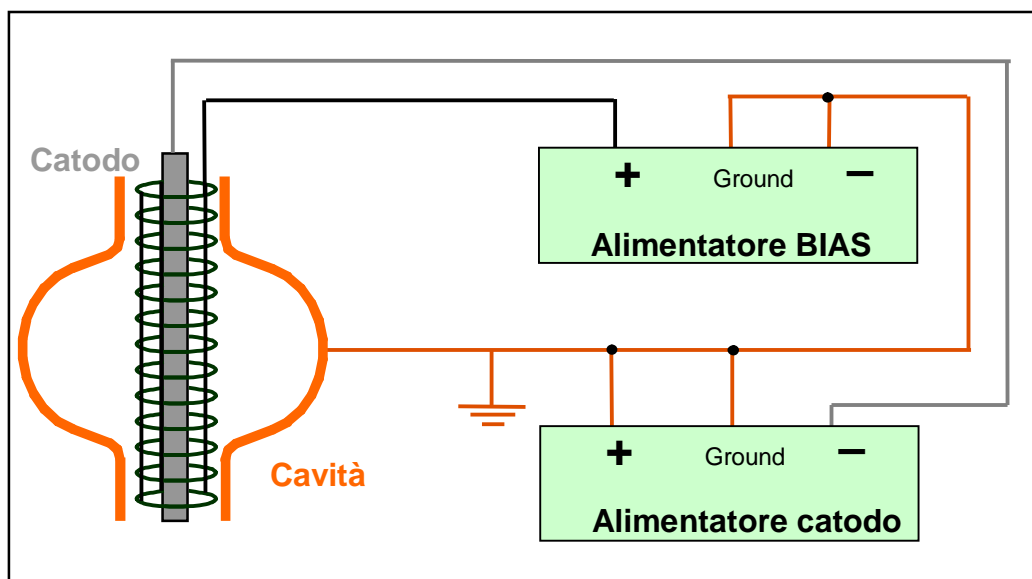


Figura 4-27: Schema del "circuito B" per la connessione del bias.

Dato che ciò che interessa durante le deposizioni è la differenza di potenziale tra anodo e catodo, per confrontare il diverso comportamento degli alimentatori nei due circuiti, si è deciso di eseguire il seguente test. Si sono decisi i potenziali dei tre elettrodi e poi connettendo gli alimentatori nei due diversi modi, si sono letti i parametri degli alimentatori necessari per garantire la distribuzione di potenziale desiderata. A titolo esplicativo in Tabella 4-2 sono riportate le correnti e le tensioni lette dai due alimentatori connessi col circuito A o B. Questa procedura ci ha permesso di ottimizzare i parametri durante le deposizioni.

Circuito	Alimentatore catodo			Alimentatore BIAS			Differenza di potenziale	
	Corrente (A)	Tensione (V)	Potenza (W)	Corrente	Tensione	Potenza	Tra catodo e griglia	Tra griglia e cavità
A	0.84	400	336	0.10	100	10	100	400
B	1.63	300	489	1.38	100	138		
A	1.92	450	864	0.30	100	30	100	450
B	3.15	350	1102	2.72	100	272		

Tabella 4-2: Tabella riassuntiva dei valori letti dagli alimentatori variando il circuito utilizzato a parità di parametri.

4.4 Efficienza di ionizzazione del magnetron

4.4.1 Grado di ionizzazione nel plasma

Normalmente le deposizioni magnetron sputtering avvengono a pressioni nell'ordine di 10^{-3} mbar e a potenze di circa 1-20 W/cm². In queste condizioni la deposizione è un processo collisionale e la velocità di deposizione è limitata dalla densità di potenza applicabile al catodo.

L'abbassamento della pressione di esercizio in camera e l'aumento della potenza applicata al catodo cambia profondamente le proprietà del film deposto e rende possibile ottenere proprietà fisiche nuove o quantomeno di valore diverso. Per accendere la scarica in queste condizioni sono necessari alimentatori RF in grado di aumentare il grado di ionizzazione del plasma (si veda 2.3.3).

Film prodotti con tecniche di ionizzazione addizionale (Figura 4-28) presentano, rispetto a quelli tradizionali:

- una migliore aderenza al substrato;
- maggiore purezza composizionale a causa della più bassa pressione di deposizione;
- migliori proprietà morfologiche³³.

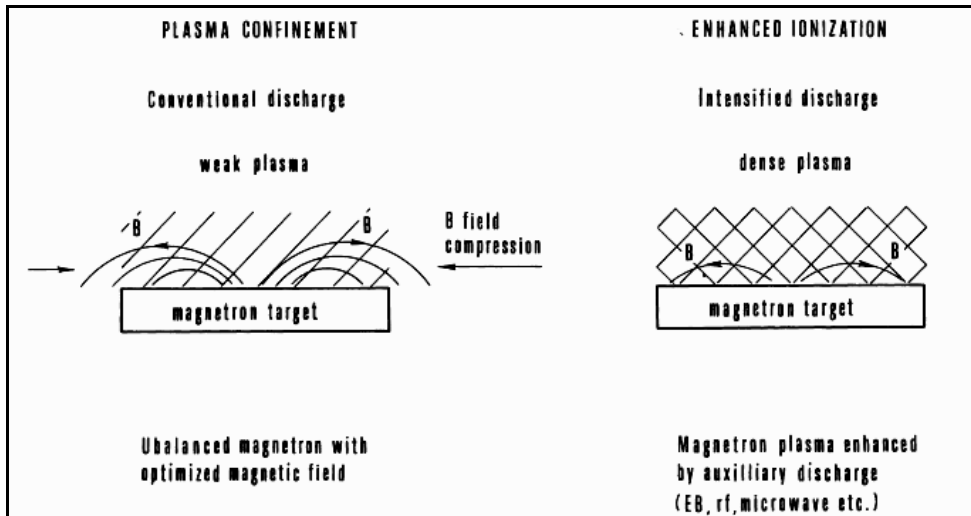


Figura 4-28: Principi di base della generazione di plasmi più densi³³.

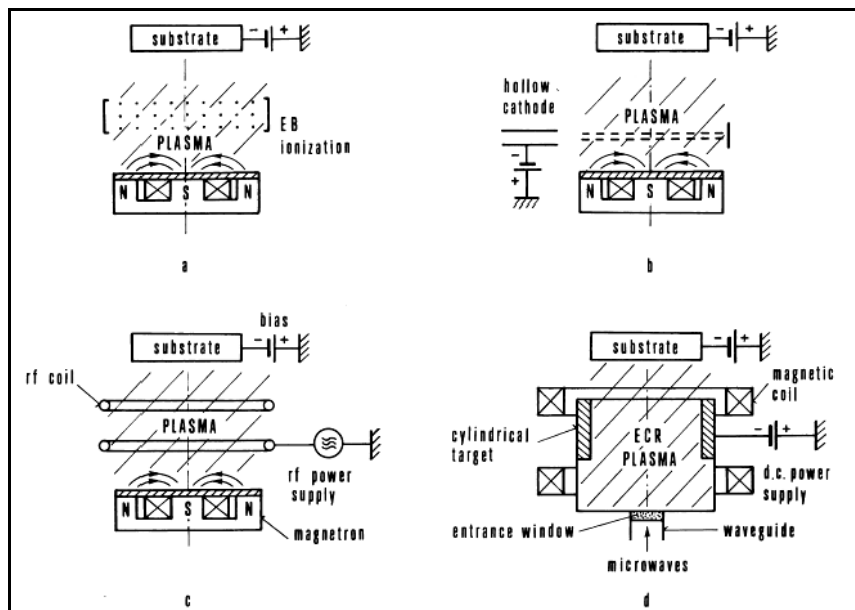


Figura 4-29: Illustrazione schematica di sistemi di sputtering con ionizzazione di plasma addizionale³³.

4.4.2 Deposizioni a corrente pulsata

L'utilizzo di alimentatori in radiofrequenza aumenta il grado di ionizzazione del plasma e se la loro frequenza di lavoro è superiore a 100 KHz permettono di ottenere una scarica e un bombardamento continuo del catodo.

Il pulsatore MDX Sparc-le[®] V utilizzato in questo lavoro di tesi è un dispositivo che collegato ad un alimentatore genera segnali di forma quadra caratterizzati da frequenze di 1-100 KHz³⁴. Durante ogni periodo la tensione viene invertita ad un valore tra 10 e 20% della tensione principale per un tempo variabile tra 1 e 10 μ s (si veda Figura 4-30).

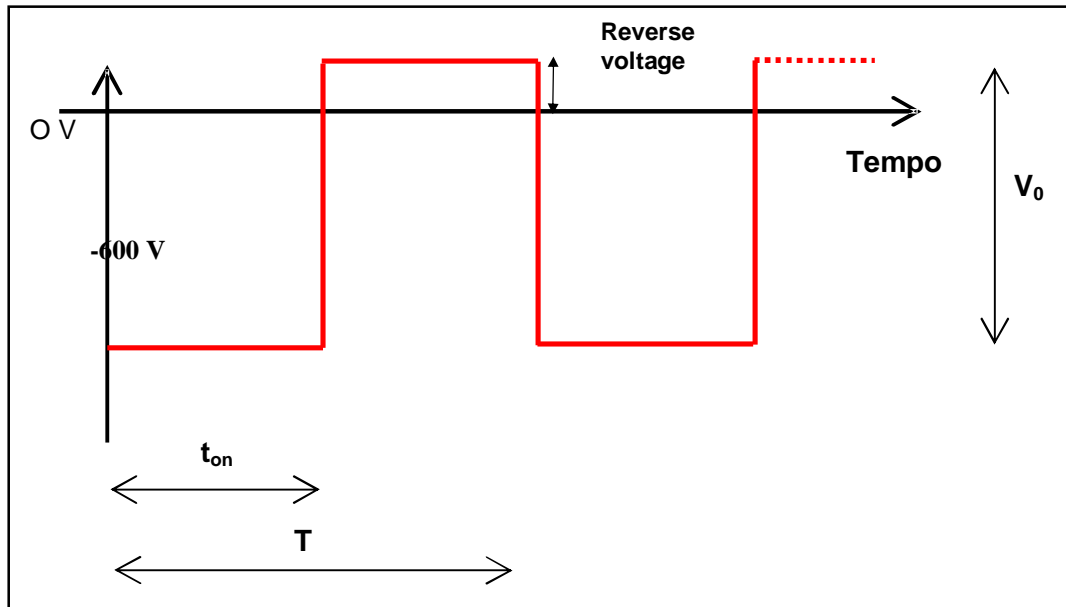


Figura 4-30: La tensione negativa prodotta dall'alimentatore assume una forma ad onda quadra dopo essere passata attraverso il pulsatore.

Un dispositivo di questo tipo presenta caratteristiche simili a quelle di un alimentatore RF: aumenta la densità del plasma e impedisce la formazione di archi durante la deposizione, particolarmente dannosi per le qualità del film di niobio. L'MDX Sparc-le[®] V favorisce il bombardamento ionico del substrato durante i periodi di inversione della tensione e quindi presenta dei vantaggi aggiuntivi.

La tensione di uscita dell'impulsore è stata calcolata attraverso la formula³⁴:

$$V_{ops} = V_o \frac{T - t_{on}}{(1 + a)T} \quad \text{Eq. 4-3}$$

dove V_o è la tensione di uscita dal pulsore, V_{ops} è la tensione erogata dall'alimentatore (e quindi all'ingresso dello Sparc-le[®] V), a è la percentuale di tensione inversa (*reverse voltage*), T il periodo in ms, t_{on} il tempo in ms durante il quale viene erogata una tensione dello stesso segno di quella in ingresso.

La frequenza è stata scelta in modo che l'impulsore potesse generare in uscita un segnale il cui periodo sia il doppio del tempo di accensione t_{on} :

- $Freq = 50 \text{ KHz}$ $T = 0.02 \text{ ms}$
- $t_{on} = 0.01 \text{ ms}$
- $reverse \ voltage = 10\%$

Nelle condizioni in cui ci si è posti si ottiene una tensione di picco all'uscita pari a 2.2 volte la tensione DC in ingresso: 200 V in ingresso escono con una tensione di picco di 440 V.

Per rendere confrontabili le deposizioni fatte in DC con quelle fatte usando lo Sparc-le[®] V si è deciso di mantenere una potenza costante e di pilotare l'alimentatore in potenza. Mentre nel caso DC il 100% della potenza erogata dall'alimentatore finisce nel plasma (trascorrendo gli effetti dell'impedenza), nel caso del pulsatore sappiamo a priori che il 10% della potenza non va a sostenere la scarica perché viene utilizzata per invertire la polarizzazione della scarica a causa del reverse voltage. Per questo motivo si è deciso di utilizzare una potenza maggiorata del 10%; si noti che in questo calcolo non si tiene conto della potenza che viene dissipata per effetto dell'impedenza del carico applicato al pulsatore.

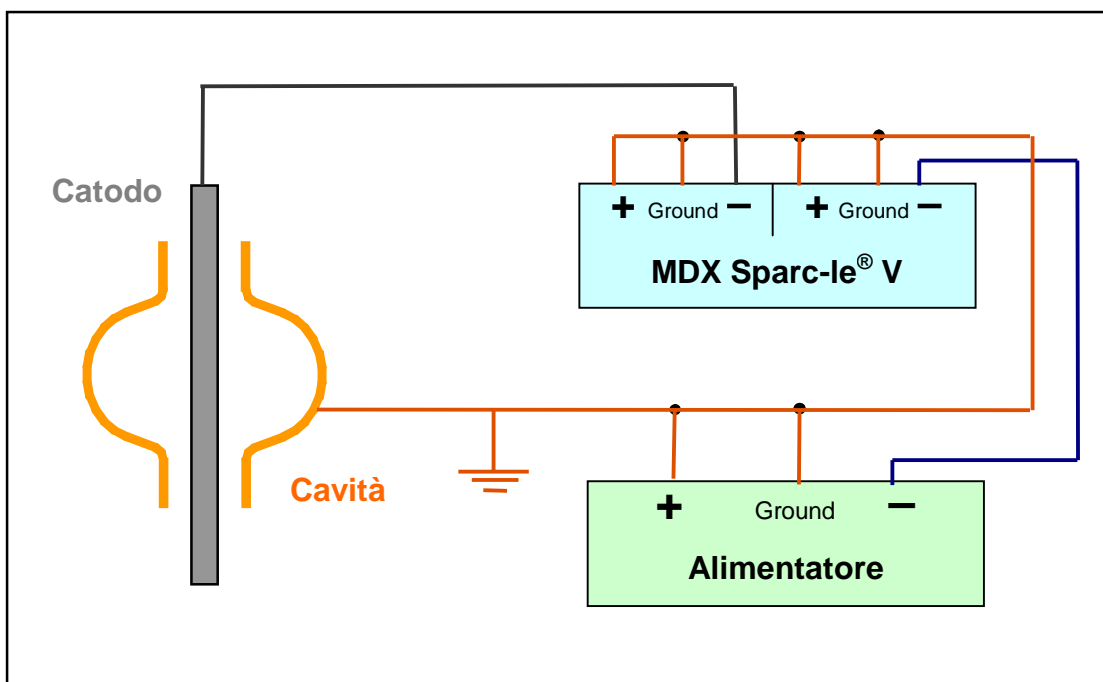


Figura 4-31: Schema dei collegamenti elettrici tra alimentatore, impulsatore, catodo e cavità utilizzati per le deposizioni.



Figura 4-32: Foto del pulsatore usato per le deposizioni

4.5 Configurazione magnetron sputtering con catodo sagomato

4.5.1 Deposizioni effettuate e parametri utilizzati

Per testare la prima configurazione costruita, ovvero il catodo sagomato, sono state effettuate tre deposizioni su campioni di quarz: il primo run utilizzando solo il magnete interno, gli altri due utilizzando anche il campo prodotto da due bobine collocate attorno alla cavità e coassiale con essa.

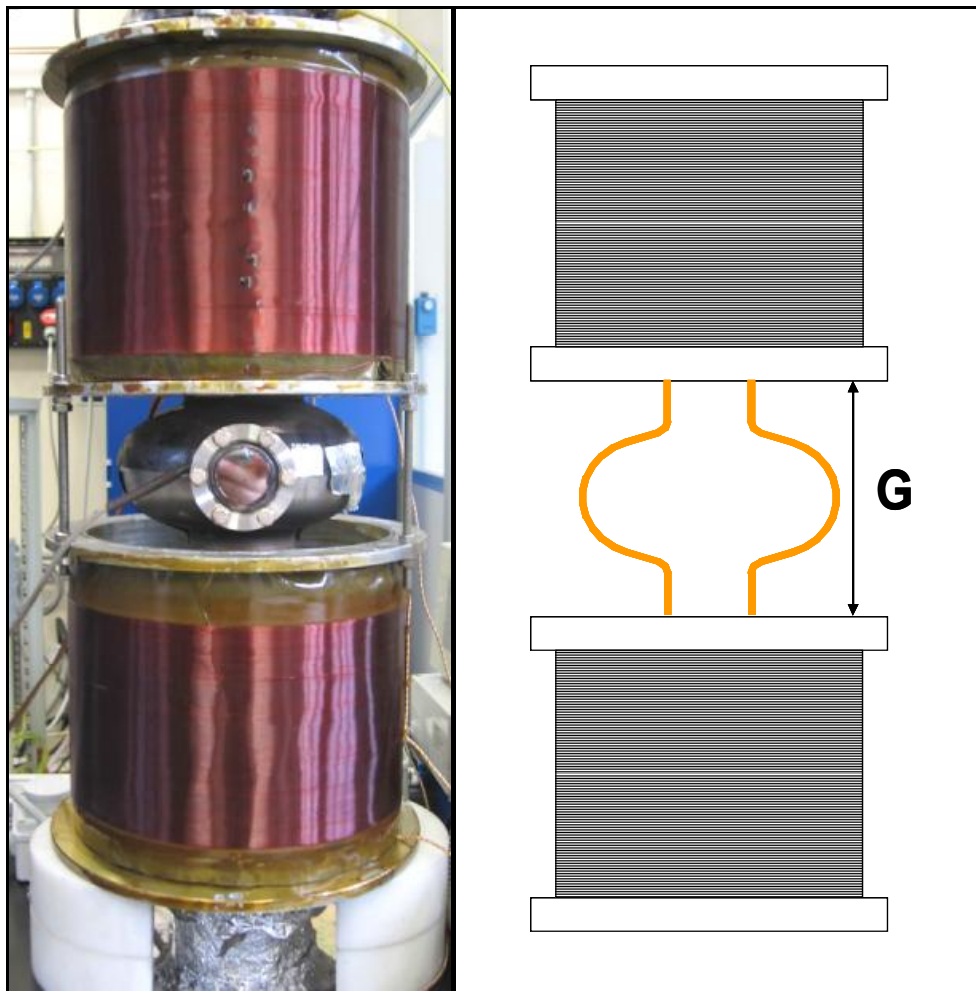


Figura 4-33: Foto e schema delle bobine utilizzate per aumentare l'intensità del campo magnetico.

Nelle deposizioni effettuate solo col magnete (**RUN 1**), il plasma è molto localizzato ma sembra arrivare a malapena ad erodere la superficie esterna dell'anello di niobio a causa della bassa intensità del campo magnetico (si veda Figura 4-34). Per questo motivo si è deciso di provare l'utilizzo combinato del magnete e delle bobine esterne, poste ad una distanza $G = 115$ mm e percorse da 3 A di corrente (**RUN 2**). Dal momento che

l'utilizzo delle bobine favorisce la formazione del plasma su tutta la lunghezza del catodo (configurazione post-magnetron), sono state successivamente aggiunte alle estremità del tubo due wing di niobio che fungono da specchio elettrostatico e aumentano il confinamento degli elettroni (**RUN 3**, si veda Tabella 4-3).

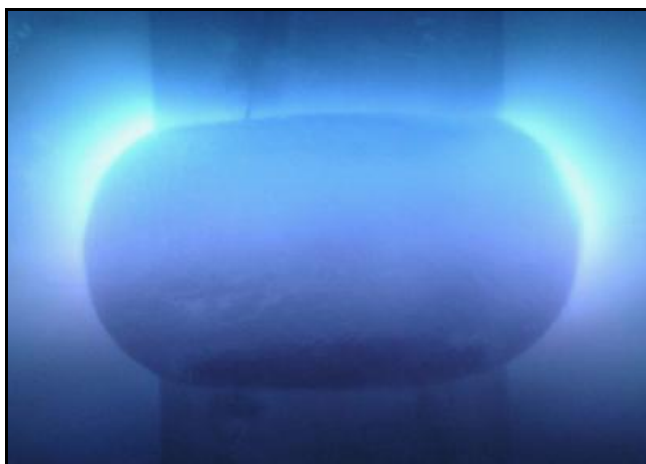


Figura 4-34: Foto del plasma in posizione equatoriale del catodo sagomato utilizzando solo il magnete.

Fin dalla prima deposizione è emerso il problema dell'eccessivo riscaldamento dell'anello di niobio a causa dell'insufficiente contatto termico col tubo raffreddato e della bassa conducibilità termica del niobio di $53,7 \text{ W}/(\text{m}\cdot\text{K})$. La temperatura di 1500°C raggiunta dall'anello (emette luce di colore bianco) impedisce di continuare lo sputtering perché ad un certo punto la glow discharge si spegne, probabilmente a causa dell'emissione termoionica di elettroni dal catodo.

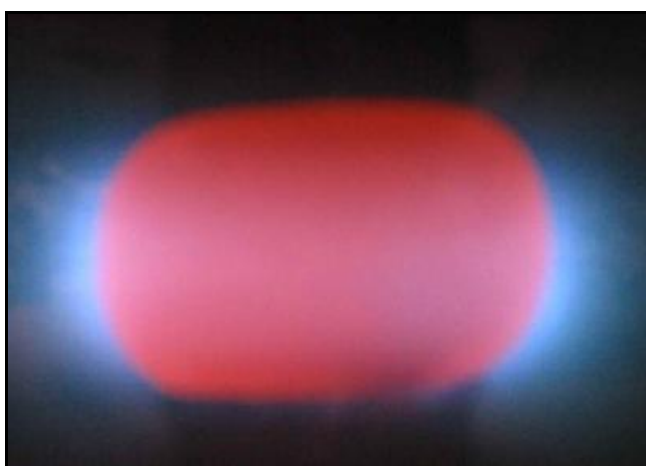


Figura 4-35: Foto della zona equatoriale del catodo sagomato dopo 5 min di deposizione a 3 A.

RUN	Tempi di deposizione	p di Argon	Corrente catodo	Corrente bobine
1 (solo magnete)	deposizione di prova lungo cut-off e cella	$1 \cdot 10^{-2}$ mbar	1 A	\
2 (magnete + bobine)	11 min di deposizione solo nella cella	$1.5 \cdot 10^{-3}$ mbar	3 A	2 A
3 (magnete + bobine + wing)	13 min di deposizione solo nella cella	$1.5 \cdot 10^{-3}$ mbar	5 A	3 A

Tabella 4-3: Riepilogo parametri utilizzati per le deposizioni con il catodo sagomato.

4.5.2 Curve corrente-tensione

Per stimare l'efficienza di ionizzazione e lo sputtering rate del catodo sagomato sono state raccolte delle curve tensione-corrente con differenti configurazioni di campo magnetico. Dopo aver posizionato il magnete, si applica manualmente all'alimentatore una rampa in corrente e parallelamente si acquisisce il valore in tensione.

I dati sono stati analizzati con il programma Microcal Origin[®] 7.0 Pro: su di essi è stato eseguito un fit esponenziale (

Figura 4-37) secondo il modello di Thornton visto nel paragrafo 2.4.3; i valori dell'esponente per il catodo sagomato sono stati confrontati con quelli ottenuti per il magnetron cilindrico semplice (

Figura 4-36).

Dall'osservazione dei dati sperimentali emerge che l'efficienza di ionizzazione per il catodo sagomato con il solo magnetino è molto simile all'efficienza del magnetron cilindrico semplice. Efficienze maggiori si ottengono invece con la configurazione post-magnetron e con l'utilizzo simultaneo di bobine e magnete.

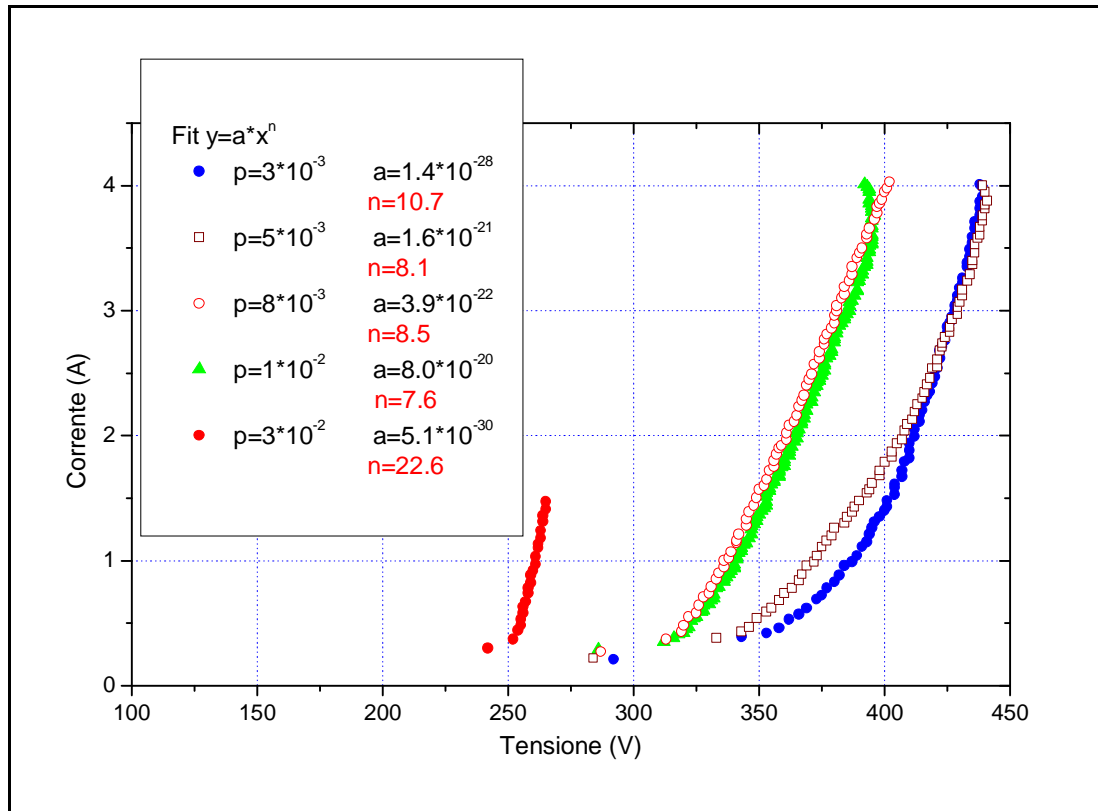


Figura 4-36: Caratteristiche tensione corrente del magnetron cilindrico semplice a diverse pressioni (magnete in posizione equatoriale). L'acquisizione della curva a pressione $3 \cdot 10^{-2}$ mbar si è interrotta a basse tensioni e a magnetron ancora "freddo".

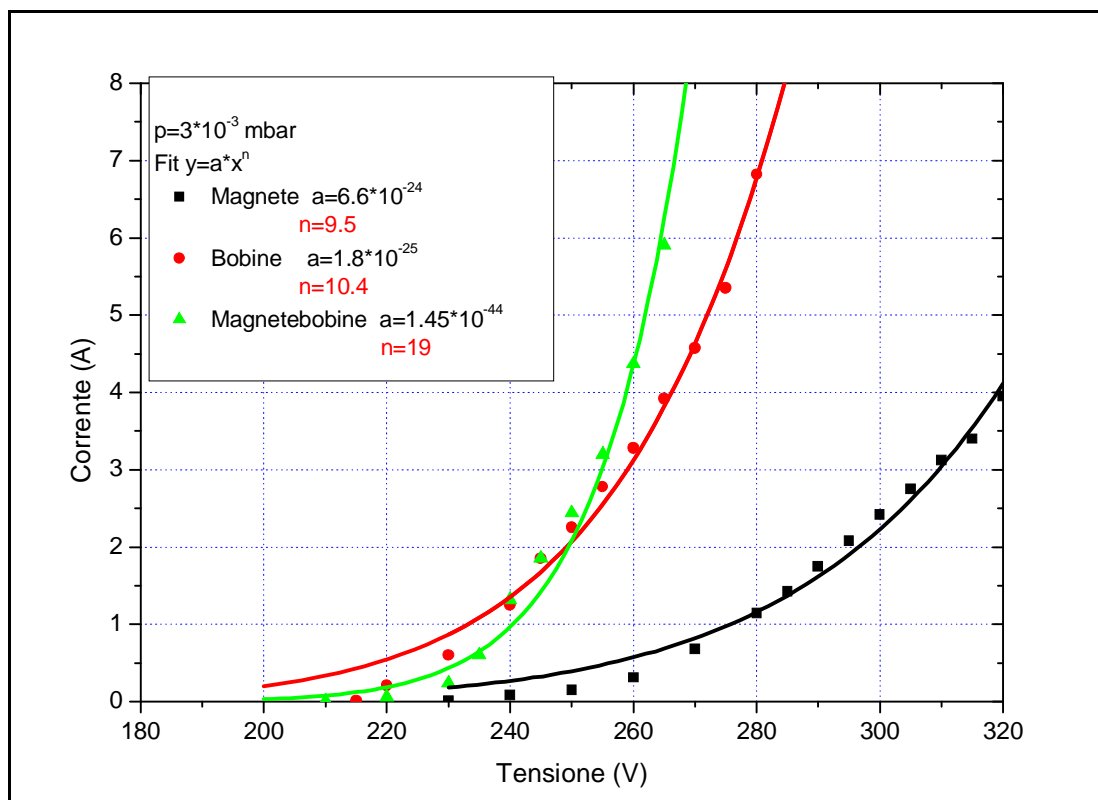


Figura 4-37: Caratteristiche tensione-corrente del catodo sagomato con differenti confinamenti magnetici (magnete in posizione equatoriale).

4.6 Configurazione biased magnetron sputtering

4.6.1 Evoluzione del sistema e parametri adottati

La seconda configurazione costruita e testata è quella che utilizza una griglia di bias per favorire il bombardamento ionico del substrato e per condizionare le proprietà del film deposto. Il progetto iniziale prevede la costruzione della griglia tramite una rete di acciaio a maglie di 5 cm (si veda 4.3.2).

La griglia è stata montata attorno al catodo tramite degli anelli di acciaio vincolati alle wing di niobio per mezzo di tre isolatori ceramici e poi è stata connessa, tramite un passante elettrico da vuoto, ad un alimentatore controllato in tensione. All'apertura della camera, dopo la deposizione, si è riscontrato che in prossimità dell'equatore uno dei fili di acciaio della rete risultava interrotto, all'apparenza fuso (**RUN B1** si veda Tabella 4-4 e Tabella 4-5). A causa della difficoltà incontrata nel collocare in posizione perfettamente coassiale l'anodo e il catodo, il filo che poi è fuso giaceva ad una distanza minore rispetto agli altri fili dalla superficie del catodo e probabilmente era soggetto ad un maggiore bombardamento da parte degli elettroni della glow discharge. Si è inoltre riscontrato che gli isolatori venivano ricoperti da uno strato di niobio tale da creare un cortocircuito tra il catodo e la griglia, quindi il sistema di isolamento è stato cambiato in modo da poter utilizzare isolatori schermati. La fusione in camera di materiali diversi dal niobio è particolarmente dannosa in quanto può contaminare il film in fase di deposizione.

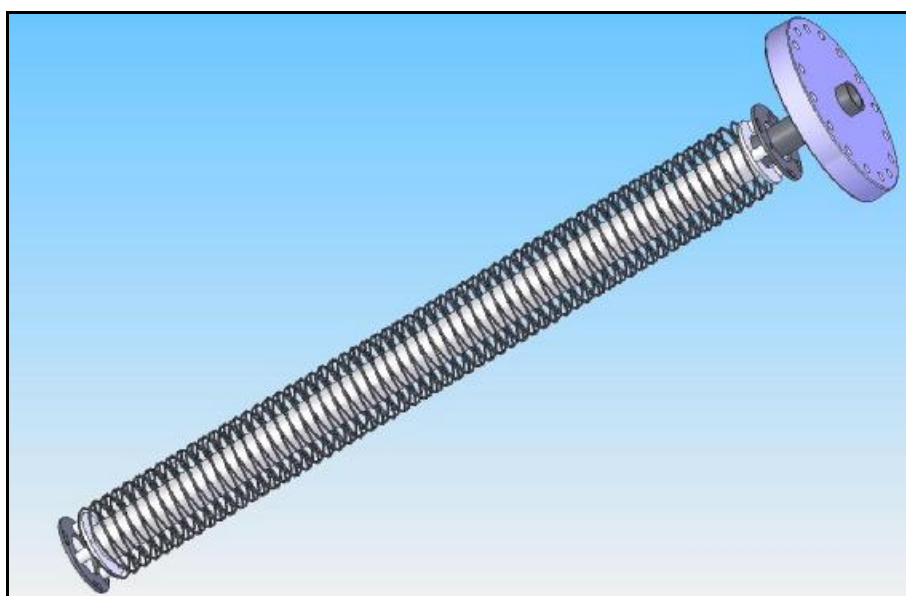


Figura 4-38: Progetto della griglia in titanio del RUN B2.

Per ovviare al problema dell'interruzione della griglia, il **RUN B2** è stato effettuato dopo aver progettato e costruito una griglia di titanio platinato di diametro 75 mm a maglie romboidali larghe 10 mm (Figura 4-38) e dopo aver montato degli isolatori schermati. Il titanio ($T_{\text{melting}} \approx 1670^{\circ} \text{C}$) è caratterizzato da una temperatura di fusione più alta di quella dell'acciaio inox ($T_{\text{melting}} \approx 1420^{\circ} \text{C}$); questa griglia non si è fusa ma il suo inserimento nei cut-off della cavità ($\varnothing 78 \text{ mm}$) è risultato molto difficoltoso.

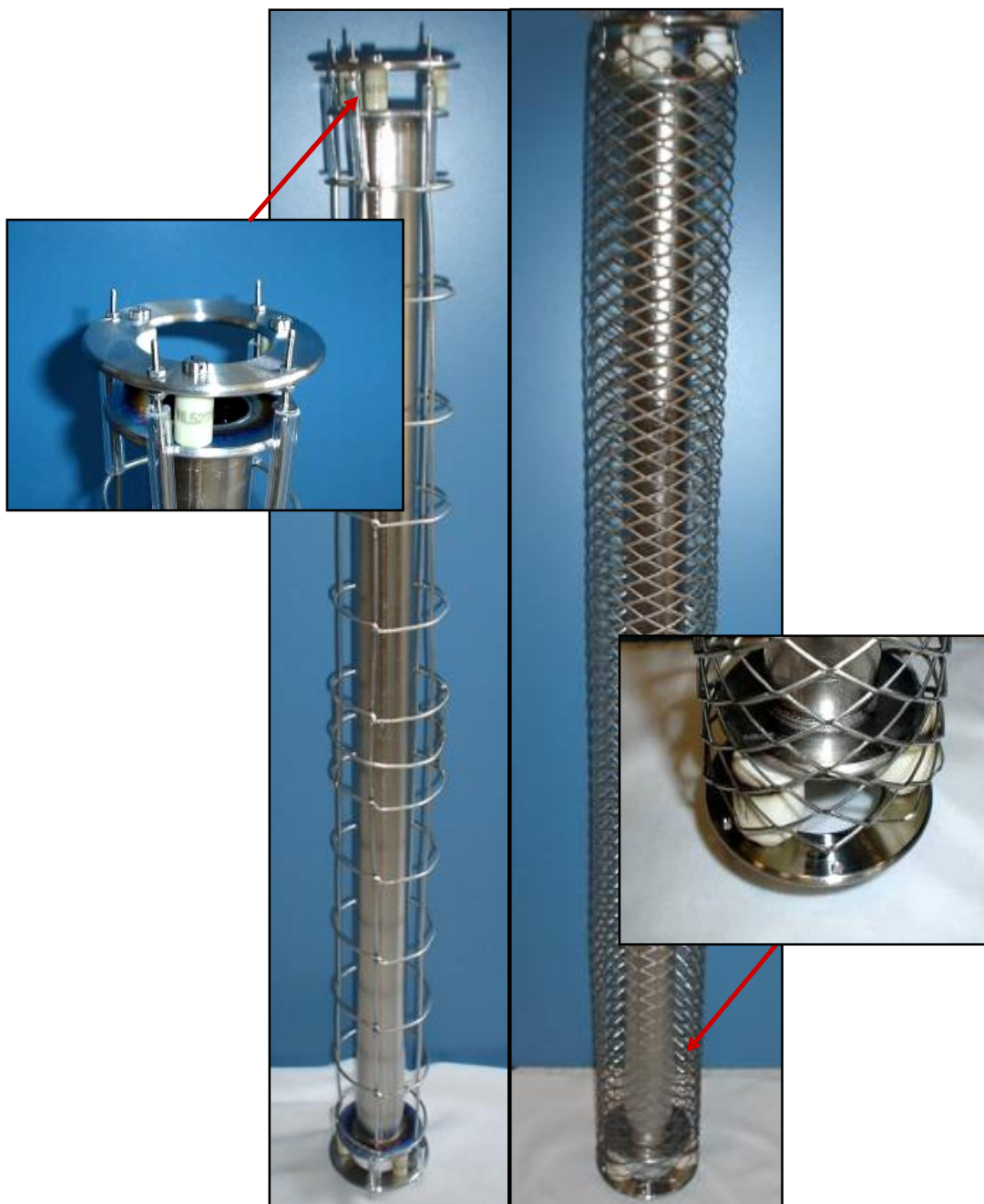


Figura 4-39: Foto delle prime due griglie di bias realizzate: a sx quella in acciaio , a dx quella in titanio di diametro 75 mm; si notino i diversi tipi di isolatori.

Per i successivi **RUN B3** e **B4** si è quindi utilizzata una griglia di titanio di diametro 55 mm, nel primo caso con l'aggiunta delle bobine esterne, nel secondo solo col magnete. Il diametro inferiore rende più agevole l'inserimento, ma la difficoltà di centraggio provoca nuovamente la fusione della rete durante la deposizione nella cella del RUN B4.



Figura 4-40: Foto della glow discharge a livello equatoriale confinata dal magnete interno (foto a sinistra, RUN B3) e dalle bobine esterne (foto a destra RUN B4).

La progettazione di un sistema di sei barre di acciaio di $\varnothing 3$ mm tese tra le due wing per mezzo di dadi cerca di venire a capo dei problemi riscontrati. Il **RUN B5** utilizza questa implementazione ma la deposizione non va a buon fine perchè una delle barre si dilata tanto da toccare il target e creare cortocircuito tra gli alimentatori.

I successivi miglioramenti tecnologici hanno comportato l'aggiunta di molle per tenere le barre tese nonostante la dilatazione termica (**RUN B6**, si veda Figura 4-41). Infine, dopo aver riscontrato un leggero sbilanciamento del campo prodotto dal magnetico, si è costruito anche un sistema per la rotazione dell'asta porta magnete in modo da omogeneizzare l'intensità media del campo sulla superficie del target (**RUN B7**, Figura 4-42).

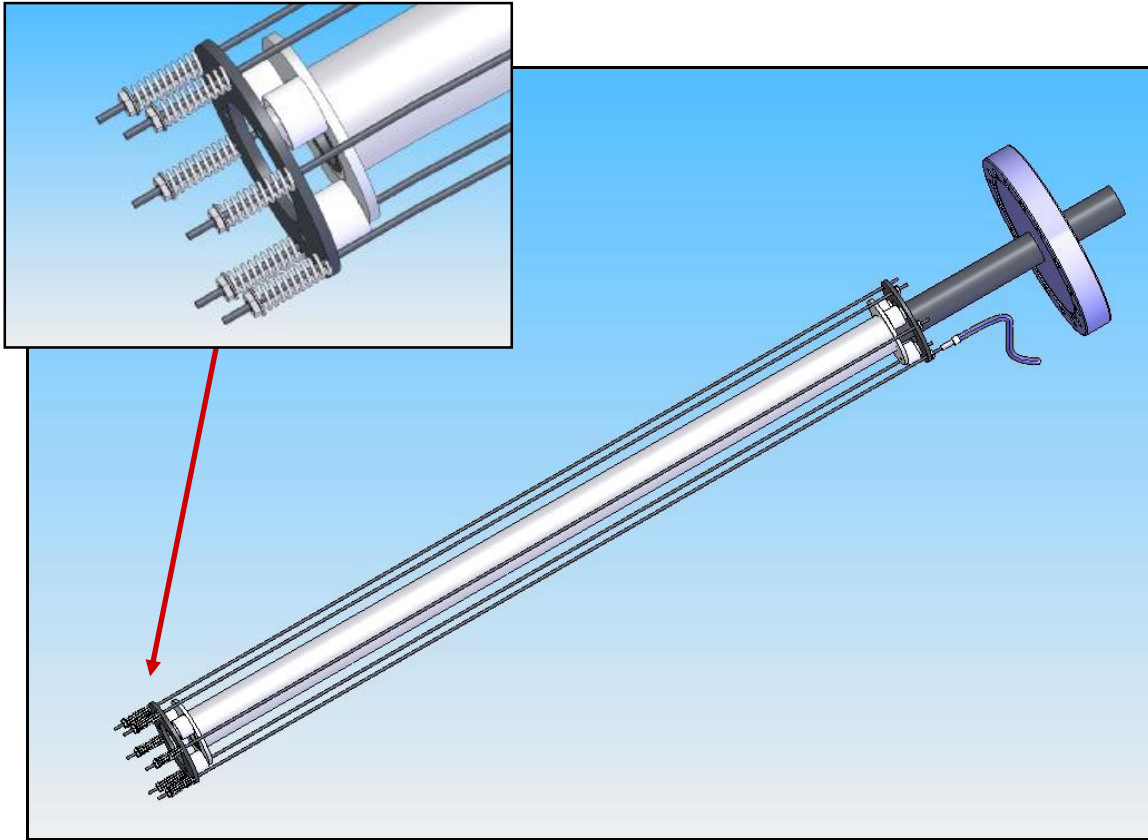


Figura 4-41: Disegno della griglia con sei barre tensionate per mezzo di molle. Si noti in prossimità della flangia il collegamento elettrico della griglia.

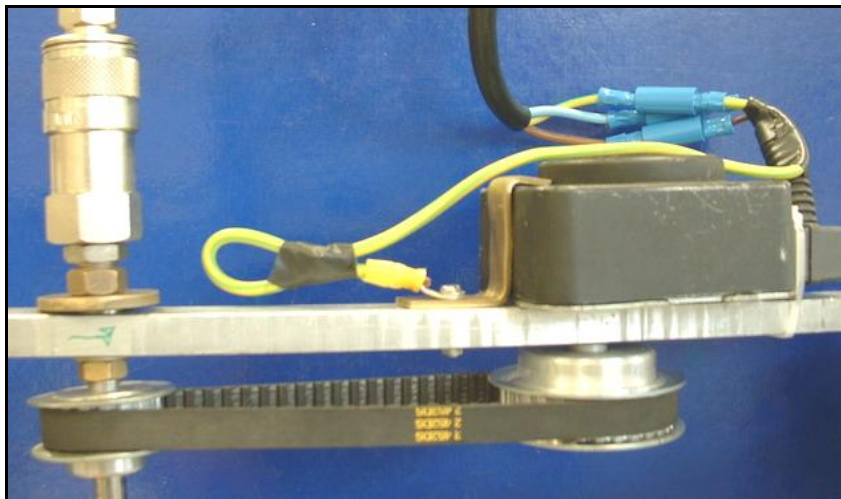


Figura 4-42: Foto del sistema di pulegge e del motore utilizzato per mettere in rotazione l'asta porta magnete. A sinistra si noti la connessione per l'aria compressa di raffreddamento.



Figura 4-43: Foto della glow discharge a livello equatoriale durante il RUN B5.

Col RUN B7 si è conclusa la prima serie di deposizioni su substrati ed è stato realizzato il ricoprimento della prima cavità L2 (**RUN B8**).

Per le deposizioni a partire dal **RUN B9** è stato utilizzato il pulsatore MDX Sparkle[®] V per alimentare il catodo con un segnale ad alta frequenza, senza più variare la forma della griglia di bias. In totale tre deposizioni sono state necessarie per determinare i parametri di deposizione ottimali per effettuare la deposizione sulla seconda cavità di rame L1 (**RUN B12**).

RUN	Tipo di griglia	Ø griglia	Variazioni	Substrato deposto	Note
B 1	Maglia 5cm acciaio	62 mm		Campioni quarzo	La griglia si è fusa
B 2	Maglia 8mm titanio	75 mm	Si cambia materiale della griglia	Campioni quarzo	Inserimento difficile
B 3	Maglia 8mm titanio	55 mm	Si varia il diametro	Campioni quarzo	Deposizione con bobine
B 4	Maglia 8mm titanio	55 mm		Campioni quarzo	La griglia si è fusa
B 5	6 fili acciaio Ø 3mm	58 mm	Si cambia forma griglia	Campioni quarzo	Dilatazione termica
B 6	6 fili acciaio Ø 3mm	64 mm	Montate molle	Campioni quarzo	Campo magnetico non cilindrico
B 7	6 fili acciaio Ø 3mm	64 mm	Aggiunto sistema rotazione magnete	Campioni quarzo	La deposizione va a buon fine
B 8	6 fili acciaio Ø 3mm	64 mm		Cavità rame	La deposizione va a buon fine
B 9	6 fili acciaio Ø 3mm	64 mm	Con pulsatore	Campioni quarzo	
B 10	6 fili acciaio Ø 3mm	64 mm	Cambiato circuito	Campioni quarzo	
B 11	6 fili acciaio Ø 3mm	64 mm	Cambiata V_{bias}	Campioni quarzo	
B 12	6 fili acciaio Ø 3mm	64 mm		Cavità rame	La deposizione va a buon fine

Tabella 4-4: Riepilogo delle griglie costruite e dei test effettuati.

RUN	Tempi di deposizione (min)	p Ar (mbar)	Corrente Catodo (A)	Tensione Bias (V)	Note
B 1	deposizione di prova su cut-off e cella (40')	1.5·10 ⁻³ / 1.0·10 ⁻²	1-5	100-400	Raccolte caratteristiche tensione-corrente
B 2	deposizione di prova solo su cella (10')	1.5·10 ⁻³ / 1.0·10 ⁻²	1-3	100	Definizione dei parametri ottimali
B 3	deposizione di prova solo su cella (10')	3.0·10 ⁻³ / 1.0·10 ⁻²	2-5	100	Si studia l'effetto delle bobine sul plasma
B 4	30' cut-off	1.0·10 ⁻²	1	100	Deposizione interrotta
	15' cella	3.0·10 ⁻³	3	100	
B 5	25' cut-off	1.0·10 ⁻²	1	200	Deposizione interrotta
B 6	30' cut-off	1.0·10 ⁻²	1	200	Deposizione interrotta
	1' cella	3.0·10 ⁻³	3	200	
B 7	50' cut-off	1.0·10 ⁻²	1	200	Deposizione a buon fine
	22' cella	4.0·10 ⁻³	2	200	
B 8	50' cut-off	1.0·10⁻²	1	200	Deposizione su cavità L2
	22' cella	4.0·10⁻³	2	200	
B 9	40' cut-off	1.0·10 ⁻²	1	200	Si studia la configurazione in pulsato
	17' cella	4.0·10 ⁻³	2	200	
B 10	deposizione di prova su cut-off e cella (40')	1.0·10 ⁻²	0.44 kW	100	Definizione dei parametri ottimali
		1.0·10 ⁻³	1.1 kW	100	
B 11	72' cut-off	1.0·10 ⁻²	0.44 kW	100	Definizione dei parametri ottimali
	30' cella	1.0·10 ⁻³	1.1 kW	100	
B 12	40' cut-off	1.0·10⁻²	0.44 kW	100	Deposizione su cavità L2
	30' cella	1.0·10⁻³	1.1 kW	100	

Tabella 4-5: Riepilogo dei parametri di sputtering utilizzati.

4.6.2 Curve corrente-tensione

Anche per la configurazione bias a sei barre di acciaio sono state acquisite delle curve tensione-corrente. L'analisi dei dati, raccolti a diverse pressioni e con diversi potenziali di bias applicati, rivela che la tensione dell'elettrodo di bias in generale abbassa l'esponente della curva che interpola i dati (Figura 4-44 e Figura 4-45).

Ad entrambe le pressioni prese in considerazione emerge che con tensioni di bias di 100 o 150 V il valore dell'esponente rimane pressoché invariato, mentre tensioni più elevate (200 V) provocano l'abbassamento del valore dell'esponente

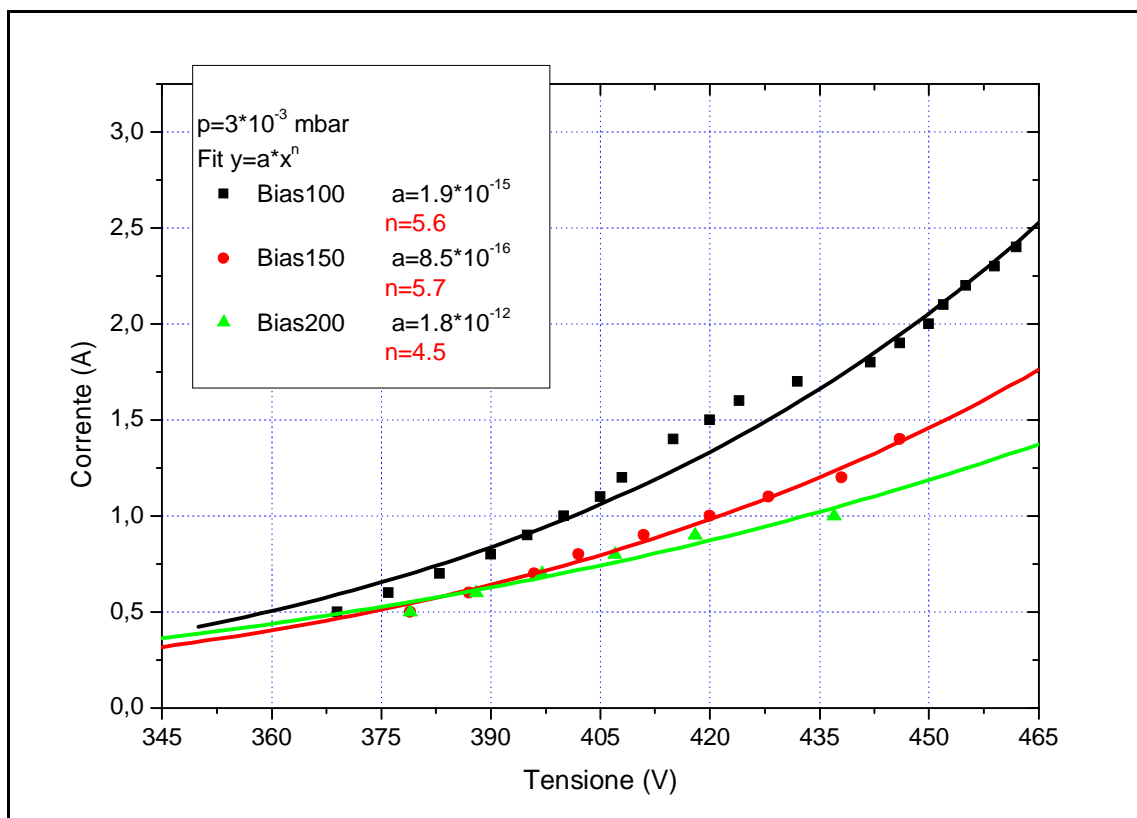


Figura 4-44: Caratteristiche tensione-corrente del catodo in configurazione BIAS per differenti tensioni di bias ($p=3 \cdot 10^{-3}$; magnete in posizione equatoriale).

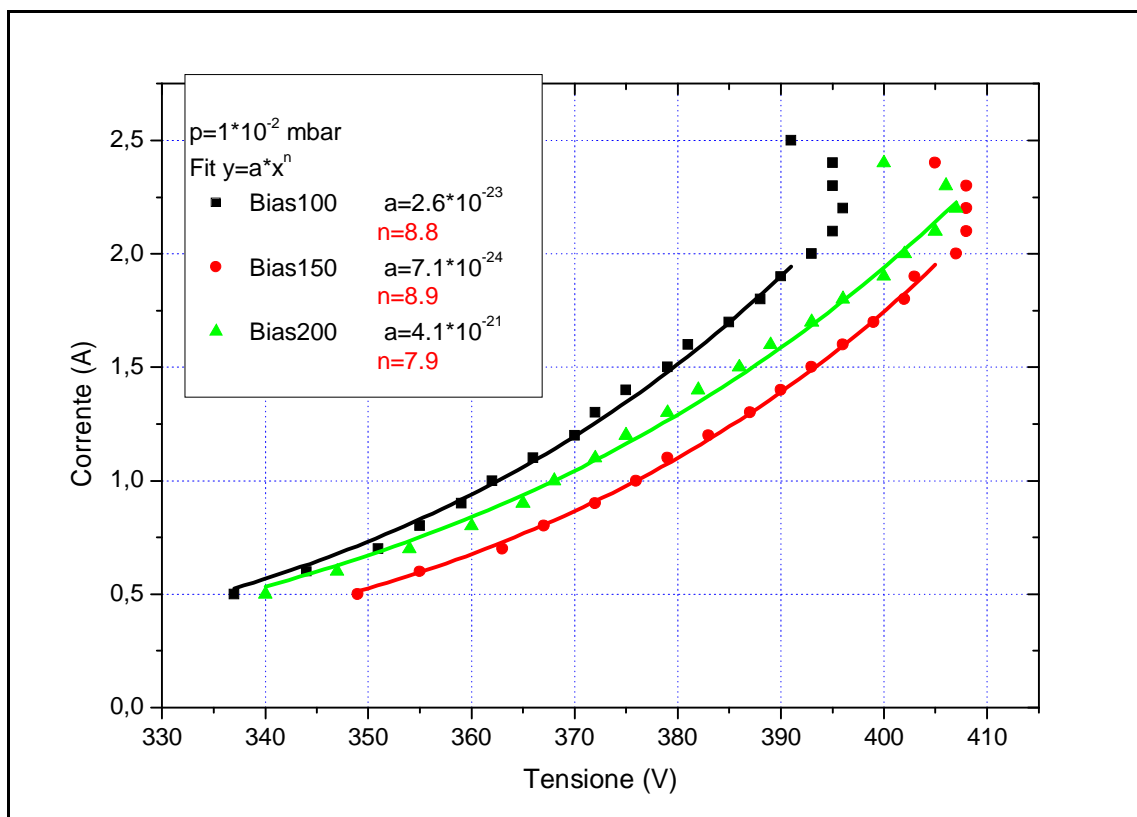


Figura 4-45: Caratteristiche tensione-corrente del catodo in configurazione BIAS per differenti tensioni di bias ($p=1 \cdot 10^{-2}$; magnete in posizione equatoriale).

Capitolo 5

Tecniche di caratterizzazione dei campioni e risultati ottenuti

Questo capitolo descrive le tecniche di caratterizzazione utilizzate durante il lavoro di tesi e raccoglie i risultati delle analisi sui vari campioni. La parte finale è dedicata al confronto dei dati ottenuti mediante le diverse analisi.

5.1 Misura delle proprietà superconduttive

5.1.1 Il PPMS

Il comportamento superconduttore di un materiale viene caratterizzato essenzialmente attraverso due parametri fondamentali:

- La temperatura critica (T_c)
- Il Rapporto di Resistività Residua (**RRR**)

La temperatura critica è la temperatura alla quale il campione effettua la transizione superconduttiva, cioè il punto al di sotto del quale la resistenza elettrica DC scende, idealmente, ad un valore inferiore ai limiti di sensibilità strumentali e quindi può essere assunta come nulla.

Come già accennato al paragrafo 1.1.3, la resistenza elettrica al di sopra della temperatura di transizione è composta dalla somma di due termini³⁵:

$$R(T) = R_{ph}(T) + R_{res} \quad \text{Eq. 5-1}$$

dove $R_{ph}(T)$ è la resistenza causata da collisioni elettrone–fonone e decresce con la temperatura in quanto le vibrazioni reticolari vengono progressivamente inibite; R_{res} invece è la resistenza residua indipendente dalla temperatura.

Il Rapporto di Resistività Residua (RRR) è definito come:

$$\begin{aligned} RRR &= \frac{R(300K)}{R(10K)} = \frac{R(300K)_{ph} + R_{res}}{R(10K)_{ph} + R_{res}} \approx \\ &\approx \frac{R(300K)_{ph} + R_{res}}{R_{res}} = 1 + \frac{r(300K)_{ph}}{r_{res}} \end{aligned} \quad \text{Eq. 5-2}$$

$r_{ph}(300K)$ è costante e vale $15 \mu\Omega \cdot \text{cm}$. Il terzo passaggio è giustificato dal fatto che a 10K la resistività fononica è trascurabile.

Siccome la resistenza residua è essenzialmente determinata dalla quantità di impurezze presenti nel campione, RRR fornisce una stima immediata della qualità del materiale: più è elevato e più il campione è puro, cioè si comporta da “buon” superconduttore. Si tratta inoltre di un parametro adimensionale che ha il vantaggio di potersi liberare dalle dimensioni geometriche che rimangono costanti al variare della temperatura e per questo si elidono.

La temperatura di transizione $T_c \pm \Delta T_c$ viene calcolata, dopo aver ottenuto tutta la curva di resistenza, attraverso la formula:

$$T_c = \frac{T_{(90\%)} + T_{(10\%)}}{2}$$

$$\Delta T_c = \frac{T_{(90\%)} - T_{(10\%)}}{2}$$

Eq. 5-3

definendo $T_{(90\%)}$ come la temperatura alla quale la resistenza ha un valore pari al 90% di quella prima dell’inizio della transizione, $T_{(10\%)}$ come la temperatura alla quale la resistenza è il 10% di quella sopra la transizione, mentre ΔT_c rappresenta la semilunghezza di transizione.

La misura di resistenza viene effettuata con il metodo voltamperometrico a quattro punte: sul campione vengono saldati quattro contatti, i due esterni iniettano una corrente sinusoidale, oscillante ad una frequenza impostata, mentre i due interni permettono di misurare la caduta di potenziale. Applicando la legge di Ohm $R = V/I$ si ottiene la resistenza del campione.

L’inversione della corrente serve ad evitare errori sistematici dovuti alle resistenze di contatto: se è presente una tensione di offset V_0 costante, la tensione misurata V_m , sarà composta dalla tensione vera V ai capi dei contatti più il valore dell’offset e di conseguenza il calcolo della resistenza del campione sarà errato. L’inversione del segno della corrente ha effetto solo sulla tensione misurata dai contatti e non sulla tensione di offset, perciò mediando la misura sui due valori V_1, V_2 ottenuti con corrente di segno opposto si dovrebbe eliminare o almeno limitare l’offset:

$$V_m = \frac{V_1 + V_2}{2} = \frac{(V + V_0) - (V_0 - V)}{2} \approx V$$

Eq. 5-4

dove V è il valore vero della tensione ai capi delle punte.

5.1.1.1 L'apparato sperimentale

Le proprietà elettriche dei film di niobio a basse temperature vengono misurate con una workstation automatizzata chiamata PPMS (Physical Properties Measurement System) prodotta dalla Quantum Design. Si tratta di una workstation che esegue misure magnetiche, elettriche o termoelettriche in un range di temperatura tra 400 e 1.9 K e in campi magnetici tra -7 e 7 T tramite un sistema di capillari e un magnete superconduttore.

La temperatura è riportata con un'accuratezza del $\pm 0.5\%$ ed ha una stabilità minore dello 0.2% per temperature inferiori ai 10 K e 0.02% per temperature superiori ai 10 K. La velocità di variazione della temperatura può variare tra 0.01 e 12 K/min.

Il sistema è costituito da un dewar coibentato da una camicia di azoto, una camera portacampione (sonda) posta al suo interno, una pompa rotativa e il pannello di controllo Model 6000 PPMS Controller che permette di gestire tutto il sistema e di controllarlo in remoto tramite PC.

La sonda comprende l'hardware di controllo della temperatura, il magnete superconduttore, l'indicatore di livello dell'elio e il connettore della bassetta portacampioni (puck); prima del raffreddamento la camera viene portata ad una pressione di 10 mbar tramite una pompa rotativa.

Per effettuare le misure i campioni vengono connessi tramite quattro saldature di indio su un portacampioni di rame OFHC di 2,3 cm di diametro che permette di mantenere un'alta uniformità termica. I contatti sono placcati in oro per evitare l'ossidazione.

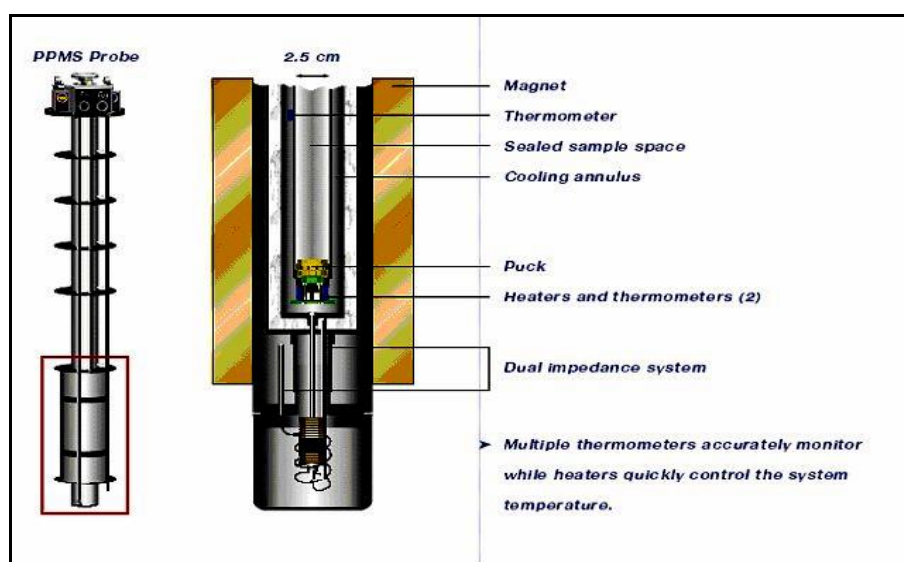


Figura 5-1: Struttura interna del sistema PPMS

Le proprietà elettriche misurate col PPMS sono:

- temperatura critica del film superconduttivo T_c ;
- Residual Resistivity Ratio (RRR);
- andamento della resistenza o della resistività con la temperatura tra 300 K e 9 K.

La scansione lungo il range di temperatura impostato avviene automaticamente tramite una sequenza di istruzioni definita dall'utente. Nel criostato il controllo della temperatura del campione avviene attraverso un anello di raffreddamento (cooling annulus) che comunica con il bagno di elio tramite un capillare (*impedance tube*, Figura 5-2). Il campione è collegato termicamente all'anello di raffreddamento attraverso le pareti della camera e il portacampione; la sua temperatura viene costantemente monitorata da un termometro al platino e un termometro NTC (Negative Temperature Coefficient) montati sotto i connettori elettrici del portacampione.

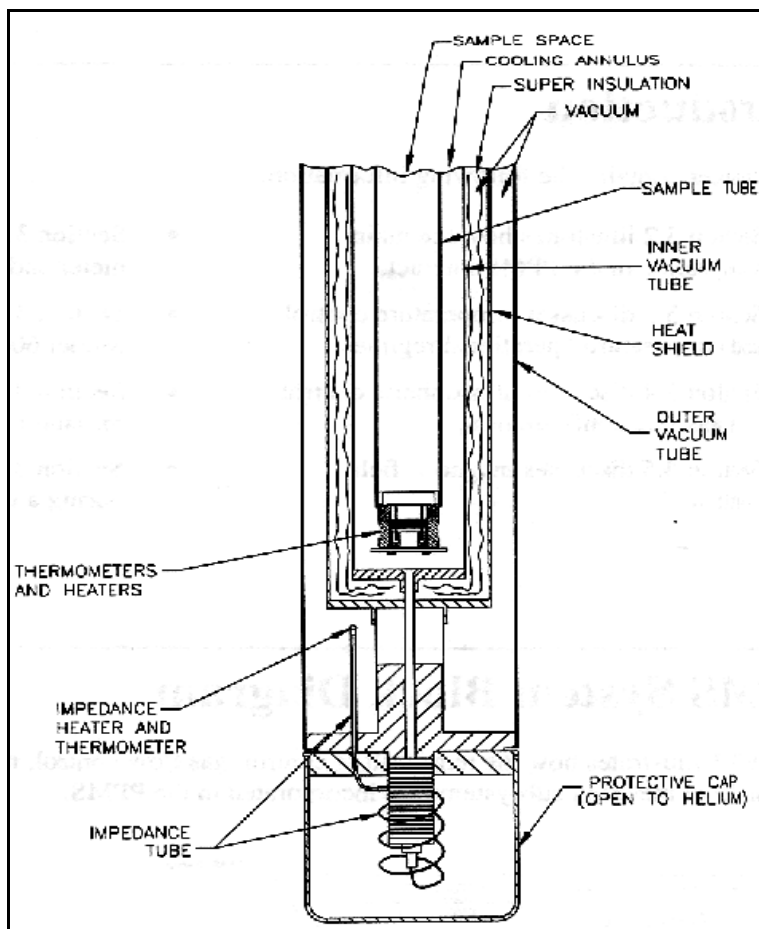


Figura 5-2: Componenti per il controllo della temperatura nella camera PPMS

Le resistenze, avvolte intorno alla camera del campione e fissate alla sua base, ricevono segnali di potenza variabile per scaldare il campione alla temperatura impostata. Per garantire la stabilità termica, il riscaldamento del campione avviene contemporaneamente a quello dell'anello di raffreddamento e delle pareti della camera.

Temperature fino a 4,2 K vengono raggiunte, con rate variabili, pompando gas freddi di elio dal criostato verso l'anello di raffreddamento e tutto intorno la camera del campione. Per garantire un rapido controllo termico le valvole di controllo del flusso e le resistenze utilizzano le letture dei termometri come segnali di feedback. I parametri utilizzati per le misure sui film di niobio depositati per questo lavoro sono: corrente 1mA, frequenza 100 Hz.

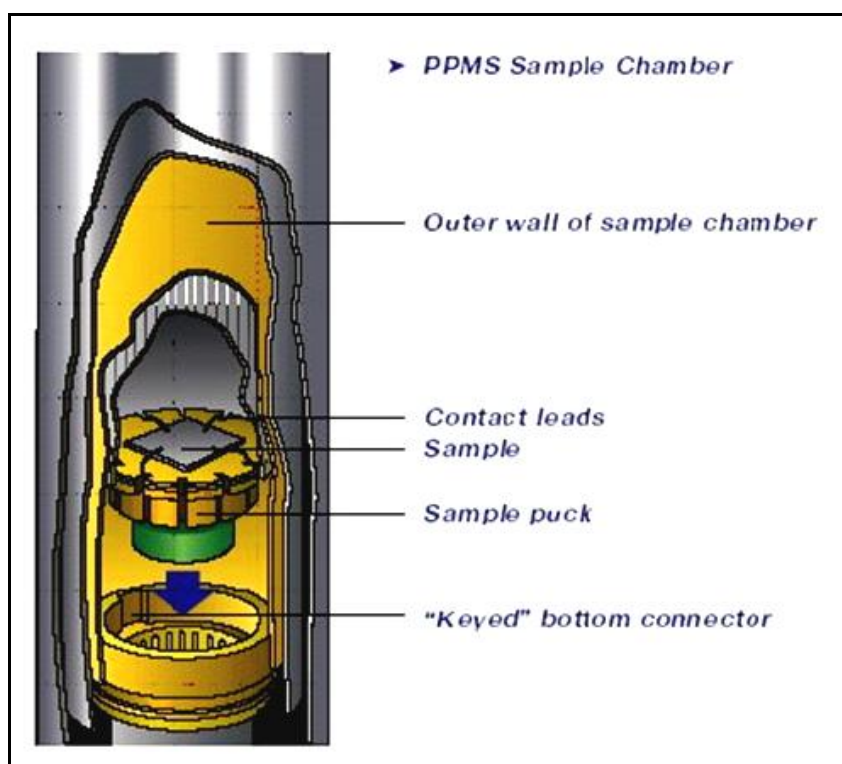


Figura 5-3: Inserimento del Puck

5.1.1.2 Risultati ottenuti

Le misure di T_c e RRR sono state effettuate su campioni posizionati lungo tutta la lunghezza della cavità e in particolare dentro la cella. La Figura 5-4 mostra un esempio di transizione superconduttiva monitorata con l'ausilio del PPMS: si noti l'ingrandimento relativo alla zona prossima alla transizione.

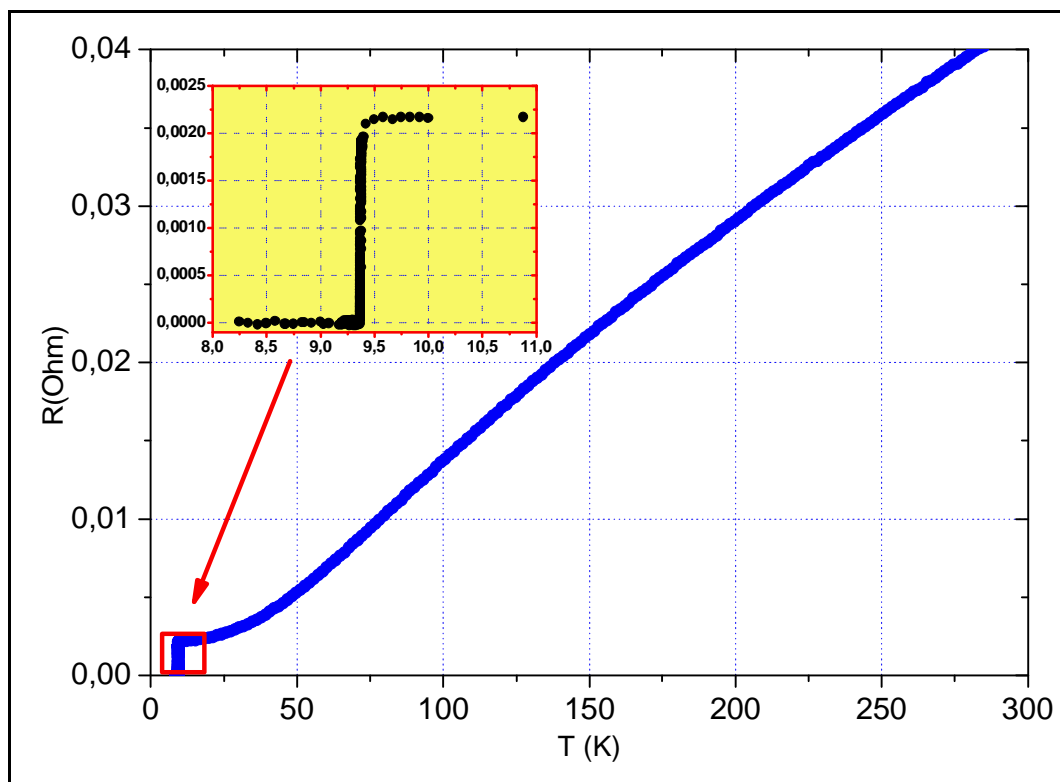


Figura 5-4: Esempio di curva resistenza vs. temperatura acquisita con la workstation PPMS applicando il metodo a 4 contatti. La transizione è di un campione posto sull'iride della cavità ed ha una larghezza di 0,005 K intorno a 9,375 K.

Nome della deposizione	Caratteristiche della deposizione
RUN MC RUN MC1 RUN MC2	Magnetron cilindrico standard con catodo cilindrico
RUN 1	Magnetron cilindrico con catodo sagomato
RUN 2 RUN 3	Post magnetron cilindrico con catodo sagomato
RUN B2 RUN B4	Bias magnetron cilindrico con griglia titanio
RUN B3	Bias post magnetron cilindrico con griglia titanio
RUN B5 RUN B6	Bias magnetron cilindrico con griglia acciaio
RUN B7	Bias magnetron cilindrico con griglia acciaio e magnete rotante
RUN B9 RUN B10 RUN B11	Bias magnetron cilindrico con griglia acciaio, magnete rotante e corrente pulsata

Tabella 5-1: Riepilogo dei vari RUN analizzati e delle loro caratteristiche.

Nel riportare i risultati delle analisi, si sono mantenuti per le deposizioni gli stessi nomi già adottati in Tabella 4-3 e Tabella 4-5; per chiarezza si riportano le caratteristiche dei diversi RUN in Tabella 5-1.

In Figura 5-5 sono raccolti i valori di **RRR** ottenuti per alcune deposizioni, suddivisi nelle sei zone della cavità: per confronto sono stati analizzati anche campioni depositati tramite la configurazione magnetron cilindrico standard (nel grafico indicato con RUN MC). I valori di RRR sono compresi tra 3 in prossimità dell'equatore e 18 sull'iride. Un valore di RRR di almeno 8 è necessario per garantire alla cavità di rame ricoperta di niobio una sufficiente performance RF. Per quanto riguarda la configurazione post magnetron cilindrico con **catodo sagomato** (RUN 3), il valore di RRR sembra aumentare in prossimità dell'equatore e calare in corrispondenza dei cut-off, mentre le **configurazioni bias magnetron sputtering** analizzate (RUN B3, B4 e B7) mostrano un valore di RRR sempre inferiore a 11.

Valori di RRR calcolati con il PPMS

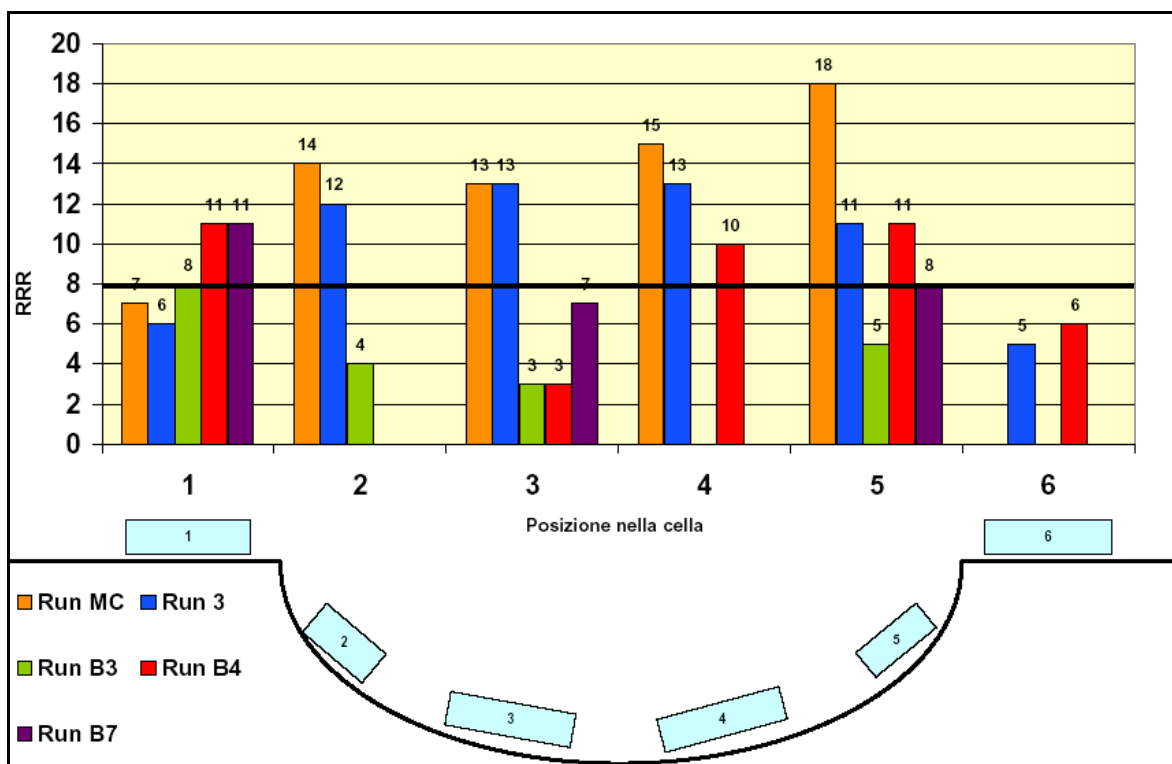


Figura 5-5: Valori di RRR calcolati col PPMS. Con MC è indicata la deposizione effettuata con Magnetron Cilindrico Standard. Il Run 3 è invece effettuato col catodo sagomato mentre i Run B3, B4 e B7 sono relativi alla configurazione bias. La linea nera indica il minimo valore di RRR accettabile.

L'**errore** di origine strumentale sul calcolo dell'RRR è di entità trascurabile, ma diverse possono essere gli errori di origine sperimentale. Un errore notevole può essere

introdotto dalle saldature tramite le quali si stabiliscono i quattro contatti sul film di niobio: nonostante le saldature siano eseguite con indio (che presenta una temperatura di fusione più bassa dello stagno) il riscaldamento della superficie può infatti modificare le proprietà del film in modo difficilmente controllabile e quantificabile.

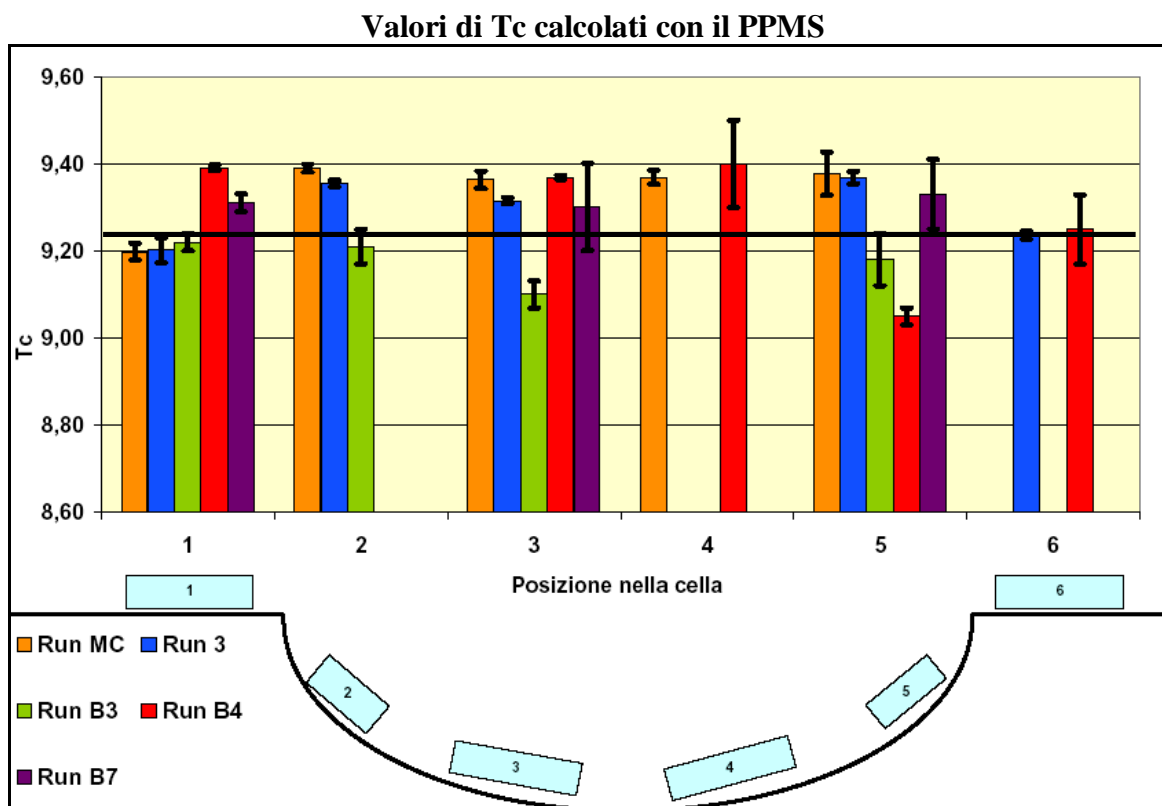


Figura 5-6: Valori di T_c calcolati col PPMS. Con MC è indicata la deposizione effettuata con Magnetron Cilindrico Standard. Il Run 3 è invece effettuato col catodo sagomato mentre i Run B3, B4 e B7 sono relativi alla configurazione bias. La linea nera indica il valore di T_c del niobio massivo.

I valori di T_c riportati in Figura 5-6, riguardanti gli stessi run, sono calcolati a partire dalle curve di resistenza in funzione della temperatura e sono compresi tra 9,0 e 9,4 K con errori che oscillano tra 0,004 e 0,1 K.

La maggiore fonte di errore in questo caso è costituita dal fatto che la resistenza in funzione della temperatura è solo in prima approssimazione una delta di Dirac e in realtà ha un coefficiente angolare finito anche in prossimità di T_c . L'errore su T_c è calcolato dunque tramite l'Eq.5.3.

5.1.2 Calcolo di RRR e di T_c dalla misura della resistenza a 77K

Durante questo lavoro di tesi le deposizioni effettuate con diverse configurazioni hanno prodotto più di 100 campioni da analizzare: parte dei quali sono stati analizzati al

PPMS. Per ogni misura di T_c e RRR occorrono circa sei ore. Un tempo così lungo è necessario perché il campione raggiunga e superi la T_c molto lentamente in modo da consentire l'acquisizione dei punti della curva in prossimità della transizione. Un altro deficit del sistema PPMS è la difficoltà incontrata nel determinare l'errore sperimentale e nel saldare sul film di niobio i quattro punti di indio necessari per eseguire la misura.

In vista di una possibile meccanizzazione dei processi di produzione della cavità, si prevede di dover analizzare in breve tempo un gran numero di campioni: per questo motivo è stato studiato un metodo più immediato per la misura del RRR. Misurando la resistenza dei campioni a temperatura di 77 K è possibile calcolare il valore di RRR(10K) dei film: fatte le sostituzioni iniziali

$$RRR(77K) = b_{77} \text{ e } RRR(10K) = b_{10} \quad \text{Eq. 5-5}$$

abbiamo

$$b_{10} = \frac{r_0 + r_{ph}(300)}{r_0 + r_{ph}(10)} \approx \frac{r_0 + r_{ph}(300)}{r_0} \quad \text{Eq. 5-6}$$

e

$$b_{77} = \frac{r_0 + r_{ph}(300)}{r_0 + r_{ph}(77)} = \frac{R(300)}{R(77)} \quad \text{Eq. 5-7}$$

E' possibile stabilire una relazione tra b_{10} e b_{77} e stimare il relativo errore:

$$b_{10} = 1 + \frac{b_{77} - 1}{1 - \left(\frac{r_{ph}(77)}{r_{ph}(300)} \right) b_{77}} = 1 + \frac{b_{77} - 1}{1 - ab_{77}} \quad \text{Eq. 5-8}$$

$$\Delta b_{10} = \frac{b_{10} \cdot \Delta b_{77}}{1 - ab_{77}} \quad \text{Eq. 5-9}$$

dove

$$a = \left(\frac{r_{ph}(77)}{r_{ph}(300)} \right) = 0.18 \quad \text{Eq. 5-10}$$

Per il niobio la relazione tra la temperatura critica e RRR, indipendentemente dal metodo di deposizione utilizzato, mostra un comportamento universale che segue la curva di Testardi³⁶.

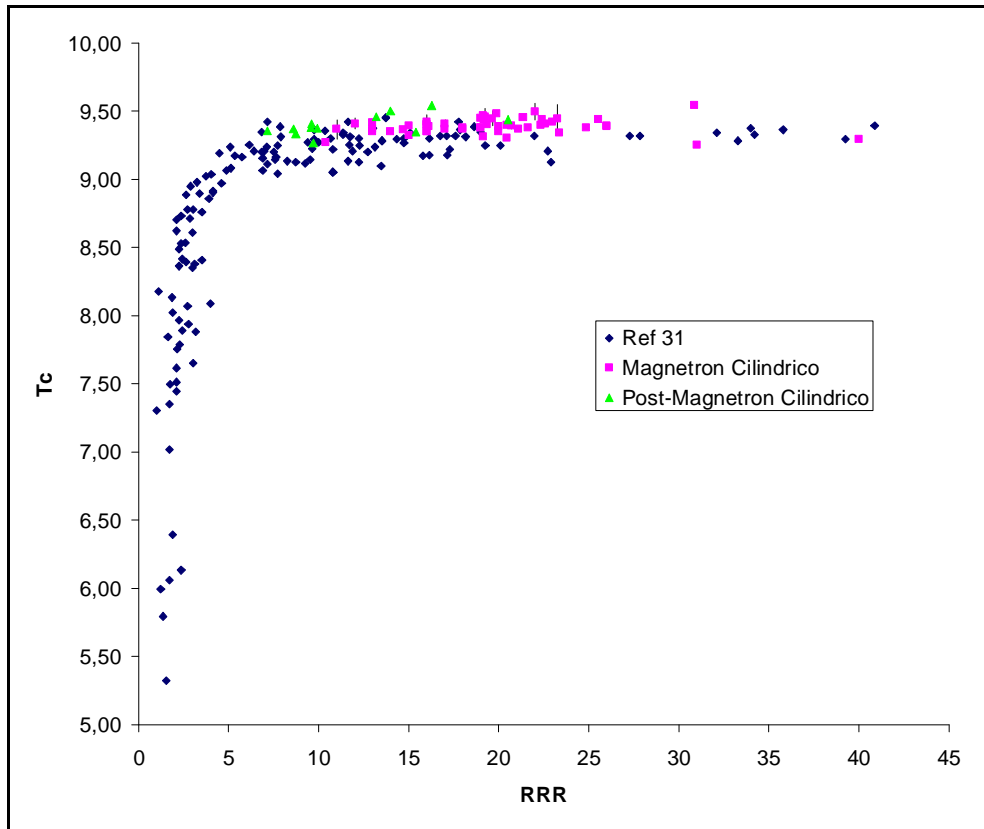


Figura 5-7: Temperatura di transizione superconduttiva verso RRR per i film depositati durante precedenti lavori di tesi³⁶ assieme a misure effettuate presso il laboratorio di superconduttività, LNL-INFN³⁷.

Dalla legge di Matthiessen risulta che la resistività del niobio, a basse temperature e nello stato normale, è legata a RRR (Eq.5-2) dalla resistenza fononica ρ_{ph} a 300K che per il niobio è $15 \mu\Omega\cdot\text{cm}$:

$$r_n(10K) = \frac{r_{ph}}{RRR - 1} \quad \text{Eq. 5-11}$$

In Figura 5-7, è riportata T_c verso RRR per i film di niobio depositati durante precedenti lavori di tesi³⁶ con il magnetron in due diverse configurazioni, assieme a risultati presi da altri lavori³⁷.

Convertendo RRR in ρ_n gli stessi dati assumono un andamento a laurenziana, ma i film di niobio depositati per sputtering si stabilizzano sulla zona della curva di Testardi in cui T_c è poco influenzato da grosse variazioni di RRR per cui questa zona è interpolabile con una retta per ottenere la relazione generale che lega il valore di T_c a quello di RRR:

$$T_c = (9,46 \pm 0,02) - (0,117 \pm 0,0042) \cdot \frac{r_{ph}(300K)}{RRR - 1} \quad \text{Eq. 5-12}$$

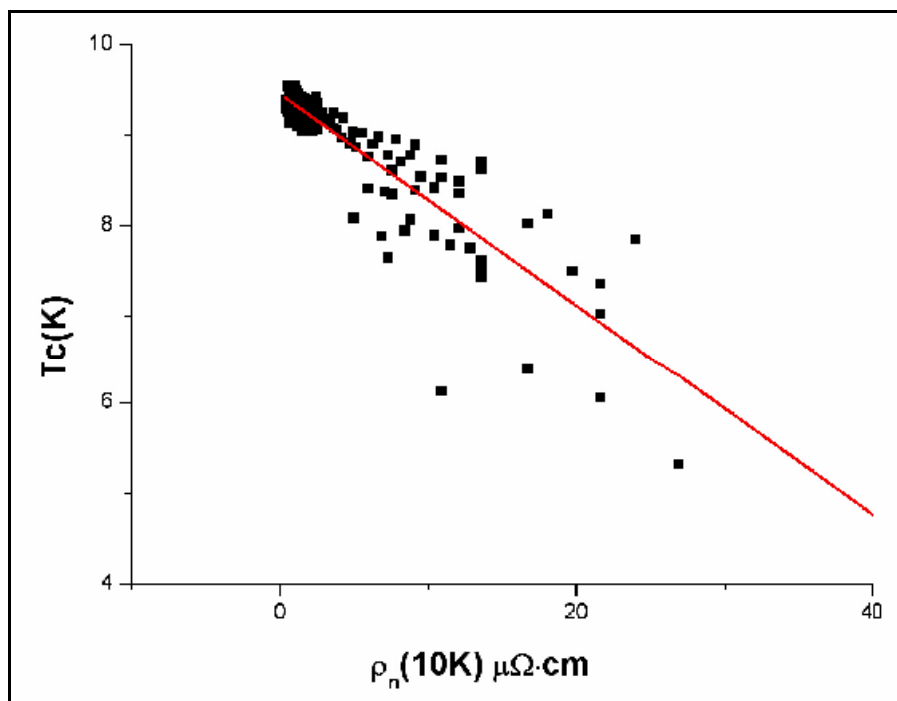


Figura 5-8: Temperatura di transizione superconduttiva per campioni di niobio al variare della resistività residua a bassa temperatura calcolata con la regola di Matthiessen³⁶.

5.1.2.1 L'apparato sperimentale

Per la maggior parte dei campioni dunque si è misurata la resistenza a 77 K utilizzando l'apparato mostrato in Figura 5-9. La misura di resistenza viene effettuata con il metodo voltamperometrico a quattro punte: su campione poggiano quattro contatti, i due esterni iniettano una corrente costante di 0.1 mA prodotta dal generatore *Keithley 220*, mentre i due interni permettono di rilevare la caduta di potenziale tramite l'ausilio di un nanovoltmetro *Keithley 181*. Applicando la legge di Ohm $R = V/I$ si ottiene la resistenza del campione.

La misura della temperatura è di tipo resistivo, un generatore di corrente inietta 10 μA in un termometro a resistenza al germanio e la tensione corrispondente viene misurata da un voltmetro digitale *Keithley 182*. L'elaboratore a cui è collegata la strumentazione provvede a calcolare la resistenza e a convertire questo dato in temperatura, a schermo compare la curva della resistenza del campione in funzione di T. Per evitare errori sistematici dovuti alle resistenze di contatto si adotta il metodo dell'inversione della tensione già visto in 5.1.1.

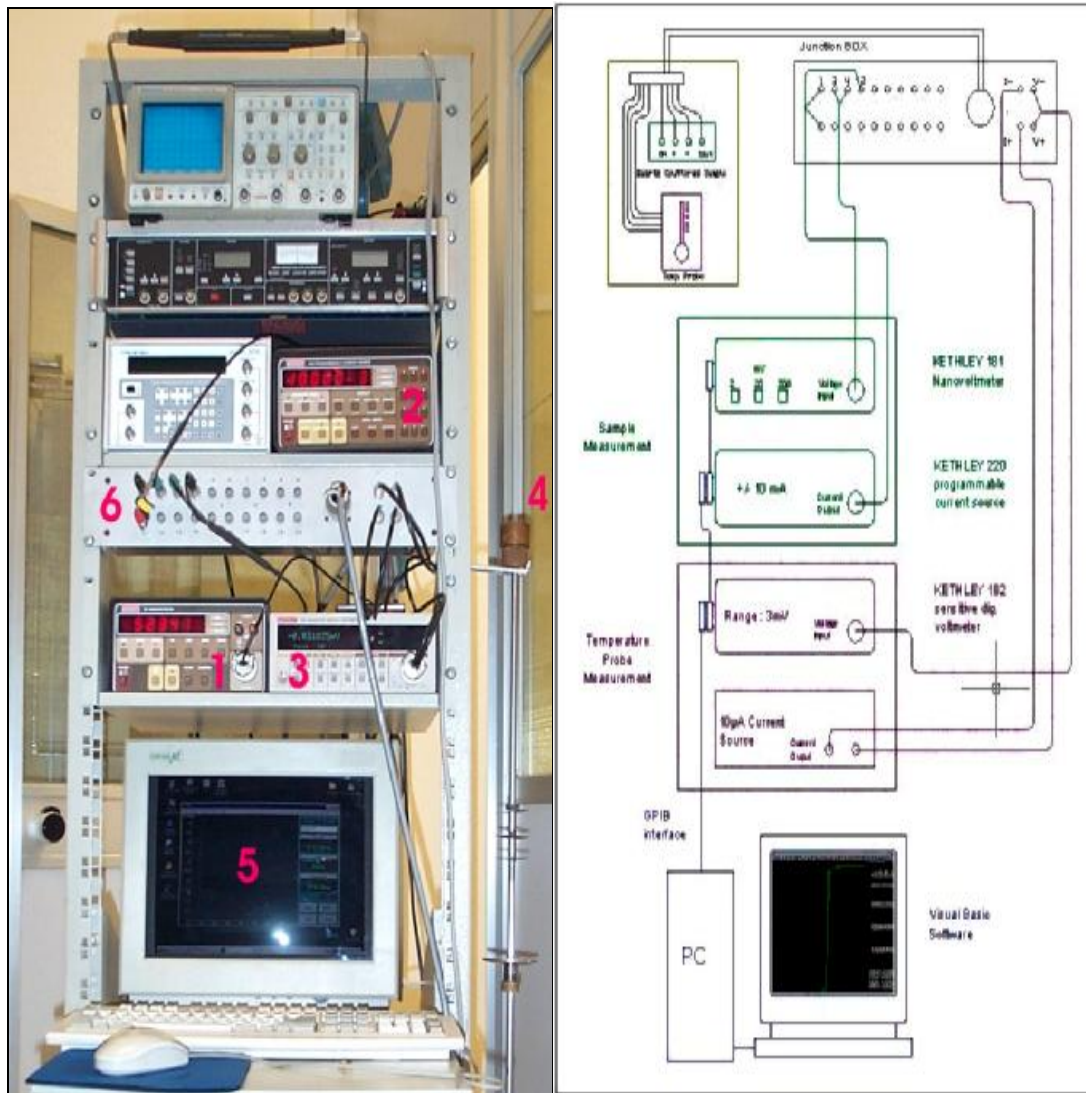


Figura 5-9: A sinistra: foto del sistema per la misura delle proprietà superconduttive. 1: voltmetro per la misura della tensione ai capi del campione, 2: generatore di corrente per il campione, 3: nanovoltmetro per la misura della tensione sul termometro, 4: sonda di misura, 5: personal computer per l'acquisizione dei dati, 6: contattiera per trasferire il segnale dal rack alla sonda di misura. A destra schema dello stesso apparato.

La misura della resistenza a 77 K richiede che il campione sia immerso in un dewar di azoto liquido per mezzo di un'apposita sonda di misura costituita da un'asta di metallo. La testa di misura della sonda (Figura 5-10) è costituita da un cilindro di rame all'interno del quale viene posto il campione a contatto con le quattro punte che premono su di esso grazie ad un sistema di serraggio a vite; il termometro è annegato in un foro praticato nel cilindro di rame il più vicino possibile al campione e spalmato di grasso per criogenia *Apiezon* così da migliorare il contatto termico. Otto cavi (quattro per i contatti ohmici e quattro per il termometro) sono avvolti numerose volte attorno alla base del cilindretto e fissati con resina per criogenia in modo da garantire l'ancoraggio termico; poi scorrono all'interno

dell'asta fino alla boccola di collegamento con il *rack* della strumentazione. È importante che i cavi vengano intrecciati su loro stessi il più possibile così da impedire che si formino spire che concatenano eventuali campi magnetici esterni, dando origine a correnti induttive parassite.



Figura 5-10: A sinistra foto della testa di misura, a destra particolare del posizionamento del campione al suo interno.



Figura 5-11: Visione di insieme della sonda di misura. 1: parte collegata al rack, 2: parte da inserire nel dewar contenente azoto liquido.

5.1.2.2 Risultati ottenuti

Come per le misure tramite il PPMS, anche per le misure di resistenza a 77 K si sono raccolti i dati per le sei zone della cavità: quattro nella cella e due nei cut-off.

In Figura 5-12 sono raccolti i dati relativi alle deposizioni effettuate con il **catodo sagomato**: i valori di **RRR** variano da 3 a 20 e mostrano un progressivo miglioramento via via che il catodo viene sputterato. Il RUN1 è l'unico per il quale vi sia stata deposizione sia sui cut-off che sulla cella ed è quello che mostra la maggiore uniformità nel valore assunto dall'**RRR**. Per i RUN2 e 3 invece si è depositato solo sulla cella: in prossimità dell'equatore il valore di **RRR** migliora.

Valori di RRR calcolati dalla resistenza a 77K

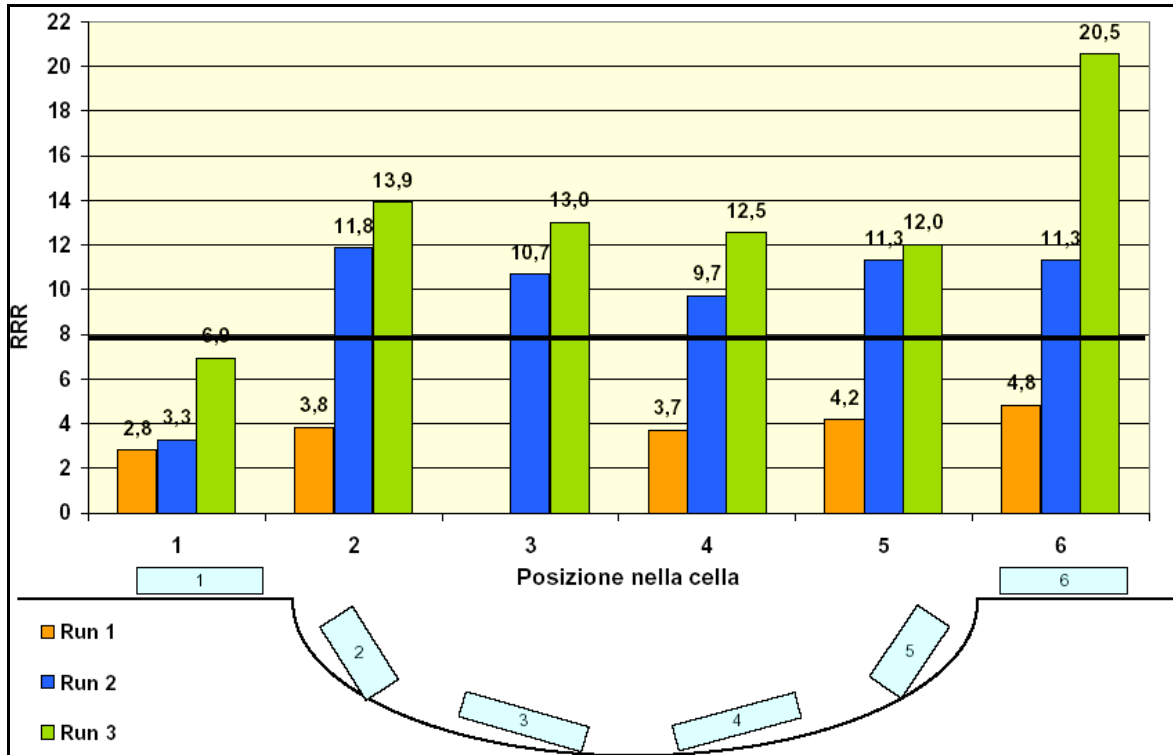


Figura 5-12: Valori di RRR ricavati dalla resistenza a 77 K per le deposizioni eseguite col catodo sagomato. La linea nera indica il minimo valore di RRR accettabile.

Errori sui valori di RRR calcolati dalla resistenza a 77K

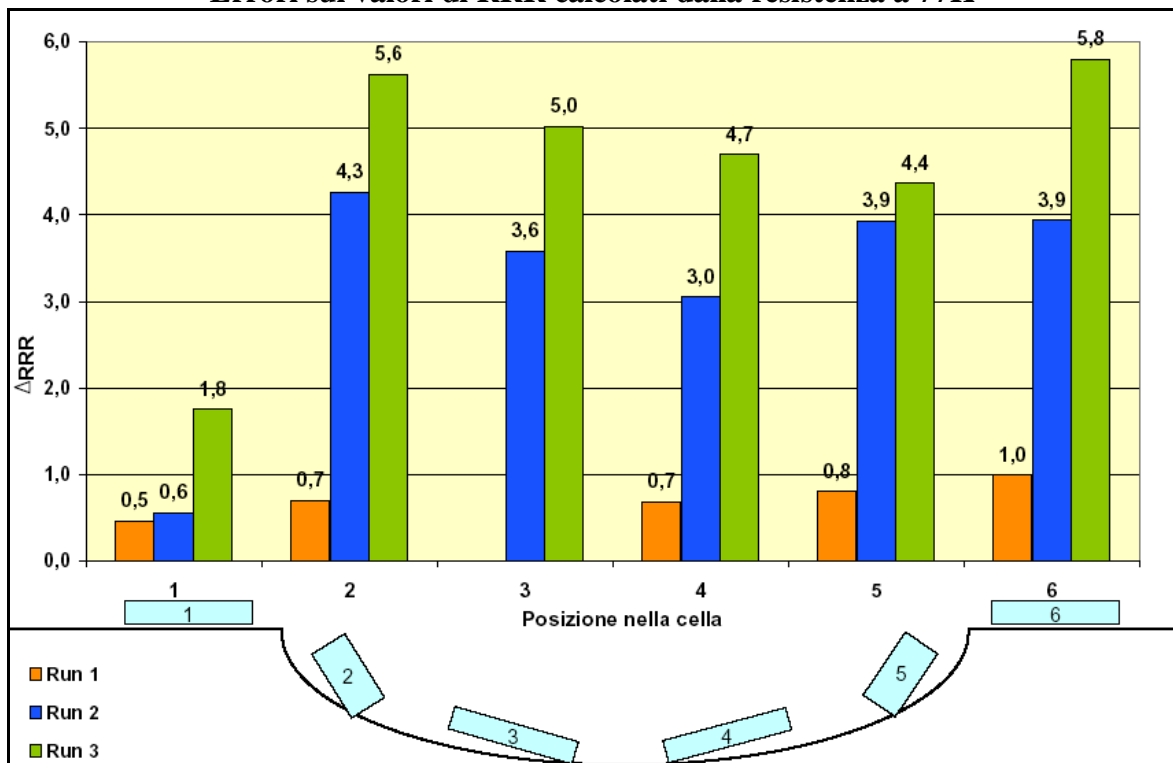


Figura 5-13: Errori per i valori di RRR ricavati dalla misura della resistenza a 77 K per le deposizioni eseguite col catodo sagomato.

Gli **errori** (Figura 5-13) sono compresi tra 1 e 5: sono stati calcolati per propagazione dell'errore sperimentale. L'incertezza nel calcolo di $RRR(77K)$ è mediamente uguale a 0,1 a causa della fluttuazione nella lettura della tensione tramite il nanovoltmetro.

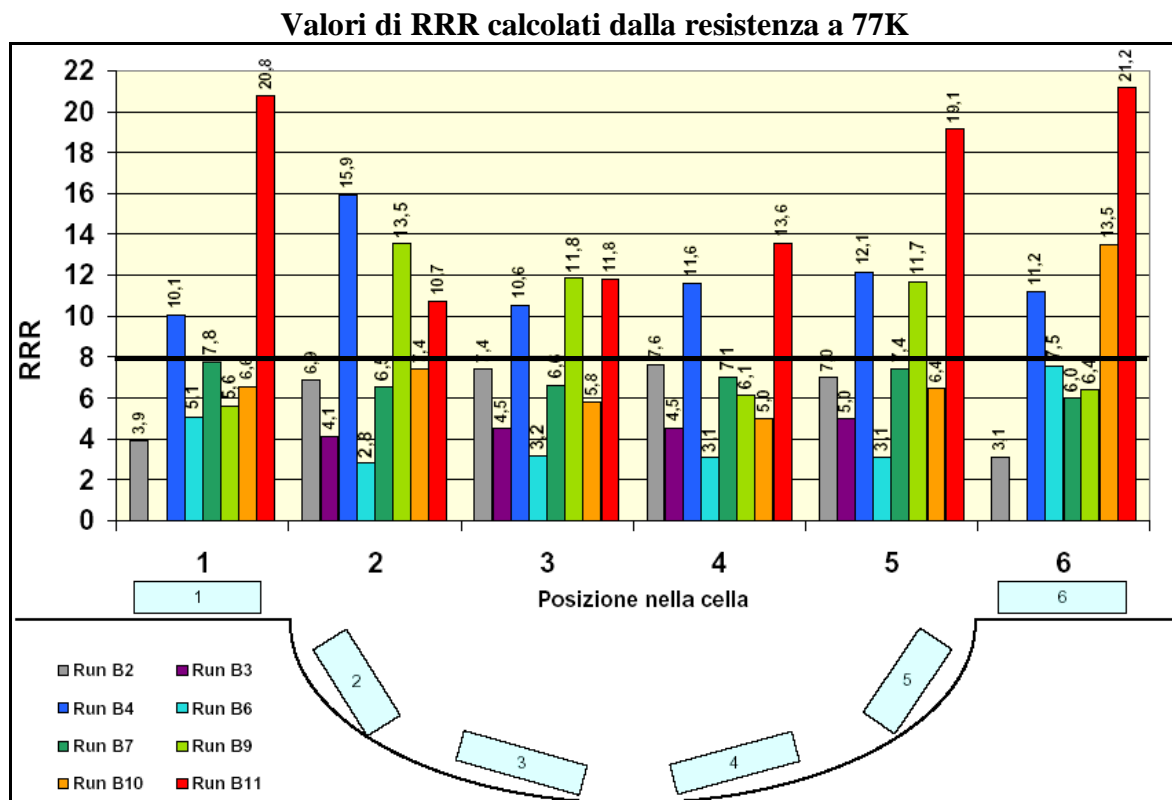


Figura 5-14: Valori di RRR ricavati dalla resistenza a 77 K per alcune deposizioni eseguite con diverse configurazioni bias magnetron sputtering. La linea nera indica il minimo valore di RRR accettabile.

I valori di **RRR** per le deposizioni effettuate con le diverse configurazioni **bias magnetron sputtering** sono raccolte in Figura 5-14: i valori variano da 3 a 21.

Valori estremamente bassi si verificano per le deposizioni avvenute durante o immediatamente dopo la fusione della griglia di bias (ad esempio Run B2, B3, B6, B7). Un miglioramento progressivo nella qualità dei film si riscontra a partire dal momento in cui la griglia di bias è stata perfezionata in modo da non fondere durante le deposizioni. I valori maggiori di RRR si sono ottenuti per il RUN B11 ovvero per la configurazione **bias con griglia costituita da sei fili d'acciaio e con potenziale pulsato**.

Gli **errori** mostrati in Figura 5-15 sono stati calcolati con il metodo della propagazione degli errori precedentemente descritto ed assume compresi tra un minimo di 0,5 e un massimo di 11 per il RUN B11.

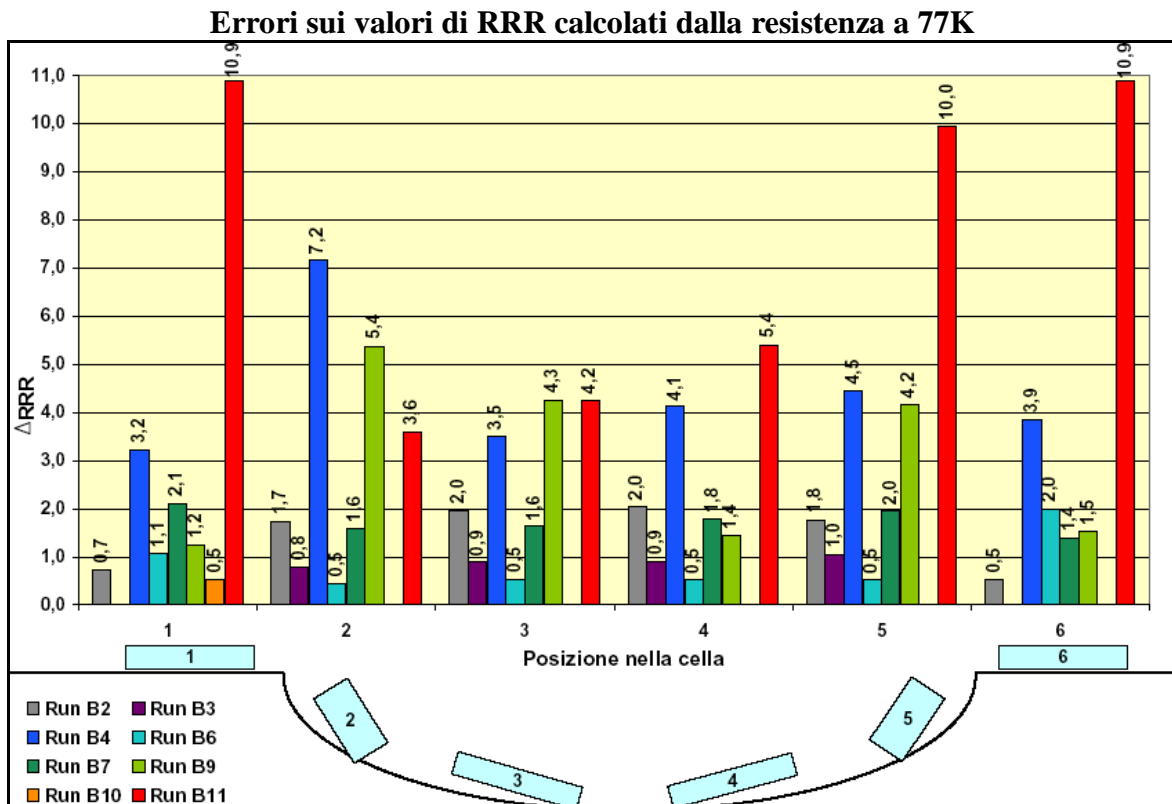


Figura 5-15: Errori per i valori di RRR ricavati dalla misura della resistenza a 77 K per le deposizioni eseguite con diverse configurazioni bias magnetron sputtering.

I valori di T_c calcolati da quelli di RRR tramite l'Eq. 5-12 per i campioni ottenuti con le configurazioni catodo sagomato o bias magnetron sputtering sono riportati in Figura 5-16 e Figura 5-17. Per quanto riguarda le deposizioni con **catodo sagomato**, la temperatura di transizione risulta essere inferiore a quella del niobio bulk per il RUN 1, superiore per i RUN 2 e 3. Per i campioni ottenuti con la **configurazione bias magnetron** invece si osserva che i campioni a più alto RRR sono anche quelli che presentano una più alta temperatura di transizione (fino a 9,4 K). I RUN B3 e B6 sono quelli che mostrano il più basso valore di T_c (anche 0,7 K inferiore a quella di niobio bulk).

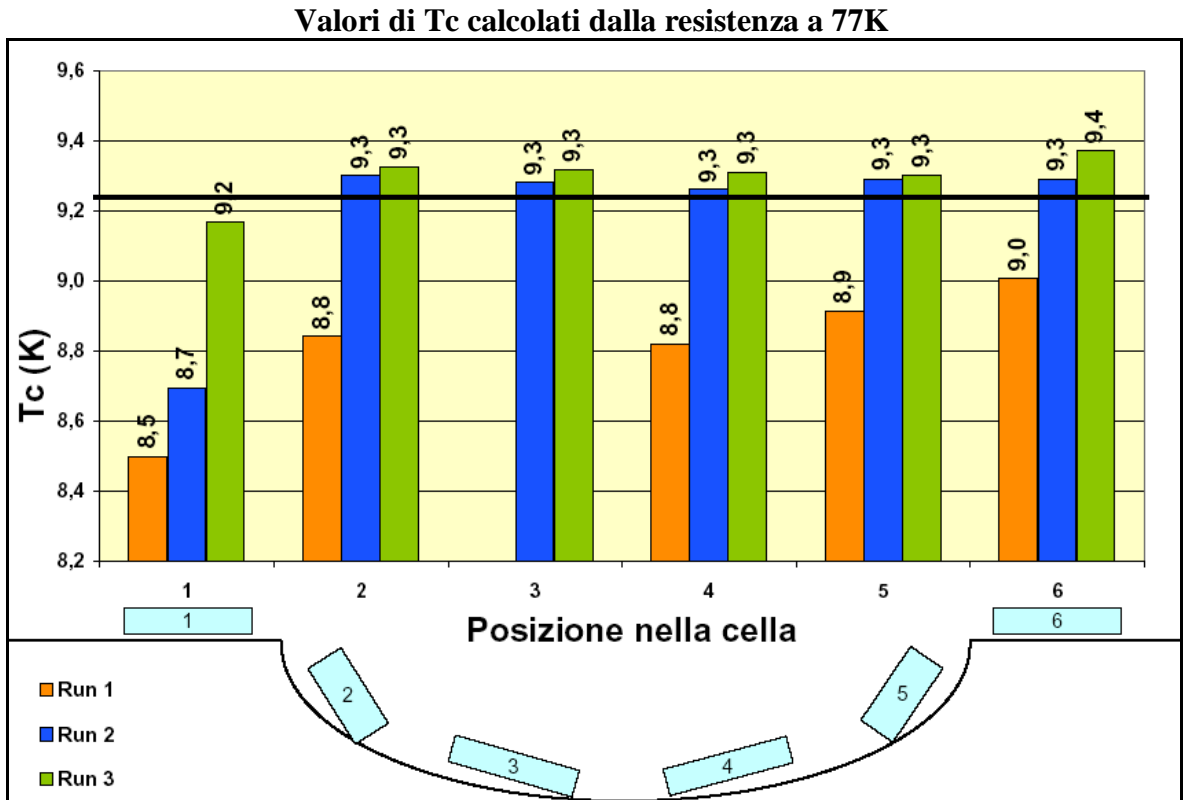


Figura 5-16: Valori di Tc ricavati dalla resistenza a 77 K per le deposizioni eseguite col catodo sagomato. La linea nera indica il valore di Tc del niobio massivo.

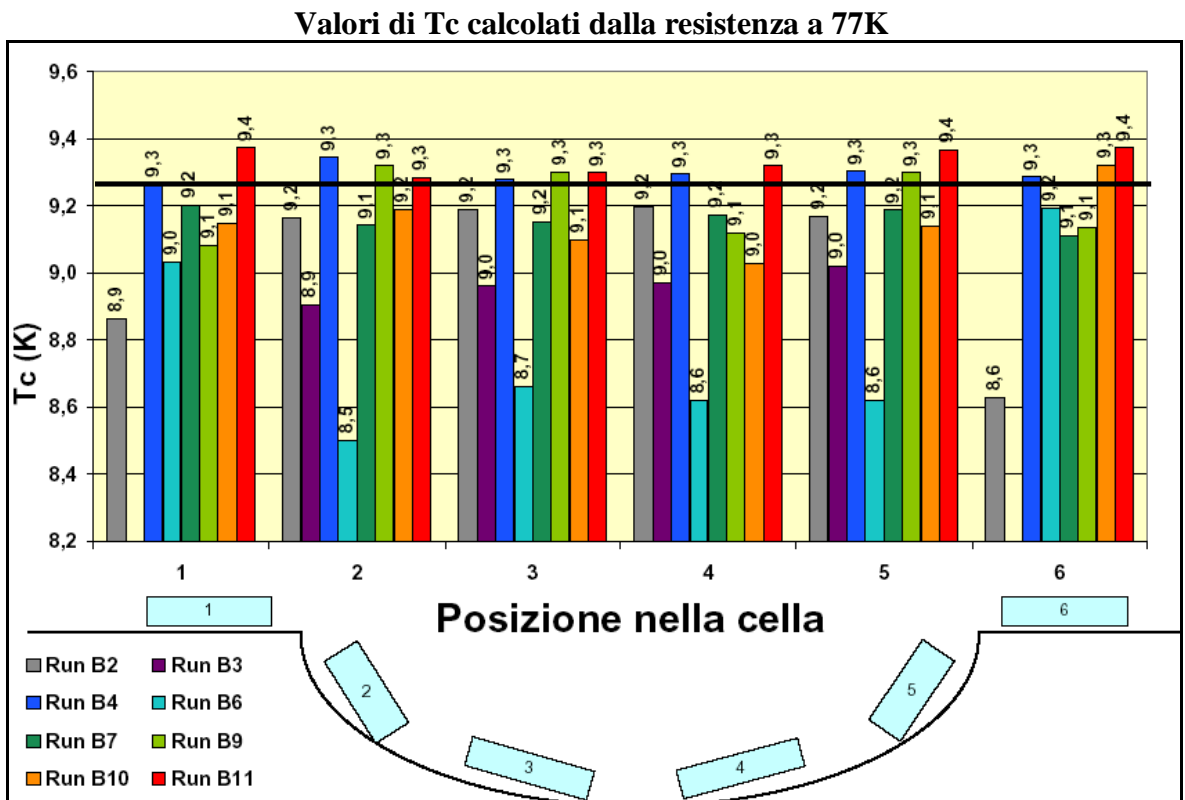


Figura 5-17: Valori di Tc ricavati dalla resistenza a 77 K per alcune deposizioni eseguite con la configurazione bias magnetron sputtering. La linea nera indica il valore di Tc del niobio massivo.

5.2 Analisi microstrutturale: diffrazione a raggi X

5.2.1 Scansione goniometrica

Attraverso la diffrazione dei raggi X ci si è proposti di studiare le modificazioni attuate sulla struttura cristallina del niobio al variare della configurazione adottata per le deposizioni di film sottili. Nello specifico si è voluto verificare la variazione di dimensione dei grani cristallini (indice della tendenza più o meno marcata verso l'amorfizzazione) e la presenza di stress residui nel film, determinata calcolando la variazione della distanza interplanare attraverso la legge di *Bragg*

$$2d_{(hkl)} \sin \theta = n\lambda \quad \text{Eq. 5-13}$$

e del parametro reticolare con:

$$a = \sqrt{\frac{h^2 + k^2 + l^2}{d_{hkl}^2}} \quad \text{Eq. 5-14}$$

La Tabella 5-2 elenca i picchi di diffrazione e la loro intensità relativa per un campione standard di polveri di niobio, per confronto con i risultati ottenuti dalla misurazione sui film.

2 θ (gradi)	Intensità relativa	Indici di Miller (hkl)
38.51	100	1 1 0
55.59	16	2 0 0
69.65	20	2 1 1
82.53	5	2 2 0
95.00	4	3 1 0
107.73	1	2 2 2
121.45	4	3 2 1
137.69	<1	4 0 0

Tabella 5-2: Picchi di diffrazione delle polveri di niobio
(Fonte: ICPDS-International Centre for Diffraction Data).

5.2.1.1 L'apparato sperimentale

Per identificare e caratterizzare i film si è utilizzato un diffrattometro di Bragg Philips Xpert-Pro per polveri.

Il fascio di raggi X è generato da un tubo al Cu ed il rivelatore è un contatore proporzionale costituito da una camera cilindrica con all'interno una miscela d'argon e metano. Questi rivelatori misurano la corrente generata dalla ionizzazione degli atomi del gas per interazione con i raggi X che lo attraversano.



Figura 5-18: Diffrattometro Philips X'Pert Pro utilizzato per le analisi.

Per la caratterizzazione di polveri e campioni massivi la configurazione utilizzata è quella standard del diffrattometro con entrambi i bracci in movimento.

Per la caratterizzazione dei film sottili, sul braccio del *detector* è stato montato un collimatore per analisi di *film* sottili da 0.18° , questo è composto da una serie di lamine parallele che limitano l'apertura angolare del fascio in entrata a 0.18° . La scansione in questo caso è eseguita con fascio incidente radente al campione, mentre è movimentato il braccio su cui è montato il rivelatore di raggi X.

5.2.1.2 Risultati ottenuti

In Figura 5-19 sono esposti i valori del parametro reticolare dei film di niobio cresciuti durante le tre deposizioni con **catodo sagomato** e le deposizioni effettuate in **configurazione magnetron cilindrico standard**. Il film subisce chiaramente uno stress di tipo compressivo lungo tutta la lunghezza della cavità e per tutte le deposizioni. Le stesse considerazioni si possono fare per i parametri reticolari relativi alle due deposizioni

eseguite in configurazione bias magnetron sputtering raccolte in Figura 5-20, sebbene l'entità dello stress risulti essere mediamente inferiore rispetto ai risultati precedenti.

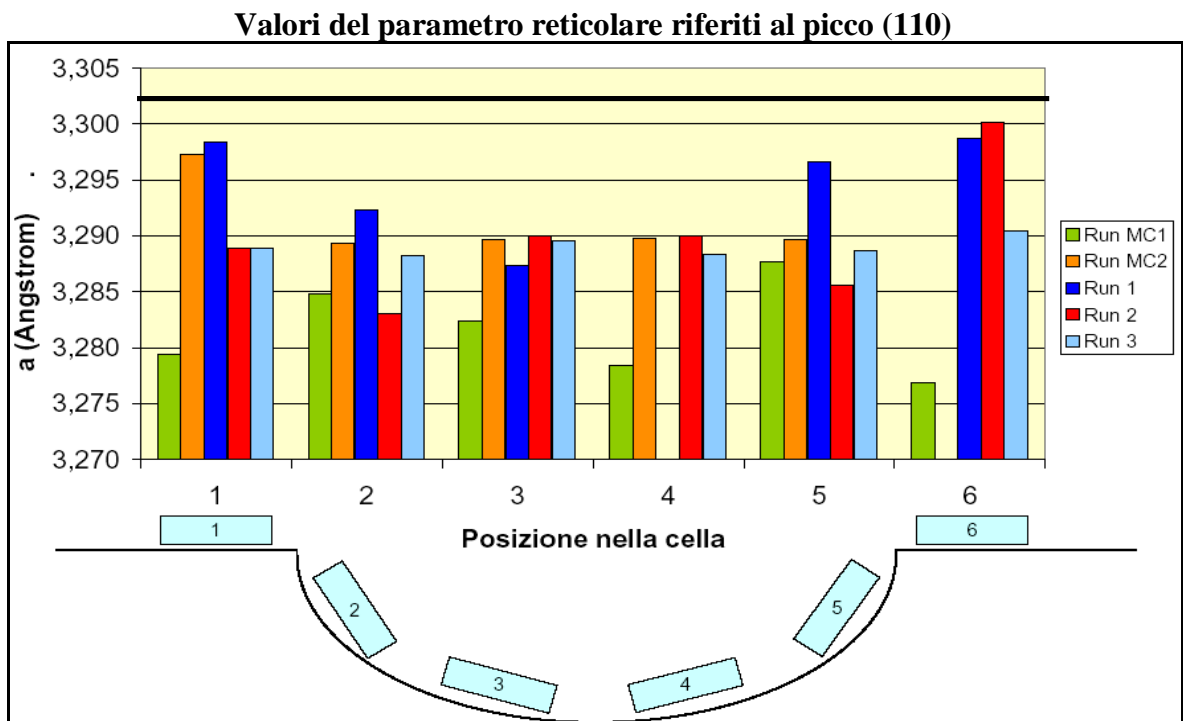


Figura 5-19: Variazione del parametro reticolare riferita al picco (110) per diverse posizioni nella cavità. Sono analizzate due deposizioni eseguite in configurazione Magnetron Cilindrico standard e tre deposizioni col catodo sagomato. La linea nera indica il valore del parametro reticolare del niobio massivo.

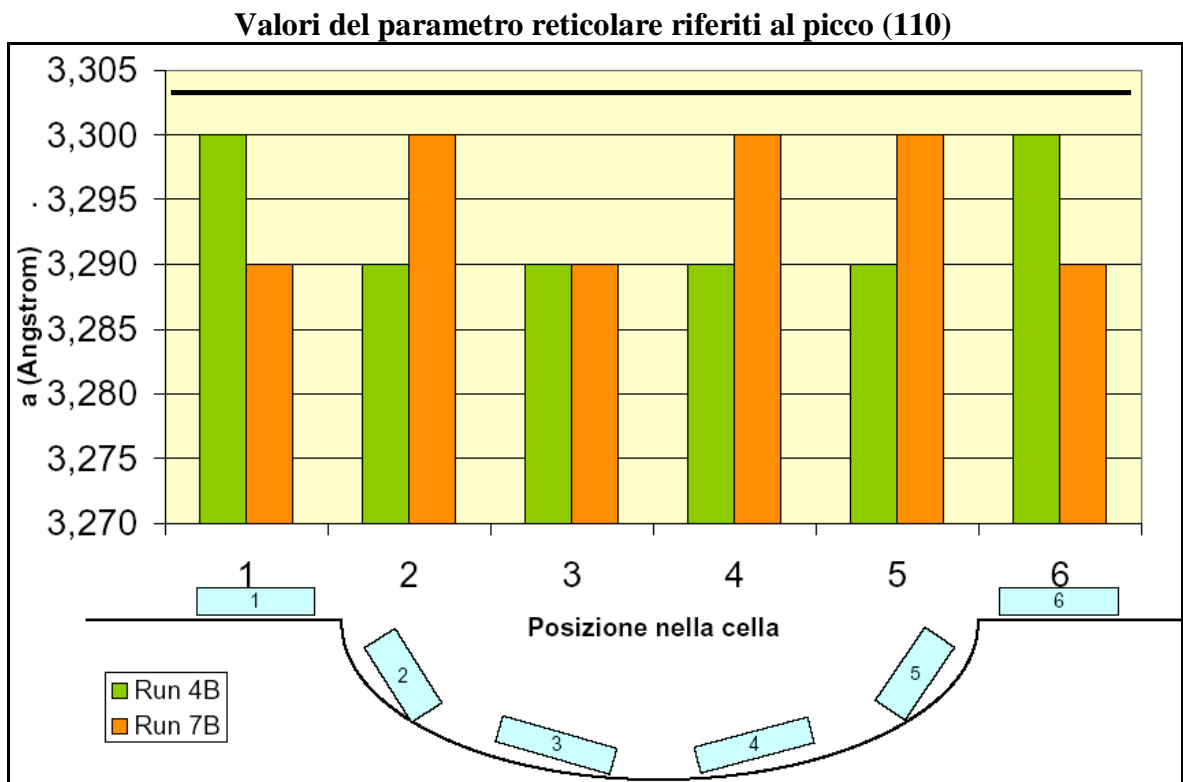


Figura 5-20: Variazione del parametro reticolare riferita al picco (110) per diverse posizioni nella cavità. Sono analizzate due deposizioni eseguite in configurazione Magnetron Cilindrico e tre deposizioni col catodo sagomato. La linea nera indica il valore del parametro reticolare del niobio massivo.

Per fornire una stima delle **dimensioni dei grani cristallini** si è utilizzata la formula di Debye – Sherrer, applicandola sul picco più intenso degli spettri di diffrazione, cioè (110), situato attorno a $2\theta = 38.5^\circ$:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\cos(q) \cdot \Delta(2q)} \quad \text{Eq. 5-15}$$

dove λ è la lunghezza d'onda della radiazione x incidente (1.5418 \AA), θ è l'angolo di diffrazione e $\Delta 2\theta$ l'ampiezza a mezza altezza (*FWHM*) del picco di diffrazione considerato. L'errore su queste misure è stato calcolato propagando l'errore sulla determinazione dell'ampiezza dei picchi, a sua volta ottenuto misurando più volte uno stesso campione e calcolando lo scarto quadratico medio dei risultati.

In Figura 5-21 sono riportate le **dimensione dei grani cristallini** per le deposizioni con **magnetron cilindrico standard** e con **catodo sagomato**, mentre in Figura 5-22 sono mostrati i risultati ottenuti per le deposizioni in configurazione **biased magnetron sputtering**.

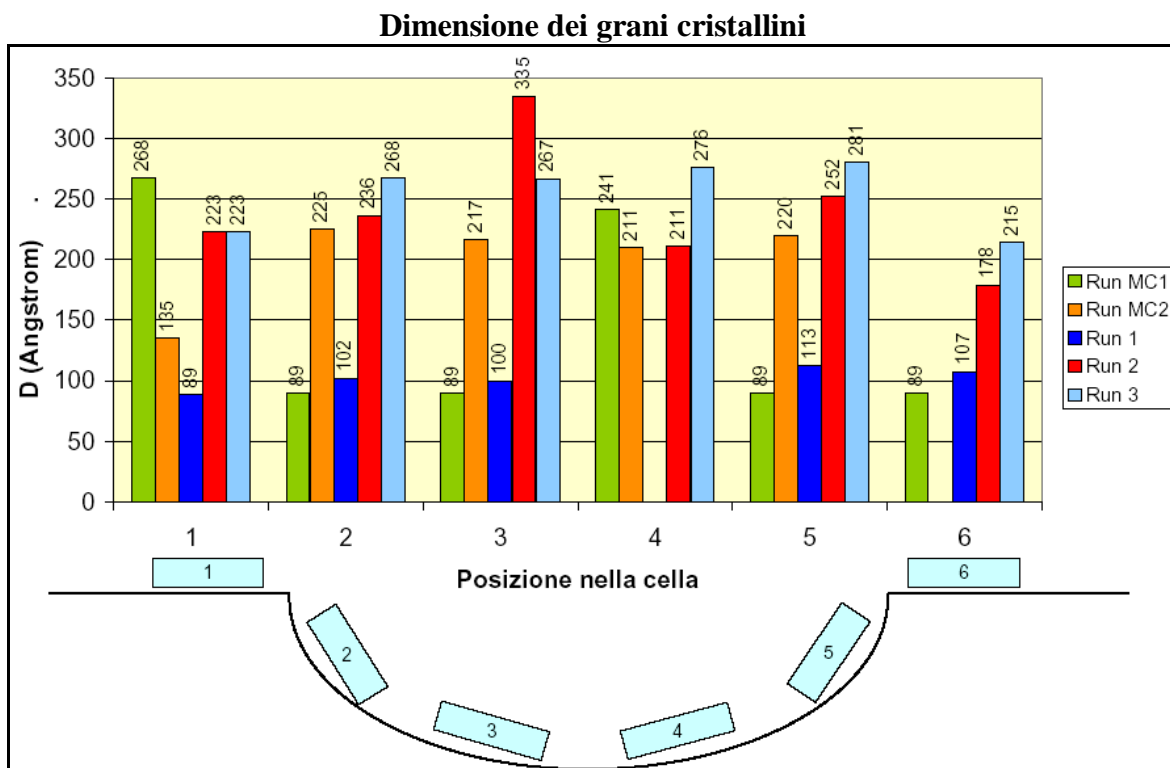


Figura 5-21: Dipendenza della dimensione dei grani cristallini riferita al picco (110) dalla posizione lungo la cavità. Sono analizzate due deposizioni eseguite in configurazione Magnetron Cilindrico e tre deposizioni col catodo sagomato.

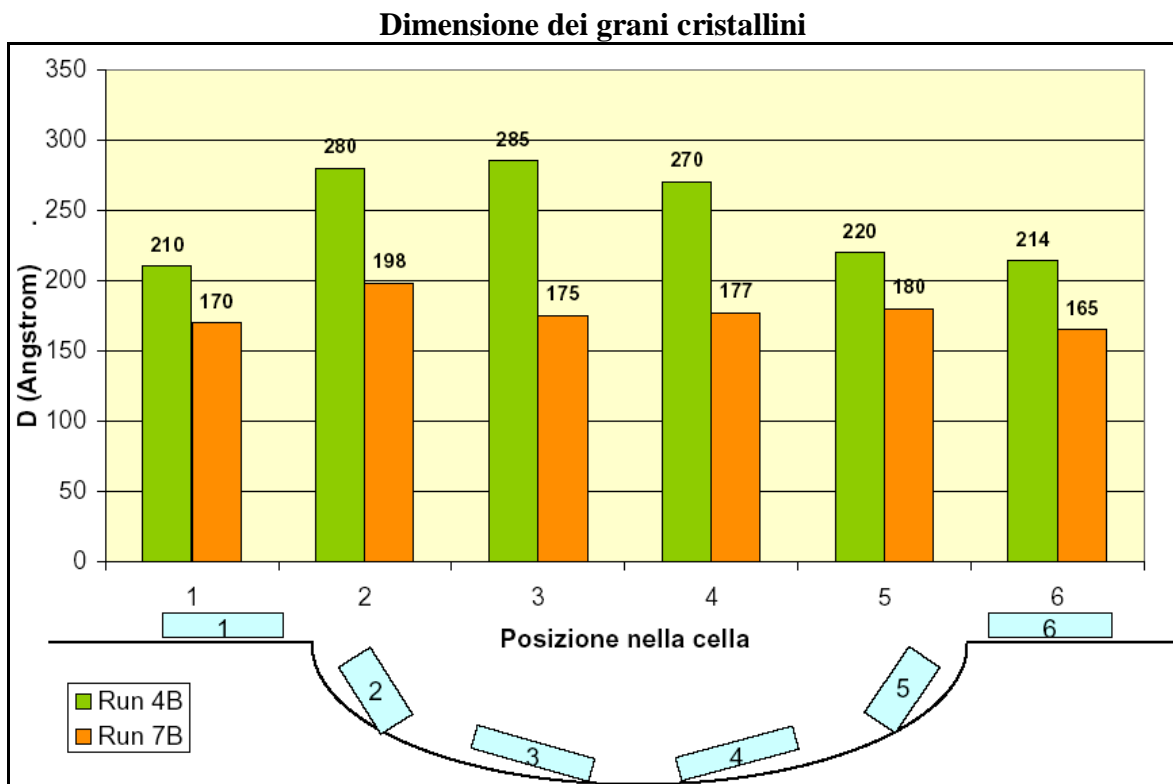


Figura 5-22: Dipendenza della dimensione dei grani cristallini riferita al picco (110) dalla posizione lungo la cavità. Sono analizzate due deposizioni eseguite in configurazione bias magnetron sputtering.

A differenza delle deposizioni eseguite in configurazione magnetron cilindrico semplice, quelle effettuate con catodo sagomato e con elettrodo a potenziale di bias hanno prodotto film con una dimensione dei grani leggermente maggiore all'interno della cella e inferiore sui cut-off.

5.2.2 Tessiture

I film di niobio depositati per *sputtering*, sono generalmente costituite da un elevato numero di cristalliti. L'ipotesi che i cristalli che compongono un materiale siano orientati con distribuzione casuale è un'approssimazione troppo restrigente, in quanto numerose cause fisiche contribuiscono ad impartire orientazioni preferenziali dei piani cristallini, che comunemente vengono indicate con il termine *tessiture*³⁸.

5.2.2.1 L'apparato sperimentale

Per verificare l'esistenza di orientamenti preferenziali dei film rispetto al substrato e determinare la loro dipendenza dalla posizione occupata nella cavità sono state effettuate

analisi di tessiture utilizzando il diffrattometro con una culla portacampioni che possa esplorare lo spazio di Eulero³⁹.

Dato un sistema di riferimento cartesiano solidale con il campione OXYZ, ed una terna di assi Oxyz solidale con un singolo grano cristallino, la relazione che intercorre tra i due sistemi è data da una rotazione Ω prodotto di tre rotazioni parziali fra loro indipendenti definite nel seguente modo:

una rotazione Ψ attorno all'asse OZ

una rotazione ϑ attorno al nuovo asse OY_1 definito dalla prima rotazione

una rotazione Φ attorno al all'asse OZ_2 definito dalle due rotazioni precedenti.

Gli angoli Ψ , ϑ , Φ sono detti *angoli di Eulero*⁴⁰.



Figura 5-23: Culla di Eulero per misure di tessiture.

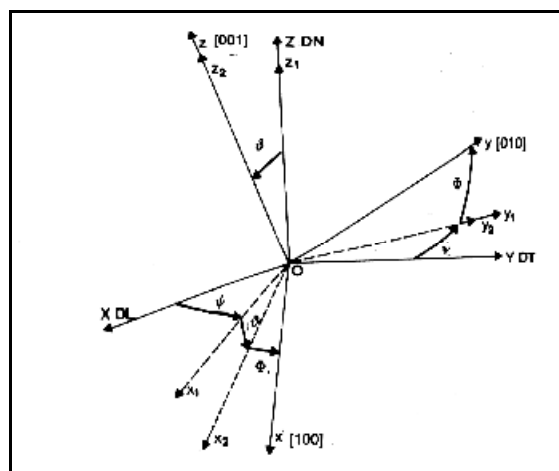


Figura 5-24: Definizione degli angoli di Eulero in un cristallo rispetto alla terna di assi di riferimento solidali con il campione.

Se si pone un campione costituito da un solo cristallo al centro della sfera di proiezione stereografica e si considerano solo i poli di un certo tipo $\{hkl\}$, si ottiene la **figura polare diretta** del grano relativa alla famiglia di piani $\{hkl\}$, rappresentata come dei punti in precise posizioni del cerchio della proiezione. Se il campione, come nel caso dei film realizzati, è costituito da un materiale policristallino, occorre sostituire ai punti che corrispondono ai poli una funzione normalizzata della densità dei poli, ottenendo così la figura polare diretta del materiale policristallino, che rappresenta l'informazione sperimentale ottenuta dal diffrattometro per la determinazione degli orientamenti preferenziali.

In una geometria di tipo θ - 2θ la perpendicolare alla superficie del campione in esame deve giacere nel piano definito dai fasci incidenti e diffratti. Per l'analisi delle tessiture sono invece necessari altri due gradi di libertà in modo che la normale al campione possa assumere tutte le posizioni nello spazio e di conseguenza ogni cristallite si trovi in condizione di riflettere la radiazione X incidente; l'intensità della radiazione diffratta sarà proporzionale al numero di cristalli con un particolare piano in posizione di riflessione. Questa configurazione geometrica è ottenuta montando sul normale cerchio θ - 2θ la culla di Eulero che supporta altri due cerchi: uno per la rotazione di un angolo Φ attorno alla normale alla superficie del campione e un secondo per la rotazione Ψ attorno ad un asse parallelo alla superficie del campione (*tilting*); nello specifico Φ varia da 0° a 360° mentre Ψ va da 0° a 90° .

La misura viene condotta in **riflessione** (sorgente e rivelatore si trovano dallo stesso lato rispetto alla superficie del campione) secondo lo schema seguente:

1. Con una breve scansione di tipo θ - 2θ si identifica l'esatta posizione del picco (110) del niobio per il campione in esame che nel materiale massivo e privo di stress è a $2\theta = 38.503^\circ$ mentre nei film può essere leggermente spostato a causa di fenomeni di stress o errori indotti dalla non perfetta planarità del campione o dal montaggio non esattamente orizzontale sul portacampioni.
2. Si posizionano sorgente e rivelatore in modo che il campione sia in condizione di riflessione per il picco (110), da ora in poi l'angolo 2θ non verrà più variato per tutta la durata della misura.
3. Inizia la scansione per esaminare le tessiture: l'angolo Φ viene variato in modo continuo da 0° a 360° .

4. Dopo una rotazione completa di Φ , il campione viene inclinato di $\Psi = 5^\circ$ e si effettua una nuova scansione completa di Φ .
5. La misura procede in questo modo finché Ψ non vale 90° , a questo punto l'analisi è completa.

Il sistema memorizza i conteggi del rivelatore per ogni coppia di coordinate (Φ, Ψ) e le restituisce rappresentati in una figura polare in cui Ψ è definito come la lunghezza di un vettore con l'origine nel cerchio di proiezione, Φ è l'angolo che tale vettore fa con l'asse orizzontale e l'intensità è riportata come curve di diversi colori che collegano fra loro i punti corrispondenti ad un ugual numero di conteggi.

5.2.2.2 Risultati ottenuti

L'analisi tessiturale fornisce uno strumento di indagine molto potente sulla dinamica di crescita di un film sottile, in quanto può rivelare le orientazioni preferenziali dei grani causate dalle condizioni di deposizione. Nella figura polare i punti corrispondenti ad uno stesso numero di conteggi, cioè alla stessa quantità di piani cristallini che sono in posizione di riflessione, sono collegati fra loro da curve di livello; in un film cresciuto senza orientazioni preferenziali le linee a intensità costante sono rappresentate come cerchi concentrici perché non sono presenti direzioni parallele alla superficie del campione in cui si osserva un incremento del numero di piani posti in riflessione. L'inclinazione preferenziale dei piani cristallini rispetto alla superficie del campione è invece descritta dalla posizione del massimo di conteggi sul raggio del cerchio di proiezione, cioè sulla coordinata Ψ : se il massimo è posto nel centro della figura, la maggior parte dei grani è orientata parallelamente alla superficie, uno spostamento lungo il raggio indica che la crescita dei grani procede con una certa inclinazione rispetto alla superficie.

La Tabella 5-3 fornisce un riepilogo delle posizioni dei massimi di intensità e conferma le informazioni ricavate dai grafici polari. Il RUN B7 in particolare è quello che presenta i massimi di diffrazione ad angoli inferiori a 5° .





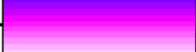
	Intensity	Colour
1	2718.848	
2	4926.937	
3	7135.025	
4	9343.113	
5	11551.202	

Figura 5-25: Legenda per l'interpretazione dei grafici polari di Figura 5-26 e Figura 5-27: i colori indicano i numeri di conteggi registrati.

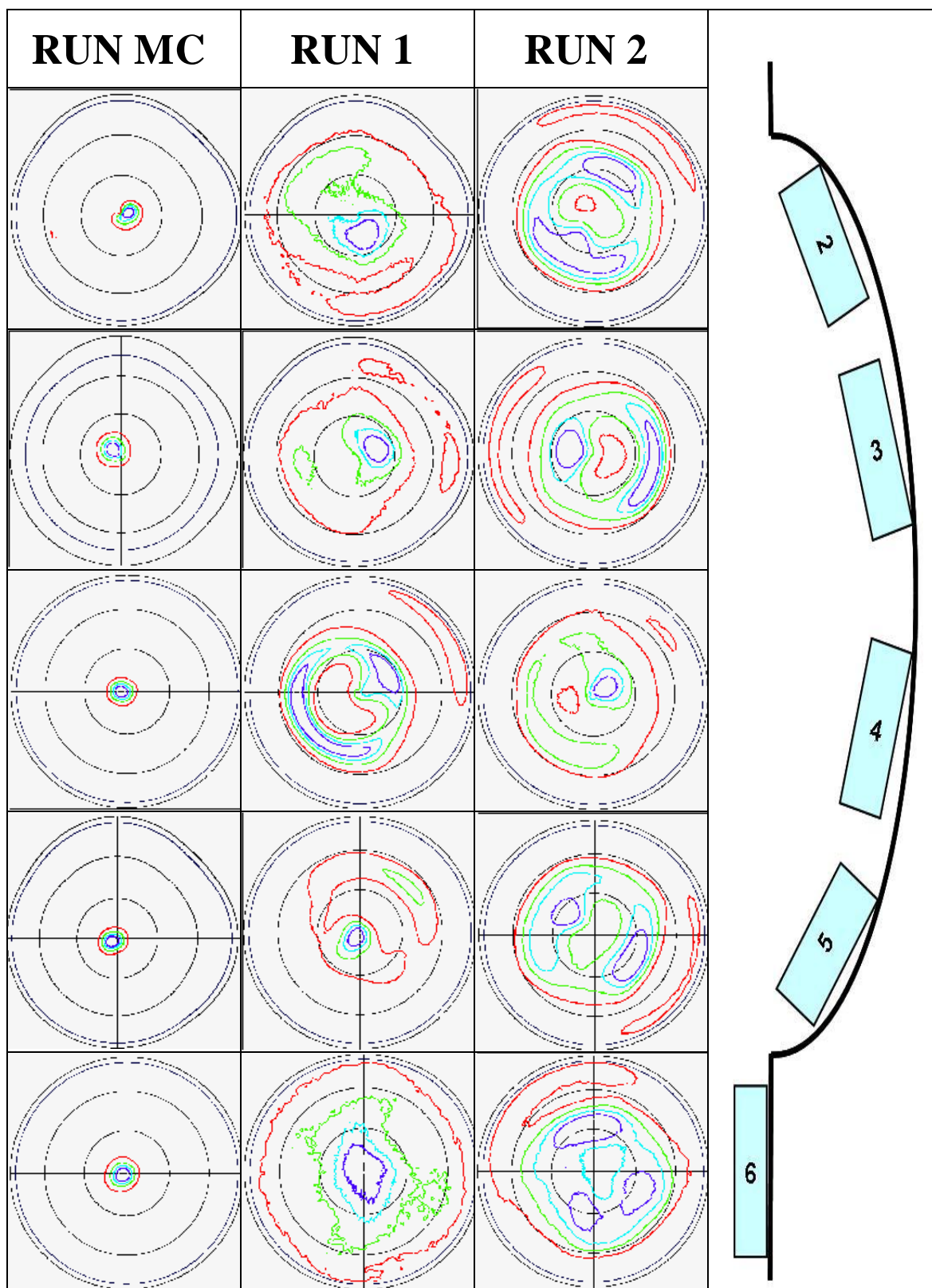


Figura 5-26: Grafici polari delle tessiture per diverse posizioni dei campioni e diversi RUN. Le linee colorate indicano il numero di conteggi (si veda **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.**) in funzione dell'angolo Ψ ovvero la distanza rispetto all'origine degli assi. Con RUN MC è indicata la deposizione effettuata con Magnetron Cilindrico

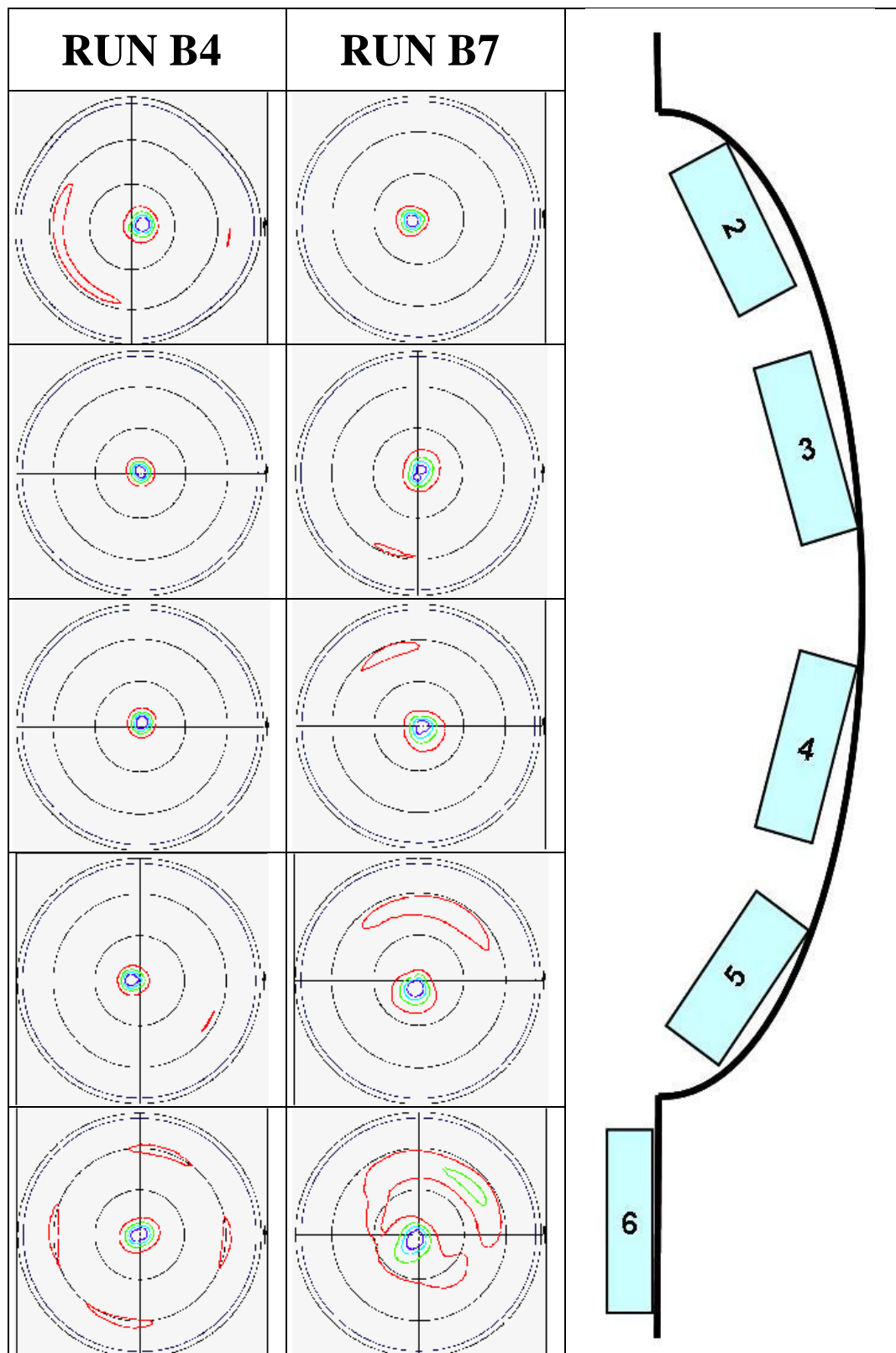


Figura 5-27: Grafici polari delle tessiture per diverse posizioni dei campioni e diversi RUN. Le linee colorate indicano il numero di conteggi (si veda **Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.**) in funzione dell'angolo Ψ ovvero la distanza rispetto all'origine degli assi.

Figura 5-26 e Figura 5-27 mostrano le **tessiture** di film di niobio sui campioni fissati in posizioni diverse della cavità. La deposizione eseguita con **magnetron cilindrico standard** ha prodotto film con grani orientati parallelamente alla superficie, mentre le deposizioni eseguite con il **catodo sagomato** mostrano delle direzioni di crescita inclinate rispetto alla superficie. Si nota la comparsa di tessiture anche lungo l'angolo Φ che deformano i cerchi delle curve di livello: l'inclinazione preferenziale dei piani cristallini, sebbene ancora riconoscibile, tende ad essere mascherata dal rumore di fondo. I due RUN eseguiti in configurazione **bias magnetron sputtering** invece presentano direzioni di crescita parallele alla normale.

Osservando i grafici di RRR e l'andamento delle tessiture relativamente alle varie deposizioni, si può notare che i valori più elevati di RRR si misurano per quei campioni che presentano il piano (110) parallelo alla superficie del substrato. Via via che il grado di amorfizzazione del film aumenta, i valori di RRR decrescono.

	Standard	Sagomato		Biased	
	RUN MC	RUN 1	RUN 2	RUN B4	RUN B7
Iride superiore	$\Psi: 5.0^\circ$	$\Psi: 15.0^\circ$	$\Psi: 32.5^\circ$	$\Psi: 0.0^\circ$	$\Psi: 5.0^\circ$
Equatore superiore	$\Psi: 7.5^\circ$	$\Psi: 17.5^\circ$	$\Psi: 15.9^\circ$	$\Psi: 15.0^\circ$	$\Psi: 0.0^\circ$
Equatore inferiore	$\Psi: 5.0^\circ$	$\Psi: 45.0^\circ$	$\Psi: 5.0^\circ$	$\Psi: 17.5^\circ$	$\Psi: 0.0^\circ$
Iride inferiore	$\Psi: 5.0^\circ$	$\Psi: 2.5^\circ$	$\Psi: 32.5^\circ$	$\Psi: 5.0^\circ$	$\Psi: 5.0^\circ$
Cut-off inferiore	$\Psi: 2.5^\circ$	$\Psi: 0.0^\circ$	$\Psi: 32.5^\circ$	$\Psi: 5.0^\circ$	$\Psi: 2.5^\circ$

Tabella 5-3: Posizione del massimo di intensità del raggio diffratto per diverse posizioni dei campioni depositati e per differenti RUN. Con RUN MC è indicata la deposizione effettuata con Magnetron Cilindrico

La struttura cristallina influenza le proprietà superconduttive del film, in particolare la presenza di bordi di grano aumenta la resistività residua diminuendo di conseguenza RRR. E' ragionevole ipotizzare che la direzione favorita per il trasporto di

cariche, cioè quella con minore resistenza elettrica, sia quella parallela ai piani cristallografici (110). La resistenza assumerà il valore minore quando i piani a massimo impaccamento crescono paralleli alla superficie del substrato e aumenterà progressivamente mano a mano che il film diventa più amorfo.

5.3 Misura degli spessori

5.3.1 Apparato sperimentale

Per verificare lo spessore dei film depositati è stato utilizzato un profilometro della Tencor Instrument: Alpha-Step 200. Lo strumento è costituito da una punta di diamante che scorre sul campione da misurare premendo su di esso con una forza costante (7 mg), le asperità della superficie si riflettono in un movimento verticale della punta, che viene misurato e mostrato su un grafico. Il campione da misurare deve essere piano e sufficientemente duro da non venire scalfito dalla punta, inoltre deve avere una zona non depositata in modo tale da poter misurare la differenza di altezza tra questa e la zona rivestita dal film. La scansione va sempre effettuata passando dalla zona depositata a quella senza film perché nella direzione opposta la punta può incidere il ricoprimento danneggiandolo e falsando la misura.



Figura 5-28 Profilometro *Alpha Step 200*.

5.3.2 Risultati ottenuti

La Figura 5-29 mostra gli **spessori** dei campioni ottenuti dalla configurazione magnetron cilindrico standard e dalle tre configurazioni con catodo sagomato (RUN 1, 2 e 3). L'analisi degli spessori dei film ottenuti col **catodo sagomato** rivela una velocità di deposizione in corrispondenza dell'equatore di circa 100 nm/min, molto simile alla deposition rate del magnetron cilindrico. Questo risultato era prevedibile, avendo eseguito le deposizioni impostando una corrente costante sugli alimentatori. La deposizione eseguita col **magnetron cilindrico standard** produce uno spessore del film omogeneo. Ciò non avviene per il RUN 1 a causa del fatto che la deposizione per un cortocircuito.

Per quanto riguarda i RUN 2 e 3 si può notare che lo spessore dei film sui cut-off è molto basso perché la deposizione è avvenuta lasciando il magnete in posizione equatoriale. Il RUN 3 tuttavia sembra aver prodotto un profilo di spessori più omogeneo a causa dell'aggiunta delle wings alle estremità del catodo.

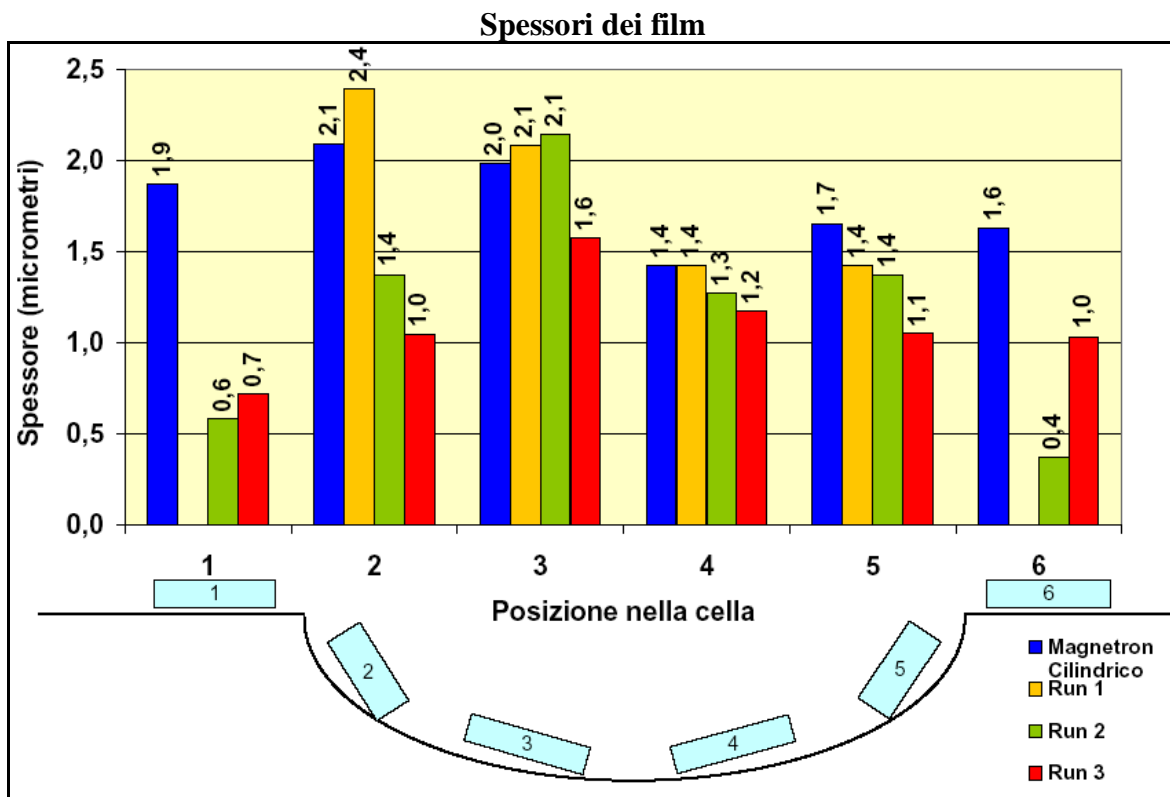


Figura 5-29: Andamento dello spessore del film di niobio in diverse posizioni per una deposizione effettuata in configurazione magnetron cilindrico e per le deposizioni col catodo sagomato.

In Figura 5-30 sono raccolti gli spessori misurati per quattro deposizioni effettuate con diverse **configurazioni bias magnetron sputtering**. Il RUN B4 ha prodotto dei film di spessore minore rispetto al RUN MC: sebbene i parametri di deposizione rimangono

invariati, la rete di titanio ha intercettato parte del materiale emesso determinando una complessiva diminuzione del rate di sputtering. Il RUN B9 mostra spessori maggiori a causa dell'utilizzo del pulsatore e perché le barre di acciaio possiedono un'area minore e quindi intercettano meno atomi. Con il RUN B10 si è raggiunta una buona omogeneità degli spessori e successivamente i tempi di deposizione sono stati aumentati perché lo spessore superi 1,5 micrometri lungo tutta la lunghezza della cavità. Il RUN B11 invece mostra uno spessore molto maggiore sui cut-off a causa dell'aumento dei tempi di deposizione e della potenza applicata agli alimentatori.

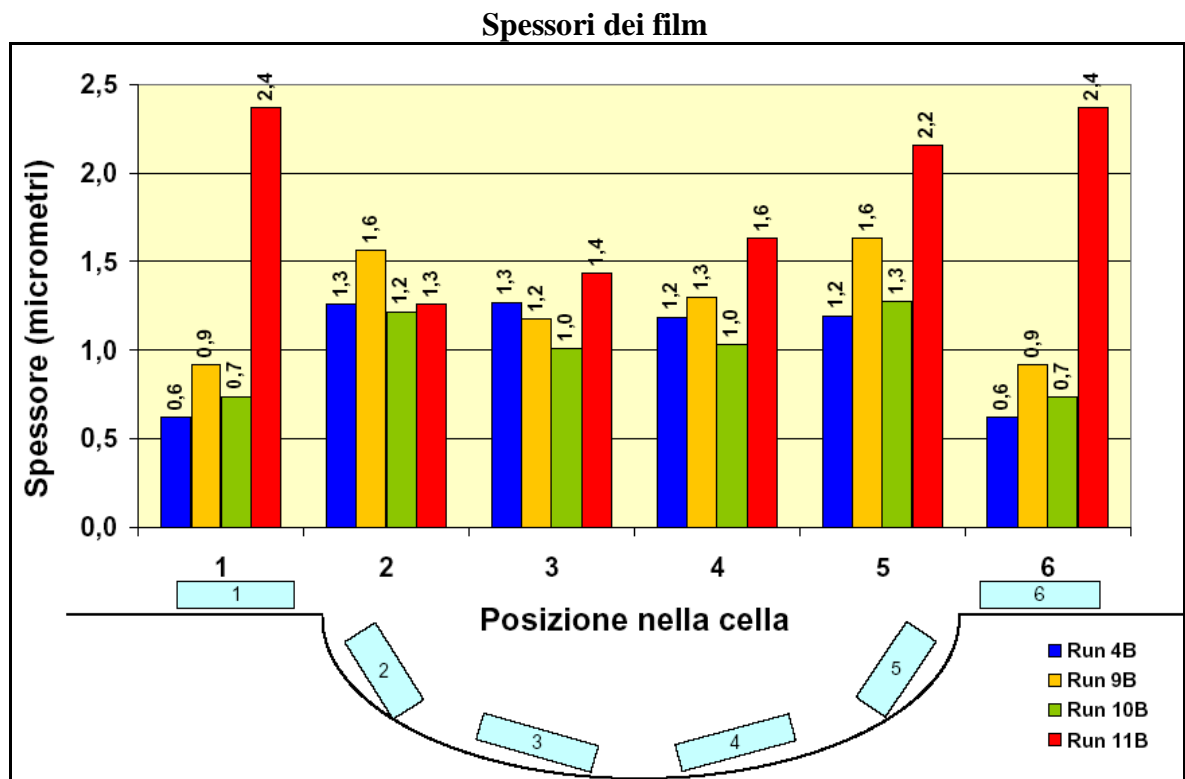


Figura 5-30: Andamento dello spessore del film di niobio in diverse posizioni per quattro deposizioni effettuate in configurazione bias magnetron.

5.4 Comparazione dei risultati

Lo scopo del lavoro è ricavare i parametri di deposizione ottimali per il ricoprimento di cavità di rame con film di niobio. Le deposizioni di prova sono state effettuate su campioni di quarzo principalmente per poter misurare l'RRR: solo su campioni isolanti è possibile infatti misurare la resistenza effettiva del film. Da precedenti studi³⁶ emerge che i film di niobio presentano:

- uno stress di tipo tensile se cresciuti su rame (parametro reticolare misurato lungo (110) maggiore di quello del niobio bulk);

- uno stress di tipo compressivo se cresciuti su substrati di quarzo (parametro reticolare misurato lungo (110) minore di quello del niobio bulk).

E' lecito supporre che il valore di RRR del film di niobio tuttavia sia uguale se la deposizione avviene su rame o su quarzo in quanto la resistenza superficiale dipende in prima approssimazione solo dalle impurezze e al secondo ordine dal parametro reticolare di crescita. Analisi di campioni tramite il diffrattometro hanno inoltre confermato che la dimensione dei grani cristallini dei film di niobio depositati su rame sia di circa 20-30 micrometri, paragonabile dunque alle dimensioni misurate per i campioni di quarzo.

Le analisi effettuate sui campioni di quarzo ci forniscono dunque preziose informazioni preliminari riguardo la qualità dei film depositati dentro le cavità. Per conoscere l'effettiva efficacia delle configurazioni adottate è tuttavia necessario compiere delle misurazioni in radiofrequenza delle cavità a 4,2 o 1,8 K.

Confrontando per i medesimi campioni i risultati di RRR ottenuti tramite l'uso del PPMS con quelli calcolati a partire dalla resistenza misurata a 77 K, emerge che il 60% dei valori differisce a meno di una unità, mentre la differenza massima è pari a tre. L'errore calcolato per propagazione dell'errore strumentale nella lettura della tensione è dunque sovrastimato: probabilmente l'errore nella lettura della tensione per mezzo del nanovoltmetro è inferiore di quanto ipotizzato.

Questo testimonia l'attendibilità del metodo di misura utilizzato; in particolare la misura della resistenza a 77 K, essendo molto più rapida della misura tramite PPMS, soddisfa il bisogno di misurare un grande numero di campioni in breve tempo e con una sufficiente accuratezza.

Una lettura incrociata degli spessori e dei valori di RRR rivela anche che spessori elevati dei film possiedono valori di RRR più alti. L'obiettivo da raggiungere è tuttavia quello di poter depositare film di elevata purezza ma di spessore minimo in modo da evitare che il film si stacchi per tensioni interne e per eseguire deposizioni più rapide e meno costose. Inoltre è necessario che i film di niobio su rame siano sottili per favorire la dissipazione termica in prossimità di eventuali difetti.

Tutti i campioni che presentano una T_c inferiore a 9.25 K sono da considerarsi non idonei a ricoprire le cavità perché le perdite nell'efficienza della cavità dipendono esponenzialmente dalla temperatura di transizione. I campioni non idonei sono quelli depositati tramite il magnetron cilindrico con catodo sagomato: la qualità dei film è compromessa perché l'anello di niobio utilizzato in queste deposizioni è contaminata a causa delle lavorazioni meccaniche cui è stato soggetto. Da precedenti studi³⁶ emerge che

sono necessarie almeno dieci deposizioni complete e senza sviluppo di contaminanti per ottenere film di qualità massima. Analogamente i risultati ottenuti per le deposizioni effettuate con la configurazione bias dimostrano che le caratteristiche del film sono molto sensibili ai contaminanti come quelli che si sono liberati in camera a causa della fusione delle griglie di bias in alcuni run.

A parità di spessore e di parametri adottati i film depositi in configurazione bias magnetron sputtering con corrente pulsata mostrano un valore di RRR superiore rispetto ai film ottenuti con il catodo sagomato.

Capitolo 6

Configurazione biased sputtering ad area catodica estesa

6.1 Gli studi effettuati

A seguito delle deposizioni effettuate col catodo sagomato e con l'utilizzo della griglia di bias è emersa la necessità di ideare un catodo che riunisca in se le caratteristiche positive di entrambe le configurazioni.

Per prima cosa si è studiata una configurazione bias diode sputtering molto semplice, costituita da tre elettrodi piani, per capire se sia possibile godere dei benefici della tecnica bias senza posizionare la griglia tra catodo e substrato. In particolare posizionare la griglia dietro il catodo permetterebbe di eliminare i problemi di ombreggiatura e avvicinare il catodo al substrato.

Lo schema del sistema è quello in Figura 6-1; gli elettrodi sono lastrine di niobio 60-30mm e spessi 2mm. Il plasma formatosi è stato fotografato variando sistematicamente i parametri di deposizione e le distanze tra gli elettrodi catodo e bias (B) come descritto in Tabella 6-1.

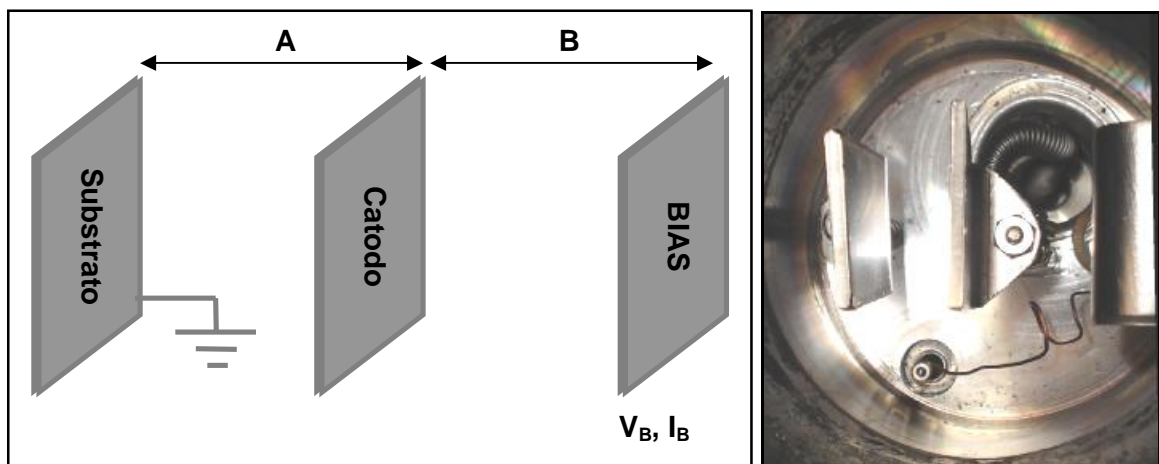


Figura 6-1: A sinistra schema del sistema utilizzato per studiare gli effetti delle distanze A e B sulla glow discharge, a destra foto dall'alto delle piastre montate nel sistema da vuoto.

A (mm)	B (mm)	p (mbar)	V_{bias} (V)
20	20	1	0
20	20	1	50
20	20	1	100
20	20	0,1	0
20	20	0,1	50
20	20	0,1	100
20	12	1	0
20	12	1	50
20	12	1	100
20	12	0,1	0
20	12	0,1	50
20	12	0,1	100

Tabella 6-1: Riepilogo dei parametri utilizzati durante le deposizioni bias diode sputtering di prova.

Si è riscontrato che all'aumentare della tensione di bias da 0 a 150V si ha un notevole aumento dell'intensità luminosa del plasma in prossimità del substrato anche se l'anodo non viene collocato tra catodo e substrato (Figura 6-4).

Le Figura 6-2 e Figura 6-3 mostrano le fotografie del sistema scattate dall'alto durante lo sputtering. Le foto sono state effettuate mantenendo costanti il tempo di esposizione, l'apertura del diaframma e la sensibilità. Le pressioni ottimali di esercizio per questo sistema sono da 10^{-1} a 1 mbar.

Questo effetto positivo del bias sembra aver luogo sia quando il catodo è equidistante da substrato e da elettrodo di bias (A=B=20 mm) sia quando il catodo è più vicino al bias che al substrato (A=20, B=12 mm) a parità di distanza catodo-substrato.

L'applicazione di due bobine esterne che producono un campo magnetico centrale di circa 200G parallelamente agli elettrodi garantisce un aumento del rate di sputtering di un fattore due.

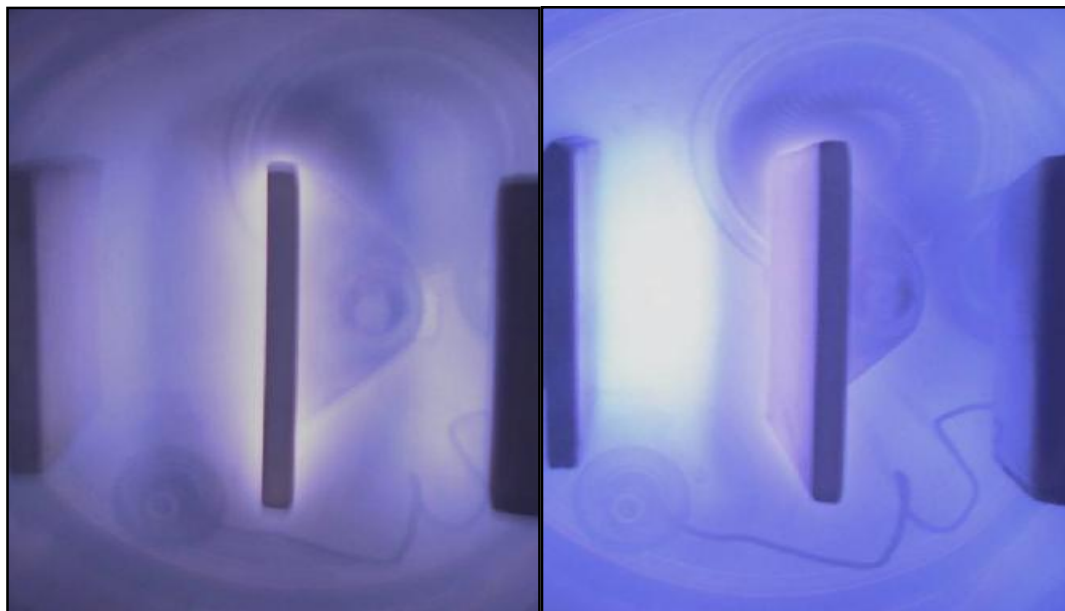


Figura 6-2 Sistema bias diode sputtering: nelle due foto il catodo è quello centrale, l'elettrodo di bias quello a destra, $A=B=20\text{mm}$. La pressione è 10^{-1} mbar, a sinistra con tensione nulla all'elettrodo di bias, a destra con tensione 120 V.

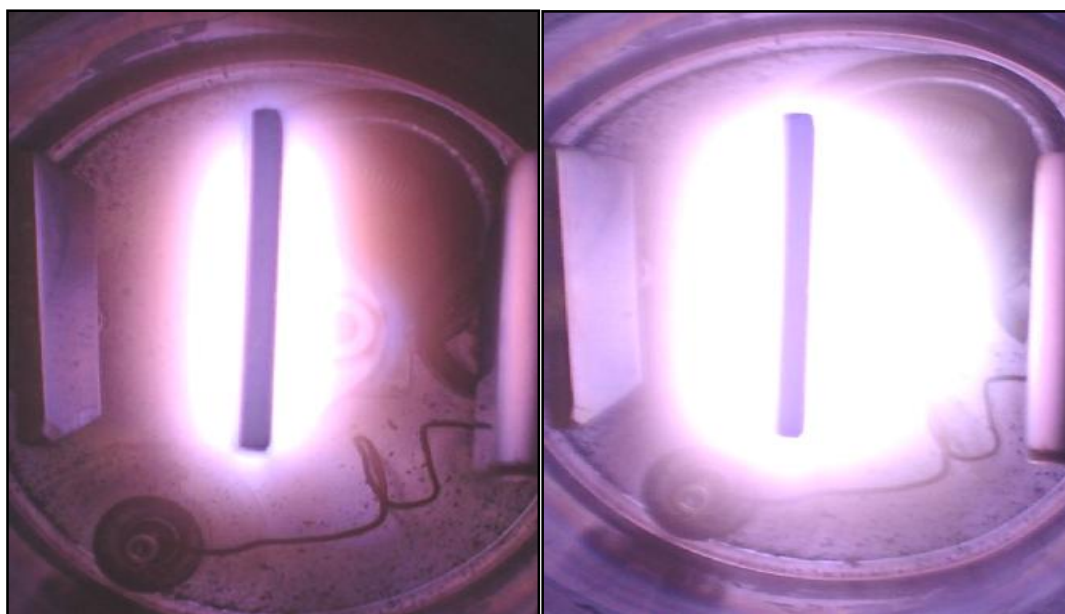


Figura 6-3: Sistema bias diode sputtering: nelle due foto il catodo è quello centrale, l'elettrodo di bias quello a destra, $A=B=20\text{mm}$. La pressione è 1 mbar, a sinistra con tensione nulla all'elettrodo di bias, a destra con tensione 120 V.

6.2 Progettazione

I risultati ottenuti dalle prove eseguite hanno consentito di dare il via alla fase di progettazione di una catodo che riassume in se le seguenti caratteristiche:

- un elettrodo a potenziale positivo che consenta il respattering del film in crescita;

- una superficie che segua la forma della cavità e quindi favorisca la deposizione con direzione di incidenza ortogonale lungo tutta la superficie;
- una larga area di sputtering esposta al substrato che garantisca un alto sputtering rate.

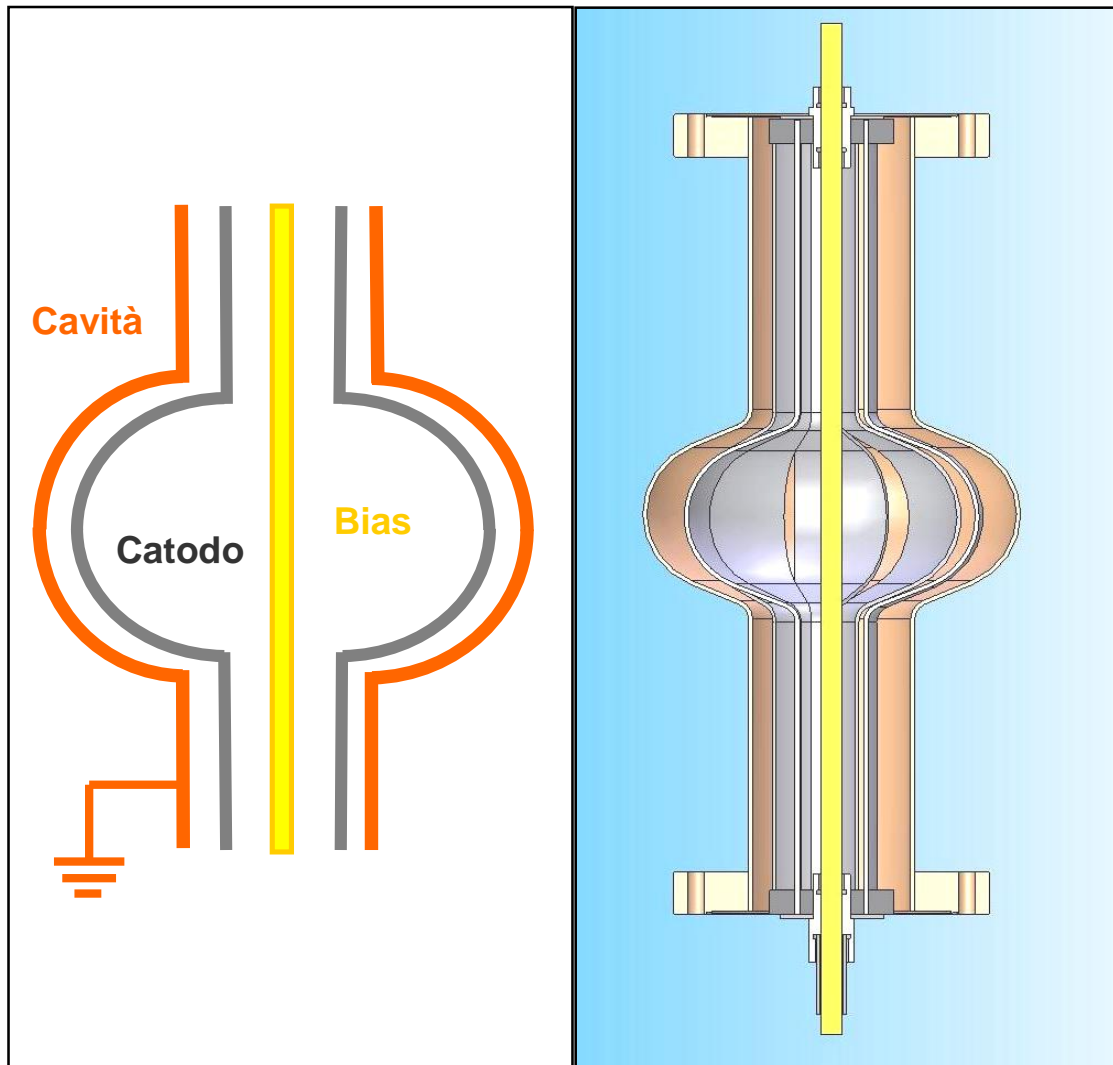


Figura 6-4: A sinistra schema della configurazione con elettrodo di bias interno, a destra sezione del progetto. L'elettrodo di bias è evidenziato in giallo in entrambi i disegni.

Questa nuova configurazione nasce dall'idea di utilizzare come catodo una cavità 1,5 GHz tagliata a spicchi. La cavità è stata tagliata ad elettroerosione in 12 spicchi ma ne sono stati assemblati solo 8, sostenuti da un sistema di supporti e isolatori.

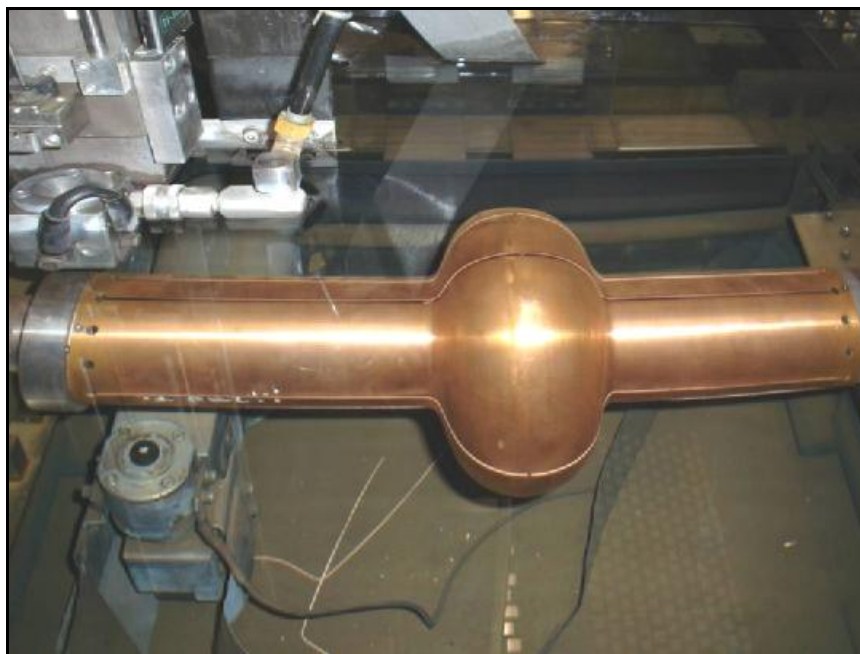


Figura 6-5: Foto della cavità di rame montata sul sistema di elettroerosione per essere tagliata a spicchi.

La scelta del numero di spicchi fa sì che le dimensioni siano compatibili con le dimensioni della cavità esterna e combinino un'estesa area catodica, la minima sovrapposizione tra gli spicchi e una relativa facilità di inserimento. L'elettrodo di bias non è interposto tra catodo e substrato, ma passa dentro al target (Figura 6-4).

Il primo prototipo è interamente in rame e si prevede di effettuare il test di sputtering entro la fine dell'anno.

I test saranno mirati a determinare i parametri di deposizione ottimali e l'omogeneità della deposizione lungo la direzione assiale e circolare della cavità. Quest'ultima direzione è critica perché le parti appuntite del catodo come gli spigoli per un fenomeno noto come potere dispersivo delle punte tendono a concentrare maggiormente le cariche ed aumentare localmente lo sputtering rate. Andrà valutato se la disomogeneità del film sia tale da compromettere le prestazioni della cavità.

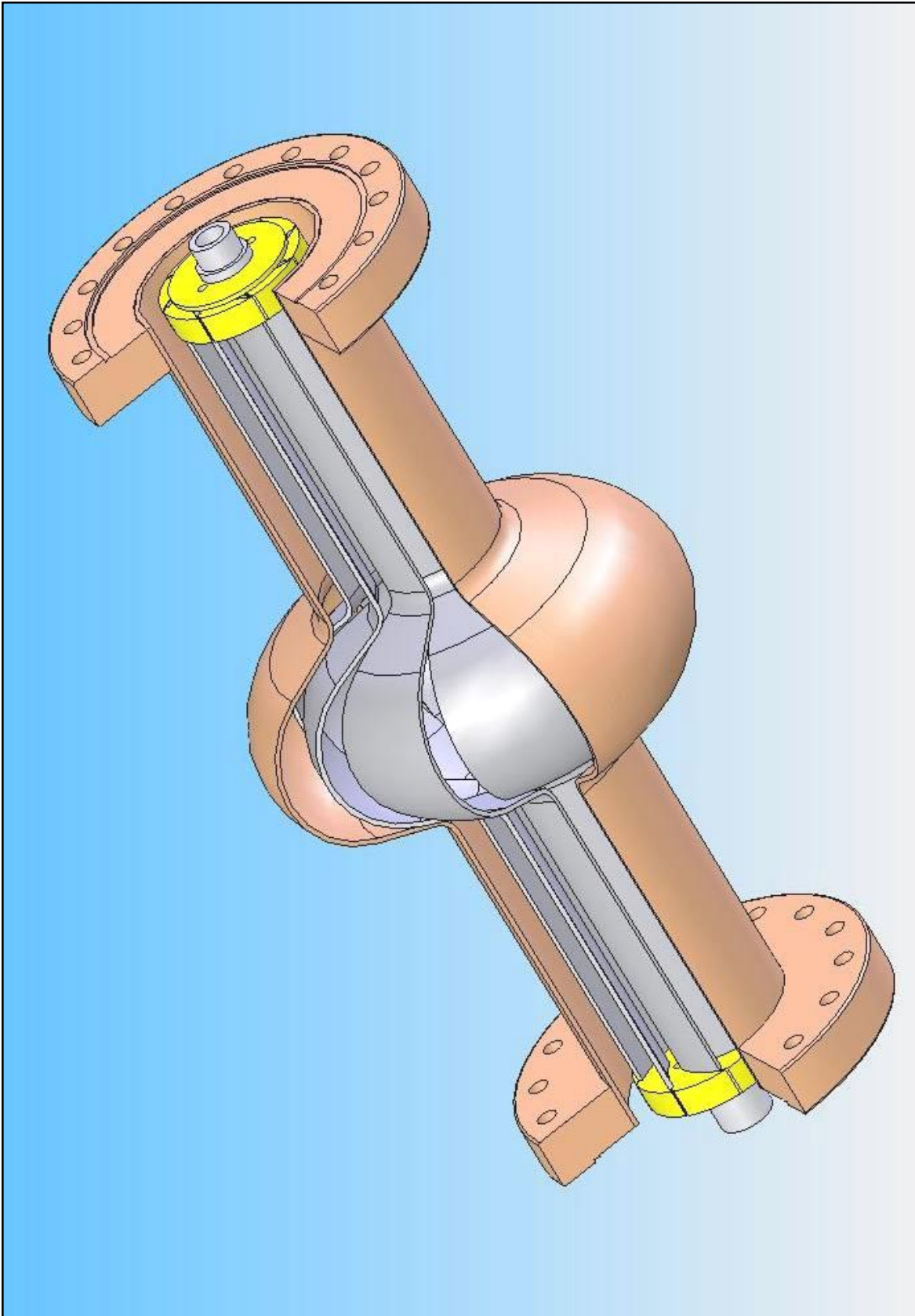


Figura 6-6: Disegno del catodo a 8 spicchi inserito nella cavità di rame da depositare.

Conclusioni

In questo lavoro di tesi sono stati studiati diversi approcci per migliorare le qualità dei film sottili di niobio su rame:

- migliorando lo sputtering rate tramite la costruzione di magnetron planari ad alto rate di sputtering;
- favorendo una direzione di incidenza degli atomi ortogonale rispetto al substrato;
- promuovendo un bombardamento ionico del film in crescita;
- aumentando l'efficienza di ionizzazione del magnetron.

Successivamente si sono progettate, costruite e testate diverse configurazioni da sputtering:

- catodo sagomato;
- griglia a potenziale di bias;
- griglia a potenziale di bias e catodo alimentato in corrente pulsata.

In particolare la messa a punto del sistema con la griglia a bias e la determinazione dei parametri ottimali ha richiesto un gran numero di tentativi e di deposizioni successive.

La validità delle procedure e delle configurazioni da sputtering adottate è stata verificata caratterizzando i film dal punto di vista delle proprietà elettriche superconduttive e delle proprietà microstrutturali.

Le analisi sui film hanno mostrato risultati differenti a seconda della tecnica di deposizione; analizzando nel dettaglio il comportamento dei film ottenuti risulta che:

- le migliori proprietà elettriche si ottengono per le deposizioni effettuate in configurazione bias magnetron sputtering e catodo alimentato in corrente pulsata (RRR 11 nella cella, 20 sui cut-off). Molti campioni ottenuti prima dell'implementazione del sistema biased o ottenuti col catodo sagomato presentano invece un RRR inferiore a 8 e quindi insufficiente per ottenere cavità risonanti superconduttive con fattore di merito superiore a 10^9 .
- Dallo studio della T_c si osserva che i campioni che presentano temperatura di transizione superiore a quella del niobio bulk presentano anche valori di RRR più alti. Dall'analisi diffrattometrica dei campioni emerge che tutti i film sono cresciuti in condizione di stress compressivo lungo il piano (110) e presentano cristalli di dimensioni comprese tra 20 e 30 nm.

-
- Dallo studio delle analisi tessiturali risulta che le deposizioni effettuate col catodo sagomato presentano una struttura microstrutturale tendenzialmente amorfa, mentre i film ottenuti con la configurazione biased magnetron sputtering presentano una direzione di crescita dei cristalli orientata parallelamente alla normale alla superficie del substrato.
 - Due cavità 1,5 GHz di rame sono state depositate durante i test sulle varie configurazioni; entrambe sono state ottenute tramite una configurazione biased magnetron cilindrico con griglia in acciaio, ma per la seconda si è utilizzato un pulsatore per aumentare l'efficienza di ionizzazione del magnetron. Le due cavità sono in procinto di essere misurate presso il laboratorio di superconduttività dei Laboratori Nazionali di Legnaro.

Dai risultati ottenuti emergono le linee di sviluppo da perseguire:

- Migliori proprietà dei film possono essere ottenute cercando di abbassare la presenza di impurezze in camera per mezzo di una pompa getter.
- Ulteriori studi vanno effettuati sulle configurazioni testate, in particolare possono essere intensificate e continuate le deposizioni in configurazione biased magnetron sputtering. Considerati i buoni risultati ottenuti con l'utilizzo del pulsatore, l'utilizzo di alimentatori RF potrebbero migliorare ulteriormente le proprietà dei film.
- Utilizzando la configurazione bias ad area catodica estesa si suppone ottenere film dalle qualità omogenee.

Appendice

Poisson Superfish è una collezione di programmi per calcolare campi elettrici e magnetici statici e campi elettromagnetici RF sia in coordinate cartesiane 2D sia in coordinate di simmetria cilindrica. Il programma genera una maglia triangolare che si adatta nel contorno di materiali diversi dalle differenti geometrie.

Segue un esempio di listato per la simulazione del campo magnetico generato da un magnete toroidale di NdFeB di diametro esterno 63,5 mm e interno 30 mm

```
Dirichlet boundary at Z = 0
```

```
&reg kprob=0,dx=0.5,mode=0,
```

```
- indicazioni sulla larghezza della maglia e quindi sulla precisione della simulazione -
```

```
kmax=150,
```

```
lmax=150,
```

```
- definizione della simmetria (cilindrica) -
```

```
icylin=1,
```

```
- definizione delle condizioni al contorno -
```

```
nbslo=0, nbsup=0, nbsrt=0, nbslf=0, ktype=1
```

```
- coordinate della retta lungo la quale calcola i valori di campo magnetico -
```

```
YMINF=5.5 XMAXF=14 &
```

```
- limiti della zona di calcolo -
```

```
; air-zone
```

```
&po x= 0.00,y= 15.00 &
```

```
&po x= 0.00,y=35.0 &
```

```
&po x= 20.0,y=35.0 &
```

```
&po x= 20.0,y=15.0 &
```

```
&po x= 0.00,y= 15.00 &
```

```
- coordinate del primo magnete -
```

```
; Magnet
```

```
&reg mat=7,mshape=1,mtid=1 &
```

```
&po x=2.7,y=24 &
```

```
&po x=2.7,y=26 &
```

```
&po x=3.2,y=26 &
```

```
&po x=3.2,y=24 &
```

```
&po x=2.7,y=24 &
```

```
- coordinate del secondo magnete -
```

```
; Dentro
```

```
&reg mat=8,mshape=1,mtid=1 &
```

```
&po x=2.7,y=22 &
```

```
&po x=2.7,y=28 &
```

```
&po x=0.6,y=28 &  
&po x=0.6,y=22 &  
&po x=2.7,y=22 &
```

```
- parametri identificativi di ogni materiale e della sua magnetizzazione  
-
```

```
; NdFeB  
&mt mtid=1,  
aeasy=90, gamper=1,  
hcept=-11500,bcept=12400 &
```

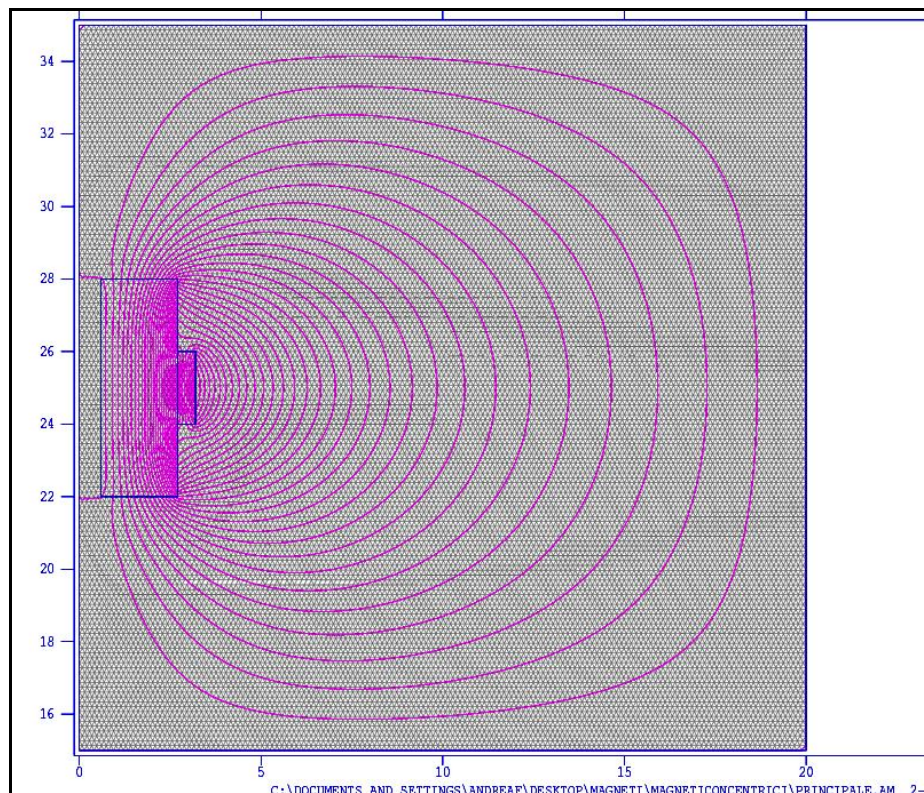
```
; NdFeB  
&mt mtid=2,  
aeasy=90, gamper=1,  
hcept=-11500,bcept=12400 &
```

```
; NdFeB  
&mt mtid=4,  
aeasy=90, gamper=1,  
hcept=-11500,bcept=12400 &
```

```
- proprietà magnetiche del materiale -
```

```
; Ferrite properties  
&mt mtid=3,  
BMU=0.19996 0.05  
0.25007 0.15  
0.30006 0.27  
0.35005 0.38  
0.40004 0.49  
0.45002 0.56  
0.50001 0.65  
0.55 0.71  
0.59999 0.77  
0.64998 0.84  
0.69997 0.9  
0.80007 0.98  
0.90005 1.06  
1.00003 1.12  
1.50004 1.32  
2.00005 1.42  
2.50007 1.48  
3.00008 1.52  
3.5001 1.55  
4.00011 1.57  
4.50012 1.58  
5.00014 1.59  
5.50015 1.605  
6.00016 1.615  
6.50018 1.625  
7.00019 1.63  
8.00022 1.64  
9.00024 1.645  
10.00027 1.65  
15.00041 1.67  
20.00054 1.7  
25.00068 1.72  
30.00082 1.735  
35.00095 1.75  
40.00109 1.76  
45.00122 1.77
```

50.00136 1.78
55.0015 1.785
60.00163 1.795
65.00177 1.805
70.0019 1.82
80.00218 1.83
90.00245 1.845
100.00272 1.86
150.00408 1.93
200.00544 1.98
250.0068 2.02
300.00816 2.05
350.00952 2.08
400.01088 2.095
450.01224 2.105
500.0136 2.12
550.01496 2.125
600.01632 2.13
650.01768 2.135
700.01904 2.135
800.02176 2.14
900.02448 2.145
1000.0272 2.15
1500.0408 2.15
2000.0544 2.155
2500.068 2.16
3000.0816 2.16
3500.0952 2.16
4000.1088 2.16
4500.1224 2.165&



Indice delle figure

Figura 0-1: Alcuni acceleratori e valori tipici dell'energia del fascio accelerato.....	ix
Figura 0-2: Poster del primo workshop tenutosi per pianificare la costruzione dell'ILC....	xi
Figura 0-3: Progetto iniziale per l'ILC.....	xii
Figura 1-1: Forma dei campi elettrico e magnetico in una cavità risonante	3
Figura 1-2 Sezione schematica di una cavità superconduttiva a 9 celle dell'acceleratore TESLA. Nella parte superiore le frecce indicano la direzione del campo elettrico accelerante. La lunghezza della cella è $\frac{1}{2}$ la lunghezza d'onda della RF utilizzata (1.3 GHz): la particella attraversando le celle incontra un campo che punta sempre nella stessa direzione e subisce un'accelerazione continua. Alle estremità vi sono aperture per l'inserimento delle antenne (<i>pick-up antenna</i> e <i>power coupler</i>) che iniettano la RF, altre aperture sono per le antenne che sopprimono i modi di ordine superiore (<i>HOM coupler</i>)...	4
Figura 1-3: Fotografia di un sistema di accelerazione superconduttivo a KEK: le cavità giacciono all'interno del grande criostato.	6
Figura 1-4: Andamento tipico della resistenza superficiale di un superconduttore. La linea continua è la sola resistenza BCS, mentre quella tratteggiata comprende il termine residuo.	7
Figura 1-5: Variazione della temperatura critica di niobio, vanadio e tantalio in funzione della concentrazione relativa di alcuni soluti. t è il rapporto tra la temperatura critica misurata e la temperatura critica del materiale puro.	9
Figura 1-6: Stima della temperatura locale in prossimità di un difetto di 50 micron sulla superficie di cavità immerse in un bagno di elio liquido e sottoposte a radiazione RF. Le cavità niobio su rame mostrano un incremento di temperatura in prossimità del difetto di entità molto minore rispetto alle cavità niobio bulk.	12
Figura 1-7: a) Mappa delle temperature superficiali di una cella 1,5 GHz di niobio su rame. b) Foto al SEM del difetto responsabile del riscaldamento.....	12
Figura 1-8: Schema del sistema di deposizione utilizzato al CERN. La cavità esterna (<i>RF cavity</i>) costituisce l'anodo del sistema e il substrato da depositare; il catodo (<i>Nb cathode</i>) giace al suo interno in posizione coassiale. Tutta la parte inferiore rappresenta il sistema di pompaggio della camera, le valvole e i misuratori da vuoto, mentre nella parte superiore sono schematizzati l'isolatore ceramico (<i>ceramic insulator</i>) e il sistema di raffreddamento (<i>cooling</i>)	13
Figura 1-9: Valore di Q per diversi campi acceleranti per cavità di rame sputterate al CERN. Simboli diversi indicano cavità differenti.	14
Figura 1-10: Valore di Q per diversi campi acceleranti per cavità di niobio bulk.	15
Figura 1-11: Curva Tensione-Corrente in una scarica in vuoto.	17
Figura 1-12: Schema di sorgente ad arco catodico con filtro di macroparticelle. Sono indicati i due anodi, il filtro, il catodo e il substrato da depositare. Il filtro è costituito da delle spire percorse da corrente: il campo magnetico da loro generato deflette gli elettroni. Gli ioni che sono originati alla superficie del target seguono gli elettroni e sono costretti a seguire una traiettoria curvilinea, mentre le macroparticelle neutre procedono nel tragitto rettilineo e non arrivano al substrato.	18
Figura 1-13: Immagine SEM di macroparticelle sopra la superficie del film deposto (a sinistra); immagine di un sistema di deposizione ad arco con filtro di macroparticelle (a destra)	19
Figura 1-14: Sistema per la deposizione in cavità risonanti tramite l'utilizzo di sorgenti ad arco catodico.....	19

Figura 1-15: Schema del sistema di deposizione tramite evaporazione ed ECR	20
Figura 1-16: Percorso di un elettrone immerso in un campo magnetico entrante nel foglio accelerato da un campo elettrico oscillante con frequenza di ciclotrone.....	21
Figura 1-17: Caso più generale del percorso compiuto da un elettrone immerso in un campo magnetico e soggetto ad un campo elettrico oscillante perpendicolare.....	21
Figura 2-1: Meccanismo di sputtering	23
Figura 2-2: Distribuzione di carica nel plasma.	24
Figura 2-3: Schema della struttura di una scarica a bagliore.	25
Figura 2-4 a): Schema della struttura di una scarica a bagliore; b), c) e d): intensità luminosa, potenziale e campo elettrico della scarica rispetto alla posizione; e), f) densità di carica spaziale e densità di corrente rispetto alla posizione per le due specie di portatori di carica, ioni ed elettroni.....	26
Figura 2-5: Densità di popolazione a diverse velocità per diversi atomi a T=293 K.....	28
Figura 2-6: Il potenziale di plasma in funzione della posizione rispetto gli elettrodi.	31
Figura 2-7: Processi che avvengono tra due elettrodi a seguito della formazione di una scarica a bagliore.	32
Figura 2-8: Gli ioni positivi di argon che vengono accelerati verso la superficie del target possono provocare emissione di atomi sputterati o di elettroni secondari, ma possono anche impiantarsi o essere riflessi come neutri.	33
Figura 2-9: Distribuzione angolare degli atomi emessi dal target per diverse energie degli ioni incidenti. Le linee tratteggiate sono le distribuzioni a coseno calcolate. I punti sperimentali rivelano che ad energie elevate l'emissione non segue un andamento a coseno dell'angolo di incidenza.	34
Figura 2-10: Distribuzione del potenziale in un sistema di sputtering bias DC.....	37
Figura 2-11: Schema di un sistema di RF diode sputtering.	38
Figura 2-12: Andamento del potenziale per lo sputtering RF.	39
Figura 2-13: Distribuzione dei potenziali in un sistema RF asimmetrico.....	40
Figura 2-14 Disposizione del target e dei magneti in un sistema magnetron sputtering	42
Figura 2-15: Traiettorie degli elettroni in un campo magnetico.....	43
Figura 2-16: Schema delle principali sorgenti per magnetron sputtering: <i>a</i> e <i>c</i> sono post-magnetron cilindrici; <i>b</i> e <i>d</i> sono hollow-magnetron cilindrici; <i>e</i> è un magnetron planare <i>f</i> è chiamato s-gun.....	44
Figura 2-17: Forma dei grani del film al variare della pressione e del rapporto T/T_{melting} del substrato.....	46
Figura 3-1: Schema completo del sistema da vuoto	50
Figura 3-2: Fotografia e disegno del sistema utilizzato per fare le deposizioni.....	52
Figura 3-3: Portacampioni utilizzati per le deposizioni dei substrati	53
Figura 3-4: Disegno del catodo; la flangia CF 100 e il tubo in acciaio garantiscono l'isolamento del sistema da vuoto. Lo spaccato rende visibile il magnete interno che giace a pressione atmosferica ed è mosso tramite l'asta. Lo schermo in quarzo impedisce che il tubo di acciaio possa sputterare e inquinare i film depositati.	55
Figura 3-5: Particolare delle linguette in acciaio costruite per garantire il contatto elettrico tra tubo in acciaio e target di niobio.	55
Figura 3-6: Schema del sistema di isolamento tra l'asta e il magnete.....	56
Figura 3-7: Particolare della scatola che contiene tutti i fili delle fascie riscaldanti.	57
Figura 3-9: Foto dell'esterno del quadro.....	59
Figura 3-10: Schema del circuito costruito per il controllo della temperatura di deposizione della cavità.....	59
Figura 3-11: Foto dell'interno del quadro per il controllo della temperatura di deposizione della cavità. In alto a destra si vede il filtro per l'azoto del rientro.....	59
Figura 3-12: Interno della cavità dopo il processo di pulizia chimica.....	59

Figura 3-13: Ventilatori per il raffreddamento della cavità durante le deposizioni.....	59
Figura 4-1: Schema della configurazione standard per sputtering di tipo CERN	59
Figura 4-2: Sezione di magnetron circolare con target planare. La simulazione delle linee del campo magnetico è stata effettuata con il codice di calcolo Pandira®. In alto a destra fotografia del target.....	59
Figura 4-3: Grafico dell'intensità del campo magnetico in funzione della posizione ad una distanza di 10 mm sopra il target.....	59
Figura 4-4: Disegni dei tre target 2'' di niobio: 1) planare 2) squadrato e 3) arrotondato..	59
Figura 4-5: Sezione di magnetron circolare con target squadrato. La simulazione delle linee del campo magnetico è stata effettuata con il codice di calcolo Pandira®. In alto a destra fotografia del target.....	59
Figura 4-6: Sezione di magnetron circolare target arrotondato. La simulazione delle linee del campo magnetico è stata effettuata con il codice di calcolo Pandira®. In alto a destra fotografia del target.....	59
Figura 4-7: Curve tensione-corrente per i tre target da 2'' a $p=1.1 \cdot 10^{-2}$ mbar.....	59
Figura 4-8: Curve tensione-corrente per i tre target da 2'' a $p=2.5 \cdot 10^{-2}$ mbar.....	59
Figura 4-9: Da sinistra verso destra foto del target planare, del target squadrato e del target arrotondato.....	59
Figura 4-10: Porta substrati di quarzo utilizzato per variare sistematicamente l'angolo di deposizione e montato su flangia cieca CF 100.....	59
Figura 4-11: Immagini topografiche AFM di campioni depositati per magnetron sputtering a diversi angoli target-substrato.....	59
Figura 4-12: Variazione della temperatura di transizione per diversi angoli di deposizione e diverse configurazioni.....	59
Figura 4-13: Variazione del valore di RRR per diversi angoli di deposizione e diverse configurazioni.....	59
Figura 4-14: Tessiture dei film cresciuti a diversi angoli di deposizione ottenuti tramite analisi con diffrattometro.....	59
Figura 4-15: Simulazione di deposizione da sorgente lineare con angoli target – substrato di 0°,15°,30°,45°,60°,75°,85° (dall'alto verso il basso).....	59
Figura 4-17: Angoli di deposizione nel caso del catodo cilindrico (a sinistra), nel caso del catodo modificato (a destra).....	59
Figura 4-18: Simulazione del campo magnetico prodotte dal magnete standard effettuata con Pandira®.....	59
Figura 4-19: Disegno del catodo sagomato.....	59
Figura 4-20: Foto dell'anello di niobio per il catodo sagomato.....	59
Figura 4-21: Risultati della simulazione dei campi magnetici effettuata con Pandira®.....	59
Figura 4-22: Fotografia di una cavità QWR di rame sputterata internamente di niobio (a sinistra); foto e schema del sistema di deposizione con griglia posta a potenziale di bias (a destra).....	59
Figura 4-23: Schema della griglia di bias.....	59
Figura 4-24: Progetto della griglia bias.....	59
Figura 4-25: Progetto del sistema di ancoraggio della griglia al catodo e particolare degli isolatori ceramici.....	59
Figura 4-26: Schema del "circuito A" per la connessione del bias.....	59
Figura 4-27: Schema del "circuito B" per la connessione del bias.....	59
Figura 4-28: Principi di base della generazione di plasmii più densi.....	59
Figura 4-29: Illustrazione schematica di sistemi di sputtering con ionizzazione di plasma addizionale.....	59
Figura 4-30: La tensione negativa prodotta dall'alimentatore assume una forma ad onda quadra dopo essere passata attraverso il pulsatore.....	59

Figura 4-31: Schema dei collegamenti elettrici tra alimentatore, impulsatore, catodo e cavità utilizzati per le deposizioni.	59
Figura 4-32: Foto del pulsatore usato per le deposizioni.....	59
Figura 4-33: Foto e schema delle bobine utilizzate per aumentare l'intensità del campo magnetico.	59
Figura 4-34: Foto del plasma in posizione equatoriale del catodo sagomato utilizzando solo il magnete.	59
Figura 4-35: Foto della zona equatoriale del catodo sagomato dopo 5 min di deposizione a 3 A.....	59
Figura 4-36: Caratteristiche tensione corrente del magnetron cilindrico semplice a diverse pressioni (magnete in posizione equatoriale). L'acquisizione della curva a pressione $3 \cdot 10^{-2}$ mbar si è interrotta a basse tensioni e a magnetron ancora "freddo".....	59
Figura 4-37: Caratteristiche tensione-corrente del catodo sagomato con differenti confinamenti magnetici (magnete in posizione equatoriale).....	59
Figura 4-38: Progetto della griglia in titanio del RUN B2.....	59
Figura 4-39: Foto delle prime due griglie di bias realizzate: a sx quella in acciaio , a dx quella in titanio di diametro 75 mm; si notino i diversi tipi di isolatori.	59
Figura 4-40: Foto della glow discharge a livello equatoriale confinata dal magnete interno (foto a sinistra, RUN B3) e dalle bobine esterne (foto a destra RUN B4).....	59
Figura 4-41: Disegno della griglia con sei barre tensionate per mezzo di molle. Si noti in prossimità della flangia il collegamento elettrico della griglia.	59
Figura 4-42: Foto del sistema di pulegge e del motore utilizzato per mettere in rotazione l'asta porta magnete. A sinistra si noti la connessione per l'aria compressa di raffreddamento.	59
Figura 4-43: Foto della glow discharge a livello equatoriale durante il RUN B5.....	59
Figura 4-44: Caratteristiche tensione-corrente del catodo in configurazione BIAS per differenti tensioni di bias ($p=3 \cdot 10^{-3}$; magnete in posizione equatoriale).....	59
Figura 4-45: Caratteristiche tensione-corrente del catodo in configurazione BIAS per differenti tensioni di bias ($p=1 \cdot 10^{-2}$; magnete in posizione equatoriale).....	59
Figura 5-1: Struttura interna del sistema PPMS	59
Figura 5-2: Componenti per il controllo della temperatura nella camera PPMS	59
Figura 5-3: Inserimento del Puck	59
Figura 5-4: Esempio di curva resistenza vs. temperatura acquisita con la workstation PPMS applicando il metodo a 4 contatti. La transizione è di un campione posto sull'iride della cavità ed ha una larghezza di 0,005 K intorno a 9,375 K.	59
Figura 5-5: Valori di RRR calcolati col PPMS. Con MC è indicata la deposizione effettuata con Magnetron Cilindrico Standard. Il Run 3 è invece effettuato col catodo sagomato mentre i Run B3, B4 e B7 sono relativi alla configurazione bias. La linea nera indica il minimo valore di RRR accettabile.....	59
Figura 5-6: Valori di RRR calcolati col PPMS. Con MC è indicata la deposizione effettuata con Magnetron Cilindrico Standard. Il Run 3 è invece effettuato col catodo sagomato mentre i Run B3, B4 e B7 sono relativi alla configurazione bias. La linea nera indica il valore di T_c del niobio massivo.....	59
Figura 5-7: Temperatura di transizione superconduttiva verso RRR per i film depositati durante precedenti lavori di tesi assieme a misure effettuate presso il laboratorio di superconduttività, LNL-INFN.....	59
Figura 5-8: Temperatura di transizione superconduttiva per campioni di niobio al variare della resistività residua a bassa temperatura calcolata con la regola di Matthiessen.....	59
Figura 5-9: A sinistra: foto del sistema per la misura delle proprietà superconduttive. 1 : voltmetro per la misura della tensione ai capi del campione, 2 : generatore di corrente per il campione, 3 : nanovoltmetro per la misura della tensione sul termometro, 4 : sonda di	

misura, 5 : personal computer per l'acquisizione dei dati, 6 : contattiera per trasferire il segnale dal rack alla sonda di misura. A destra schema dello stesso apparato.....	59
Figura 5-10: A sinistra foto della testa di misura, a destra particolare del posizionamento del campione al suo interno.....	59
Figura 5-11: Visione di insieme della sonda di misura. 1 : parte collegata al rack, 2 : parte da inserire nel dewar contenente azoto liquido.....	59
Figura 5-12: Valori di RRR ricavati dalla resistenza a 77 K per le deposizioni eseguite col catodo sagomato. La linea nera indica il minimo valore di RRR accettabile.....	59
Figura 5-13: Errori per i valori di RRR ricavati dalla misura della resistenza a 77 K per le deposizioni eseguite col catodo sagomato.....	59
Figura 5-14: Valori di RRR ricavati dalla resistenza a 77 K per alcune deposizioni eseguite con diverse configurazioni bias magnetron sputtering. La linea nera indica il minimo valore di RRR accettabile.....	59
Figura 5-15: Errori per i valori di RRR ricavati dalla misura della resistenza a 77 K per le deposizioni eseguite con diverse configurazioni bias magnetron sputtering.	59
Figura 5-16: Valori di Tc ricavati dalla resistenza a 77 K per le deposizioni eseguite col catodo sagomato. La linea nera indica il valore di Tc del niobio massivo.....	59
Figura 5-17: Valori di Tc ricavati dalla resistenza a 77 K per alcune deposizioni eseguite con la configurazione bias magnetron sputtering. La linea nera indica il valore di Tc del niobio massivo.	59
Figura 5-18: Diffrattometro Philips X'Pert Pro utilizzato per le analisi.	59
Figura 5-19: Variazione del parametro reticolare riferita al picco (110) per diverse posizioni nella cavità. Sono analizzate due deposizioni eseguite in configurazione Magnetron Cilindrico standard e tre deposizioni col catodo sagomato. La linea nera indica il valore del parametro reticolare del niobio massivo.	59
Figura 5-20: Variazione del parametro reticolare riferita al picco (110) per diverse posizioni nella cavità. Sono analizzate due deposizioni eseguite in configurazione Magnetron Cilindrico e tre deposizioni col catodo sagomato. La linea nera indica il valore del parametro reticolare del niobio massivo.....	59
Figura 5-21: Dipendenza della dimensione dei grani cristallini riferita al picco (110) dalla posizione lungo la cavità. Sono analizzate due deposizioni eseguite in configurazione Magnetron Cilindrico e tre deposizioni col catodo sagomato.	59
Figura 5-22: Dipendenza della dimensione dei grani cristallini riferita al picco (110) dalla posizione lungo la cavità. Sono analizzate due deposizioni eseguite in configurazione bias magnetron sputtering.....	59
Figura 5-23: Culla di Eulero per misure di tessiture.....	59
Figura 5-24: Definizione degli angoli di Eulero in un cristallo rispetto alla terna di assi di riferimento solidali con il campione.	59
Figura 5-26: Grafici polari delle tessiture per diverse posizioni dei campioni e diversi RUN. Le linee colorate indicano il numero di conteggi (si veda Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.) in funzione dell'angolo Ψ ovvero la distanza rispetto all'origine degli assi. Con RUN MC è indicata la deposizione effettuata con Magnetron Cilindrico.....	59
Figura 5-27: Grafici polari delle tessiture per diverse posizioni dei campioni e diversi RUN. Le linee colorate indicano il numero di conteggi (si veda Errore. L'origine riferimento non è stata trovata.) in funzione dell'angolo Ψ ovvero la distanza rispetto all'origine degli assi.	59
Figura 5-28 Profilometro <i>Alpha Step 200</i>	59
Figura 5-29: Andamento dello spessore del film di niobio in diverse posizioni per una deposizione effettuata in configurazione magnetron cilindrico e per le deposizioni col catodo sagomato.....	59

Figura 5-30: Andamento dello spessore del film di niobio in diverse posizioni per quattro deposizioni effettuate in configurazione bias magnetron.	59
Figura 6-1: A sinistra schema del sistema utilizzato per studiare gli effetti delle distanze A e B sulla glow discharge, a destra foto dall'alto delle piastre montate nel sistema da vuoto.	59
Figura 6-2 Sistema bias diode sputtering: nelle due foto il catodo è quello centrale, l'elettrodo di bias quello a destra, A=B=20mm. La pressione è 10^{-1} mbar, a sinistra con tensione nulla all'elettrodo di bias, a destra con tensione 120 V.	59
Figura 6-3: Sistema bias diode sputtering: nelle due foto il catodo è quello centrale, l'elettrodo di bias quello a destra, A=B=20mm. La pressione è 1 mbar, a sinistra con tensione nulla all'elettrodo di bias, a destra con tensione 120 V.	59
Figura 6-4: A sinistra schema della configurazione con elettrodo di bias interno, a destra sezione del progetto. L'elettrodo di bias è evidenziato in giallo in entrambi i disegni.	59
Figura 6-5: Foto della cavità di rame montata sul sistema di elettroerosione per essere tagliata a spicchi.	59
Figura 6-6: Disegno del catodo a 8 spicchi inserito nella cavità di rame da depositare.	59

Bibliografia

- ¹ Barry Barish, “*GDE expectations from the SRF community*”, Proceedings 12th Workshop on SRF, Cornell University (USA) 2005.
- ² B. Aune et al. “*Superconducting TESLA cavities*”, Phys. Rev. Spec. Top. Acc. Beams PRSTAB 3 (2000) 092001
- ³ Dieter Proch, “*Superconducting cavities for accelerators*”, Rep. Prog. Phys. **61** (1998) 431–482
- ⁴ Genfa W, H. Lawrence Phillips, John Ficenec, James R. Heflin, David Jenkins, Ronald M. Sundelin, “*Energetic Deposition of Niobium Thin Film in Vacuum*”, Blacksburg, Virginia, June 14, 2002
- ⁵ Warren Desorbo, “*Effect of Dissolved Gases on Some Superconducting Properties of Niobium*” Physical Review, vol. 132, Issue 1, pp. 107-121 (1963).
- ⁶ V. Palmieri, “Review of fabrication of SC cavity structures”, Proceedings SRF Workshop, KEK Tokyo (Japan) 2001
- ⁷ Hasan Padamsee, “*The science and technology of superconducting cavities for accelerators*”, Supercond. Sci. Technol. 14 (2001) R28–R51
- ⁸ C. Benvenuti, S. Calatroni, P. Darrilat, M.A. Peck, A-M Valente, C.A. Van’t Hoff “*Study of Residual Surface Resistance of Niobium Films at 1.5 GHz*”, Physica C 351 (2001) 421-428
- ⁹ H. Safa, “*High field behaviour of SCRF cavities*”, Proceedings SRF Workshop, KEK Tokyo (Japan) 2001
- ¹⁰ V. Palmieri, “*Q-drop: An analysis starting from elementary fundamental theory*” Proceedings 12-th Workshop on SRF, Cornell University (USA) 2005
- ¹¹ P.J. Martin, *Handbook of Thin Film Process Technology*, 1997, Noyes ed.
- ¹² G. Keppel, “*Applicabilità e tecniche alternative di deposizione di film sottili superconduttori alle cavità risonanti per acceleratori di particelle e studio di una di una possibile applicazione ‘low-tech’.*” diploma thesis (2002)
- ¹³ Calatroni “20 years of experience with the Nb/Cu technology for superconducting cavities and perspectives for future developments” Proceedings 12-th Workshop on SRF, Cornell University (USA) 2005
- ¹⁴ Anila Gottschling, “*Feasibility Study of a Sputtered Radiofrequency Quadrupole*” diploma thesis (2002)
- ¹⁵ B. Chapman, “*Glow Discharge Processes: Sputtering and Plasma Etching.*”

-
- ¹⁶ E. Nasser "Fundamentals of Gaseous Ionization and Plasma Electronics", Wiley-Interscience, 1971
- ¹⁷ <http://it.wikipedia.org/wiki/>
- ¹⁸ J. S. Fan, R. S. Bailey, and C. E. Wickersham, Jr., "New Developments and Applications for Sputtering Targets at Tosoh SMD", presented at Semicon-China, November 1997 (published, in Reference 3, C)
- ¹⁹ M. Poitevin, G. Lemperiere, J. Tardy, "Influence of substrate bias on the composition, structure and electrical properties of reactively dc sputtered TiN films"
- ²⁰ G. Heim, E. Kay, "Ion implantation during film growth and its effect on the superconducting properties of niobium", J. Vac. Sci. Technol., vol 15 No. 2, march-april 1978
- ²¹ W. Zou, "Synthesis of Giant Magnetoresistive Multilayers" diploma thesis
- ²² H. R. Koenig and L. I. Maissel, IBM J. Res. Dev. 14, 168 (1970)
- ²³ John A. Thornton, "Coating Deposition by Sputtering", Handbook of plasma processing technology, Stephen M. Rossagel, Jerome J. Cuomo and William D. Westwood eds, Noyes Publications, 196, (1990)
- ²⁴ J. A. Thornton, A.S. Penfold, "Cylindrical Magnetron Sputtering" ,
- ²⁵ J.A.Thornton, "Magnetron sputtering: basic physics and application to cylindrical magnetrons", J. Vac. Sci. Technol. 15(2)March/April 1978.
- ²⁶ L. I. Maissel, R. Glang, "Handbook of thin film technology", Mc Graw-Hill book company, 1970
- ²⁷ D. Tonini, C. Greggio, G. Keppel, F. Laviano, M. Musiani, G. Torzo V. Palmieri, "Morphology of niobium films sputtered at different target – substrate angle" Proceedings of 11th Workshop on RF superconductivity, Lubeck (Germany) 2003
- ²⁸ G. Keppel, M. Musiani, N. Patron, V. Palmieri, D. Tonini, G. Torzo, "Comparison between morphology of superconducting niobium films deposited by magnetron sputtering and cathodic vacuum arc"
- ²⁹ D. Tonini, "Morfologia di film di niobio depositati per sputtering a differenti angoli target-substrato" diploma thesis 2003
- ³⁰ E. Kay, G. Heim, "Model of bias sputtering applied to the control of Nb film properties", Journal Appl. Physics, Vol. 46, No. 9, September 1975
- ³¹ P. Ziemann, E. Kay, "Correlation between the ion bombardment during film growth of Pd films and their structural and electrical properties" J. Vac. Sci. Technol. A 1 (2), Apr.-June 1983

-
- ³² V. Palmieri, R. Preciso, V. L. Ruzinov, S. Yu. Stark, L. Badan, A. M. Porcellano “*Sputtering of niobium thin films onto copper quarter wave resonators*” 5th Workshop on RF superconductivity
- ³³ J. Musil, “*Low-pressure magnetron sputtering*” Vacuum/volume 50/number 3–4/pages 363 to 372/1998
- ³⁴ Advanced Energy MDX Sparc-le V[®] User Manual
- ³⁵ V. Palmieri “*The Classical Superconductivity: Phenomenology of Low Temperature Superconductors*”, European training on technologies and industrial application of superconductivity, A. Barone, A. Morini, L. Frunzio eds., World Publishing Co. Singapore (1992) 1-34.
- ³⁶ G. Lanza, “Superconduttività in radofrequenza applicata alle cavità acceleratrici: deposizione per sputtering di film sottili di niobio e relative correlazione fra morfologia, microstruttura e proprietà elettriche” diploma thesis 2004
- ³⁷ V.Palmieri, V.L.Ruzinov, S.Yu.Stark, O.B.Malishev, L.Badan, R.Preciso, A.M.Porcellato, “Superconducting Niobium Thin Film Sputtering Onto Copper Quarter Wave Resonators for Heavy Ion Accelerators”, IEEE Trans. on Appl. Sup. 3, 1 (1993) 193
- ³⁸ Paul S. Prevey, “*X Ray Diffraction Residual Stress Techniques*”, Metals Handbook, 10, Metals Park, OH, American Society for Metals, 1986. pp. 380-392.
- ³⁹ “*Crash Course of Texture*”, www.texture.de.
- ⁴⁰ Bonisconi, Ricci-Bitti, “*La Diffrattometria dei Raggi X per Materiali Policristallini, aspetti pratici*”, ed. Tecniche Nuove, Milano 1988.

