

*Università degli Studi di Padova  
Facoltà di Scienze MM.FF.NN.  
Facoltà di Ingegneria*

*Istituto Nazionale di Fisica Nucleare  
Laboratori Nazionali di Legnaro*

*in collaborazione con Confindustria Veneto*

**TESI DI MASTER in**

Trattamenti di superficie per l'industria

**Densificazione di scariche a bagliore in  
dispositivi magnetron sputtering  
tramite accoppiamento con  
sorgenti Hollow Cathode**

relatore

**Prof. Vincenzo PALMIERI**

candidato

**Dott. Cristian PIRA**

Matricola n° 881221

Anno Accademico 2006/2007



Indice .....	I
Introduzione .....	V
CAPITOLO 1 Il plasma .....	1
1.1 Definizione di plasma .....	1
1.2 Temperatura di plasma .....	2
1.3 Nozioni generali sui plasmi.....	3
1.4 Scarica continua in vuoto .....	4
1.4.1 Curve di Paschen .....	5
1.4.2 Caratteristiche della curva V-I in vuoto .....	7
CAPITOLO 2 Le sorgenti Hollow Cathode .....	13
2.1 Meccanismi fisici di funzionamento di un catodo cavo .....	13
2.2 Eccitazione e ionizzazione nell' <i>Internal Plasma Column</i> .....	16
CAPITOLO 3 Lo sputtering .....	21
3.1 Introduzione .....	21
3.2 Sputtering a diodo .....	23
3.2.1 Regioni nella scarica .....	24
3.2.2 Mantenimento della scarica.....	26
3.2.3 Emissioni secondarie .....	27

3.2.4 Lo sputtering Yield .....	27
3.3 Magnetron Sputtering .....	29
3.3.1 Il moto delle cariche .....	30
3.3.2 Caratteristiche tensione corrente in un magnetron.....	30
3.3.3 Configurazioni magnetiche .....	31
3.4 Hollow Cathode Magnetron (HCM).....	33
3.4.1 Target Hollow Cathode Magnetron.....	35
CAPITOLO 4 Il sistema da vuoto.....	39
4.1 Descrizione del sistema da vuoto .....	40
CAPITOLO 5 Progettazione della sorgente Hollow Cathode.....	43
5.1 Stato dell'arte ai LNL.....	43
5.2 Progettazione del nuovo Hollow Cathode.....	47
5.2.1 Analisi della scarica .....	51
CAPITOLO 6 Caratterizzazione della prima sorgente HCM.....	53
6.1 Magnetron Planare da 2" modificato .....	53
6.2 Analisi della scarica .....	56
6.2.1 Accoppiamento delle scariche.....	57
6.3 Magnetron Planare da 2" senza schermo a massa.....	58
6.3.1 Caratterizzazioni .....	59
CAPITOLO 7 Caratterizzazione della seconda sorgente HCM.....	61
7.1 Magnetron Planare da 2" nuova generazione modificato .....	61
7.2 Accoppiamento della scarica .....	64
7.3 Caratteristiche tensione - corrente.....	65

7.4 Transiente di corrente .....	67
7.5 Studio dell'effetto della temperatura .....	68
7.6 Deposizione di film sottili di niobio .....	70
7.6.1 Tecniche di caratterizzazione .....	72
7.6.1.1 Profilometro .....	72
7.6.1.2 Residual Resistivity Ratio (RRR) .....	74
7.6.2 Risultati .....	75
Conclusioni .....	79
Bibliografia .....	83



Questo lavoro di tesi si propone di realizzare un nuovo tipo di sorgente per la deposizione di film sottili con velocità più elevate dei tradizionali sistemi *magnetron sputtering* e con un'erosione più uniforme del *target*.

Nelle tradizionali *sorgenti di sputtering a diodo* il plasma è sostenuto da una scarica elettrica in vuoto, in cui gli elettroni prodotti ionizzano il gas presente. Gli ioni del gas bombardano il *target* che funge da catodo, i cui vapori si depositeranno sul substrato, crescendo un film sottile ad elevata purezza. Il problema di queste sorgenti è la ridotta velocità di deposizione, a causa del fatto che gli elettroni vengono assorbiti dall'anodo (cfr. capitoli 1 e 3).

Oggi giorno le sorgenti a diodo, salvo specifici casi, sono state sostituite dalle più efficienti *sorgenti a magnetron*, in cui gli elettroni, spiralizzando attorno alle linee del campo magnetico, percorrono un cammino più lungo prima di arrivare all'anodo e producono pertanto un maggior numero di collisioni ionizzanti. Sono state poi sviluppate numerose configurazioni che mirano all'aumento della ionizzazione del plasma, in quanto è fondamentale aumentare la velocità di deposizione se si vuole utilizzare questa tecnica anche in campo industriale.

Due sono le strade che si possono seguire: aumentare ulteriormente il cammino degli elettroni, come ad esempio nelle sorgenti ECR (*Electron Cyclotron Resonance*) dove si sfrutta una sorgente a microonde; oppure aumentare la densità elettronica, e di conseguenza anche la densità ionica (un plasma deve essere sostanzialmente neutro) con l'ausilio di una seconda sorgente di elettroni. Nel passato si è indagata la possibilità di accoppiare al *magnetron* un filamento emittore di elettroni che sostenga la scarica, creando così dei sistemi<sup>1,2</sup> più efficienti di un *magnetron* tradizionale. Alternativa molto interessante al filamento è l'utilizzo di un *hollow cathode* come sorgente esterna di elettroni<sup>3</sup>, con la possibilità di inglobarlo all'interno del *magnetron* stesso; in questo caso si parla di *target hollow cathode magnetron*<sup>4,5,6</sup> (cfr. paragrafo 3.4). Gli *hollow cathode magnetron* presentano un notevole incremento della ionizzazione: sorgenti

realizzate nel nostro laboratorio hanno mostrato velocità di deposizione 3 volte più elevate di una normale sorgente *magnetron planare*<sup>7</sup>. Il problema, in questo caso, è la scarsa uniformità di erosione del target e di deposito del substrato, che viene risolta dai *target hollow cathode magnetron*, a scapito però di un'efficienza di poco superiore a quella di un normale *magnetron*.

Scopo di questo lavoro è proprio quello costruire una innovativa sorgente *hollow cathode magnetron*, accoppiando ad un *magnetron planare* un *hollow cathode anulare* di nostra progettazione, al posto del tradizionale *hollow cathode lineare*. Si cerca, in questo modo, di coniugare l'elevata efficienza di un *hollow cathode magnetron* all'uniformità di erosione e deposito di un *target hollow cathode magnetron*.

La diretta applicazione di questa tecnica consiste nella deposizione di film superconduttivi di niobio all'interno delle cavità acceleratrici risonanti, campo in cui il laboratorio di superconduttività è esperto. Inoltre, le caratteristiche di questa sorgente, quali le elevate velocità di deposizione e il basso spreco di materiale del *target*, incontrano le esigenze del mondo industriale, oltre che di quello accademico. Recentemente, infatti, la realizzazione di sorgenti *magnetron sputtering* compatte, semplici e poco costose ha esteso l'utilizzo delle tecniche di deposizione di film sottili anche al settore *low tech* come per esempio quello dei ricoprimenti decorativi, oppure quello dei ricoprimenti protettivi per il *packaging* nell'industria alimentare. Questo lavoro di tesi quindi, proponendosi lo scopo di progettare e costruire una sorgente capace di velocizzare la produzione di film sottili e di migliorarne la qualità, si inserisce in un contesto industriale di grande attualità.

# CAPITOLO I

## Il plasma

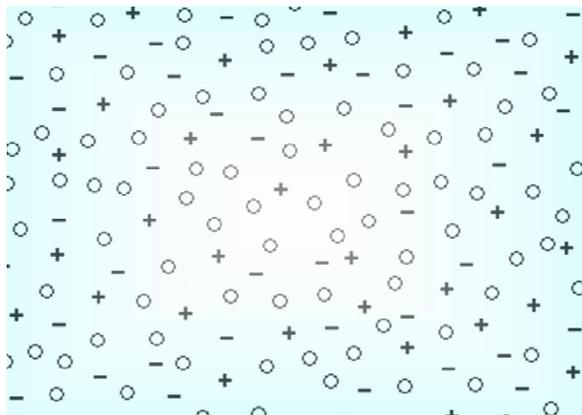
*Prima di illustrare il principio di funzionamento di un hollow cathode, di una sorgente magnetron e di una sorgente combinata hollow cathode magnetron, è opportuna una breve introduzione sui plasmi, sulla creazione di un plasma utilizzando una scarica elettrica e sui vari regimi di scarica. Questi concetti saranno poi utilizzati durante la descrizione delle sorgenti hollow cathode, magnetron sputtering e hollow cathode magnetron oggetto dei capitoli successivi.*

### I.1 Definizione di plasma

---

La materia si trova abitualmente nei tre stati solido, liquido e gassoso. Il passaggio di stato avviene fornendo energia ad un corpo, ad esempio sotto forma di calore; questa va ad incrementare l'energia cinetica delle molecole nel loro moto di agitazione termica, provocando un aumento di temperatura, a meno che la materia non stia cambiando stato. In questo secondo caso l'energia viene utilizzata dal corpo come calore latente di trasformazione. Questo avviene perché, in un passaggio di stato, le molecole devono compiere un lavoro contro le forze di coesione che tendono a tenerle unite e, quindi, guadagnano un'energia potenziale a spese della loro energia cinetica.

Portando la materia, per esempio un gas ordinario, ad una temperatura molto elevata, tale che l'energia cinetica media di agitazione delle molecole divenga paragonabile all'energia di ionizzazione delle molecole stesse, avviene che la materia si ionizza, cioè gli elettroni delle orbite più esterne si staccano dagli atomi ed elettroni e ioni positivi sono liberi di muoversi separatamente.



*Figura 1.1 Distribuzione di carica nel plasma*

Le proprietà fisiche di questo insieme di particelle sono talmente diverse da quelle di un gas normale che ad esso è stato dato il nome di *plasma*. Il plasma viene spesso considerato come il quarto stato della materia. In natura il plasma si trova nel sole, nelle stelle, nelle aurore, nei fulmini e nelle comete.

Una definizione di plasma può essere la seguente: *il plasma è un gas parzialmente ionizzato contenente un ugual numero di cariche positive e di cariche negative.*

## I.2 Temperatura di plasma

Per vedere, a titolo indicativo, quanto elevata deve essere la temperatura di un plasma, riportiamo il potenziale di ionizzazione  $V_i$  di alcuni gas:

*Tabella 1.1 Potenziale di ionizzazione di alcuni gas*

GAS	$V_i$
Argon	15,7 V
Neon	21,5 V
Elio	24,5 V
Idrogeno	13,5 V
Azoto	14,5 V
Ossigeno	13,5 V

L'energia di ionizzazione si ottiene moltiplicando il potenziale di ionizzazione per la carica dell'elettrone ( $e = 1,6 \cdot 10^{-19}$  C). Nel caso dell'argon si ottiene per esempio:  $2,5 \cdot 10^{-18}$  J.

È noto dalla teoria cinetica dei gas che l'energia cinetica di una molecola è:

$$E_c = 3/2 KT \quad \text{Equazione 1.1}$$

dove:

$$K = 1,38 \text{ J molecola}^{-1} \text{ K}^{-1} \text{ (costante di Boltzmann)}$$

$$T = \text{temperatura in Kelvin}$$

Uguagliando, come ordine di grandezza, le due energie (trascurando il fattore 3/2):

$$E_i = eV_i \approx KT \quad \text{Equazione 1.2}$$

Si ottiene, sempre nel caso dell'argon, la temperatura  $T \approx 1,8 \cdot 10^5$  K. Quindi possiamo aspettarci che *la materia sia allo stato di plasma a temperature dell'ordine delle centinaia di migliaia di gradi Kelvin.*

## I.3 Nozioni generali sui plasmi

---

Un gas ionizzato (o plasma) è un miscuglio a tre (o più) componenti contenente:

$n_e$  elettroni per unità di volume

$n_i$  ioni per unità di volume

$n_0$  atomi (o molecole) neutri per unità di volume.

Vale in generale la relazione (supponendo di avere, per semplicità, ioni ionizzati una sola volta):

$$n_i = n_e \quad \text{Equazione 1.3}$$

che esprime la neutralità macroscopica del gas; questa neutralità è conseguenza delle forze elettrostatiche molto intense che compaiono ogni volta che si tenti di rendere  $n_i \neq n_e$ .

I parametri fondamentali che servono a caratterizzare lo stato di equilibrio di un gas ionizzato sono i seguenti:

$n = n_i = n_e$  (densità delle particelle ionizzate)

$\alpha = n/(n + n_0)$  (grado di ionizzazione)

T (temperatura assoluta)

Se si tratta di un vero equilibrio termodinamico, tutti i costituenti del plasma hanno la stessa temperatura ed i tre parametri  $n$ ,  $\alpha$ , T non sono indipendenti.

Se, come avviene in molti casi pratici, la ionizzazione è dovuta ad un campo elettrico esterno ed il gas non è in equilibrio termodinamico (caso tipico delle scariche nei gas), il gas raggiunge uno stato stazionario che si potrà caratterizzare con tre diversi valori di temperatura:

$T_e$  : temperatura degli elettroni

$T_i$  : temperatura degli ioni

$T_0$  : temperatura degli atomi (o delle molecole) neutri

Il grado di ionizzazione può variare in pratica da valori molto piccoli dell'ordine di  $10^{-10}$  (scariche a debole intensità) fino all'unità (gas completamente ionizzati). Si considerano di solito gas debolmente ionizzati quelli per cui  $\alpha < 10^{-4}$ , e fortemente ionizzati quelli con  $\alpha > 10^{-4}$ .

Anche le temperature possono variare fortemente: da alcune migliaia di gradi, come può essere il caso degli elettroni in scariche a debole intensità o del plasma di certi strati della ionosfera e di spazi interstellari, a centinaia di milioni di gradi, come il plasma che si trova all'interno delle stelle.

## I.4 Scarica continua in vuoto

---

Il plasma in laboratorio può essere prodotto in molti e svariati modi, a seconda delle caratteristiche che si richiedono (densità, temperatura, grado di ionizzazione, pressione, dimensioni, durata, etc.) e dalle tecnologie a disposizione. Le tre metodologie più comuni per la produzione di un plasma sono la *scarica continua in vuoto*, la *scarica a*

radiofrequenza e la scarica a microonde. Analizzeremo in dettaglio la prima, utilizzata in questo lavoro di tesi.

Il metodo più semplice per la produzione di plasma in laboratorio è realizzare una scarica continua, ottenuta applicando una differenza di potenziale continua tra due elettrodi in una camera contenente un gas a bassa pressione.

### 1.4.1 Curve di Paschen

La differenza di potenziale minima necessaria per accendere una scarica in vuoto è chiamata *tensione di soglia* o *potenziale di scarica*, e dipende dalla distanza anodo-catodo, dalla pressione e dal tipo di gas presente in camera. L'andamento del potenziale di scarica è descritto da curve sperimentali, dette *Curve di Paschen* (Figura 1.2), dove in ascissa è riportato il prodotto  $p \cdot d$  (dove  $p$  è la pressione in *torr* e  $d$  la distanza anodo-catodo espressa in *cm*). Si vede come vi sia una tensione di soglia minima per un dato valore del prodotto  $p \cdot d$  e, a sinistra e destra di tale punto, un andamento decrescente e crescente rispettivamente.

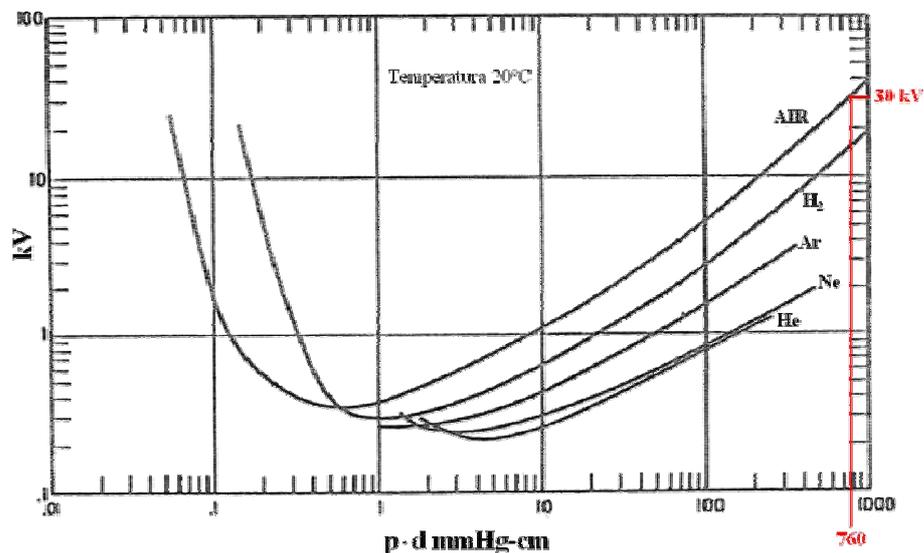


Figura 1.2 Curve di Paschen relative ad alcuni gas alla temperatura di 20°C.

Per comprendere tale comportamento è necessario descrivere il processo che produce l'innesco della scarica. La scarica si accende attraverso un evento a valanga innescato da un elettrone libero creato nel gas da un evento casuale come ad esempio l'assorbimento di radiazione cosmica. L'elettrone viene accelerato dal campo elettrico generato dalla differenza di potenziale nel *gap* interelettrodico fino a raggiungere un'energia sufficientemente alta per ionizzare, attraverso una collisione, un atomo del gas; si generano così un nuovo elettrone e uno ione che, accelerati dal campo elettrico, possono generare a loro volta nuove ionizzazioni, fino a creare un processo di ionizzazione a valanga.

Poniamoci ora nel ramo destro della curva di Paschen, dove il *potenziale di scarica* diminuisce al diminuire del prodotto  $p \cdot d$ . Una riduzione della distanza anodo-catodo, a pressione costante, causa un aumento del campo elettrico che fornisce più energia agli elettroni liberi durante le accelerazioni tra una collisione e l'altra. Alternativamente, se la distanza tra gli elettrodi viene mantenuta costante e si diminuisce la pressione, lo spazio tra un atomo e l'altro mediamente aumenta e gli elettroni liberi possono essere accelerati per una distanza maggiore; questo comporta un guadagno maggiore di energia e quindi un aumento della probabilità di ionizzazione. Riassumendo quindi, una diminuzione della separazione anodo-catodo o della pressione porta alla diminuzione del potenziale di scarica.

Quando però la separazione tra gli elettrodi diventa molto piccola, il numero totale di atomi nello spazio interelettrodico può diminuire a tal punto che alcuni elettroni liberi, destinati ad alimentare il processo di ionizzazione a valanga, semplicemente attraversano il *gap* senza effettuare nessuna collisione. In queste condizioni la probabilità di ionizzazione diminuisce. Allo stesso modo, mentre inizialmente una riduzione di pressione abbassa la tensione d'innesco della scarica perché aumenta il cammino libero medio elettronico, a pressioni troppo basse gli atomi da ionizzare sono talmente pochi che gli elettroni liberi raggiungono l'anodo senza che avvenga alcuna collisione ionizzante. Questa condizione può venire in parte compensata con l'aumento della tensione: gli ioni positivi, impattando sul catodo, forniscono elettroni secondari in grado di sostenere la scarica. La produzione di questi elettroni contiene l'aumento del valore della tensione per un certo intervallo di valori  $p \cdot d$  (attorno al minimo della curva); poi, per valori minori, le collisioni ioni-catodo non

producono un numero sufficiente di elettroni e, di conseguenza, la tensione di soglia cresce formando il ramo di sinistra delle curve di Paschen.

### 1.4.2 Caratteristiche della curva V-I in vuoto

Le curve di Paschen sono utili per capire il comportamento di una scarica elettrica in condizioni variabili di pressione e di distanza tra anodo e catodo, e sono normalmente utilizzate per progettare qualsiasi dispositivo basato su questo fenomeno fisico.

Generalmente, però, le scariche elettriche in vuoto vengono controllate a pressione ed a distanza anodo-catodo costanti, variando la tensione o la corrente erogate da un alimentatore. In

Figura 1.3 è riportato il grafico *Corrente-Tensione* di una scarica elettrica a bassa pressione ed a  $p \cdot d$  costante.

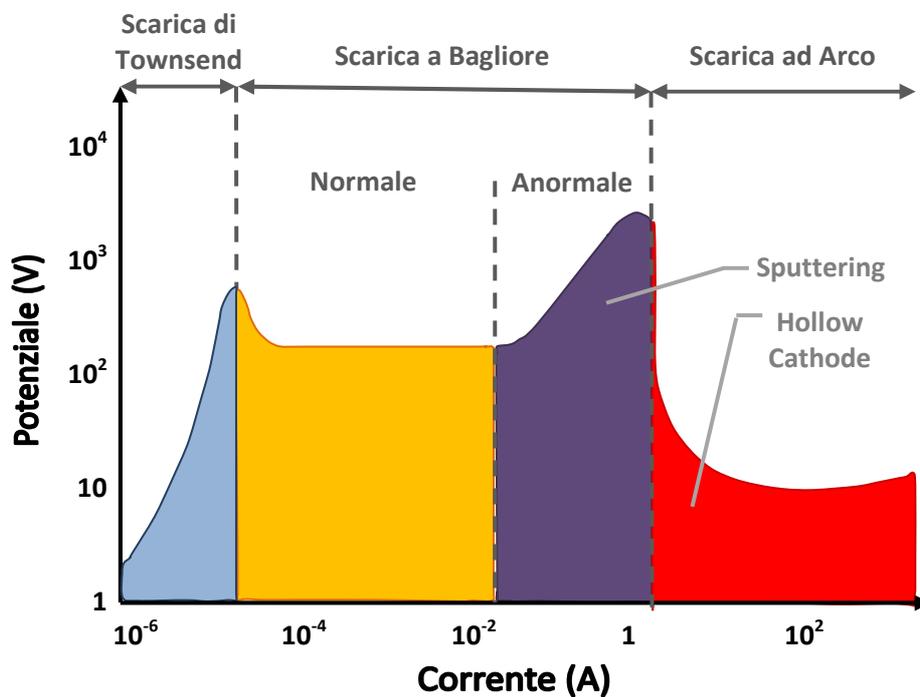


Figura 1.3 Curva Tensione-Corrente in una scarica in vuoto.

Si distinguono 3 regimi di scarica: *Scarica di Townsend*, *scarica a bagliore* (o *Glow Discharge*) e *Scarica ad Arco*<sup>8</sup>.

### *Scarica di Townsend*

In generale, se si applica un potenziale DC tra due elettrodi posti ad una distanza  $d$  in un gas a bassa pressione, la corrente che fluisce è trascurabile finché non si supera una tensione di soglia detta potenziale di scarica; nel caso però, che il catodo emetta elettroni, la corrente tra gli elettrodi assume un valore finito. Si osserva che tale corrente aumenta con la distanza fra i due elettrodi (se il potenziale applicato supera il valore necessario per la ionizzazione del gas). Questo è dovuto al fatto che gli elettroni, muovendosi dal catodo all'anodo, effettuano un numero fissato di collisioni ionizzanti per unità di lunghezza, e quindi il numero totale di ioni prodotti aumenta con la distanza percorsa dagli elettroni stessi. Gli ioni risultanti da questi urti vengono a loro volta accelerati verso il catodo dal campo elettrico e, quando il potenziale è sufficientemente elevato, possono produrre elettroni secondari collidendo con la superficie dell'elettrodo positivo. I due processi di ionizzazione ed emissione di elettroni secondari controllano la corrente totale che fluisce nel sistema secondo l'equazione:

$$I = \frac{I_0 e^{\alpha d}}{1 - \gamma e^{\alpha d - 1}} \quad \text{Equazione 1.4}$$

dove:

$I_0$  è la corrente elettronica primaria prodotta dalla sorgente esterna,

$\alpha$  è il numero di ioni per unità di lunghezza prodotti dagli elettroni,

$d$  è la distanza tra gli elettrodi,

$\gamma$  è il coefficiente di emissione di elettroni secondari.

Questa formula, detta *equazione di Townsend*, descrive il comportamento della corrente attraverso un gas per tensioni al di sotto del potenziale di scarica; quando la tensione aumenta sia  $\alpha$  che  $\gamma$  crescono rapidamente, annullando il denominatore e facendo tendere ad infinito la corrente totale; a questo punto si è raggiunto il potenziale di scarica e l'equazione non ha più validità.

### Scarica a bagliore (Glow Discharge)

Una volta avvenuta la scarica, il numero di elettroni secondari prodotti al catodo è sufficiente a generare abbastanza ioni da bilanciare quelli perduti e la scarica si auto sostiene; il potenziale a cui questo avviene è descritto dalle curve di Paschen.

La distribuzione del potenziale e delle cariche in una scarica di questo tipo si riflette visivamente in un alternarsi di regioni luminose e spazi bui lungo la sezione trasversale della scarica stessa.

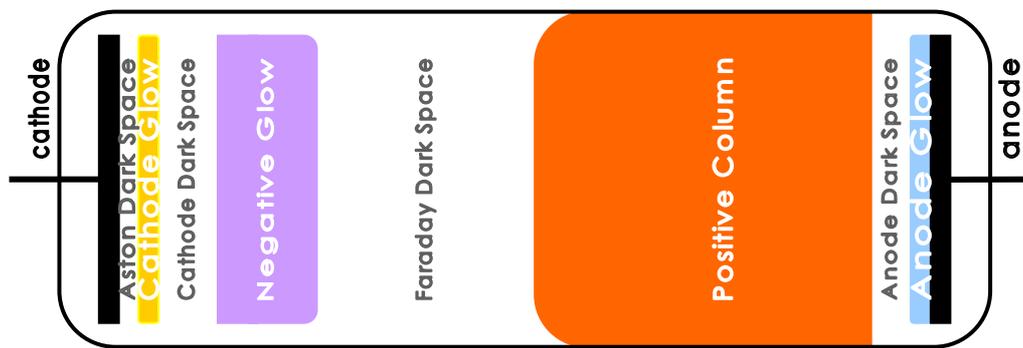


Figura 1.4 Schema della struttura di una scarica a bagliore.

All'interno della zona denominata *spazio oscuro catodico (cathode dark space)* gli elettroni non hanno sufficiente energia per causare ionizzazioni e pertanto non vi è emissione di luce. L'ampiezza è approssimativamente la distanza media percorsa da un elettrone prima di effettuare una collisione ionizzante, e vale all'incirca 5-10 volte il libero cammino medio. Il *cathode dark space* è caratterizzato da una distribuzione di carica spaziale dovuta all'accumulo di ioni positivi. Una volta raggiunto il limite di questa zona, gli elettroni iniziano a produrre collisioni ionizzanti, generando una regione globalmente neutra, in cui il numero di ioni e il numero di elettroni si bilanciano, ovvero generando un plasma; questa zona (*negative glow*) è luminosa a causa dell'energia rilasciata sotto forma di radiazione durante gli urti. Una volta perduta la loro energia nelle collisioni, gli elettroni percorrono la regione successiva senza causare ionizzazione o eccitazione degli atomi, perciò non viene emessa luce visibile (*spazio oscuro di Faraday*); in questa zona non sono prodotti ioni positivi 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*, caratterizzata da un plasma omogeneo e ben definito. In Figura 1.5 sono riportate le caratteristiche fisiche delle varie regioni della scarica.

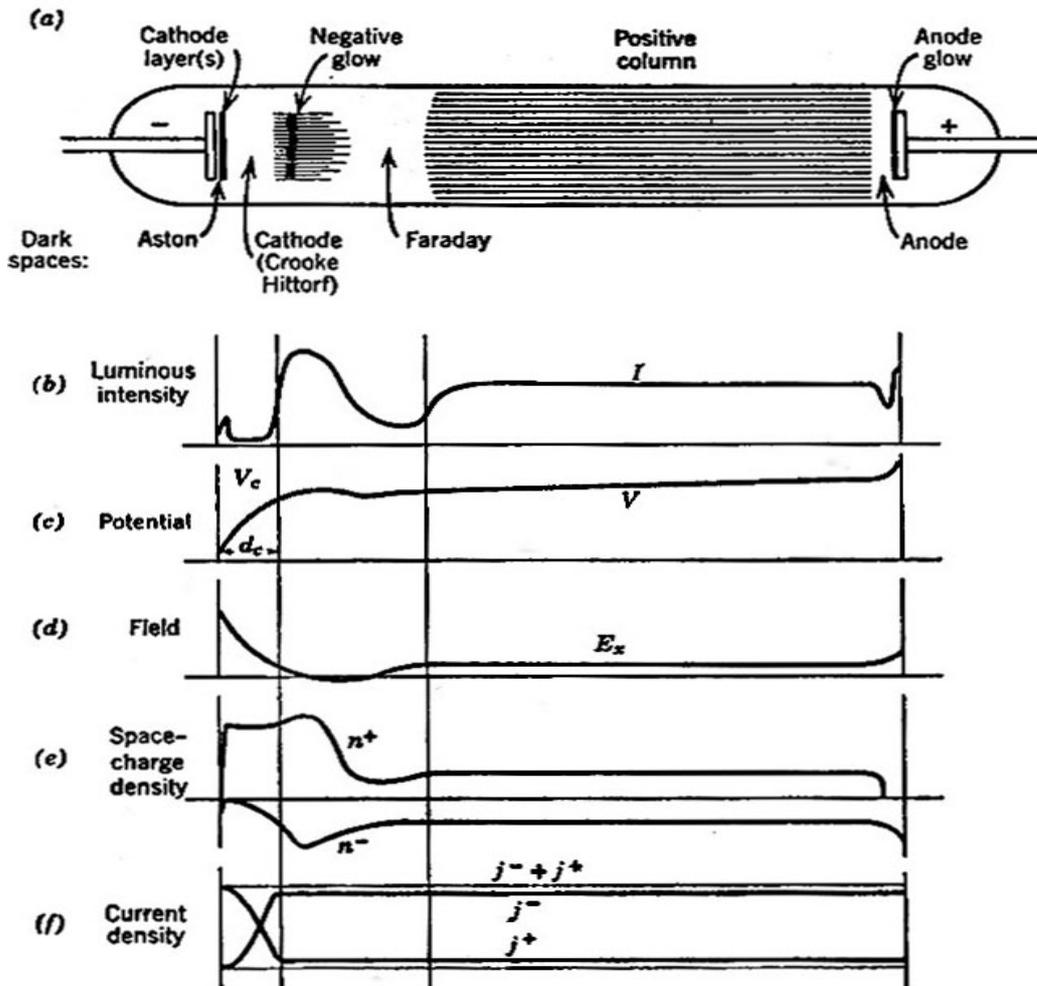


Figura 1.5 a): Schema della struttura di una scarica a bagliore;  
 b), c) e d): intensità luminosa, potenziale e campo elettrico della scarica rispetto alla posizione;  
 e), f) densità di carica spaziale e densità di corrente rispetto alla posizione per le due specie di portatori di carica, ioni ed elettroni<sup>9</sup>.

Nei processi di *sputtering* il regime utilizzato è solitamente quello di scarica anormale (*abnormal glow discharge*). Si ha inoltre nella maggior parte dei casi, una piccola separazione tra gli elettrodi, per cui l'anodo si trova all'interno della *negative glow*; la conseguenza è che la colonna positiva e lo spazio oscuro di Faraday non esistono.

*Scarica ad arco (Arc Discharge)*

Le scariche ad arco sono caratterizzate da correnti superiori all'ampere e tensioni di decine di volt. In questo regime di scarica, un aumento della corrente provoca una diminuzione esponenziale della differenza di potenziale tra anodo e catodo.

Un classico esempio di questo tipo di questa scarica è l'*arco catodico*: una scarica elettrica sostenuta da materiale ionizzato proveniente dal catodo in un ambiente che altrimenti sarebbe in vuoto; si tratta di un tipo di plasma che potrebbe virtualmente essere innescato nel vuoto assoluto.

La scarica a *catodo cavo (hollow cathode)* è un altro esempio di scarica in regime di arco.



## CAPITOLO 2

# Le sorgenti Hollow Cathode

*I dispositivi a catodo cavo, comunemente chiamati anche Hollow Cathode (HC), vengono utilizzati in molte delle applicazioni dove è necessario ottenere elevate densità di corrente con una caduta di potenziale anodo-catodo relativamente bassa (dell'ordine delle decine di volt): in spettroscopia, in fisica dei plasmi, come sorgenti ioniche e dall'industria aerospaziale come propulsori per satelliti<sup>10</sup>. Gli HC sono in grado di operare a regimi di corrente che vanno dalle frazioni fino a diverse centinaia di ampere. Al loro interno l'alta pressione permette la formazione di un anodo virtuale che favorisce l'innesco della scarica, chiamata Hollow Cathode Arc (HCA) o Hollow Cathode Discharge (HCD), anche a potenziali inferiori rispetto a quello di ionizzazione del gas che alimenta il plasma.*

### 2.1 Meccanismi fisici di funzionamento di un catodo cavo

---

Esistono diversi tipi di configurazioni catodiche che vanno sotto il nome di catodo cavo, comunemente anche detto *Hollow Cathode* (HC). Generalmente si tratta di sistemi che sfruttano l'emissione termica di elettroni da parte di un metallo o di un composto con una funzione lavoro particolarmente bassa per ionizzare il gas che fluisce al loro interno e formare così un plasma. Questo plasma viene anche chiamato arco o scarica dell'*hollow cathode* (appunto HCA o HCD) perché si tratta di una scarica elettrica tra un anodo dalla forma arbitraria (per esempio le pareti della camera da vuoto) e un catodo a struttura cava. In Figura 2.1 è riportato lo schema della più semplice configurazione a catodo cavo. La scarica si innesca in un punto interno al catodo la cui distanza dall'estremità, dell'ordine di pochi diametri, è difficile da determinare con precisione a causa della ridotta sezione catodica (raramente superiore ai 5 mm). La temperatura di esercizio di un HC è vicina ai 2000 °C<sup>11</sup>.

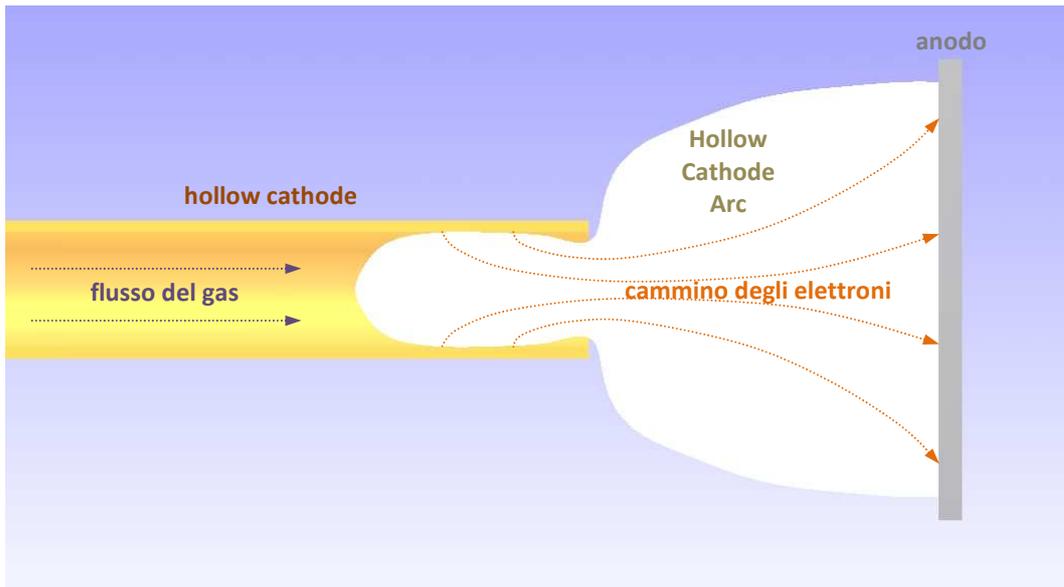


Figura 2.1 Schema di un catodo cavo tipo "Open-Channel" senza strozzatura in uscita.

Il plasma generato da un *hollow cathode* può svilupparsi secondo tre stadi che dipendono dalla corrente di alimentazione:

1) Glow Discharge: a correnti dell'ordine dei mA ed attorno al kV di tensione si osserva un plasma a diodo maggiormente denso in corrispondenza della superficie esterna dell'HC (Figura 2.2);

2) Hollow Cathode Arc: all'aumentare della corrente la *glow discharge* penetra nel catodo, fungendo da anodo virtuale, modifica la distribuzione interna del campo elettrico che da assiale diventa radiale (Figura 2.3, Figura 2.4 e Figura 2.5). Il potenziale  $V$  tra il plasma e il catodo è dato, per un campo elettrico assiale costante  $E$ , da:

$$V = V_0 - Ex \quad \text{Equazione 2.1}$$

dove sia  $V$  che  $V_0$  sono sempre positive.

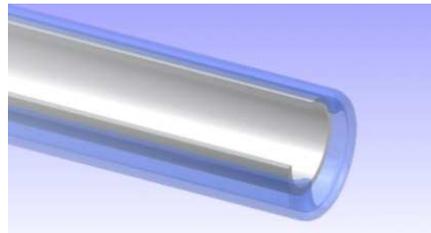


Figura 2.2  
*Glow Discharge* sulla superficie esterna dell'HC (visto in sezione).

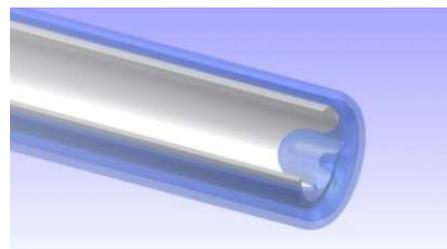


Figura 2.3  
La *Glow Discharge* penetra nel catodo.

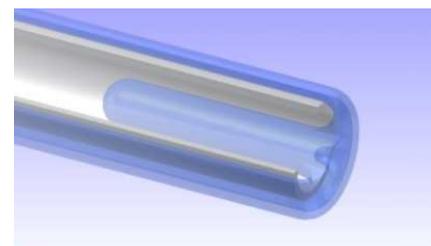
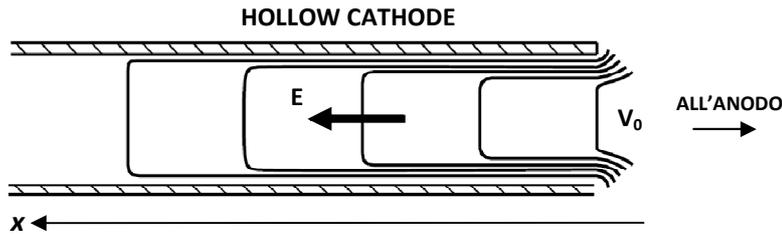


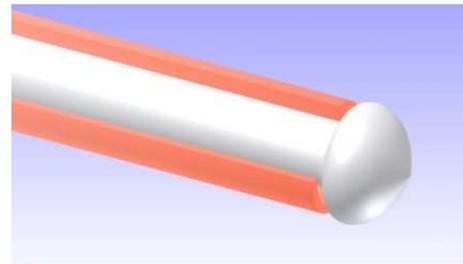
Figura 2.4  
La *Glow Discharge* penetra ulteriormente nel catodo e funge da anodo virtuale.



*Figura 2.5 Distribuzione del campo elettrico all'interno di un Hollow Cathode*

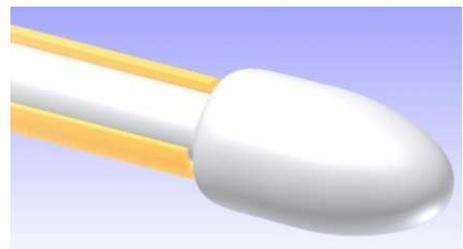
La temperatura aumenta in seguito ad un debole bombardamento ionico ed il catodo emette elettroni termici che vengono accelerati verso l'asse dell'elettrodo (Figura 2.7). Ad una pressione  $p$  tale che il libero cammino medio per la ionizzazione sia dell'ordine del raggio del catodo questi elettroni guadagnano abbastanza energia da ionizzare gli atomi del gas neutro che si trovano dentro l'HC. Il maggiore bombardamento del catodo da parte degli ioni provoca un ulteriore innalzamento della temperatura ed un aumento dell'emissione termoelettronica; a questo punto, il potenziale necessario per mantenere acceso il plasma, decresce bruscamente a valori di poche centinaia di volt, mentre la corrente aumenta (Figura 2.6).

Questo regime di scarica, caratterizzato da un potenziale decrescente all'aumentare della corrente, è la scarica del catodo cavo anche indicata come *Hollow Cathode Arc* o *Hollow Cathode Discharge* (HCA, HCD). Il plasma dentro il catodo cavo, formato dagli elettroni termici, viene chiamato *Internal Plasma Column* (IPC).



*Figura 2.7*

*Il bombardamento ionico delle pareti dell'HC produce un'emissione termoelettronica della pareti stesse con generazione di elettroni che vengono accelerati verso l'asse dell'elettrodo.*



*Figura 2.6*

*Aumento dell'emissione termoelettronica in seguito all'aumento di temperatura dell'HC.*

3) *Abnormal Glow Discharge*: sopra un certo valore limite un ulteriore incremento di corrente può avvenire solo aumentando il potenziale<sup>12</sup>.



Figura 2.8 Sequenza fotografica dell'innesco di una scarica hollow cathode mediante glow discharge<sup>7</sup>.

## 2.2 Eccitazione e ionizzazione nell'*Internal Plasma Column*

Una volta accesa la *glow discharge*, il riscaldamento del catodo, dovuto al bombardamento ionico, determina l'emissione di elettroni per effetto termico, e questo fenomeno è tanto più facilitato quanto minore è la funzione lavoro del metallo scelto per realizzare il catodo. In Tabella 2.1 sono riportate le funzioni lavoro relative ad alcuni metalli: il Ta, che presenta uno fra i valori minori, è il più usato per la realizzazione di sorgenti *hollow cathode*. Essendo un metallo refrattario è in grado di resistere alle elevate temperature raggiunte durante la scarica. Pellets di tungsteno toriato o di esaboruro di lantanio possono venire utilizzati per velocizzare l'innesco della scarica. Si è deciso in questo lavoro di utilizzare Nb per poter studiare l'applicazione della sorgente nella deposizione delle cavità risonanti superconduttive.

Tabella 2.1 Funzione lavoro di alcuni metalli

Metallo	$\phi$	Metallo	$\phi$	Metallo	$\phi$
Ti	4.1 eV	Ag	4.7 eV	Sn	4.4
V	4.3 eV	Ta	4.1 eV	LaB <sub>6</sub>	2.6
Fe	4.4 eV	Pt	5.3 eV	Acciaio	4.4 eV
Cu	4.5 eV	Au	4.8 eV	W toriato	2.63 eV
Nb	4.3 eV	Pb	4 eV	Al	4.2 eV

In alcuni tipi di *hollow cathode* la scarica viene innescata dall'emissione termoelettronica di materiali che vengono riscaldati utilizzando una resistenza al posto della *glow discharge*. Il calore prodotto dalla colonna di plasma interna è poi sufficiente per autosostenere la scarica. In Figura 2.9 è riportato lo schema di una configurazione HC del tipo sopradescritto: un disco in esaboruro di lantanio viene inserito in prossimità della parte terminale del catodo la cui sezione ridotta ha lo scopo di aumentare la densità di atomi attorno al *pellet* termoemettitore incrementando così la ionizzazione.

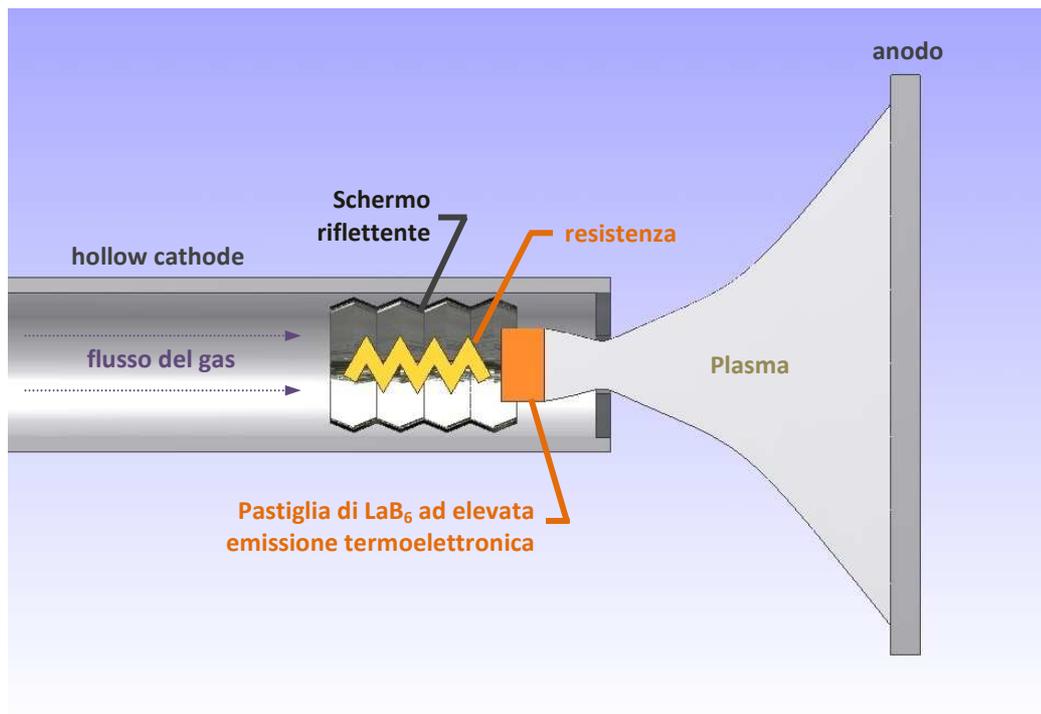


Figura 2.9 . Schema di Catodo Cavo ad innesco termoresistivo con terminale sagomato<sup>11</sup>.

Dopo l'innesco dell'HCA, sulla superficie interna all'hollow cathode viene a formarsi uno strato a densità di carica spaziale negativa generato dall'emissione termica degli elettroni il cui effetto è:

- 1) di abbassare la funzione lavoro del catodo;
- 2) di accelerare gli elettroni verso il plasma e gli ioni verso le pareti del catodo, mantenendone elevata la temperatura.

Questa densità di carica viene indicata come *sheath catodico* ed è posizionata tra le pareti del catodo ed il plasma centrale, ossia l'IPC. In Figura 2.10 è schematizzato lo *sheath* e la sua influenza sul IPC; si noti che in letteratura può anche venire indicato

come *Double Sheath* a causa della densità di carica positiva formata dagli ioni attirati verso le pareti interne dell'*Hollow Cathode*. Il *keeper* è un elettrodo estrattore che può venire utilizzato per variare energia e composizione del plasma estratto dal catodo; inoltre permette di utilizzare sorgenti *hollow cathode* a pressioni più basse ma, fungendo da collettore di elettroni, se non ben dimensionato, abbatte sensibilmente la densità di corrente di scarica.

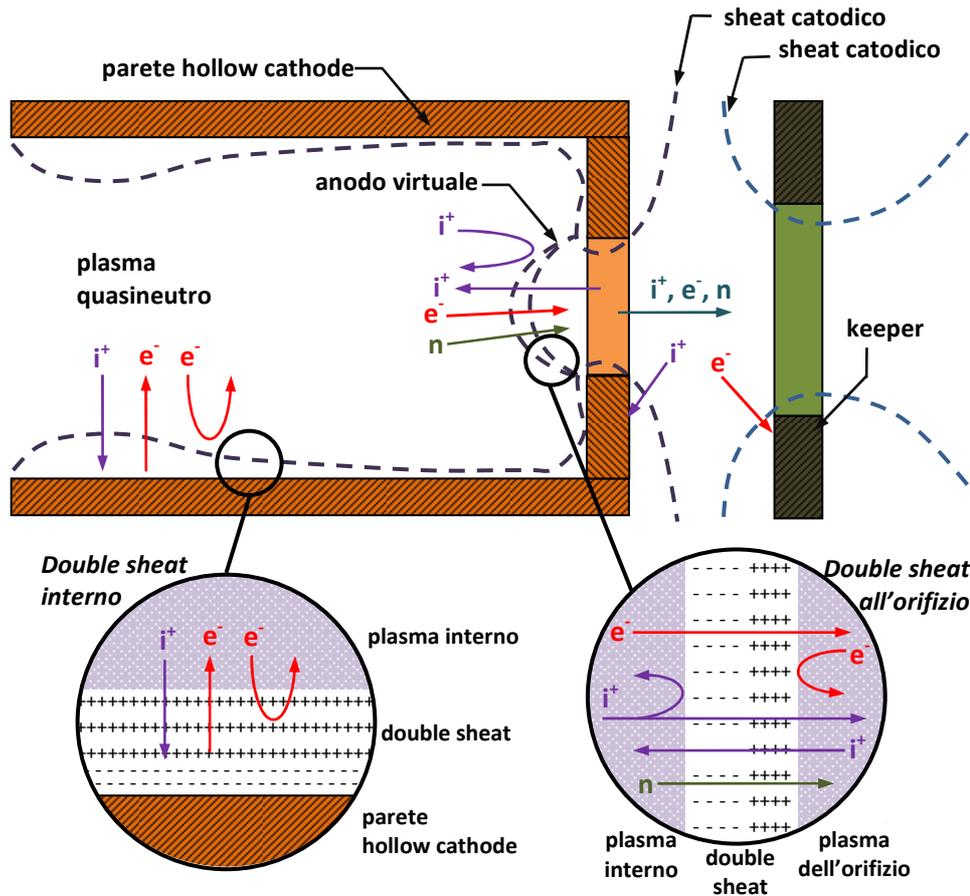


Figura 2.10 Azione e posizione dello sheath all'interno di un Hollow Cathode.

L'eccitazione e la ionizzazione del gas neutro sono in prevalenza dovute agli elettroni emessi dal catodo per effetto termico. Questi hanno energia dell'ordine delle decine di eV, pari a quella del potenziale dello *sheath* più quella termica del catodo, e sono detti *elettroni veloci*. Quelli che, invece, fanno parte del plasma hanno energia minore, dell'ordine dell'eV (elettroni veloci termalizzati) e sono quindi detti *elettroni lenti*. La dimensione dello *sheath*, minore del libero cammino medio, garantisce che in fase di accelerazione gli elettroni non collidano con alcun atomo del gas.

Una volta all'interno del plasma gli elettroni veloci termalizzano perdendo energia prevalentemente attraverso urti anelastici che portano alla ionizzazione degli atomi del gas, e poi, quando la loro energia scende sotto quella di ionizzazione, attraverso collisioni elettrone-elettrone. Raggiunta un'energia dell'ordine dell'eV, gli elettroni, ormai "lenti", vengono trasportati verso l'uscita del catodo cavo a sostenere la corrente della scarica HCA.

Un secondo sheath si forma tra le pareti dell'orifizio e la zona interna. È questo *sheath* ad accelerare gli elettroni che sostengono la scarica. Essendo le dimensioni dell'orifizio maggiori della lunghezza di Debye si hanno cammini liberi medi 10, 100 volte più grandi dell'orifizio stesso. Si ha pertanto, che molti degli ioni, formati all'orifizio, ricombinano sulle pareti dell'orifizio; gli elettroni dell'orifizio però, ionizzano gli atomi di gas neutro ad una velocità sufficiente a rimpiazzare gli ioni ricombinati sulle pareti. In una sorgente hollow cathode la più elevata densità di corrente si trova all'orifizio.

L'IPC può essere quindi vista come un plasma sostenuto da un *electron-beam*, dove la ionizzazione del gas è determinata dagli elettroni veloci emessi per effetto termico dal catodo ed accelerati dallo *sheath*, mentre la corrente della scarica è sostenuta dagli elettroni lenti. Questo tipo di plasma è profondamente diverso da altri plasmi più convenzionali (come per esempio quelli sfruttati nelle deposizioni per PVD tipo *sputtering* o *Magnetron-sputtering*) dove gli elettroni prendono l'energia per la ionizzazione direttamente dal campo elettrico generato dalla differenza di potenziale anodo-catodo. Il differente meccanismo di ionizzazione del gas nelle sorgenti *hollow cathode*, è la ragione per cui la scarica si sostiene a potenziali sensibilmente più bassi rispetto alle sorgenti PVD tipo *magnetron sputtering*.



# CAPITOLO 3

## Lo sputtering

*Lo sputtering è divenuta al giorno d'oggi una tecnica molto comune per la deposizione di film sottili e rivestimenti protettivi, passando dall'essere un'esclusività tecnologica dei centri di ricerca ad essere un'opzione competitiva anche economicamente per le industrie, sia high, sia low tech. In questo capitolo si illustreranno i fondamenti dello sputtering, concentrandosi in particolar modo sulla configurazione magnetron sputtering, utilizzata in questo lavoro.*

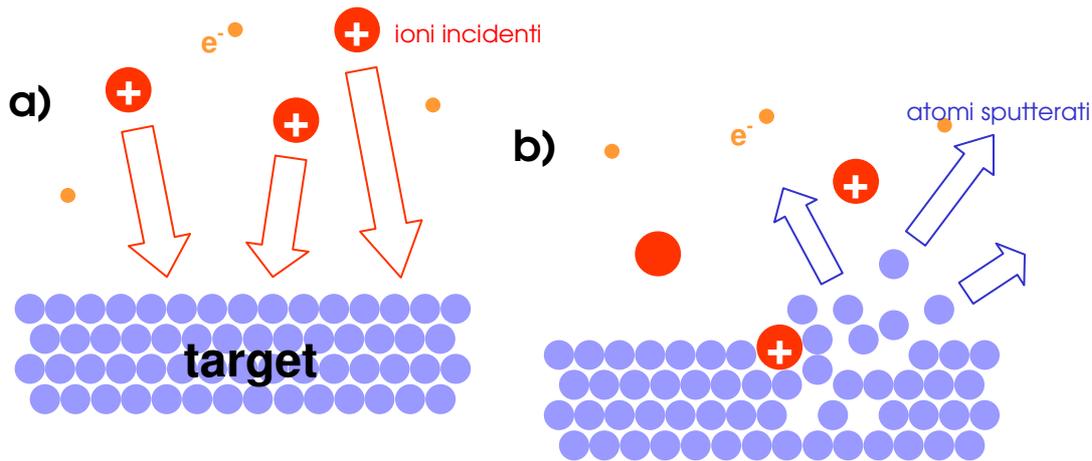
### 3.1 Introduzione

---

Lo sputtering è un processo in cui atomi di un materiale sono emessi dalla superficie di un solido (o di un liquido) attraverso il trasferimento di momento causato dal bombardamento di particelle energetiche, solitamente ioni positivi di un gas inerte<sup>13</sup>.

I fenomeni che avvengono sulla superficie di un materiale soggetto a bombardamento dipendono largamente dall'energia cinetica delle particelle incidenti e, quando questa supera l'energia di legame degli atomi del solido, hanno luogo processi di riarrangiamento delle posizioni reticolari e di danneggiamento della superficie. Ad energie più elevate di  $4H$  (con  $H$  = 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.

L'emissione di un atomo per sputtering è il risultato di una catena di urti binari che trasferiscono momento dalla particella bombardante all'atomo emesso. Il materiale passa in fase gassosa attraverso un processo meccanico invece che termico o chimico, come in altre tecniche di deposizione di film sottili. Ciò rende possibile depositare per sputtering virtualmente qualsiasi tipo di materiale con rese molto simili fra loro<sup>14</sup>.



*Figura 3.1 Meccanismo di sputtering:*

*a) gli ioni sono attirati dal target; b) gli ioni collidono con il target e lo erodono*

Il problema fondamentale nell'implementare un sistema da sputtering è la disponibilità di una sorgente di ioni uniforme ed abbondante al di sopra della superficie del target, e una scarica a bagliore in bassa pressione è essenzialmente uno dei sistemi più efficaci per fare questo. Un'ampia gamma di geometrie è stata sviluppata nel tentativo di:

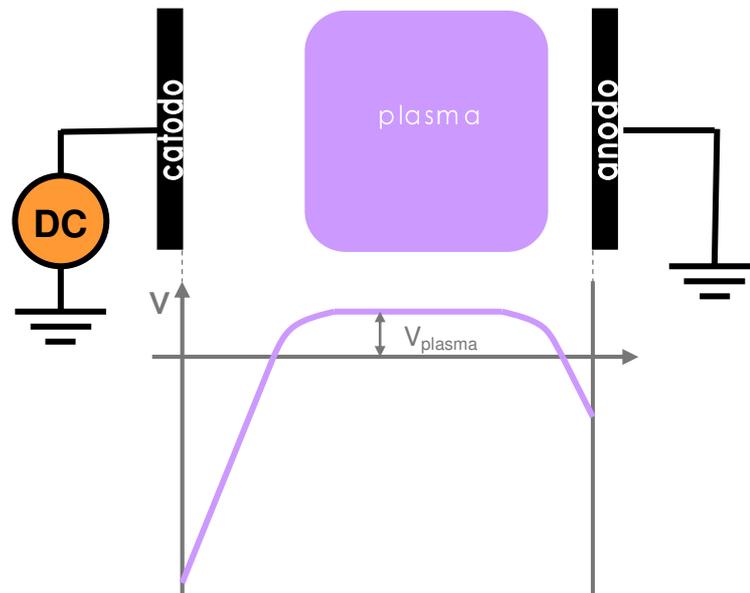
- a) aumentare il numero di ioni e quindi la velocità di deposizione;
- b) aumentare l'area utilizzabile del target;
- c) ridurre il riscaldamento del substrato da parte del bombardamento elettronico;
- d) abbassare la pressione di lavoro;
- e) facilitare la deposizione su substrati dalle forme particolari.

Vi sono diverse configurazioni di sputtering. Le principali sono lo sputtering a diodo, il magnetron sputtering, il bias sputtering, e lo sputtering in radiofrequenza. Solo i primi due saranno trattati in seguito, poiché lo sputtering a diodo è necessario per comprendere il magnetron sputtering, unica configurazione utilizzata in questo lavoro di master.

## 3.2 Sputtering a diodo

I sistemi di sputtering a diodo DC utilizzano due elettrodi affacciati ai quali è applicata una differenza di potenziale per creare una scarica. Il catodo è l'elettrodo cui viene imposto il potenziale più basso e spesso coincide con il *target*, ovvero il bersaglio del bombardamento ionico.

Esso è solitamente costituito dal materiale che si intende depositare e normalmente è raffreddato, mentre il substrato da depositare costituisce l'altro elettrodo. In un sistema a diodo, il campo elettrico è sempre diretto dal substrato al target. Generalmente per sostenere le scariche viene usato un gas nobile come l'argon.



*Figura 3.2 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 accende la scarica a bagliore, questi ioni vengono accelerati verso il catodo e promuovono l'emissione dalla superficie sia di atomi sputterati che di elettroni secondari. Gli elettroni secondari vengono a loro volta accelerati verso il plasma e

contribuiscono alla ionizzazione delle specie neutre. La Figura 3.3 è uno schema riassuntivo di questi processi.

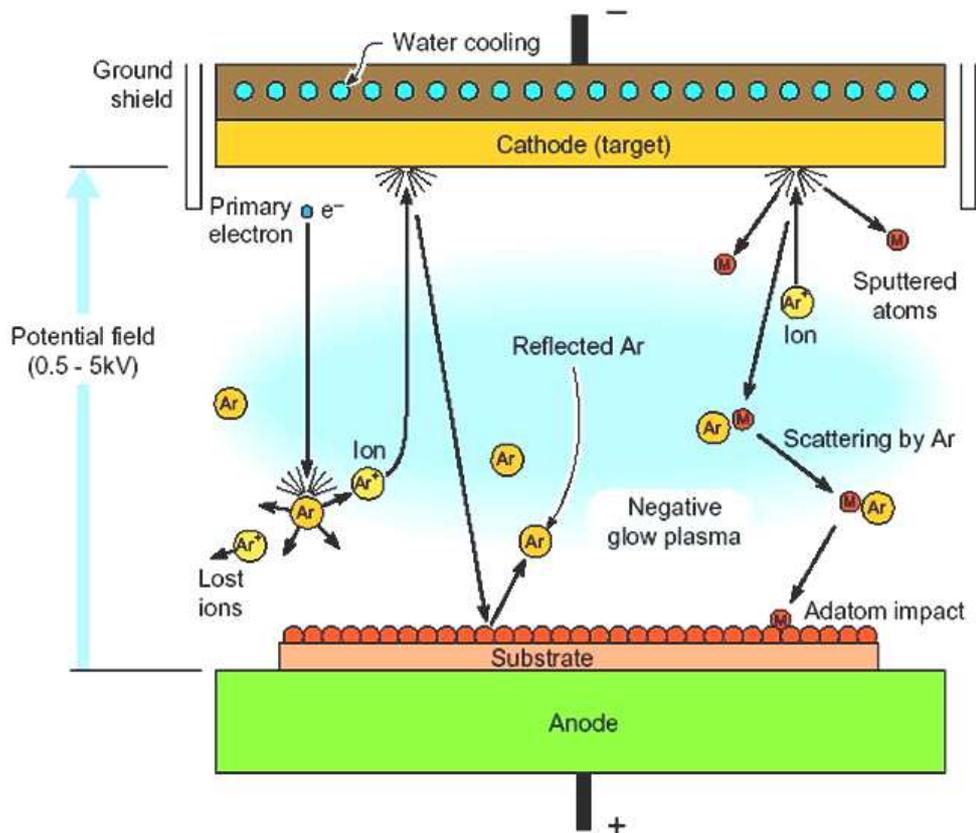


Figura 3.3 Processi che avvengono tra due elettrodi a seguito della formazione di una scarica a bagliore

### 3.2.1 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. 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 provoca 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 solo in prima approssimazione. In particolare non vi è uniformità 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. È questa la popolazione più densa, ~103 volte la densità di primari e secondari.

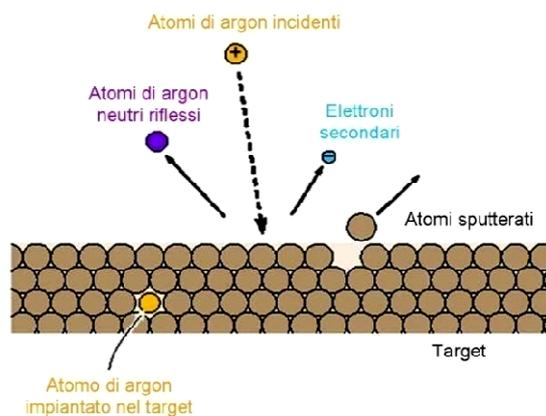


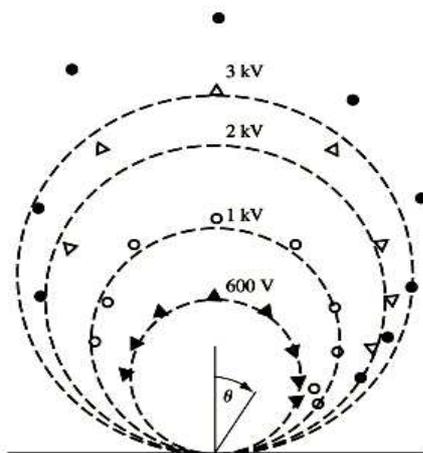
Figura 3.4 Gli ioni positivi di argon che vengono accelerati verso la superficie del target possono provocare emissione di atomi sputterati o di elettroni secondari, ma possono anche impiantarsi o essere riflessi come neutri.

### 3.2.2 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 deve essere mantenuta tra  $10^{-2}$  e 1 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 plasma. 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 3.5), prima di arrivare sul substrato, subiscono una serie di collisioni con le particelle del plasma.



*Figura 3.5 Distribuzione angolare degli atomi emessi dal target per diverse energie degli ioni incidenti<sup>15</sup>. 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.*

### 3.2.3 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.

### 3.2.4 Lo sputtering Yield

La possibilità di compiere deposizioni non dipende 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:

$$Y = \frac{\text{Numero atomi emessi dal target}}{\text{Particella incidente}} \quad \text{Equazione 3.1}$$

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:

$$Y = \Lambda F_D(E_0) \quad \text{Equazione 3.2}$$

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

$$\Lambda \cong \frac{3}{4\pi^2 N U_0} \quad \text{Equazione 3.3}$$

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:

$$F_D(E_0) = \alpha N S_n(E_0) \quad \text{Equazione 3.4}$$

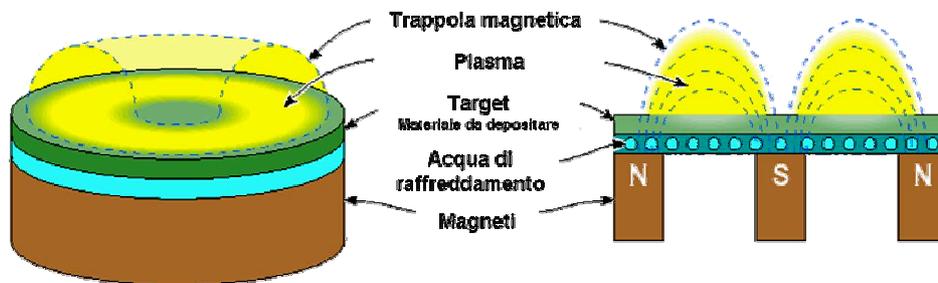
dove  $N$  è la densità atomica del bersaglio,  $S_n(E_0)$  è lo *stopping power* nucleare,  $\alpha$  è un fattore dimensionale che considera l'effetto schermante degli elettroni, l'angolo e l'energia del fascio incidente, il rapporto tra la massa degli ioni e degli atomi del bersaglio.

### 3.3 Magnetron Sputtering

---

Lo sputtering a diodo non è molto efficiente perché gli elettroni effettuano un numero limitato di collisioni ionizzanti prima di essere assorbiti dall'anodo. 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 3.6 Disposizione del target e dei magneti in un sistema magnetron sputtering*

---

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.

### 3.3.1 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:

$$\omega_c = \frac{eB}{m_e} \quad \text{Equazione 3.5}$$

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.

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:

$$\frac{d\vec{v}}{dt} = \frac{e}{m} (\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}) \quad \text{Equazione 3.6}$$

ovvero

$$\vec{F} = e(\vec{E} + \vec{v} \times \vec{B}) \quad \text{Equazione 3.7}$$

A causa del fatto che gli ioni hanno massa molto superiore rispetto agli elettroni, solo questi ultimi risentono dei campi magnetici (solitamente 100-1000 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:

$$|v \times B| = |v| \cdot |B| \cdot \text{sen} \theta_{vB} \quad \text{Equazione 3.8}$$

### 3.3.2 Caratteristiche tensione corrente in un magnetron

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 Thornton<sup>13</sup>) prevede un andamento del tipo:

$$I = aV^n \quad \text{Equazione 3.9}$$

dove l'esponente  $n$  è tanto maggiore quanto più efficace è il confinamento da parte del campo magnetico.

Un secondo modello prevede invece una curva caratteristica del tipo:

$$I = a(V - V_0)^2 \quad \text{Equazione 3.10}$$

dove  $V_0$  rappresenta il potenziale di innesco del plasma.

### 3.3.3 Configurazioni magnetiche

#### Magnetron Bilanciato

La normale configurazione magnetica di un magnetron è quella in cui le linee di campo magnetico nascono e muoiono sul target. Questo consente di avere un plasma ben confinato sulla superficie del target con il vantaggio di un elevato numero di ionizzazioni in prossimità del target che produce un elevato *sputtering rate*. Questa configurazione magnetica viene definita *balanced magnetron*.

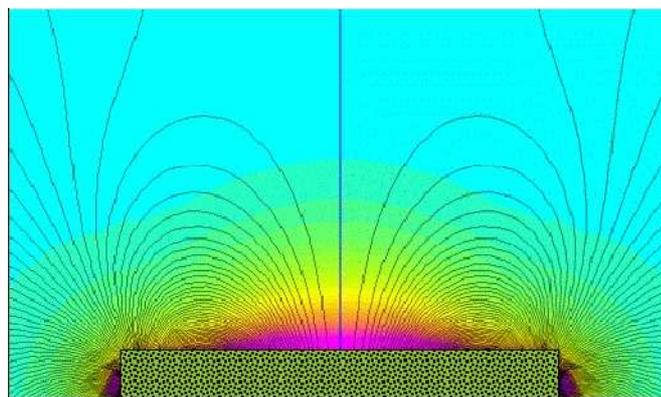
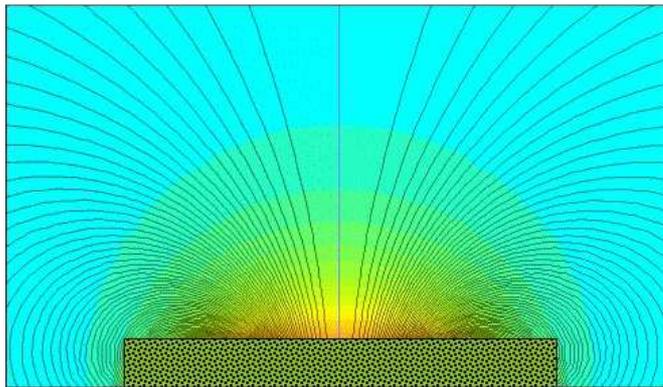


Figura 3.7 Linee di campo in un magnetron bilanciato.

Esistono però anche delle configurazioni magnetiche sbilanciate, che vengono definite di I tipo e II tipo.

### Magnetron Sbilanciato di I tipo

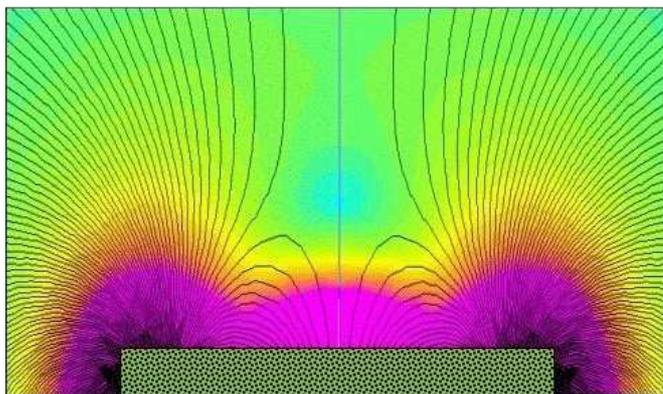
Utilizzando un magnete centrale più forte di quello esterno (nella geometria planare) si ottiene una configurazione sbilanciata di primo tipo. Questa configurazione ha il pregio di non bombardare il substrato, permettendo la deposizione su materiali delicati come quelli polimerici.



*Figura 3.8* Linee di campo in un magnetron sbilanciato di I tipo.

### Magnetron Sbilanciato di II tipo

Utilizzando un magnete esterno più forte di quello centrale (nella geometria planare) si ottiene una configurazione sbilanciata di secondo tipo (*unbalanced magnetron II type*). Questa configurazione permette il bombardamento del substrato, con la doppia azione di pulizia e attivazione delle specie. Questa configurazione magnetica viene sfruttata nello sputtering reattivo. Lo svantaggio è che l'area bombardata dal plasma è comunque limitata.



*Figura 3.9* Linee di campo in un magnetron sbilanciato di II tipo.

### 3.4 Hollow Cathode Magnetron (HCM)

---

La necessità di modificare il plasma generato da un magnetron al fine di aumentare la qualità e la velocità dei film depositati per magnetron-sputtering ha portato allo studio di differenti sistemi a triodo, in cui un filamento emettitore di elettroni viene accoppiato ad una sorgente magnetron sputtering<sup>1,2</sup>. Un sistema a triodo più versatile rispetto a quelli che utilizzano un filamento incandescente come sorgente di elettroni è quello formato dall'accoppiamento *magnetron-hollow cathode*. In questa configurazione il catodo del magnetron è l'elettrodo a potenziale più basso, il substrato e la camera messi a massa fanno da anodo mentre il catodo cavo ha potenziale leggermente negativo e ha la funzione di fornire elettroni per aumentare la densità del plasma<sup>3</sup>.

In Figura 3.10 è riportato lo schema di un magnetron planare con catodo cavo<sup>3</sup>. L'uscita del catodo cavo è posizionata in modo da essere inserita all'interno delle linee di campo magnetico più vicine alla superficie catodica, cioè quelle che confinano gli elettroni trattenendoli vicino al target. Gli elettroni emessi dal catodo cavo vengono distribuiti nel cammino di confinamento magnetico attraverso un effetto  $E \times B$ , simile a quello che genera la corrente di *drift* nei magnetron semplici<sup>3</sup>. Essi hanno abbastanza energia da ionizzare gli atomi del gas presente in camera. L'aumento di ionizzazione porta ad un plasma più denso di quello che genererebbe un magnetron se funzionasse da solo.

Questo plasma è anche caratterizzato da un'impedenza minore e, di conseguenza, a parità di tensione fornisce correnti maggiori.

La corrente elettrica di emissione dell'*hollow cathode* viene direttamente accoppiata con il plasma del magnetron. Il coefficiente di accoppiamento percentuale delle due scariche si determina graficamente<sup>3</sup> dalla derivata prima della curva  $I_{\text{magnetron}}(V=\text{cost})$  vs  $I_{\text{hollowcathode}}$ , mentre visivamente si traduce in un aumento della luminosità del plasma che indica un aumento del materiale eroso per sputtering.

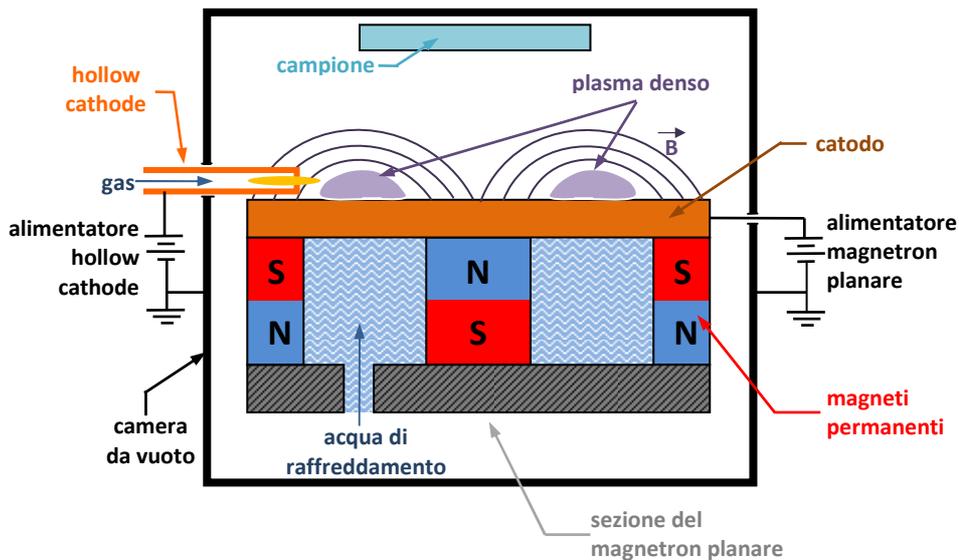


Figura 3.10 Magnetron planare con sorgente hollow cathode che inserisce elettroni sulla parte sinistra del plasma

Ci sono due regole da seguire per poter migliorare l'accoppiamento:

- 1) l'*hollow cathode* deve intersecare le linee del campo magnetico dove queste sono parallele alla superficie del catodo;
- 2) non deve interferire con la corrente di *drift* che si muove sulla superficie del catodo.

In Figura 3.11 è riportato da letteratura<sup>3</sup> l'andamento del coefficiente di accoppiamento in funzione dello spostamento verticale del catodo cavo tenuto a posizione radiale fissata sopra un magnetron planare: all'aumentare della distanza *target-hollow cathode* l'accoppiamento decresce mentre l'avvicinamento dell'*hollow cathode* alla superficie del magnetron porta ad un aumento del coefficiente di accoppiamento. Sotto una certa distanza il catodo cavo ostacola fisicamente il passaggio della corrente di *drift* portando ad un progressivo disaccoppiamento delle due sorgenti.

La tensione di lavoro per le convenzionali sorgenti diodo/magnetron dipendono dalla pressione, dal materiale del target, dal tipo di gas e dall'efficacia del confinamento magnetico ma generalmente si mantiene entro un intervallo che va da 300 a 400 V. Sotto questi valori non è possibile accendere un plasma e quindi l'utilizzo di tali sorgenti determina un limite inferiore al valore di energia con cui gli ioni bombardano il target; inoltre, sebbene sia possibile, operare a potenziali appena superiori a quello di accensione del plasma limita la corrente a valori molto bassi.

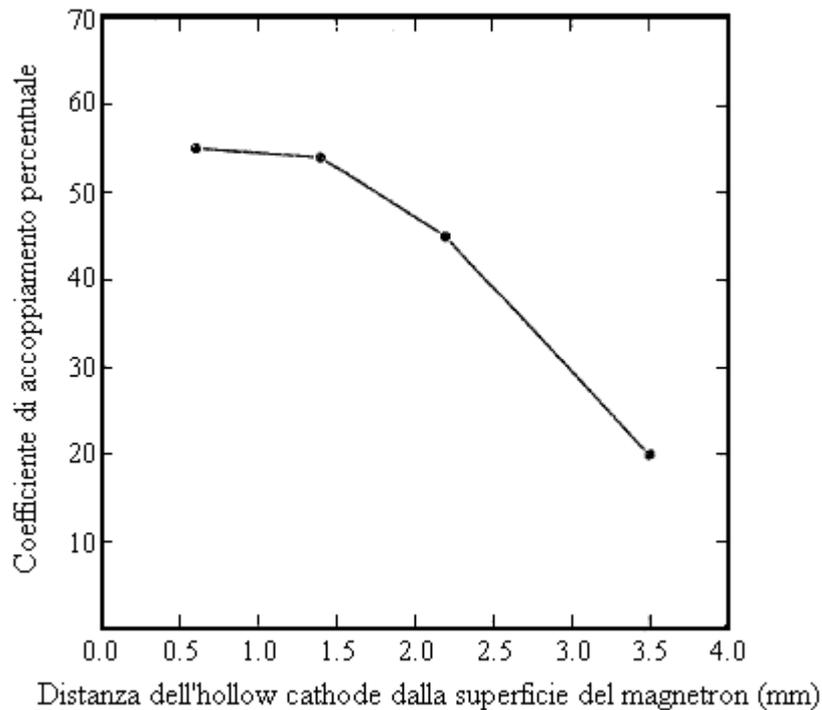


Figura 3.11 Coefficiente di accoppiamento percentuale della corrente di emissione di un hollow cathode in un magnetron planare in funzione della distanza ad un raggio costante rispetto al centro del magnetron<sup>3</sup>. Il coefficiente di accoppiamento percentuale delle due scariche è stato determinato graficamente dalla derivata prima della curva  $I_{magnetron}(V=cost)$  vs  $I_{hollowcathode}$

Affiancando un *hollow cathode* ad una sorgente magnetron non è più necessaria l'alta tensione per mantenere acceso il plasma, il quale viene sostenuto dalla scarica dell'*hollow cathode*. In questo modo il *target* del *magnetron* può lavorare a potenziali anche bassi pur venendo bombardato da una significativa corrente ionica, responsabile dell'erosione.

### 3.4.1 Target Hollow Cathode Magnetron

L'impedenza del plasma generato da un *magnetron* e la sua densità possono essere modificate creando delle strutture tipo catodo cavo (*hollow cathode-like*)

direttamente sul catodo del *magnetron*<sup>4,5</sup>. È possibile così aumentare il *range* di pressione entro il quale una normale sorgente *magnetron* riesce a sostenere il plasma, senza tuttavia arrivare a raggiungere la flessibilità di utilizzo che ha una sorgente *hollow cathode magnetron* con catodo cavo posizionato esternamente.

In Figura 3.12 è riportato lo schema di un magnetron planare con target sagomato in modo da creare strutture *hollow cathode-like*. Queste sorgenti permettono di avere una pressione sul target molto più elevata rispetto a quella vicino al substrato:  $10^{-1}$  contro  $3 \times 10^{-4}$  mbar<sup>16</sup>; ciò porta due grandi vantaggi:

- 1) si raggiungono correnti di scarica elevate (come avviene se si innesca un plasma ad alte pressioni) pur conservando un grande libero cammino medio degli atomi emessi per *sputtering* dal *target* (come vale per i plasmi innescati a basse pressioni);
- 2) è possibile utilizzare due gas, uno di alimentazione per l'*hollow cathode* del target e uno immesso vicino al substrato per fare deposizioni con gas reattivo.

Le sorgenti *target hollow cathode magnetron* sono inoltre compatte, interamente assemblate in un unico pezzo, ma, per contro si ha che il costo dei *target* è di molto superiore rispetto a quello del *target* di un tradizionale magnetron, perché deve comprendere anche i costi di lavorazione per la costruzione della cava *hollow cathode like*. Un altro svantaggio è che non permettono il controllo indipendente della tensione del magnetron e del catodo cavo, non raggiungendo pertanto l'efficienza di ionizzazione di una sorgente accoppiata *hollow cathode magnetron* poiché l'emissione termoelettronica è limitata.

In Figura 3.13 sono messe a confronto le caratteristiche corrente-tensione relative ad una sorgente tipo target hollow cathode con gas immesso attraverso il target e con gas immesso direttamente in camera, per alcuni diversi valori di pressione. Si vede come, a parità di tensione, la corrente di scarica del magnetron sia maggiore quando il gas viene immesso dal target.

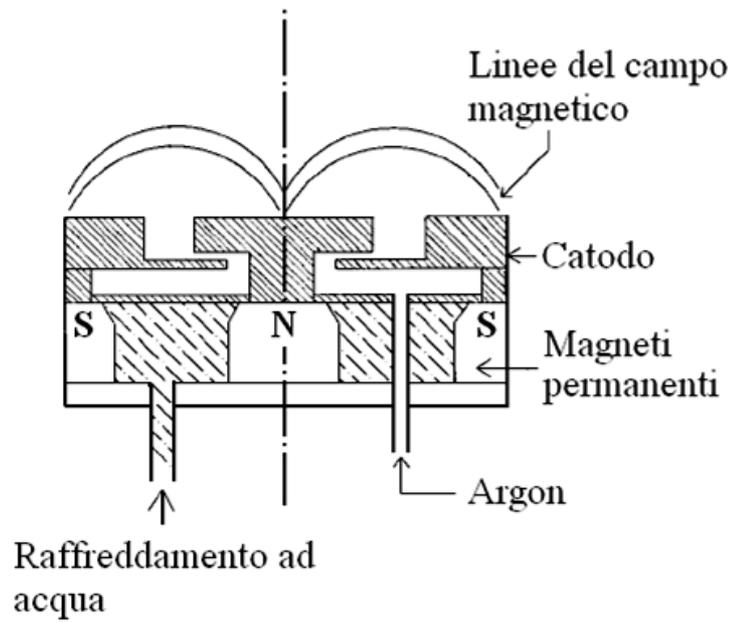


Figura 3.12 Schema di una sorgente magnetron con strutture hollow cathode-like scavate nel catodo<sup>16</sup>.

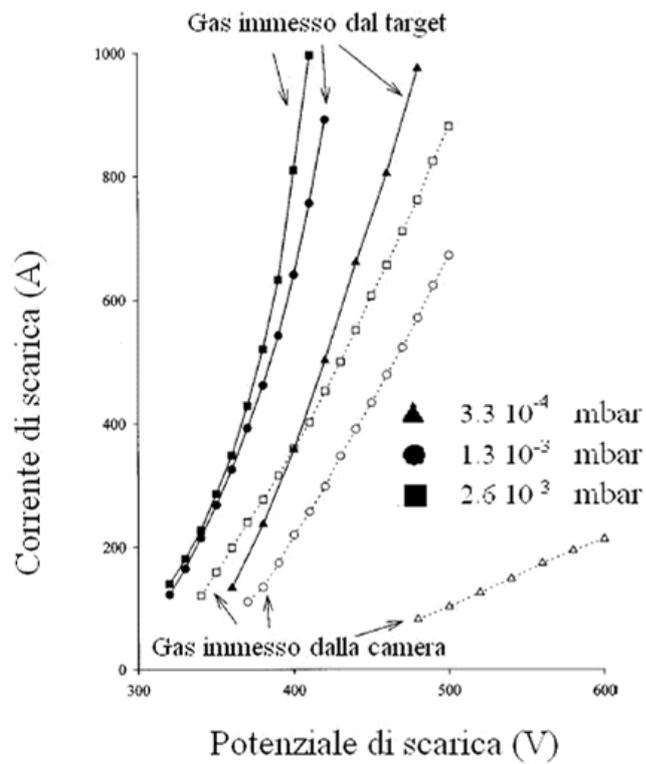


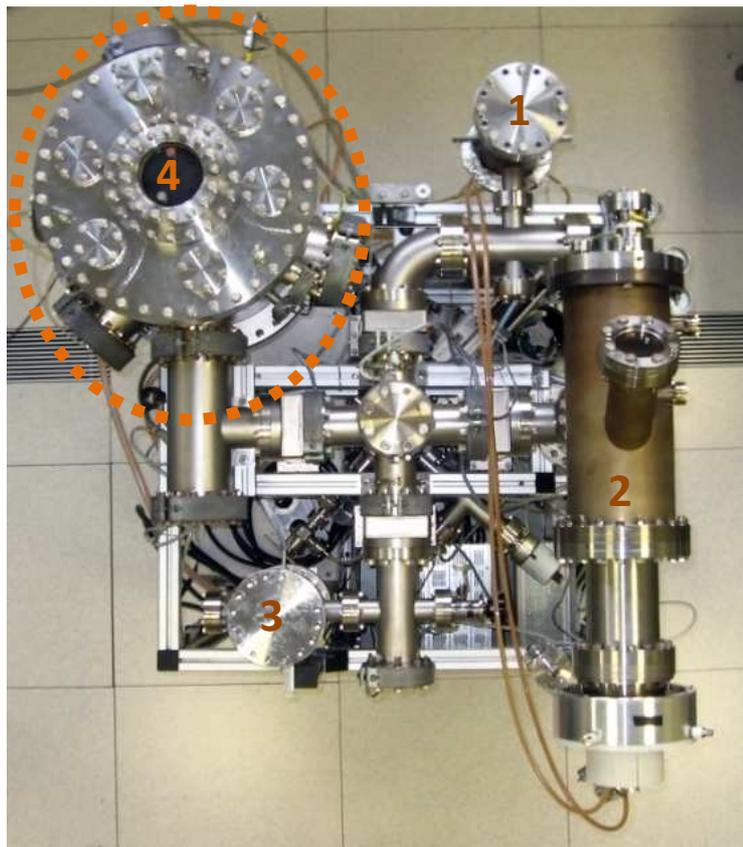
Figura 3.13 Caratteristiche corrente-tensione per sorgente target hollow cathode<sup>16</sup>.



## CAPITOLO 4

### Il sistema da vuoto

*In questo capitolo verrà descritto, in tutti i suoi componenti, il sistema da vuoto dove sono state eseguite tutte le caratterizzazioni e le deposizioni eseguite in questo lavoro di tesi. Questo sistema ha circa 4 anni di vita e all'interno dei LNL viene utilizzato per gli usi più diversi: la prima camera è solitamente impiegata per sputtering con svariati target, la seconda per deposizioni ad arco e la terza per deposizioni con ion-gun (Figura 4.1). La quarta camera da vuoto, invece, è quella utilizzata in questo lavoro di master.*



*Figura 4.1 Foto aerea del sistema 4 camere. La camera da vuoto utilizzata è la n° 4, cerchiata in arancione*

## 4.1 Descrizione del sistema da vuoto

Partendo dallo scarico, il sistema è composto da una pompa rotativa Pfeiffer che raggiunge un vuoto massimo di  $10^{-3}$  mbar. Dopo la pompa preliminare vi è una trappola di assorbimento per impedire il *backstreaming*. Troviamo poi una croce a 3 vie con due valvole: una valvola elettropneumatica Pfeiffer e una valvola manuale ad angolo della VAT. La valvola elettropneumatica si apre all'accensione della pompa e si chiude con il suo spegnimento oppure in caso di interruzione della corrente. Questa valvola può essere utilizzata per isolare la rotativa dal sistema durante il *leak test*. La valvola manuale, invece, permette il collegamento del leak detector al sistema per effettuare le detezioni di fughe senza interrompere il pompaggio in camera. Segue una pompa turbomolecolare Pfeiffer della portata di 60 l/s. La pompa turbomolecolare è collegata ad una camera da vuoto centrale separata dalle quattro camere e dalla pompa mediante cinque *gate* Varian flangiate CF63, comandate ciascuna da una diversa valvola elettropneumatica e azionate mediante cinque pulsanti del quadro comandi.

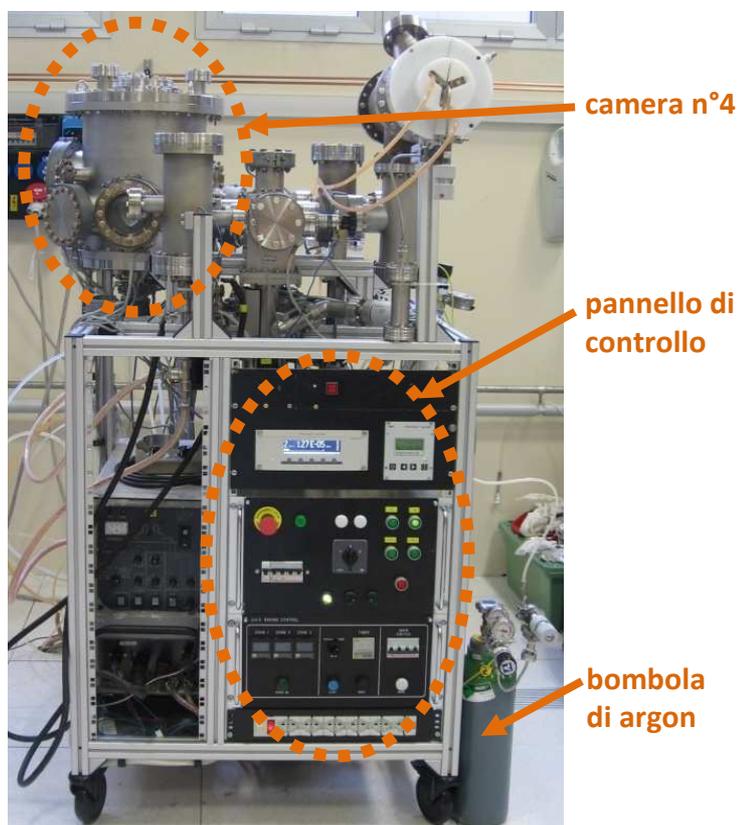


Figura 4.2 Foto frontale del sistema 4 camere

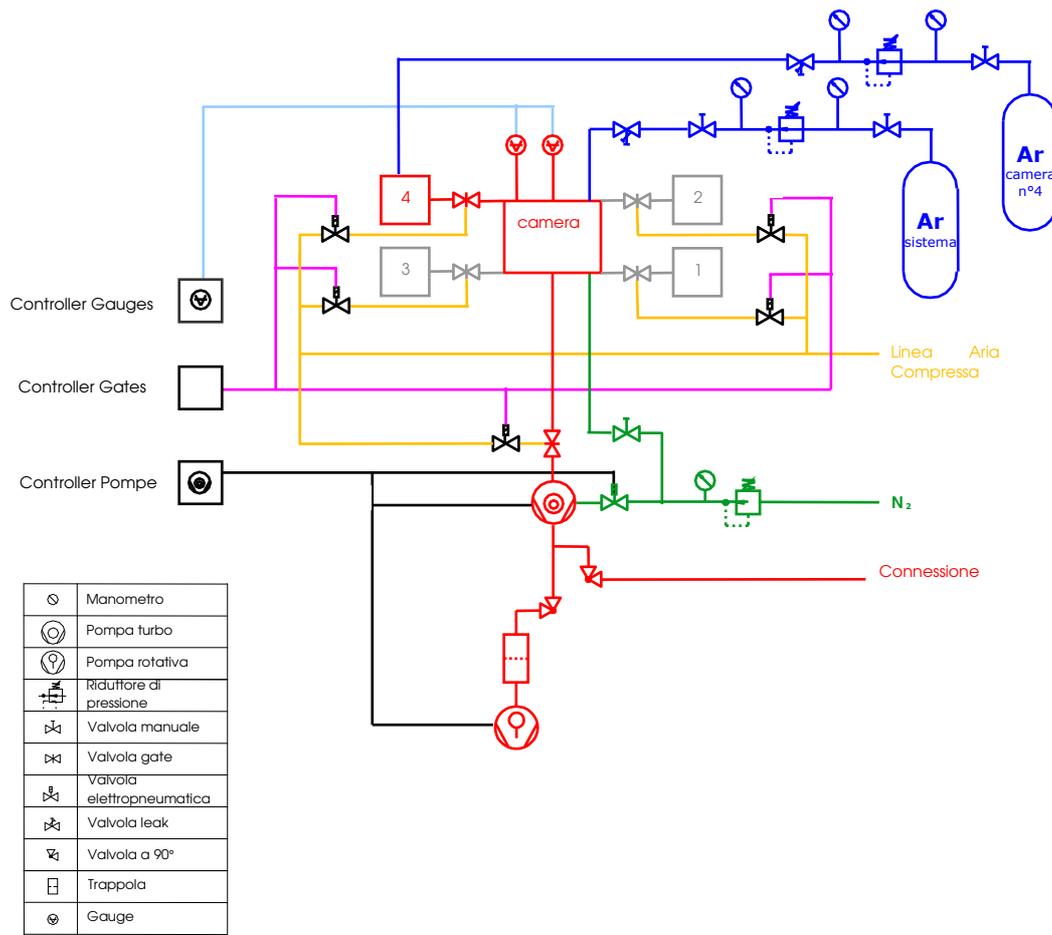


Figura 4.3 Schema del sistema da vuoto del sistema a quattro camere. La camera utilizzata in questo lavoro di tesi è la numero 4 (evidenziata in rosso).

Alla croce centrale arrivano due linee di gas: quella di azoto per il *venting* e quella di argon puro per lo *sputtering*. L'azoto della linea, la cui pressione viene controllata tramite un regolatore di pressione, entra tramite una valvola ad angolo *all-metal* Varian, mentre l'argon purezza 99,9999% è "stoccato" in una bombola da 15 l. La connessione tra la bombola e la linea utilizza un sistema di VCR (cajon), seguito da una valvola ad angolo *all-metal* Varian e da una valvola di precisione *all-metal dosing valve* della VAT. Il gas di processo per l'*hollow cathode magnetron*, invece, viene inserito direttamente alla camera da vuoto attraverso un passante collegato ad una seconda bombola di argon (cfr. pag. 50). Sempre alla camera centrale sono collegati anche i due misuratori di pressione (*gauges*) del sistema da vuoto:

- Full Range (BA-Pi) Pfeiffer (range di pressioni misurato  $10^3$ - $10^{-10}$  mbar)
- Capacitivo CMR264 Pfeiffer (range di pressioni misurato  $10^3$ - $10^{-4}$  mbar)

Il capacitivo viene utilizzato sia durante le deposizioni, perché a differenza del pirani montato sul Full Range la misura non è influenzato dalle elevate temperature, sia per monitorare il *venting*, poiché il pirani mal sopporta le rapide risalite di pressione, per cui è opportuno spegnerlo durante i rientri.

# CAPITOLO 5

## Progettazione della sorgente Hollow Cathode

*L'obiettivo di questo lavoro è quello di progettare, realizzare e studiare un hollow cathode anulare partendo dai risultati ottenuti in un precedente lavoro di tesi con dei normali hollow cathode lineari. Questa sorgente verrà accoppiata ad una sorgente magnetron-sputtering per la deposizione di film sottili superconduttori in Niobio. La corrente elettronica emessa dall'hollow cathode ha lo scopo di aumentare la densità del plasma confinato dal magnetron migliorando la velocità di deposizione, la qualità e l'uniformità dello spessore dei film prodotti. In questo capitolo vengono mostrate le varie fasi della progettazione della nuova sorgente hollow cathode anulare.*

### 5.1 Stato dell'arte ai LNL

---

In un precedente lavoro di master<sup>7</sup>, si è studiata la possibilità di costruire una sorgente *hollow cathode* magnetron con un *hollow cathode* di forma anulare. Durante questo lavoro sono state realizzate e studiate sorgenti *hollow cathode* funzionanti in niobio, materiale mai utilizzato precedentemente per la fabbricazione di questi dispositivi. I risultati ottenuti hanno permesso la costruzione di una sorgente *hollow cathode magnetron* (HCM) utilizzando un magnetron planare 2'' ed un *hollow cathode* da 2,5 mm di diametro interno. Questa sorgente è stata caratterizzata e calibrata ed ha permesso la deposizione di film sottili di niobio ad una velocità 3 volte superiore rispetto ai normali magnetron planari delle stesse dimensioni.

Sono stati riscontrati problemi di disuniformità della scarica del HCM, dell'erosione del target ed in parte anche nello spessore dei film depositati; è stato quindi progettato un *hollow cathode* anulare che potesse risolvere questo problema e che potesse, eventualmente, essere applicato non solo a magnetron planari ma anche cilindrici.

La geometria studiata deriva dall'idea di far ruotare un *hollow cathode lineare* attorno al magnetron in modo da ottenere una scarica continua lungo una

circonferenza. Il catodo cavo derivante da questa idealizzazione ha forma anulare ed è composto da una base che va posta sopra al magnetron, più un coperchio che, saldato alla base, chiude l'*hollow cathode* anulare.

L'*hollow cathode anulare* è stato progettato con un programma CAD; si tratta di due anelli in Niobio alti 6 mm, dal diametro esterno di 90 mm ed interno di 40 mm. In Figura 5.1 è riportata il disegno della base che presenta delle piste progettate per dividere il flusso del gas di alimentazione in quattro canali, i quali immettono il gas contro delle barriere presenti nel coperchio in modo da dividere ulteriormente i flussi di gas. Dopo le barriere una camera di espansione contribuisce ad unire i flussi di gas in un flusso unico, anulare, diretto verso la circonferenza centrale dell'*hollow cathode*.

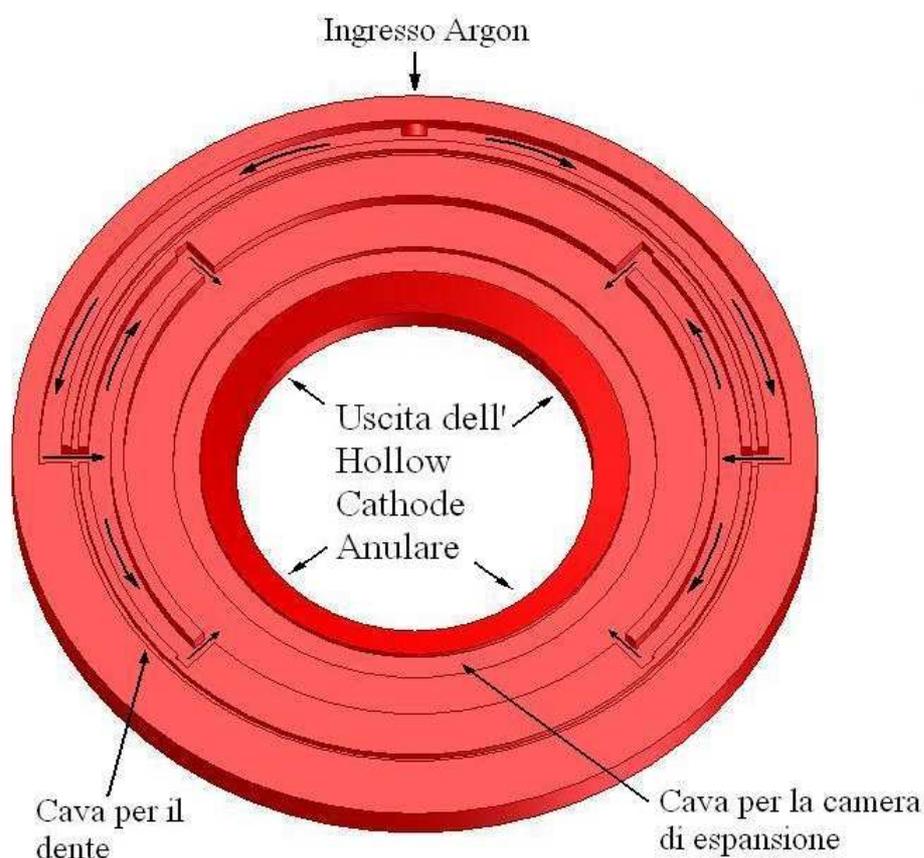
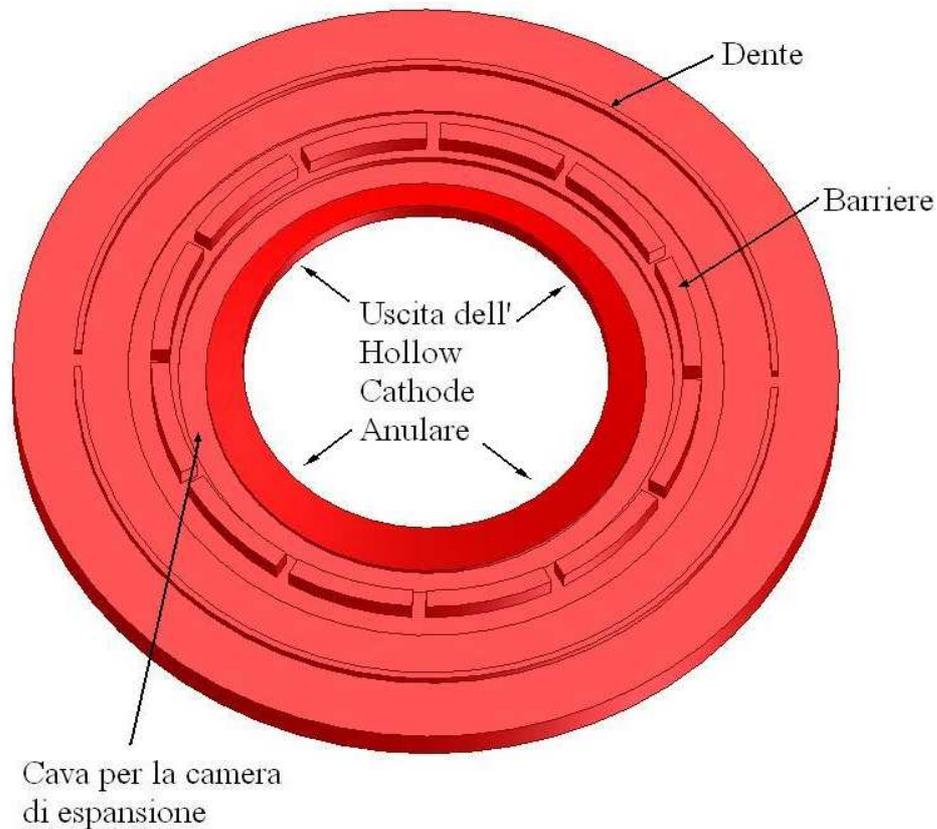


Figura 5.1 Base dell'*hollow cathode anulare*.

In Figura 5.2 è riportato il disegno del coperchio dell'*hollow cathode anulare*, in cui sono indicate le barriere ed un dente che, inserito nell'apposita cava sulla base, ha la

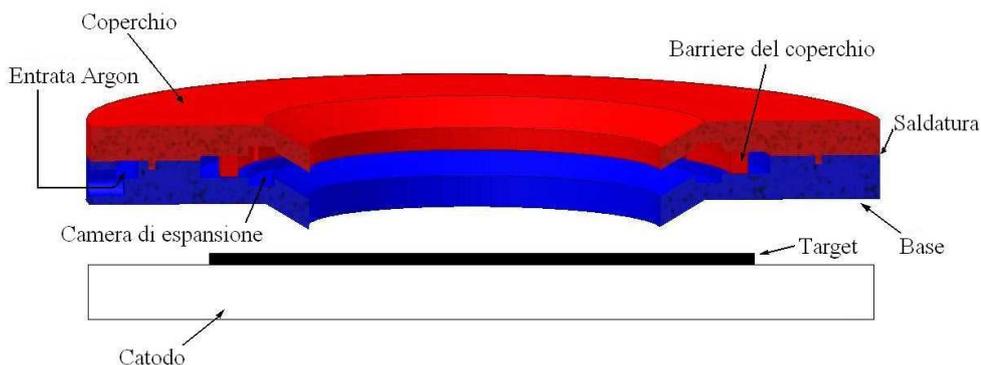
funzione di evitare che il gas possa saltare da una pista all'altra senza seguire il percorso obbligato.



*Figura 5.2 Coperchio dell'hollow cathode anulare.*

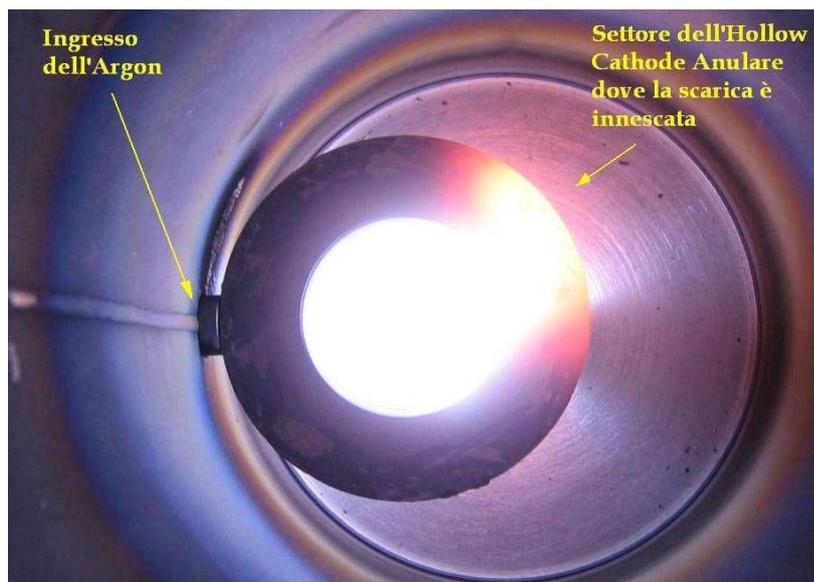
In Figura 5.3 è riportato uno schema della sezione dell'*hollow cathode anulare* come dovrebbe venire posizionato sopra il target del magnetron planare da 2'' già utilizzato per la costruzione della sorgente HCM con *hollow cathode lineare*. È inoltre indicata la linea di saldatura che deve tenere unita la base al coperchio dell'*hollow cathode* per impedire la dispersione del gas.

L'*hollow cathode* è isolato dal magnetron e direziona la scarica verso il basso, contro il target, in corrispondenza del tracciato circolare di erosione del *magnetron* in modo da assicurare l'uniformità dell'erosione.



*Figura 5.3 Sezione dell'hollow cathode anulare posizionato sopra il target di un magnetron planare.*

La sorgente è stata costruita e testata, ma le prove d'innescò della scarica sull'hollow cathode anulare hanno evidenziato un problema nella distribuzione uniforme del gas all'interno dispositivo. La scarica, come si può vedere dall'immagine di Figura 5.4, si innesca in una zona che comprende circa 45 dei 360 gradi possibili, in posizione opposta rispetto alla direzione d'ingresso dell'argon. Da queste analisi qualitative si può concludere che il design interno dell'hollow cathode riesce solo in parte a distribuire uniformemente il flusso e questo è quasi esclusivamente dovuto a disaccoppiamenti verificatisi durante l'operazione di saldatura. Le due parti del dispositivo, non combaciando perfettamente, non riescono a distribuire il flusso di gas in maniera uniforme.



*Figura 5.4 Scarica innescata nell'hollow cathode anulare*

## 5.2 Progettazione del nuovo Hollow Cathode

---

Vista la difficoltà nella lavorazione meccanica del niobio, si è deciso di costruire un *hollow cathode* anulare più semplice, riducendo al minimo le saldature e gli incastri, pur mantenendo la filosofia originale del progetto, cioè un unico *hollow cathode* anulare idealmente ottenuto dalla rotazione di un *hollow cathode* lineare attorno al magnetron in modo da ottenere una scarica continua lungo una circonferenza.

Il materiale dell'*hollow cathode* è rimasto il niobio per due fondamentali ragioni:

1. È un materiale con un bassa funzione lavoro (cfr. Tabella 2.1) e permette pertanto l'innesco della scarica utilizzando una glow discharge;
2. È il materiale impiegato nel rivestimento delle cavità superconduttive e questo lavoro è nato proprio nell'ottica di accoppiare l'*hollow cathode* ad una sorgente magnetron *sputtering* per la deposizione di film superconduttivi in Nb. Lo scopo di costruire l'*hollow cathode* in niobio è quello di evitare che atomi diversi da quelli di Nb possano evaporare dal catodo facendo aumentare la quantità di impurezze presenti nel film e degradando, in tal modo, le proprietà del film stesso.

Si è pensato di costruire l'*hollow cathode* in un unico semplice pezzo, chiuso solamente da un anello esterno inserito in tolleranza e saldato all'anello centrale, le cui misure sono analoghe a quelle del precedente *hollow cathode* anulare (diametro interno 40mm ed esterno di 100mm). Sull'anello esterno è saldato un tubo filettato M5 che serve per il collegamento alla linea del gas. L'anello centrale è stato costruito a partire da un disco di niobio RRR300 alto 12 mm. Si è prima tagliato mediante elettroerosione l'anello interno e poi con la fresa si sono realizzate le cave esterna (di espansione del gas) e interna (il catodo cavo vero e proprio). Le due cave sono collegate da 16 fori di 1,5 mm di diametro che permettono il passaggio del gas dalla cava di espansione a quella interna. 1,5 mm è il diametro minimo per un foro, realizzabile nell'officina dei laboratori in un oggetto di niobio con le caratteristiche richieste. C'è la possibilità però che la scarica dell'*hollow cathode* si inneschi anche all'interno dei fori di collegamento. Questo non sarebbe comunque un problema, dato che comunque il flusso di elettroni si uniformerebbe nella cava interna prima di uscire dall'*hollow cathode*. La cava di

espansione ha dimensioni tali da portare il gas dal regime turbolento a quello molecolare e quindi permettere una distribuzione uniforme delle molecole lungo tutto l'anello. Si è preferito che la sorgente non avesse alcuna parte con spessori inferiori al mm, sia per la difficoltà nella lavorazione meccanica del niobio, sia per evitare collassi della struttura dovuti alle elevate temperature.

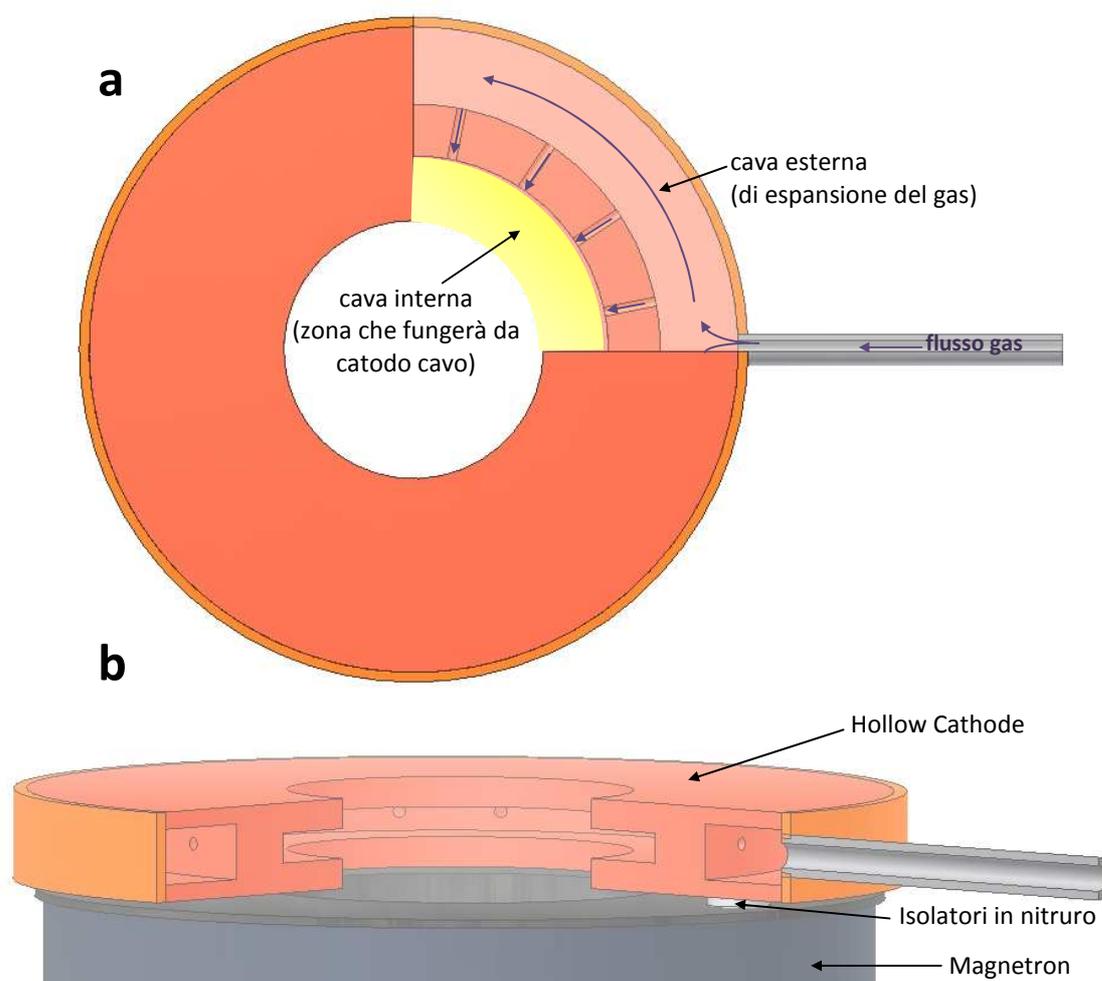


Figura 5.5

a) schema del flusso di gas in un hollow cathode

b) sezione dell'hollow cathode posizionato sopra il magnetron

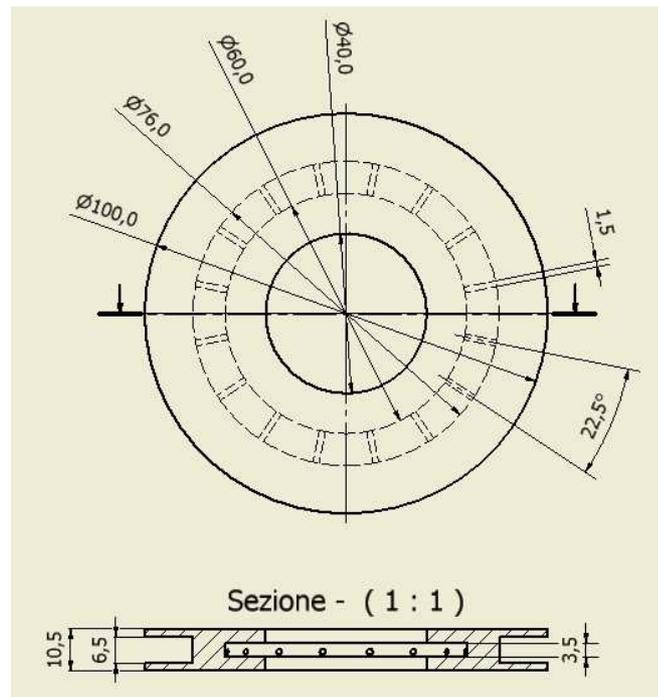
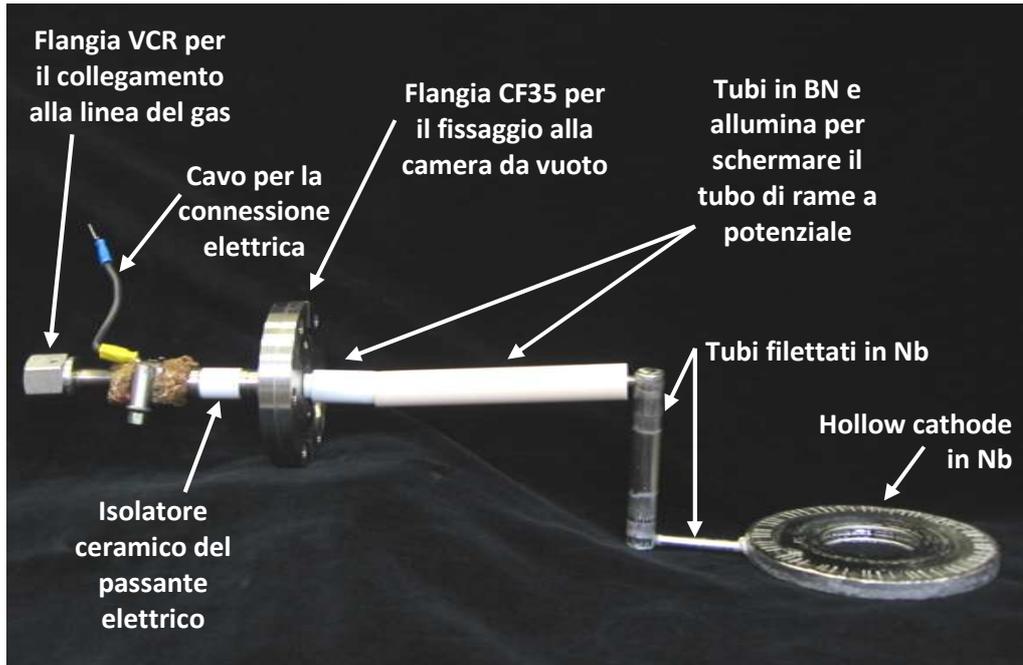


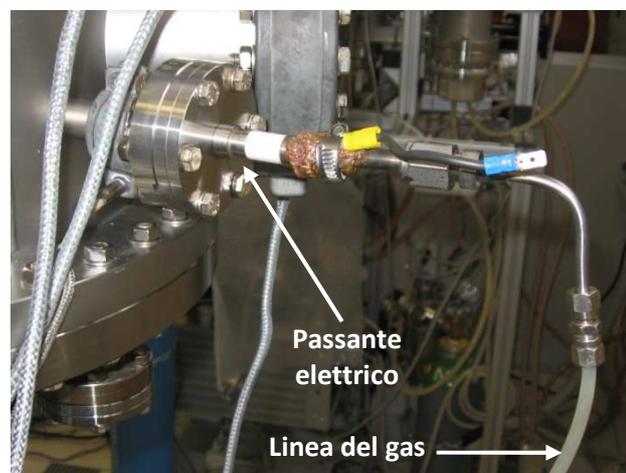
Figura 5.6 Tavola con le misure dell'hollow cathode

L'hollow cathode è collegato alla linea del gas con dei tubi filettati in niobio avvitati ad un passante elettrico montato sulla camera da vuoto, che permette sia il passaggio del gas, sia il collegamento elettrico dell'hollow cathode all'alimentatore (Figura 5.7). La soluzione di filettare i tubi di niobio consente di evitare delicate saldature Nb-Nb e Nb acciaio, pur garantendo l'assenza di fughe di gas. Inoltre permette un facile smontaggio della sorgente. Il limite potrebbe essere individuato nell'introduzione di fughe virtuali che potrebbero limitare il vuoto limite del sistema da vuoto.



*Figura 5.7 Collegamento dell'hollow cathode alla linea del gas*

La linea del gas è stata realizzata in teflon invece che in acciaio, perché c'è la necessità di non posizionare una parte a massa vicino al passante a potenziale, pena l'accensione di una scarica *hollow cathode* in quella zona invece che nell'*hollow cathode* stesso. Il tubo in polietilene, invece, permette di collegare, e al contempo schermare, la linea del gas in prossimità della bombola di argon (a massa, ovviamente) dal passante elettrico (a potenziale). I segni visibili sopra l'*hollow cathode* sono dovuti a lavorazioni meccaniche già presenti nel piatto di niobio da cui è stato ricavato il disco.



*Figura 5.8 Particolare del passante elettrico e del collegamento alla linea del gas*

### 5.2.1 Analisi della scarica

L'innesco della scarica dell'*hollow cathode* avviene mediante *glow discharge* a pressioni di bassi  $10^{-1}$  mbar. È possibile poi abbassare la pressione e sostenere la scarica fino a pressioni di  $3 \cdot 10^{-2}$  mbar. A pressioni più basse la scarica si spegne ed è necessario risalire a  $10^{-1}$  mbar per innescarla nuovamente. Il motivo è probabilmente l'elevata massa dell'*hollow cathode*, che per essere portato e mantenuto alle temperature di emissione termoelettronica necessita di un bombardamento ionico elevato, ottenibile solo in certi *range* di pressione. Come in tutti gli inneschi a *glow discharge*, si ha una prima fase caratterizzata da elevati potenziali e basse correnti, per poi istantaneamente passare in regime di arco (alte correnti e bassi potenziali) quando ha inizio l'emissione termoelettronica. Nelle prime prove, il regime iniziale di *glow discharge* durava qualche decina di secondi, poi man mano che le pareti interne dell'*hollow cathode* si sono ripulite dallo strato superficiale di ossido, il passaggio al regime di emissione termoelettronica ha durata di circa 1 secondo. Come si vede in Figura 5.9, la scarica è uniforme lungo tutta la circonferenza dell'*hollow cathode*. Osservando lateralmente la sorgente è difficile capire se la scarica si inneschi lungo i fori e poi si uniformi nella cava, o si inneschi direttamente nella cava.

Si è eseguita inoltre una caratterizzazione tensione – corrente della sorgente a  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar riportata in Figura 5.10. Non è stato possibile ottenere le caratteristiche tensione-corrente del regime di *glow discharge* con cui viene innescato l'*hollow cathode*, a causa della rapidità di innesco. Le caratteristiche riguardano pertanto solo la sorgente in regime di emissione termoelettronica.

Il grafico di Figura 5.10 mostra come la tensione dell'*hollow cathode* vari di soli 20 V in un *range* di 15 A.

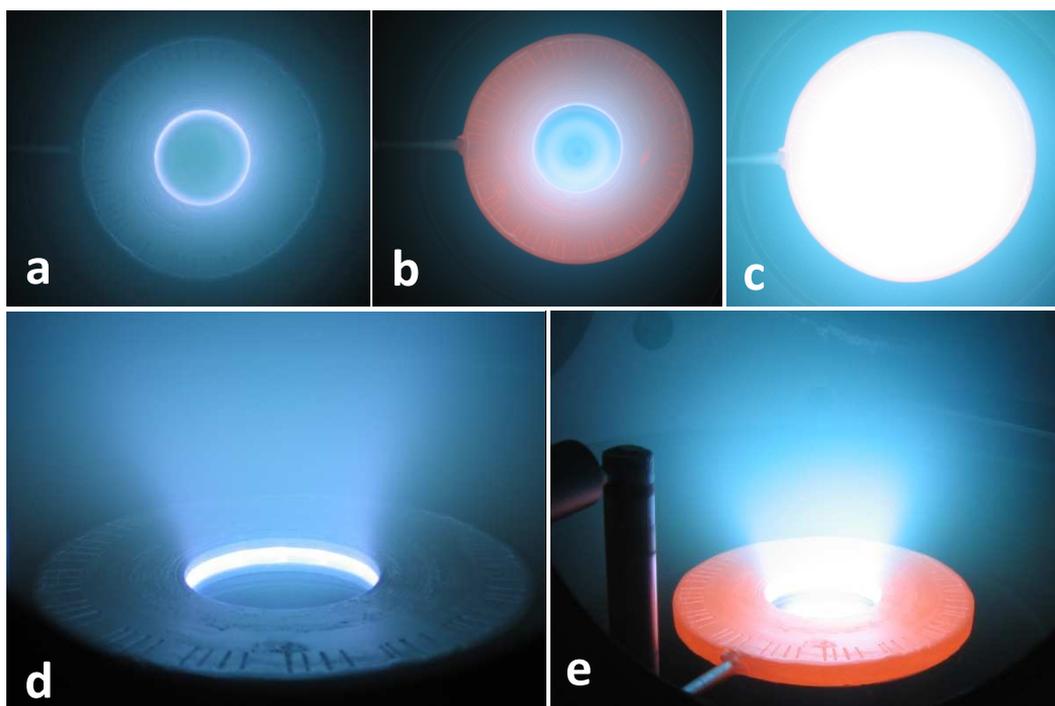


Figura 5.9 Foto della scarica hollow cathode in vari regimi di corrente.

a) Foto dall'alto. Transizione glow discharge – emissione termoelettronica.  $I=0,5 A$

b) Foto dall'alto. Scarica hollow cathode  $I = 3 A$

c) Foto dall'alto. Scarica hollow cathode  $I = 15 A$

d) Foto laterale. Scarica hollow cathode  $I = 1 A$

e) Foto laterale. Scarica hollow cathode  $I = 5 A$

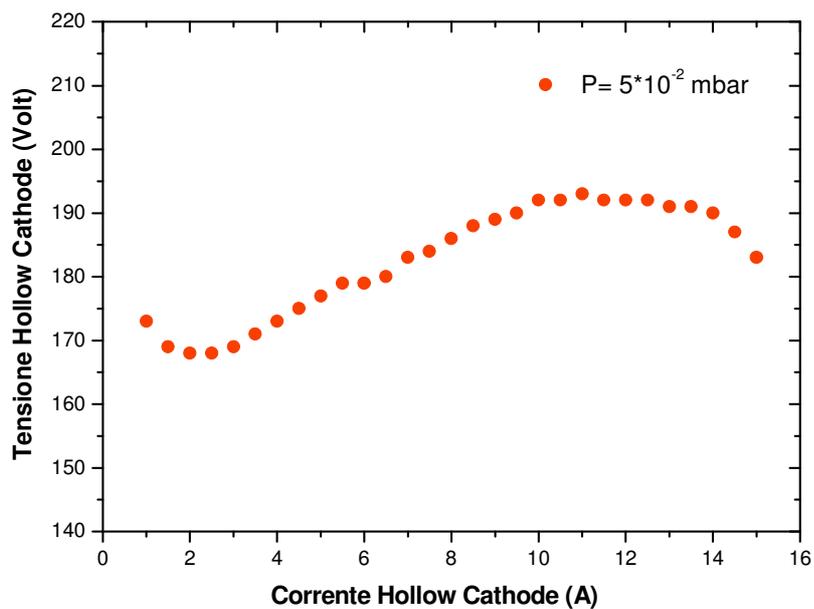


Figura 5.10 Caratteristiche tensione – corrente dell'hollow cathode

# CAPITOLO 6

## Caratterizzazione della prima sorgente HCM

*In questo capitolo sono mostrate le caratterizzazioni effettuate alle varie configurazioni hollow cathode magnetron testate con il primo tipo di magnetron planare da 2" e le motivazioni che hanno portato all'utilizzo di un secondo tipo di magnetron. Il primo paragrafo è però riservato alla descrizione del sistema da vuoto nel quale è stato testata la nuova sorgente.*

### 6.1 Magnetron Planare da 2" modificato

---

I magnetron planari da 2" utilizzati in questo lavoro sono stati progettati nel laboratorio di superconduttività dei LNL. Per poter essere utilizzati accoppiati all'*hollow cathode anulare* è stato necessario effettuare delle modifiche. Essenzialmente sono stati ridisegnati il centratore del *target* e lo schermo a massa<sup>1</sup> per due ragioni:

- 1) avere la minima distanza possibile tra *hollow cathode* e *target* del magnetron;
- 2) il magnetron deve poter sostenere l'*hollow cathode anulare*.

In Figura 6.1a vi è il *magnetron* originale, mentre in Figura 6.1b il *magnetron* modificato. Poiché lo schermo a massa non può essere avvicinato ulteriormente al *target* a causa dell'impossibilità di modificare il corpo del magnetron, questa nuova configurazione è quella che permette la minore distanza tra *hollow cathode* e *magnetron*.

---

<sup>1</sup> In un magnetron il centratore garantisce la giusta posizione e un migliore contatto termico ed elettrico tra baseplate e target, mentre lo schermo a massa ha la doppia funzione di anodo e di schermo delle parti a potenziale che non devono essere sputterate.

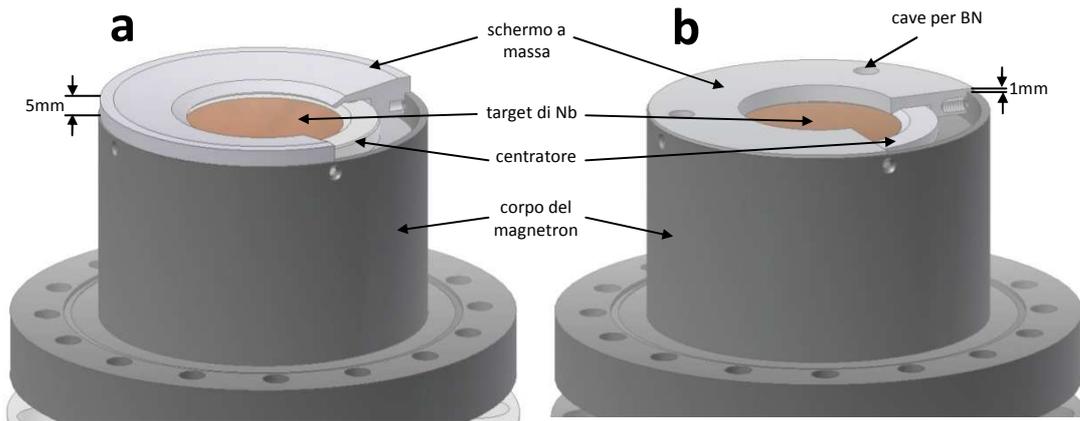


Figura 6.1

a) Magnetron 2" originale

b) Magnetron 2" modificato

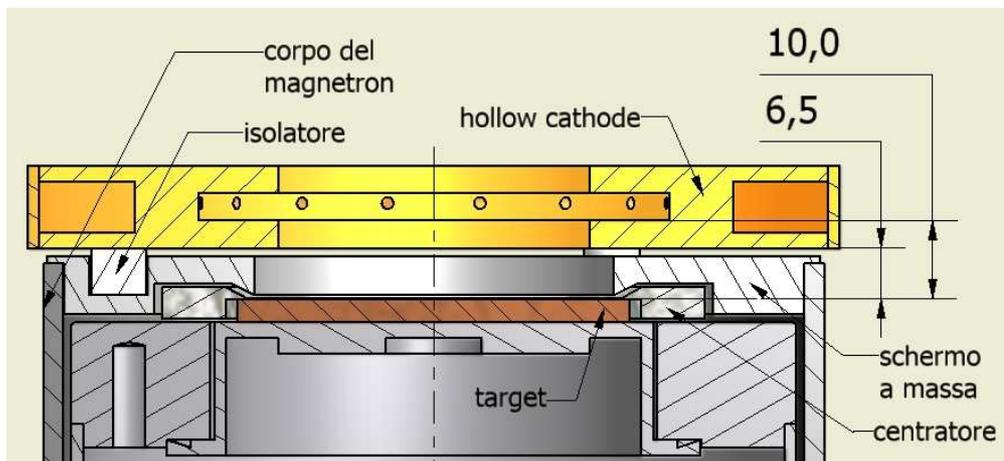


Figura 6.2 Sezione dell'hollow cathode magnetron con magnetron planare da 2".

L'hollow cathode anulare poggia su tre cilindri in nitruro di boro, alloggiati in apposite cave ricavate nello schermo a massa del magnetron, che fungono sia da sostegno che da isolatore elettrico. Va ricordato che in un hollow cathode magnetron le due sorgenti, il magnetron e l'hollow cathode, sono alimentate da due diversi alimentatori e pertanto devono essere elettricamente isolate (cfr. paragrafo 3.4).

In Figura 6.4 è graficato l'andamento del campo magnetico lungo il diametro dell'hollow cathode, all'altezza dell'uscita degli elettroni, secondo la componente  $x$  (parallela al target) e secondo la componente  $z$  (ortogonale al target). Si ha un massimo di circa 120 Gauss per  $B_x$ , mentre  $B_z$  raggiunge valori compresi tra -230 e +180 Gauss.



Figura 6.3 Foto del magnetron planare da 2" modificato. Sono ben visibili i 3 isolatori in nitruro di boro che sostengono ed isolano l'hollow cathode

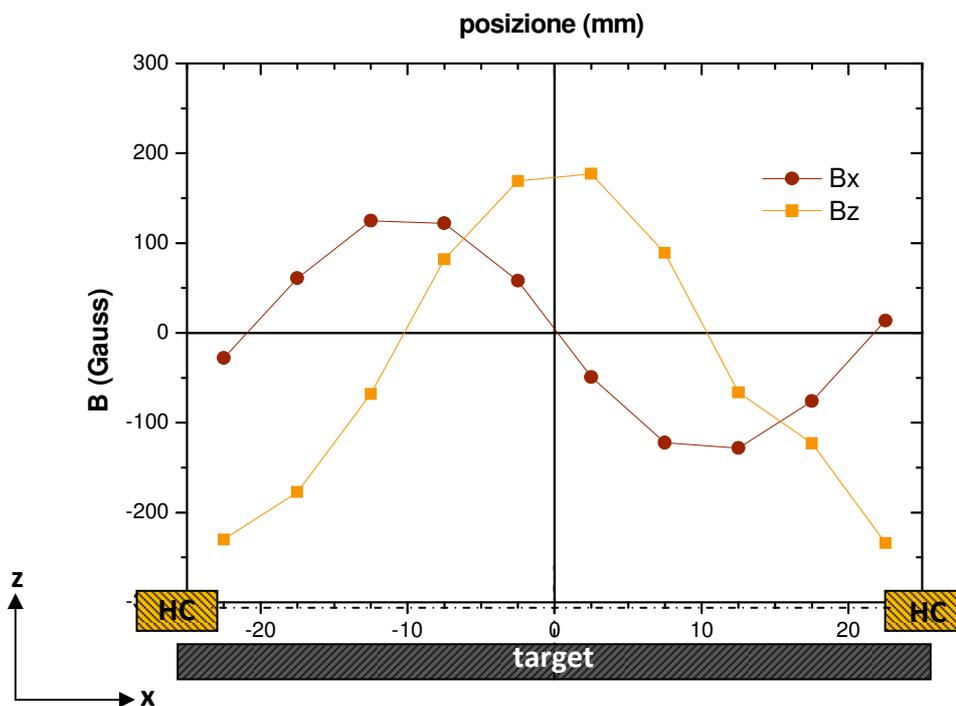


Figura 6.4 Andamento del campo magnetico nelle componenti  $x$  e  $z$  lungo l'asse radiale dell'hollow cathode

## 6.2 Analisi della scarica

---

La sequenza di accensione, messa a punto per le deposizioni e per la caratterizzazione della sorgente HCM, prevede che per prima venga innescata la scarica dell'hollow cathode, poi, dopo aver abbassato la pressione al valore desiderato, venga acceso il magnetron. La Figura 6.5 riporta un'immagine della sorgente HCM accesa, in cui è ben visibile il catodo cavo anulare incandescente, dalla cui cava interna viene emesso un uniforme anello di elettroni all'interno del plasma di colore azzurro del target di niobio.



*Figura 6.5 Sorgente HCM innescata con target in Nb.*

Inizialmente gli isolatori ceramici erano dei cilindretti in allumina. Le prime prove però ci hanno consigliato di sostituire questi isolatori con un materiale più altofondente. In Figura 6.5 si vedono i cilindri in allumina fusi e incollati all'hollow cathode. Questo ci indica che la temperatura raggiunta dall'hollow cathode è superiore a quella di fusione dell'allumina (2054 °C)<sup>17</sup>. L'allumina è stata pertanto sostituita con dei cilindri, torniti in officina, di BN che hanno una temperatura di fusione di circa 3000 °C<sup>18</sup>, superiore anche a quella del Nb (2477 °C)<sup>17</sup>.



*Figura 6.6 Isolatori di allumina fusi e incollati alla superficie dell'hollow cathode.*

### 6.2.1 Accoppiamento delle scariche

L'accoppiamento tra la scarica dell'hollow cathode ed il plasma del magnetron è stato studiato alla pressione di  $5 \times 10^{-2}$  mbar, pressione minima alla quale si ha una scarica stabile. In Figura 6.7 è riportato il grafico da cui è stato ricavato l'accoppiamento. Questo grafico è stato ottenuto fissando ad un certo valore la tensione del magnetron (200V, 250V e 300V rispettivamente) e incrementando gradualmente la corrente dell'hollow cathode. Si è tabulato l'aumento di corrente del magnetron, che corrisponde alla cattura degli elettroni emessi dall'hollow cathode nella trappola magnetica del magnetron, e lo si è interpolato linearmente. La percentuale di accoppiamento tra le due sorgenti è data dalla pendenza della retta.

L'accoppiamento risulta essere piuttosto basso (tra il 3 e l'8%), soprattutto se confrontato con quello di un hollow cathode lineare accoppiato sempre ad un magnetron planare, che è di circa il 70%<sup>7</sup>. Il motivo va molto probabilmente ricercato nella distanza target – hollow cathode, che è di soli 5 mm nel caso lineare invece dei 10 di questa configurazione anulare.

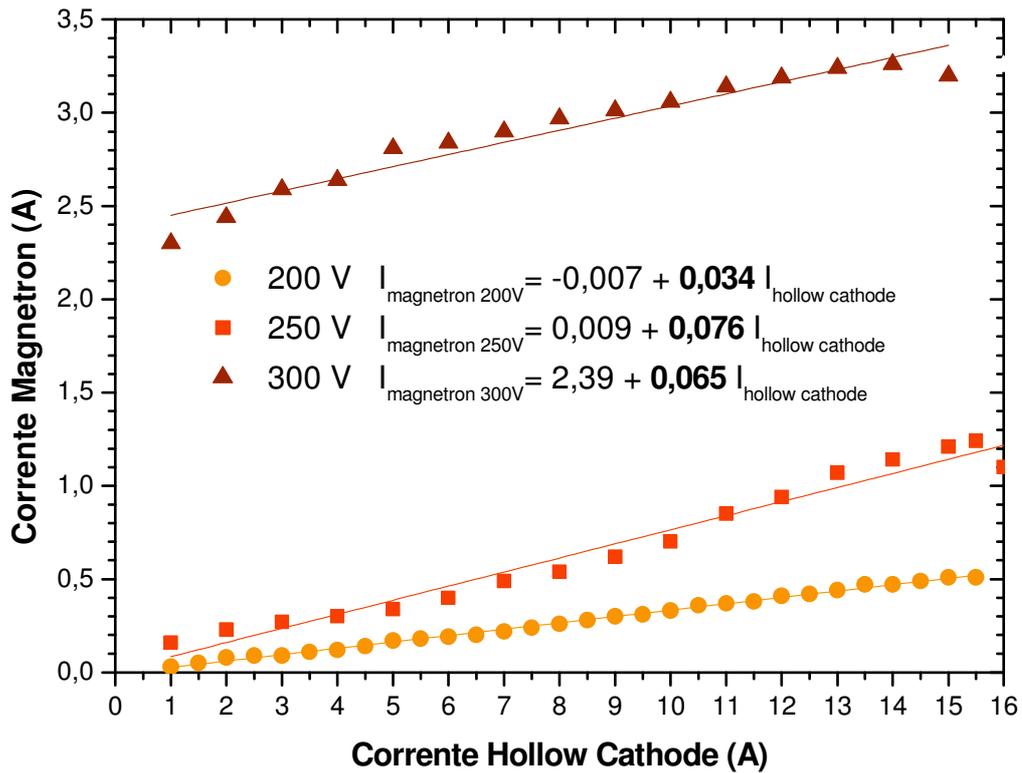


Figura 6.7 Grafico dell'accoppiamento tra la sorgente hollow cathode e la sorgente magnetron

### 6.3 Magnetron Planare da 2" senza schermo a massa

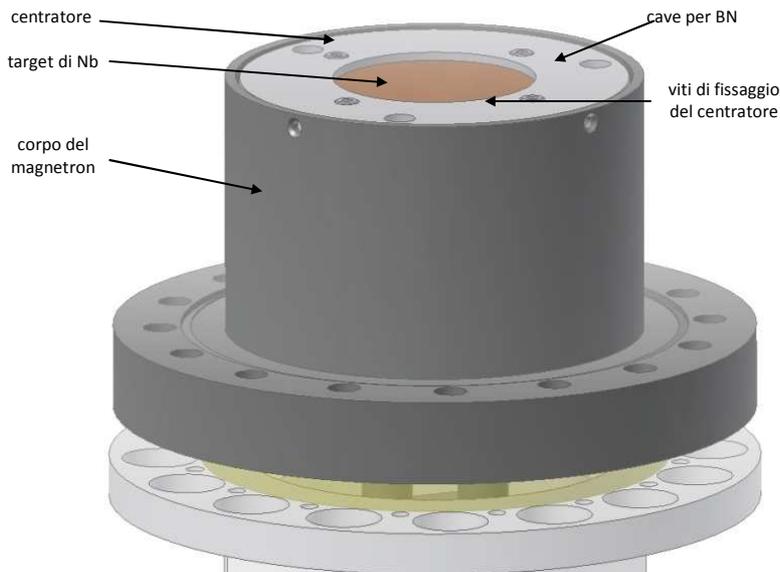


Figura 6.8 Magnetron planare da 2" senza schermo a massa e centratore che funge da sostegno per l'hollow cathode.

Per avvicinare ulteriormente hollow cathode e target, ed aumentare quindi l'accoppiamento delle due sorgenti, si è provata una configurazione alternativa. Si è eliminato lo schermo a massa e si è posizionato l'hollow cathode sopra il centratore, opportunamente modificato per poter contenere gli isolatori di BN.

### **6.3.1** *Caratterizzazioni*

Non è stato possibile eseguire alcuna caratterizzazione della sorgente, poiché con questa configurazione è impossibile l'innesco della scarica. L'assenza di un anodo, tra hollow cathode e target, genera archi elettrici tra le due sorgenti, impedendo l'accensione del plasma. È necessario pertanto procedere alla realizzazione di soluzioni alternative per aumentare l'accoppiamento tra hollow cathode e magnetron.



# CAPITOLO 7

## Caratterizzazione della seconda sorgente HCM

*I magnetron planari da 2" di nuova generazione hanno consentito un ulteriore avvicinamento dell'hollow cathode al target del magnetron, consentendo un accoppiamento migliore tra le due sorgenti. Questo secondo hollow cathode è stato caratterizzato più approfonditamente del primo, al fine di comprendere i problemi che limitano le prestazioni di questa sorgente accoppiata e poter proporre delle soluzioni.*

### 7.1 Magnetron Planare da 2" nuova generazione modificato

---

Nel 2007 sono stati realizzati dei nuovi magnetron planari da 2", progettati sempre nel laboratorio di superconduttività, che presentano delle migliorie tecniche, pur mantenendo le caratteristiche principali dei predecessori. In particolare lo schermo a massa è fissato sopra al corpo del magnetron, e non lateralmente. Si è pertanto potuto modificare più profondamente questo nuovo magnetron, tornendo il *baseplate* in rame (la parte dove viene fissato il target) e il corpo del magnetron, oltre naturalmente a riprogettare e realizzare un nuovo centratore e un nuovo schermo a massa. In questo modo si è riusciti ad avere una distanza *target - hollow cathode* di 8 mm, rispetto ai 10 della precedente sorgente (cfr. Figura 7.3 e Figura 6.2) . In Figura 7.1 si riporta un confronto tra il magnetron nuova generazione originale e quello modificato, mentre in Figura 7.2 sono esplicitate le modifiche effettuate al magnetron, tutte eseguite all'officina dei LNL. Nella pagina seguente infine si riporta una foto della magnetron planare modificato (Figura 7.4) e un grafico dell'andamento del campo magnetico lungo le componenti x e z rispetto all'asse radiale del target, all'altezza dell'hollow cathode (Figura 7.5).

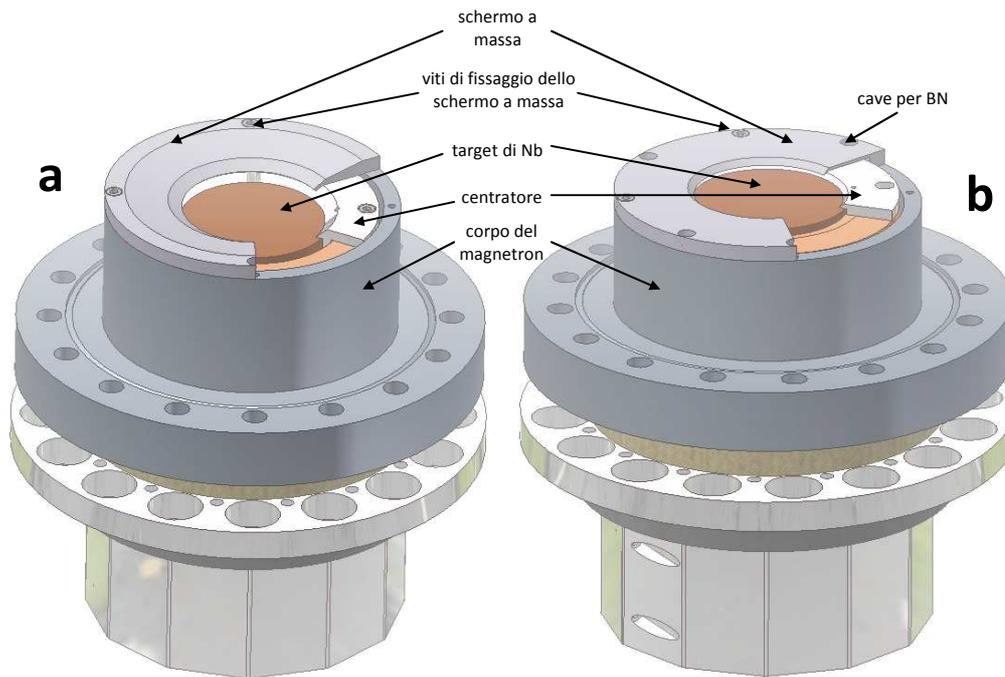


Figura 7.1 a) Magnetron 2'' nuova generazione originale  
b) Magnetron 2'' nuova generazione modificato

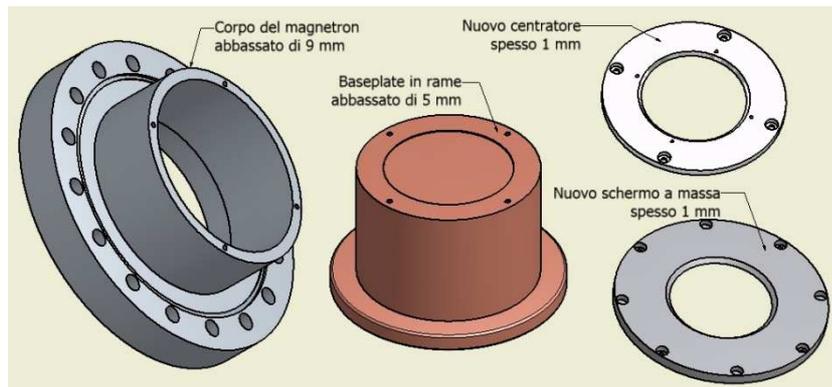


Figura 7.2 Modifiche effettuate ai magnetron 2'' nuova generazione.

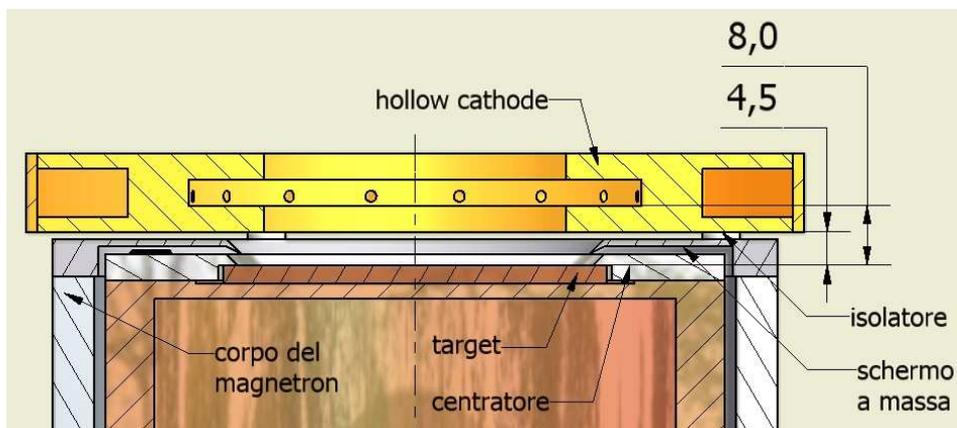


Figura 7.3 Sezione dell'hollow cathode magnetron con magnetron di nuova generazione modificato. Le distanze sono espresse in mm.



Figura 7.4 Foto del magnetron planare da 2" nuova generazione modificato.

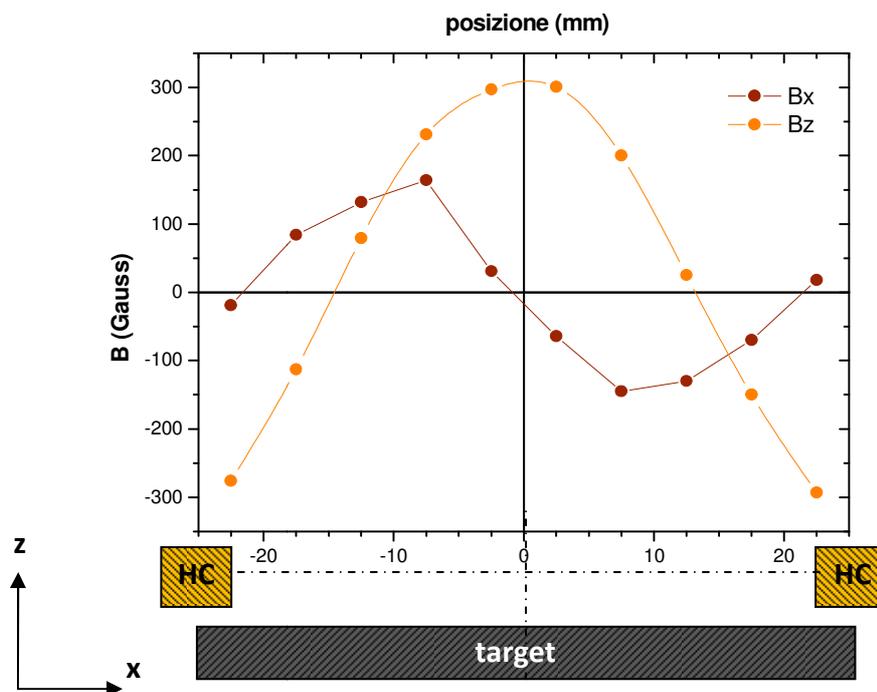


Figura 7.5 Andamento del campo magnetico nelle componenti  $x$  e  $z$  lungo l'asse radiale dell'hollow cathode

Si vede in Figura 7.5 come l'avvicinamento dell'hollow cathode al target di 2 mm rispetto alla prima sorgente hollow cathode magnetron, abbia portato ad un incremento medio del 20% del campo magnetico sia lungo la componente  $x$ , che lungo la componente  $z$ , con valori massimi per  $B_x$  di 165 Gauss e di  $B_z$  compresi tra  $-293$  e  $+300$  Gauss.

## 7.2 Accoppiamento della scarica

L'accoppiamento della scarica è stato analizzato nelle medesime condizioni di pressione ( $5 \cdot 10^{-2}$  mbar) e tensione del magnetron (300 V) in due diverse configurazioni magnetiche.

Si è inoltre testata la possibilità di utilizzare un magnetron sbilanciato di secondo tipo, oltre alla classica configurazione bilanciata. Il magnetron sbilanciato, avendo linee di campo magnetico più lontane dal target rispetto alla configurazione bilanciata (cfr. paragrafo 3.3.3), potrebbe consentire un migliore accoppiamento tra hollow cathode e magnetron sputtering.

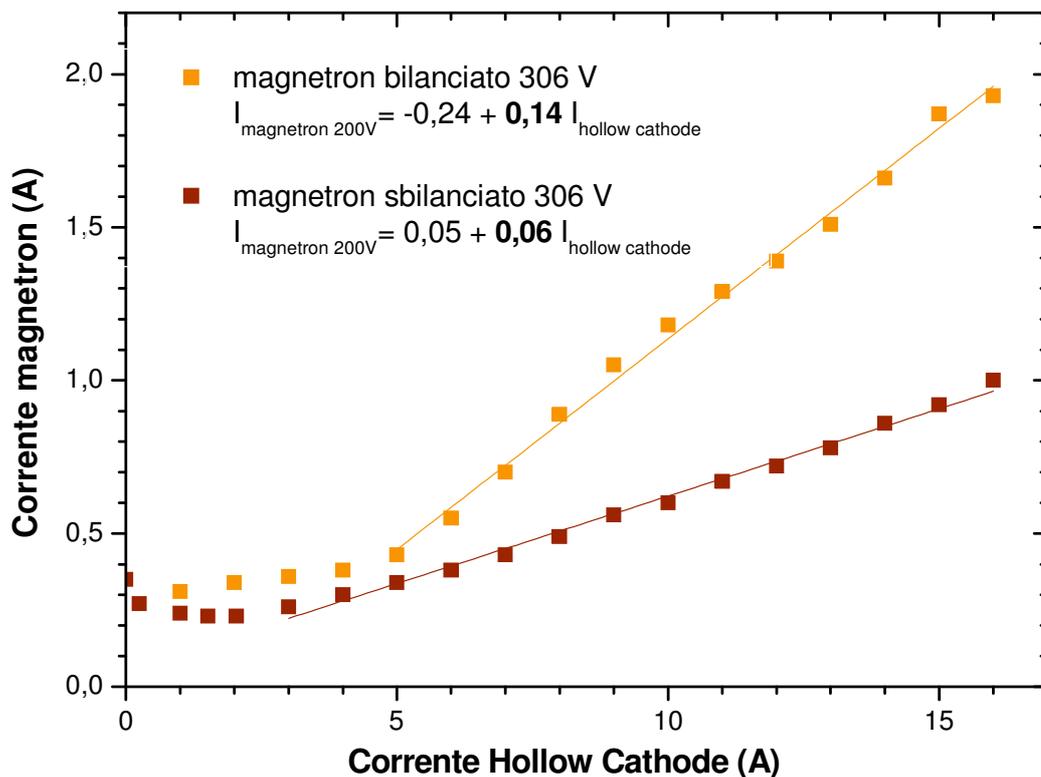


Figura 7.6 Grafico dell'accoppiamento tra la sorgente hollow cathode e la sorgente magnetron

Il grafico in Figura 7.6 mostra un aumento dell'accoppiamento per la configurazione bilanciata (14%) rispetto alla prima sorgente *hollow cathode magnetron* (Figura 6.7). Al contrario si ha un peggioramento, sia nella percentuale di

accoppiamento, sia nel valore assoluto di corrente del *magnetron* allo stesso potenziale, con l'utilizzo di un magnetron sbilanciato. Sulla base di questi risultati, è stata subito abbandonata quest'ultima configurazione magnetica.

La prima cosa però che balza all'occhio in queste due serie di dati è un accoppiamento non lineare a basse correnti, non presente nelle caratterizzazioni del primo *hollow cathode magnetron*. Si nota addirittura un abbassamento della corrente del *magnetron* all'aumentare della corrente dell'*hollow cathode*. Quando si raggiungono correnti dell'ordine dei 5 A si ha poi l'andamento lineare conosciuto. Il motivo va ricercato nel fatto che queste caratterizzazioni sono state effettuate innescando la scarica dell'*hollow cathode* a basse correnti e poi studiandone il comportamento portandolo a correnti più elevate. Così facendo l'*hollow cathode* è stato scaldato e portato alla sua massima temperatura durante la caratterizzazione dell'accoppiamento. È stato pertanto possibile apprezzare il comportamento della sorgente nelle reali temperature di esercizio alle diverse correnti. Nelle caratterizzazioni effettuate con i vecchi magnetron, invece, prima veniva scaldato l'*hollow cathode* fino a farlo divenire di colore rosso e poi veniva eseguita la caratterizzazione ai diversi valori di corrente. Il comportamento non lineare a basse correnti dell'*hollow cathode*, era pertanto presente anche nella prima sorgente *hollow cathode magnetron*, ma mascherato dal procedimento. Difatti, eseguendo con questi nuovi magnetron la medesima procedura si ottiene un andamento lineare anche a basse correnti.

### 7.3 Caratteristiche tensione - corrente

---

Per comprendere al meglio le caratteristiche di questa sorgente hollow cathode magnetron sono state effettuate delle caratterizzazioni tensione – corrente del magnetron, mantenendo fissa la corrente dell'*hollow cathode* e pilotando in corrente il magnetron. Solo le caratteristiche di *magnetron* e *hollow cathode magnetron* ad 1A di corrente vengono ben fittate da curve di equazione  $I=a(V-V_0)^2$ , indice di un *target* ben raffreddato, mentre per correnti superiori i punti vengono fittati da curve del tipo  $I=aV^n$ , indice di un riscaldamento del *target*.

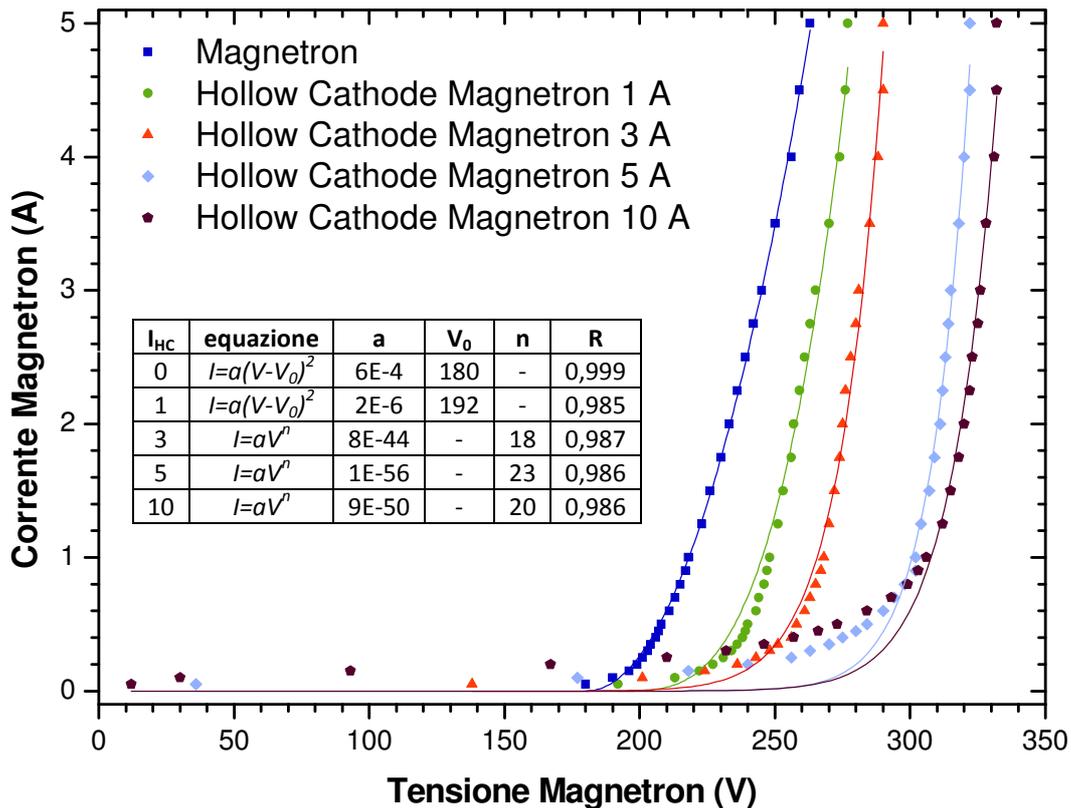


Figura 7.7 Caratteristiche tensione – corrente dell'hollow cathode magnetron a diverse correnti della scarica hollow cathode.  $P=5 \cdot 10^{-2}$  mbar.

La caratterizzazione ci ha fornito dei risultati non aspettati. Risulta infatti che il magnetron lavora a tensioni più basse (a parità di corrente) rispetto a quando viene utilizzato accoppiato alla scarica dell'hollow cathode anulare.

Alcune considerazioni sul grafico di Figura 7.7:

- solo per tensioni molto basse, l'hollow cathode sembra dare dei benefici, permettendo di innescare una scarica anche a potenziali inferiori a quelli di un magnetron tradizionale; l'effetto è più evidente aumentando la corrente di scarica dell'hollow cathode.
- Aumentando la corrente del magnetron le curve dell'hollow cathode magnetron si sovrappongono.
- La scarica diviene instabile per elevate correnti dell'hollow cathode. Il motivo è che per quanto piccole, vi sono dilatazioni del catodo cavo che vanno a provocare un corto circuito temporaneo tra hollow cathode e schermo a massa, a causa della ridotta distanza tra i due. Questo ha reso complicato le caratterizzazioni della sorgente.

## 7.4 Transiente di corrente

---

Si è studiato inoltre l'esistenza di un transiente tra la corrente del *magnetron* con la scarica dell'*hollow cathode* innescata e la corrente del *magnetron* con la scarica dell'*hollow cathode* spenta. Come si vede in Figura 7.8, la corrente del magnetron aumenta appena viene spenta la sorgente hollow cathode, fino a raggiungere il valore di corrente di 3,59 A dopo 5 minuti. Questo sta ad indicare che il motivo dello scarso accoppiamento tra le due scariche è da imputare a problemi di temperatura. Infatti, conseguentemente al raffreddamento dell'*hollow cathode* si ha un aumento della corrente. Si spiega inoltre il comportamento di Figura 7.7: aumentando la corrente si aumenta la temperatura e si va quindi ad abbassare la corrente del magnetron. Aumentando ulteriormente la corrente, però, l'elevata emissione termoelettronica dell'*hollow cathode* diviene dominante rispetto "all'effetto nocivo" della sorgente calda molto vicina al magnetron.

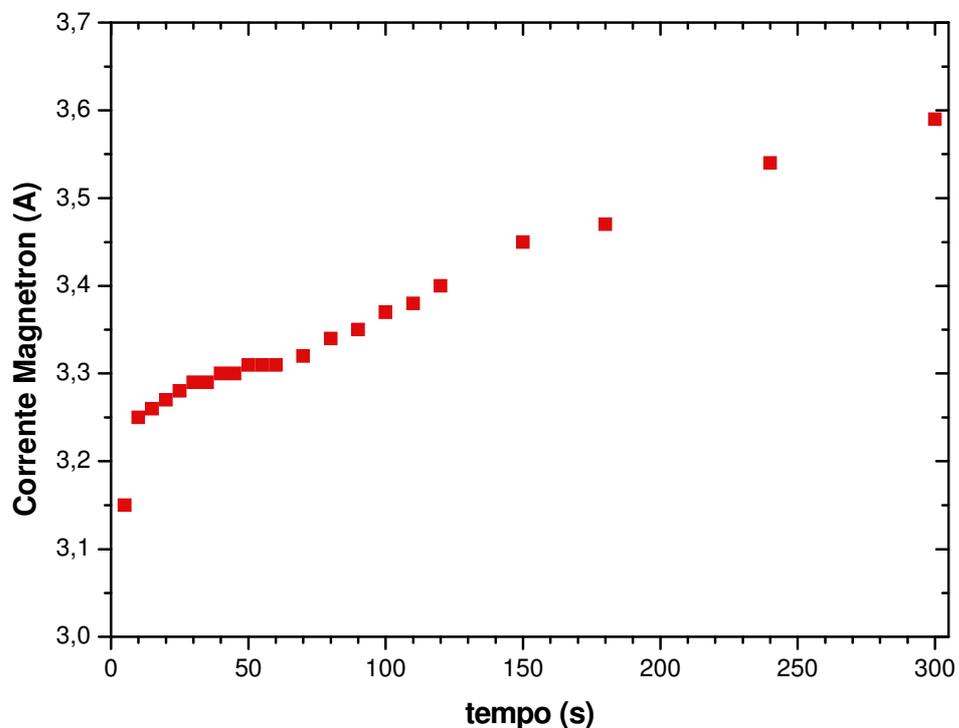


Figura 7.8 Transiente della corrente del magnetron alla chiusura dell'*Hollow Cathode*

---

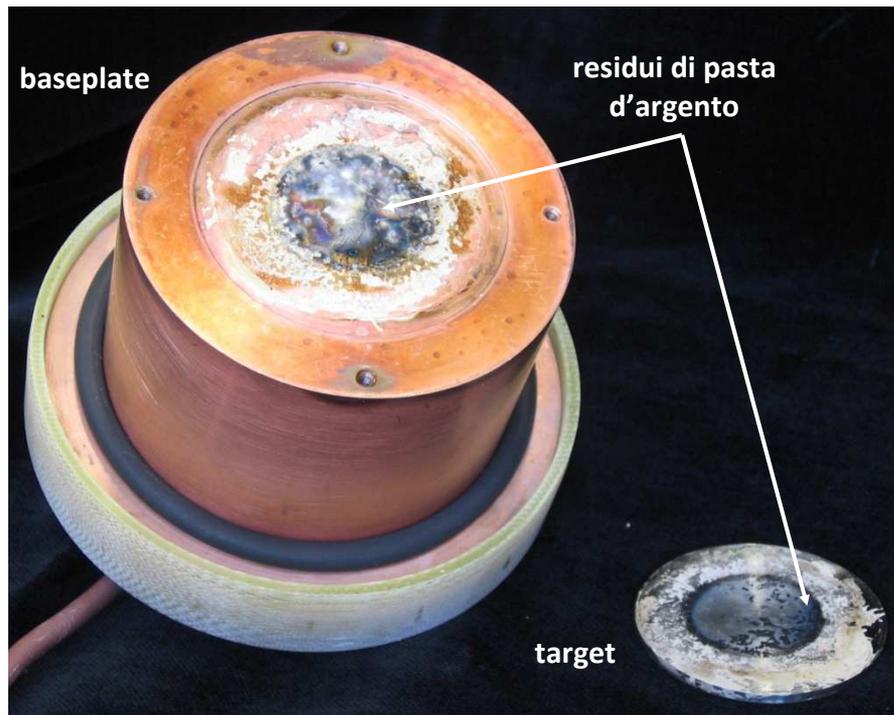
## 7.5 Studio dell'effetto della temperatura

---

Gli “effetti nocivi” di temperatura non si erano manifestati nell'*hollow cathode* magnetron lineare probabilmente per le ridotte dimensioni del catodo cavo, che non andavano a perturbare il *magnetron*. Si sono eseguite altre due prove per confermare che i problemi riscontrati nell'accoppiamento siano dovuti alla temperatura.

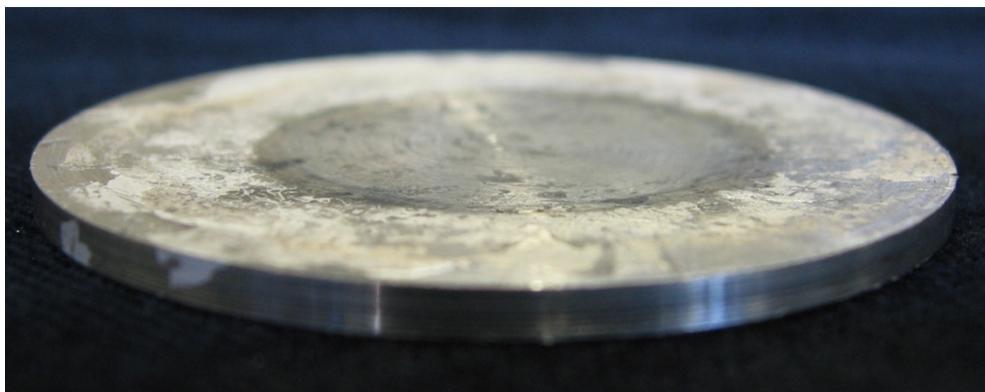
1. La prima prova è stata quella di fissare la corrente dell'*hollow cathode* a 15 A e monitorare la corrente del magnetron a cui era stata fissata una tensione di 280 V. Dopo 10 minuti la corrente è passata da 3,5A a 0,45A conservando la tendenza a diminuire. A questo punto è stata abbassata la corrente dell'*hollow cathode* a 1 A, mantenendo fissi gli altri parametri. La corrente del magnetron è passata da 0,08 A a 0,50 in 10 minuti. Sembra quindi chiaro come sia effettivamente un effetto di temperatura la causa delle scarse prestazioni della sorgente accoppiata *hollow cathode magnetron anulare*.
2. Si è provato inoltre ad innescare l'*hollow cathode* con il *magnetron* già acceso a tensione costante. Si osserva un iniziale aumento della corrente del *magnetron* (indice di un effettivo accoppiamento tra le due sorgenti), che poi decade a causa del riscaldamento della sorgente *hollow cathode*, come visto sopra.

Il *magnetron* è stato smontato e analizzato per individuare eventuali danneggiamenti della sorgente che potessero giustificare le variazioni di correnti al variare della temperatura di esercizio.



*Figura 7.9 Baseplate del magnetron e target di niobio al termine delle caratterizzazioni.*

In Figura 7.9 si vede come la pasta d'argento fra *target* e *baseplate* è stata scaldata a tal punto da mostrarsi nera al centro. Di conseguenza, questo ha comportato il distacco del *target*, che era tenuto premuto contro il *baseplate* solo dal centratore, ma con un contatto termico non ottimale. In Figura 7.10 inoltre si nota una deformazione, un rigonfiamento del *target*, che pertanto non è più piano nella faccia fissata al *baseplate*.



*Figura 7.10 Notare la deformazione del target di niobio che pregiudica un ottimale contatto termico ed elettrico tra target e baseplate*

Le elevatissime temperature in gioco riscaldano a tal punto il target che il raffreddamento non è più sufficiente a mantenerlo ad una temperatura accettabile.

Si è supposto quindi che durante il processo le dilatazioni fossero tali da produrre una diminuzione del contatto elettrico *target-baseplate* all'aumentare della corrente dell'*hollow cathode* (e quindi della temperatura). Spegnendo o diminuendo la scarica dell'*hollow cathode* si permette il rilassamento del target, riportando il contatto elettrico al valore iniziale.

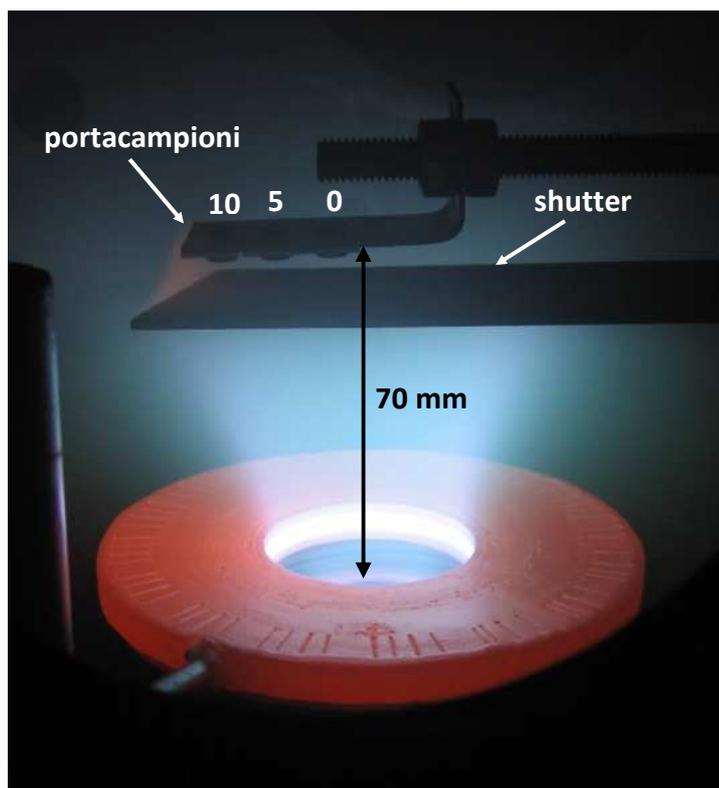
Per mantenere il contatto termico tra *target* e *baseplate* è stata quindi sostituita la pasta d'argento con l'eutettico gallio-indio, liquido a temperatura ambiente, che permette pertanto un contatto termico ottimale in tutti i *range* di temperatura. I risultati però sono i medesimi, di conseguenza il comportamento della sorgente non dipende dal contatto elettrico *target-baseplate*, ma da un effetto che non siamo ancora riusciti a comprendere.

## 7.6 Deposizione di film sottili di niobio

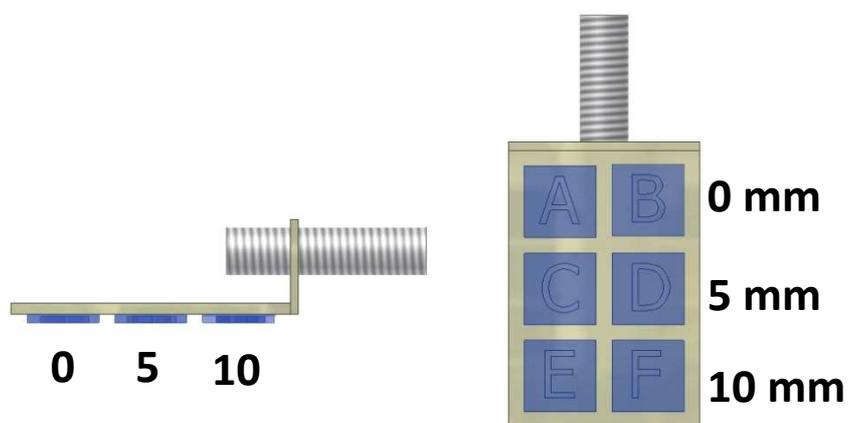
---

Le deposizioni sono state effettuate a una pressione di Argon di  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar e una tensione del magnetron di 290 V. I substrati di quarzo su cui sono stati cresciuti i film sono stati posizionati a 70 mm dal target, su di un portacampioni secondo lo schema di Figura 7.12. Uno shutter, azionato con un passante rotante manuale consente lo schermaggio dei campioni durante le fasi di innesco della scarica Hollow Cathode (Figura 7.11). Si ha quindi una coppia di campioni per 3 diverse posizioni lungo l'asse radiale del target, rispettivamente a 0, 5 e 10 mm dal centro del target.

In totale sono state effettuate due diverse deposizioni, con correnti dell'*hollow cathode* di 5, 10 A rispettivamente, e una terza deposizione di confronto con il solo magnetron planare.



*Figura 7.11 Foto del sistema di deposizione*



*Figura 7.12 Posizione dei quarzi nel portacampione*

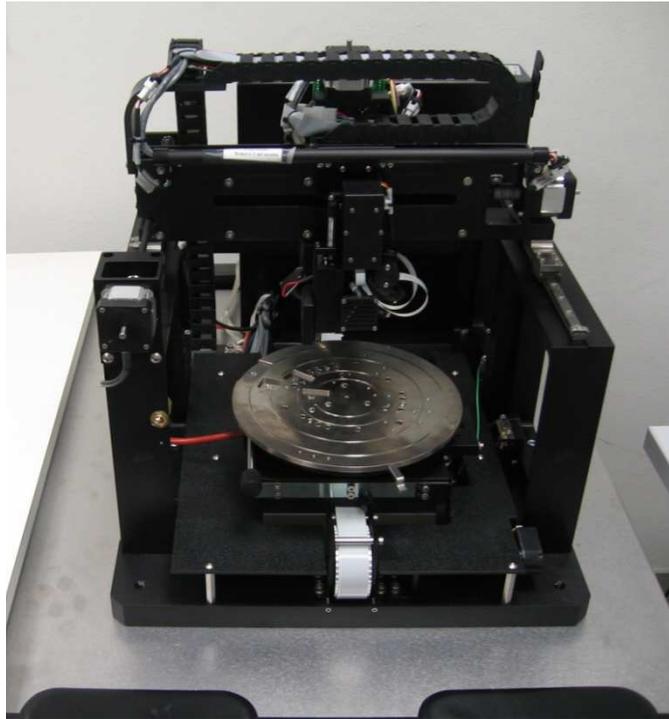
### 7.6.1 Tecniche di caratterizzazione

I film sono stati caratterizzati in spessore e in RRR, per avere una misura della purezza dei film depositati.

#### 7.6.1.1 Profilometro

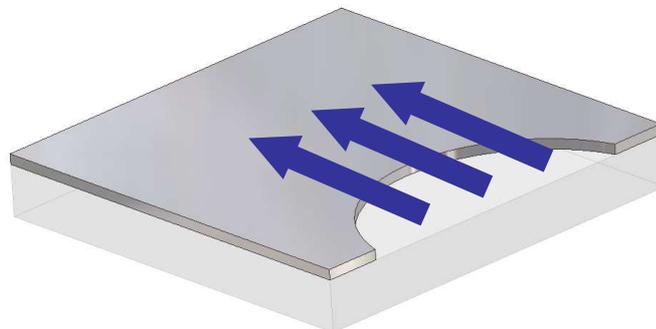
Per misurare lo spessore dei film depositati è stato utilizzato un profilometro Veeco modello Dektat 8. Lo strumento è costituito da una punta di che scorre sul campione da misurare esercitando su di esso con una forza costante (fissata a 10 mg nelle nostre analisi). Le asperità della superficie si riflettono in un movimento verticale della punta e del cantilever in cui è fissata. Il cantilever è collegato ad un condensatore, e il movimento verticale della punta si traduce in una variazione della capacità di questo condensatore, che il sistema converte in un profilo visualizzato sullo schermo del pc (al quale il profilometro è collegato).

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. Tutte caratteristiche rispettate dai campioni prodotti: il fissaggio al portacampioni dei quarzi, mediante vite, dado ed una rondella, produce un effetto di schermo su parte del campione e ne permette pertanto l'analisi al profilometro. La scansione viene effettuata dalla zona non depositata a quella con il film, per impedire che un errore nella selezione della lunghezza di scansione, faccia uscire la punta dal campione, danneggiandola seriamente.



*Figura 7.13 Foto del profilometro Veeco modello Dektak 8*

La misura sui campioni viene effettuata eseguendo 6 diverse scansioni di 3 mm, su 3 punti diversi dello scalino della semicirconfenza mascherata dalla deposizione; 2 per ogni deposizione. Per ogni scansione si ottiene lo spessore del film, ricavato come valore medio su una lunghezza di 3 mm di niobio depositato. Sui 6 valori si esegue la media per ottenere lo spessore medio con relativo scarto quadratico medio del film di niobio per un dato campione.



*Figura 7.14 Posizione delle scansioni del profilometro nei campioni analizzati*

### 7.6.1.2 Residual Resistivity Ratio (RRR)

Il Residual Resistivity Ratio (Rapporto di Resistività Residua, normalmente indicato con RRR) è una caratterizzazione molto comune nel campo dei film sottili superconduttivi, ed è dato dal rapporto tra la resistenza a 300K (temperatura ambiente) e quella a 10K (poco prima della transizione superconduttiva, quando il contributo fononico della resistenza è trascurabile rispetto a quello delle impurezze e dei difetti reticolari). Ricordiamo infatti che la resistenza elettrica al di sopra della temperatura di transizione è composta dalla somma di due termini<sup>19</sup>:

$$R(T) = R_{ph}(T) + R_{res} \quad \text{Equazione 7.1}$$

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:

$$\begin{aligned} RRR &= \frac{R(300K)}{R(10K)} = \frac{R(300K)_{ph} + R_{res}}{R(10K)_{ph} + R_{res}} \approx \\ &\approx \frac{R(300K)_{ph} + R_{res}}{R_{res}} = 1 + \frac{\rho(300K)_{ph}}{\rho_{res}} \end{aligned} \quad \text{Equazione 7.2}$$

$\rho_{ph}(300K)$  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. 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.

Le misure di resistenza sono state eseguite con il metodo delle 4 punte; per la misura a 10K è stato utilizzato un apposito discende inserito in un dewar di elio.

## 7.6.2 Risultati

Tabella 7.1 Valori di spessore dei film di niobio depositati a  $P=5 \cdot 10^{-2}$  mbar,  $t=510$ s tensione del magnetron fissa a 290 V, con diversi valori di corrente della scarica dell'hollow cathode.

posizione	Corrente HC	Spessore ( $\mu\text{m}$ )		
		Magnetron	HCM 5 A	HCM 10 A
0 mm		$3,1 \pm 0,3$	$3,5 \pm 0,1$	$3,8 \pm 0,3$
5 mm		$3,6 \pm 0,3$	$3,7 \pm 0,5$	$3,0 \pm 0,2$
10 mm		$3,6 \pm 0,1$	$2,7 \pm 0,2$	$2,5 \pm 0,1$

Tabella 7.2 Valori di spessore dei film di niobio depositati a  $P=5 \cdot 10^{-2}$  mbar,  $t=510$ s tensione del magnetron fissa a 290 V, con diversi valori di corrente della scarica dell'hollow cathode.

posizione	Corrente HC	Sputtering rate (nm/s)		
		Magnetron	HCM 5 A	HCM 10 A
0 mm		$6,1 \pm 0,6$	$6,9 \pm 0,2$	$7,5 \pm 0,6$
5 mm		$7,1 \pm 0,6$	$7,3 \pm 1,0$	$5,9 \pm 0,4$
10 mm		$7,1 \pm 0,2$	$5,3 \pm 0,4$	$4,9 \pm 0,2$

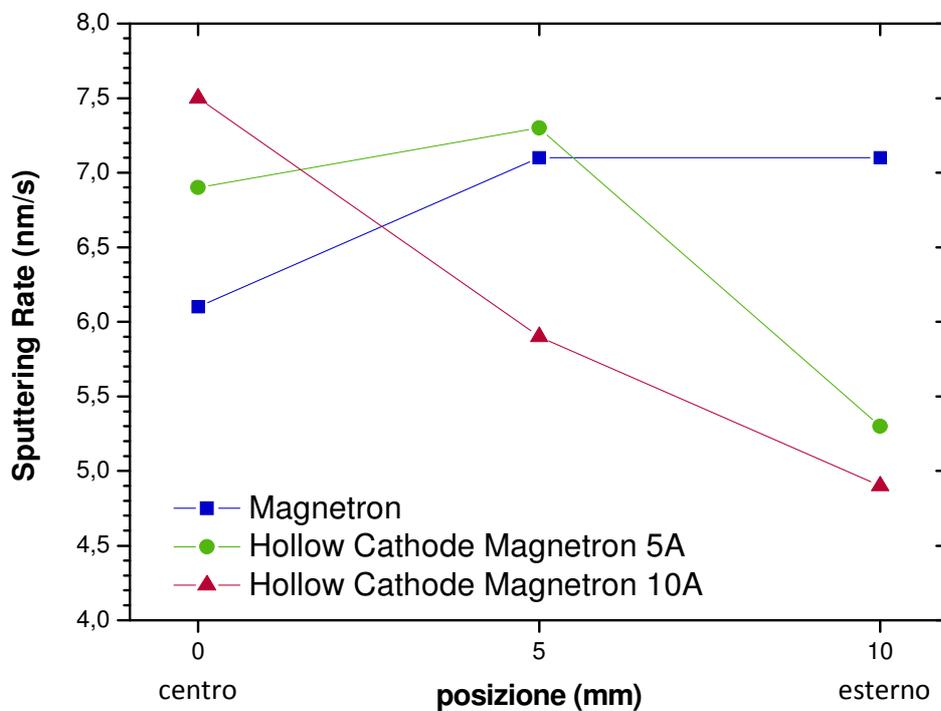


Figura 7.15 Sputtering Rate in funzione della posizione a diversi valori di corrente dell'Hollow Cathode. Non è stato riportato l'errore sulla misura per non appesantire la lettura.

Tabella 7.3 Valori di RRR dei film di niobio depositati a  $P=5 \cdot 10^{-2}$  mbar,  $t=510$ s e tensione del magnetron fissa a 290 V, con diversi valori di corrente della scarica dell'hollow cathode.

posizione	Corrente HC	RRR		
		Magnetron	HCM 5 A	HCM 10 A
0 mm		$14,8 \pm 0,3$	$6,3 \pm 0,2$	$5,6 \pm 0,8$
5 mm		$11,9 \pm 0,1$	$6,0 \pm 0,2$	$5,6 \pm 0,5$
10 mm		$12,1 \pm 0,9$	$4,2 \pm 0,3$	$4,2 \pm 0,6$

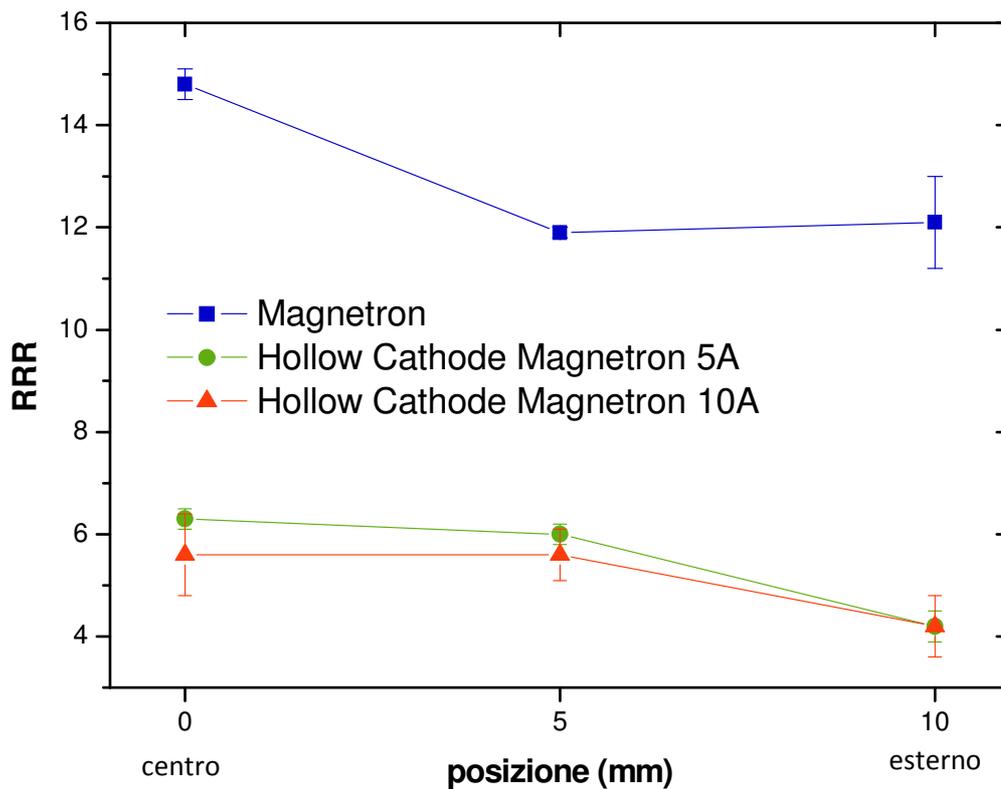


Figura 7.16 RRR in funzione della posizione a diversi valori di corrente dell'Hollow Cathode.

I film depositati con la sorgente magnetron mostrano sostanziali differenze rispetto a quelli depositati con la sorgente combinata *hollow cathode magnetron*, anche se con i pochi campioni a disposizione è stato possibile eseguire solo un'analisi qualitativa dei risultati.

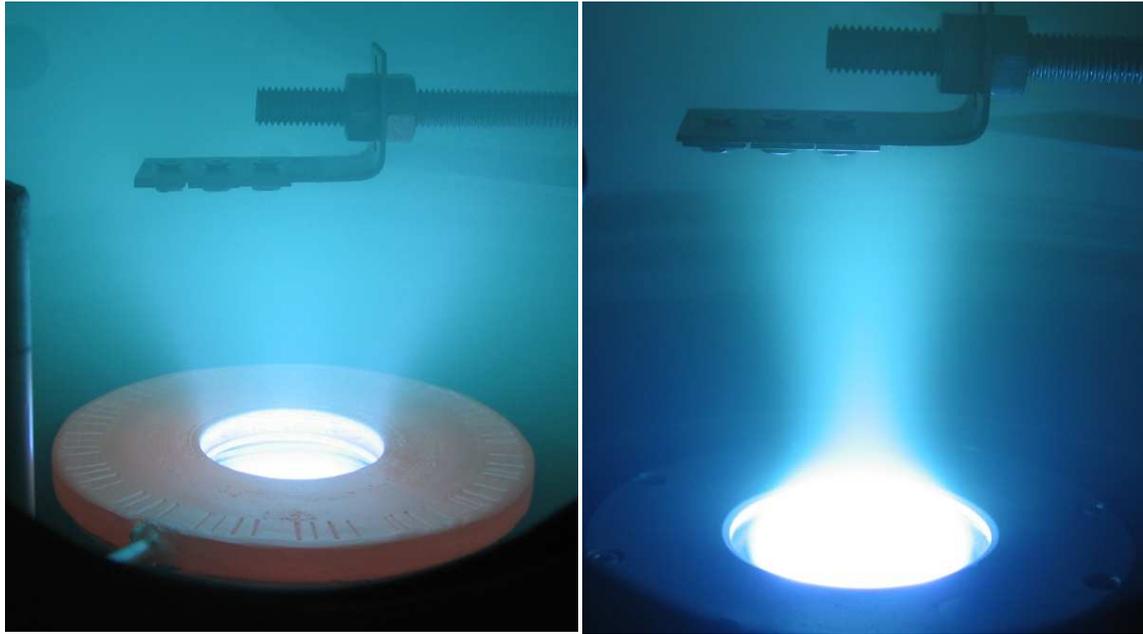
### SPESSORE E SPUTTERING RATE

La velocità di deposizione è pressoché inalterata, e questo è proprio dovuto allo scarso accoppiamento tra le due sorgenti dell'*hollow cathode magnetron*. Nella sorgente *hollow cathode magnetron* si nota però una diminuzione dello spessore all'aumentare della distanza dal centro del *target*, mentre il *magnetron* presenta una uniformità di spessore maggiore. Questo si spiega con l'effetto di schermo dell'*hollow cathode*, che riduce l'angolo solido al di sopra del *target*.

### RRR

Più rilevante è invece l'effetto dell'*hollow cathode* sulla qualità dei film cresciuti. Il valore di RRR passa da un RRR compreso tra 15 e 12 per i campioni depositati con il *magnetron* a 5-6 per quelli depositati invece con la nuova sorgente *hollow cathode magnetron*. Il motivo è imputabile anche in questo caso alle elevate temperature raggiunte dall'*hollow cathode* che, aumentando il degasamento di tutte le superfici presenti in camera da vuoto, aumentano la quantità di impurezze inglobate nel film in crescita.

È interessante però notare come varia il valore di RRR lungo l'asse radiale. Nel *magnetron* solo i campioni centrali (posizione 0) presentano i valori più elevati, mentre nell'*hollow cathode magnetron* il valore rimane pressoché costante per le posizioni 0 e 5mm e degrada solo per i campioni posizionati a 10mm. La spiegazione risiede nella diversa forma della scarica, come si vede bene in Figura 7.17. La scarica del *magnetron* è infatti molto focalizzata e solo i campioni centrali risentono della "pulizia" effettuata dal plasma, che rimuove selettivamente le impurezze, le quali, a differenza del materiale sputterato, non possiedono l'energia necessaria per rimanere adese alla superficie del substrato. La scarica dell'*hollow cathode magnetron* invece è molto più aperta e copre tutto il porta campioni.



*Figura 7.17*    *a) Hollow Cathode Magnetron ( $I_{HC} = 5 \text{ A}$ ,  $V_{magnetron} = 280 \text{ V}$ ,  $P = 5 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$ )*  
*b) Magnetron planare 2" ( $V_{magnetron} = 280 \text{ V}$ ,  $P = 5 \cdot 10^{-2} \text{ mbar}$ )*

---

Per la prima volta è stato realizzato un *hollow cathode anulare* capace di produrre una scarica elettronica uniforme lungo tutta la sua circonferenza.

La sorgente è stata accoppiata con un *magnetron*, opportunamente modificato, realizzando così una sorgente *hollow cathode magnetron* innovativa nel suo genere.

La sorgente mostra una scarica molto uniforme e aperta, che può essere sfruttata per deposizioni in cui è necessario un bombardamento uniforme del substrato su cui verrà cresciuto il film.

Si sono provate diverse configurazioni, utilizzando anche due diversi magnetron al fine di incrementare l'accoppiamento tra le due sorgenti, che comunque è risultato inferiore alle aspettative.

Il motivo delle limitate prestazioni della sorgente è essenzialmente imputabile alle elevate dimensioni dell'*hollow cathode*, a loro volta causa di tre effetti importanti:

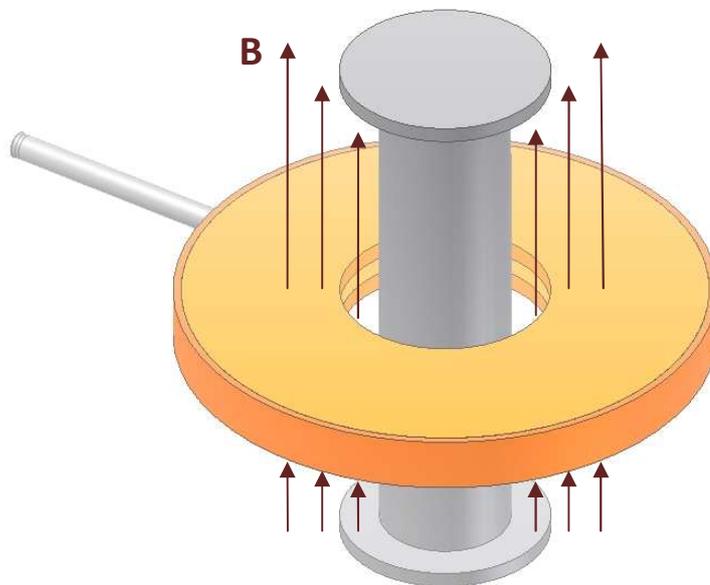
1. Le elevate temperature raggiunte dall'*hollow cathode* (superiori ai 2000°C), unite all'elevata massa di quest'ultimo, producono un riscaldamento del *target* difficilmente contrastabile dal sistema di raffreddamento di un normale *magnetron*. Tutte le prove sperimentali effettuate hanno evidenziato come lo scarso accoppiamento tra le due sorgenti sia dovuto al riscaldamento del *magnetron* da parte dell'*hollow cathode*, anche se non ci è chiaro però come questo possa limitare le prestazioni della *sorgente*.
2. La scarica dell'*hollow cathode* viene sostenuta solo per pressioni superiori a  $10^{-2}$  mbar, a causa della massa elevata del catodo cavo che necessita di un notevole bombardamento ionico per poter essere mantenuto alla temperatura di emissione termoelettronica. A queste pressioni il cammino libero medio degli elettroni è limitato, e si riduce pertanto il numero di

quelli capaci di raggiungere il target. Test effettuati con un *hollow cathode magnetron lineare* avevano proprio dimostrato una diminuzione dell'accoppiamento tra la sorgente *hollow cathode* la sorgente *magnetron*, all'aumentare della pressione<sup>7</sup>.

3. I film prodotti hanno una purezza minore di quelli realizzati con la sola sorgente magnetron a causa del maggior degasamento indotto dal riscaldamento della camera. Questo vanifica la possibilità di studiare l'effetto benefico di pulizia del plasma sui campioni, che nella sorgente *hollow cathode magnetron* è maggiore rispetto a quello della singola sorgente *magnetron*.

La possibile soluzione a questi problemi è quindi la realizzazione di una sorgente *hollow cathode* di massa inferiore, capace quindi di perturbare il meno possibile il *magnetron* sottostante e di poter iniettare gli elettroni il più vicino possibile al *target*.

Gli sviluppi futuri riguarderanno però l'accoppiamento dell'*hollow cathode* ad un *post magnetron cilindrico*, come mostrato in Figura 7.1.



*Figura 7.1 Sorgente Hollow Cathode Magnetron costituita da un Hollow Cathode Anulare e da un Post Magnetron Cilindrico.*

Si cercherà di capire se vi è un effettivo aumento dello sputtering rate in una configurazione adatta ad essere utilizzata nella deposizione delle cavità acceleratrici. Questa configurazione inoltre dovrebbe svincolarci dal problema numero 1, poiché eventuali deformazioni del target cilindrico non modificherebbero il contatto elettrico. Rimarranno però i problemi 2 e 3, risolvibili solo con un nuovo hollow cathode.



- 
- <sup>1</sup> TRI-MAG Sputtering Source, manufactured by L. M. Simard, Santa Barbara, CA 93111.
- <sup>2</sup> E. J. McClanaham, Batelle Northwest, presented at American Vacuum Society Symposium, San Diego, CA, 1984.
- <sup>3</sup> J. J. Cuomo, S.M. Rossnagel, *J. Vac. Sci. Technol.*, A 4(3), May/June 1986.
- <sup>4</sup> W. Bradley, *Surf. Coat. Technol.*, 120-121 November 1999.
- <sup>5</sup> W. Bradley, M. Cecconello, *Vacuum* 49, 315 (1998).
- <sup>6</sup> Zhehui Wang and Samuel A. Cohen, *J. Vac. Sci. Technol.*, A 17(1), Jan/Feb 1999.
- <sup>7</sup> Niccolò Patron, *tesi di master in trattamenti di superficie per l'industria*, Università degli Studi di Padova, A.A. 2004/2005.
- <sup>8</sup> P.J. Martin, *Handbook of Thin Film Process Technology*, 1997, Noyes ed.
- <sup>9</sup> E. Nasser "Fundamentals of Gaseous Ionization and Plasma Electronics", Wiley-Interscience, 1971
- <sup>10</sup> A. I. Hershcovitch, V. J. Konarik, K. Prelec, *J. Appl. Phys.* 67(2), January 1990.
- <sup>11</sup> M. T. Domonkos, *PhD Thesis* at the University of Michigan, 1990.
- <sup>12</sup> K. H. Schoenbach, A. El-Habachi, W. Shi, M. Ciocca, *Plasma Sources Sci. Technol.* 6 (1997) 486-477.
- <sup>13</sup> 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)
- <sup>14</sup> Gottfried K. Wehner, Gerald S. Anderson, "The Nature Of Physical Sputtering", *Handbook of thin film technology*, McGraw hill, 3:16, (1970)
- <sup>15</sup> 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)
- <sup>16</sup> W. Bradley, D. M. Willet, Y. A. Gonzalvo, *J. Vac. Sci. Technol.*, A 17(6), Nov/Dec 1999.
- <sup>17</sup> Thaddeus B. Massalski, *Binary Alloy Phase Diagrams*, American Society of Metals, 1986.
- <sup>18</sup> Solozhenko, V.L., D. Hausermann, M. Mezouar, M. Kunz, *Appl. Phys. Lett.* 72, 14 (1998), 1691-1693.

- 
- <sup>19</sup> 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.