

**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  
“Surface Treatments for Industrial Applications”

**Protocollo di pulizia superficiale di contaminanti  
radioattivi in ultratraccia sui componenti in rame per  
l'esperimento Cryogenic Underground Observatory  
for Rare Events (CUORE)**

*Relatore: Prof. Vincenzo Palmieri*

*Candidato: Dott. Antonella De Biasi  
Matr. N°: 884092*

Anno accademico 2007-08



# *Indice*

<i>Introduzione</i>	<i>pag. 1</i>
<i>Protocollo</i>	<i>pag. 3</i>
<b>Capitolo 1</b> <i>Lavaggio con ultrasuoni</i>	<i>pag. 5</i>
1.1    Solventi	<i>pag. 6</i>
1.2    RODACLEAN	<i>pag. 6</i>
1.3    NGL1740SUP	<i>pag. 7</i>
<i>Protocollo</i>	<i>pag. 8</i>
<b>Capitolo 2</b> <i>Trattamento meccanico</i>	<i>pag. 9</i>
2.1    Media utilizzati con il buratto	<i>pag. 9</i>
2.2    Tumbler	<i>pag. 12</i>
2.2.1    Trasmissione diretta	<i>pag. 14</i>
2.2.2    Trasmissione a cinghia	<i>pag. 15</i>
2.3    Turbula	<i>pag. 16</i>
2.4    Buratto secco: prove	<i>pag. 17</i>
2.5    Buratto umido: prove	<i>pag. 20</i>
2.6    Suggerimenti per un eventuale futuro utente	<i>pag. 23</i>
<i>Protocollo</i>	<i>pag. 24</i>
<b>Capitolo 3</b> <i>Trattamento elettrochimico</i>	<i>pag. 25</i>
3.1    Controllo automatico	<i>pag. 25</i>
3.2    Elettropulitura del frame in posizione verticale	<i>pag. 28</i>

3.3	Elettropulitura del frame in posizione orizzontale	<i>pag. 29</i>
3.4	Prelievo del campione sotto potenziale	<i>pag. 29</i>
3.5	Risciacqui	<i>pag. 32</i>
3.6	Suggerimenti per un eventuale futuro utente	<i>pag. 32</i>
	<i>Protocollo</i>	<i>pag. 33</i>
<b>Capitolo 4:    <i>Trattamento chimico</i></b>		<b><i>pag. 35</i></b>
4.1	Persulfato ed altri trattamenti chimici usati	<i>pag. 35</i>
4.2	SUBU5	<i>pag. 35</i>
4.3	Passivazione	<i>pag. 36</i>
4.4	Suggerimenti per un eventuale futuro utente	<i>pag. 37</i>
	<i>Protocollo</i>	<i>pag. 37</i>
<b>Capitolo 5:    <i>Trattamenti con il plasma</i></b>		<b><i>pag. 39</i></b>
5.1	Generalità	<i>pag. 39</i>
5.2	Frames	<i>pag. 42</i>
5.2.1	Montaggio	<i>pag. 42</i>
5.2.2	Processo	<i>pag. 43</i>
5.2.3	Suggerimenti per un eventuale futuro utente	<i>pag. 44</i>
5.3	Colonne	<i>pag. 44</i>
5.3.1	Montaggio	<i>pag. 44</i>
5.3.2	Processo	<i>pag. 46</i>
5.3.3	Possibili problemi	<i>pag. 46</i>
5.3.4	Suggerimento per un eventuale futuro utente	<i>pag. 47</i>
5.4	Barre	<i>pag. 48</i>
5.4.1	Montaggio	<i>pag. 48</i>
5.4.2	Processo	<i>pag. 49</i>
5.4.3	Possibili problemi	<i>pag. 49</i>
5.4.4	Suggerimenti per un eventuale futuro utente	<i>pag. 50</i>
5.5	Flange	<i>pag. 50</i>
5.5.1	Montaggio	<i>pag. 50</i>
5.5.2	Processo	<i>pag. 52</i>

5.5.3	Possibili problemi	<i>pag. 52</i>
5.5.4	Suggerimenti per un eventuale futuro utente	<i>pag. 53</i>
5.6	Schermo	<i>pag. 53</i>
5.6.1	Montaggio	<i>pag. 53</i>
5.6.2	Processo	<i>pag. 54</i>
5.6.3	Possibili problemi	<i>pag. 54</i>
5.7	Modificazione della camera da sputtering	<i>pag. 54</i>
	<i>Protocollo</i>	<i>pag. 55</i>

<b><i>Conclusioni</i></b>	<b><i>pag. 57</i></b>
---------------------------	-----------------------



# *Introduzione*

CUORE è un progetto internazionale che si propone come obiettivo la misura del tempo di decadimento doppio beta (decadimento  $\beta\beta$  o DBD) del neutrino, cioè nell'occorrenza simultanea di due decadimenti beta nello stesso nucleo. Questo avviene mediante l'uso di un rivelatore composto da una schiera di 988 bolometri di  $\text{TeO}_2$ , disposti in una configurazione cilindrica di 19 torri da 52 cristalli ciascuna. Dalla misura del tempo di decadimento dovrebbe essere possibile risalire direttamente alla massa del neutrino, uno dei grandi obiettivi della ricerca attuale.

La pulizia superficiale della componentistica dell'esperimento CUORE è già stata oggetto di studio e lavoro, prodotti dal laboratorio di Superconduttività e Trattamenti di superficie dei LNL dell'INFN (per ulteriori informazioni si rimanda pertanto a detti elaborati [Menegatti (2005,2006)]).

Poiché il parametro cruciale di questo esperimento è il residuo della contaminazione radioattiva in superficie e la sua relativa rimozione, il più importante obiettivo della fase di R&D di CUORE consiste nello sviluppare metodi per controllare e ridurre, a livelli trascurabili, il fondo radioattivo derivante da eventi di superficie. La configurazione di CUORE non permette un sostanziale aumento della sensibilità, se prima non viene messa a punto una procedura per abbattere di un ordine di grandezza l'inquinamento da Th e U presente sulla superficie dei cristalli e del rame. La pulizia della superficie dei materiali costituisce quindi una fase fondamentale affinché CUORE abbia successo.

Scopo dell'elaborato proposto è la compilazione di un accurato protocollo di pulizia in grado di ridurre la contaminazione radiattiva presente nel rame utilizzato. La procedura descritta nel protocollo è già in uso per pulire i campioni di CUORE, ma ha mostrato in alcuni punti lacune e problemi, che con il presente lavoro si cercherà di evidenziare e in taluni casi di risolvere. Un'analisi della procedura di pulizia è, infatti, fondamentale per

apportare miglioramenti alla procedura stessa e capire quali saranno i prossimi passaggi da mettere a punto.

Scopo di questo lavoro è anche il fare il punto della situazione attuale per quanto concerne la pulizia superficiale dei campioni in Cu del progetto CUORE; questo scritto può costituire inoltre materiale informativo a disposizione dei gruppi scientifici che affrontano tematiche analoghe. Tra questi ultimi vi è il gruppo lavorante all'esperienza GERDA, proposto nel 2004 come un rivelatore di nuova generazione per la ricerca del decadimento doppio beta del  $^{76}\text{Ge}$  ai Laboratori Nazionali del Gran Sasso.

Lo scambio di informazioni è fondamentale anche per l'ideazione della procedura di CUORE. Un esempio è fornito dagli studi fatti presso la Northwestern University, in cui è stata misurata la concentrazione residua di contaminazione di Polonio sul rame dopo l'elettropulitura, considerando due casi differenti:

1. Il caso in cui la differenza di potenziale agli elettrodi viene spenta e di seguito il pezzo di rame estratto dall'acido;

2. Il caso in cui il pezzo viene estratto lasciando accesa la differenza di potenziale, lavato a spruzzo. Poi viene spento l'alimentatore, e conseguentemente lavato.

L'analisi eseguita ha mostrato che il campione estratto sotto potenziale ha una contaminazione di polonio 5 volte più piccola rispetto all'altro. Tale procedura era già in atto presso il nostro laboratorio in quanto procedura utilizzata per elettropulire le cavità superconduttive, ma tali risultati hanno testimoniato che è opportuno utilizzarla per CUORE.

# *Protocollo*

Il protocollo di pulizia attualmente utilizzato per CUORE si compone di 5 fasi:

1. Pulizia mediante solventi e ultrasuoni: atta a rimuovere grossolanamente i residui dovuti alla lavorazione meccanica, quali grassi e oli di lavorazione (la pulizia mediante solventi si basa sulla dissoluzione dei contaminanti portandoli in soluzione). Nel caso specifico viene utilizzato il tetracloroetilene. Seguono risciacqui in acetone e etanolo e trattamento con saponi alcalini e ultrasuoni.

2. Trattamento meccanico: permette di rimuovere una parte della contaminazione mediante pulizia abrasiva. Le particelle abrasive possono essere utilizzate a secco o in ambiente umido, e fatte impattare contro il materiale da pulire per l'azione meccanica di un buratto. Nel protocollo di pulizia di CUORE si utilizzano satelliti in acciaio mescolati con sale grosso, che permettono di erodere materiale dai campioni, e successivamente dei coni di allumina in una matrice di resina epossidica in umido, per rifinire la superficie.

3. Trattamento elettrochimico: avviene utilizzando una soluzione a base di acido fosforico e permette la rimozione di circa 100µm dal campione. Svolge inoltre un'azione di lucidatura della superficie.

4. Trattamento chimico: è finalizzato alla rimozione di materiale dalla superficie assieme a contaminanti fortemente aderenti. Consta di due passaggi: il trattamento SUBU5 a base di acido sulfammico e butanolo, che rende la superficie molto pulita ma altrettanto reattiva, e un secondo trattamento di passivazione, formante sul campione in Cu uno strato omogeneo di ossido.

5. Trattamento con plasma: un trattamento fisico di plasma *etching*, con l'uso di un post magnetron cilindrico, che nell'ipotesi che nulla è più pulito del vuoto, costituisce l'ultima fase di trattamento.

# *Capitolo 1*

## *Lavaggi con ultrasuoni*

La primissima operazione di pulizia consiste in un lavaggio con solventi e/o con saponi in ultrasuoni. Tale pulizia consente la rimozione del primo strato di contaminazione superficiale (prevalentemente grasso ed oli di macchina). Da questo primo passaggio, e per tutto il corso dei trattamenti che seguono, i campioni vengono rigorosamente toccati indossando un doppio paio di guanti (uno in nitrile interno ed uno molto sottile in polietilene esterno) per evitare di portare contaminazioni sulle superfici.

Molto brevemente il principio di funzionamento degli ultrasuoni per la pulitura consiste nella creazione di onde ad alta frequenza in una vasca contenente acqua deionizzata. Sulle pareti o sul fondo di una vasca in acciaio inox vengono applicati dei trasduttori PZT (piezoelettrici-elettrostrittivi), i quali vengono fatti vibrare alla frequenza di 33.000 Hz e oltre.

Quando nel liquido si crea della turbolenza si ha la formazione di cavità contenenti vapore ad alta pressione, che poi implodono liberando energia appunto sotto forma di pressione di vapore. Le vibrazioni ultrasonore generano nel liquido onde che, alternando una fase di compressione ed una fase successiva di decompressione, producono una fortissima turbolenza con conseguente formazione di bolle di cavitazione le quali quando implodono sviluppano una pressione locale che è stata ipotizzata dell'ordine dei 1.000 bar. Le onde di vibrazione si propagano uniformemente in tutto il volume della vasca e arrivano sulla superficie dei pezzi da pulire. Questo fenomeno crea un'azione meccanica di asportazione dello sporco a livello molecolare.

## 1.1 Solventi

I campioni in rame subiscono una prima pulizia mediante il tetrachloroetilene (formula chimica è  $C_2Cl_4$ ), un liquido incolore con un odore intenso che permette di eliminare le tracce di grasso presenti sui campioni in seguito alla lavorazione meccanica.

La pulizia consiste nell'immergere i pezzi per alcuni minuti in un becker contenente il tetrachloroetilene e successivamente strofinarli accuratamente per rimuovere le tracce presenti sulla superficie.

I campioni così puliti vengono risciacquati con acetone ed etanolo, e poi lavati con ultrasuoni.

## 1.2 NGL1740SUP



**Figura 1.1.** L'etichetta del NGL 1740 P SP, uno dei saponi utilizzati per la pulizia dei pezzi in Cu di CUORE.

Il sapone solitamente utilizzato per il Cu è il NGL1740SUP, un sapone alcalino in polvere a  $pH = 8$ . I pezzi che devono essere lavati sono posti in un becker con acqua e sapone e successivamente messi nella vaschetta ad ultrasuoni. L'acqua della vaschetta



I lavaggi successivi ai trattamenti meccanici, elettrochimici e chimici sono operati usando il RODACLEAN e gli ultrasuoni.

Il RODACLEAN è un sapone alcalino a pH superiore rispetto al NGL1740SUP (pH 12 anziché 8) e, di conseguenza, aggressivo. È ottimo per rimuovere particelle, residui chimici ed ossidi presenti sulla superficie dei campioni in Cu. Poiché si sospetta che il RODACLEAN addirittura attacchi superficialmente il rame, esso viene solitamente utilizzato per il niobio, l'acciaio inox e l'ottone, caratterizzati da una maggiore resistenza chimica.

### ***Protocollo***

Lavaggio con tetracloroetilene, acetone e etanolo.

Lavaggio con l'NGL1740SUP in ultrasuoni a 40° per 10 minuti, risciacquo con soli ultrasuoni per 10 minuti.

Conservazione in sacchetti di polietilene sigillati termicamente, in cui viene insufflato N<sub>2</sub>.

I lavaggi successivi ai trattamenti meccanici, elettrochimici e chimici sono operati usando il RODACLEAN e gli ultrasuoni (2 minuti) e soli ultrasuoni (10 minuti).

## ***Capitolo 2***

### ***Trattamento meccanico***

Dopo il lavaggio con ultrasuoni i campioni di CUORE vengono sottoposto a trattamento meccanico. Esso consiste nell'uso di particelle abrasive (media) spinte contro la superficie dei campioni, pulita così attraverso l'azione meccanica di un buratto.

I media possono operare in ambiente secco o umido, in base alla loro tipologia e al grado di pulizia desiderato. Questo trattamento permette di rimuovere lo strato più esterno di contaminazione.

Tutti i media utilizzati per la pulizia del Cu di CUORE sono stati acquistati dalla Rösler, ditta tedesca specializzata nella produzione di abrasivi ceramici, abrasivi plastici e altri prodotti per la finitura superficiale.

#### ***2.1 Media utilizzati con il buratto***

Per il trattamento dei campioni di CUORE vengono utilizzati tre media, essi differiscono per la finitura che possono realizzare, e per le condizioni di utilizzo.

Uno di questi media è il SAT03/05, rappresentato in fig. 2.1. esso è in acciaio inossidabile e a forma di satellite. Viene utilizzato a secco, senza cioè l'uso di acqua o altre soluzioni. Viene impiegato per un'azione di lucidatura delle superfici.

I satelliti sono utilizzati con comune sale grosso da cucina, detto accorgimento è utilizzato in quanto il sale è un ottimo abrasivo perché, man mano che lavora, si frantuma e permette di ottenere una finitura più sottile. Inoltre, la presenza del sale serve

ad evitare che l'azione dei satelliti rovini la superficie del Cu, causandone ammaccature. La miscela utilizzata è pertanto costituita da satelliti (20%) e sale grosso (80%). Tale rapporto è stato stabilito dopo aver testato varie percentuali relative satelliti-sale grosso.



**Figura 2.1.** Un'immagine del SAT03/05, i satelliti utilizzati con il sale grosso. La sigla 03/05 indica le dimensioni in mm degli stessi satelliti.

Di seguito sono riportati i risultati ottenuti modificando le percentuali di satelliti e sale utilizzati per burattare campioni in rame:

	% satelliti	% sale grosso	risultati
1	100	0	Campione molto danneggiato
2	50	50	Notevoli segni di ammaccature dovute ai satelliti
3	40	60	Campione incrostato da uno strato di sale e sono evidenti segni di ammaccature causate dai satelliti
4	30	70	Campione incrostato di uno strato di sale e leggermente evidenti segni di ammaccature dovute ai satelliti
5	20	80	Campione con una buona superficie
6	10	90	Poca modificazione della struttura

**Tabella 2.1.** Risultati delle prove fatte con varie miscele, che si differenziano per il diverso rapporto satelliti/sale grosso.

Come si può notare i migliori risultati sono stati ottenuti utilizzando il rapporto 20/80 di satelliti/sale grosso. I valori di rugosità ottenuti hanno confermato quanto osservato: superfici bombardate con una maggiore percentuale di satelliti presentano valori di rugosità elevati.

Altro tipo di media utilizzato è quello comprendente gli abrasivi plastici. Essi sono il RKG 6PQ e il RKP 10 K (figg. 2.2 e 2.3) composti da allumina in una matrice di resina epossidica; questa composizione conferisce a questi abrasivi notevole elasticità, permettendo così un buon grado di abrasione ma con finiture molto fini, senza ammaccature e con rugosità molto basse. Sono particolarmente indicate per superfici in lega leggera e, in particolare, utilizzati per rifiniture.



**Figura 2.2.** Immagine del RKG 6PQ, piramidi verdi di allumina in una matrice di resina epossidica. La sigla RKG indica la qualità del media, il 6 le sue dimensioni e PQ la forma.

L'abrasivo RKG 6PQ si presenta come piccole piramidi di colore verde, RKP 10 K ha invece una forma conica. Entrambi i media possono essere utilizzati e a secco e in umido, risulta tuttavia preferibile quest'ultima (si veda § 2.5).

I due abrasivi differiscono notevolmente qualora vengano sottoposti a misure di radiattività: analisi eseguite a Milano hanno evidenziato una radiattività delle piramidi, non riscontrata nei coni. Sulla base di tali risultati è pertanto deciso di utilizzare le

piramidi solo per prove preliminari, ma di utilizzare per i campioni di CUORE solo l'abrasivo RKP 10 K.

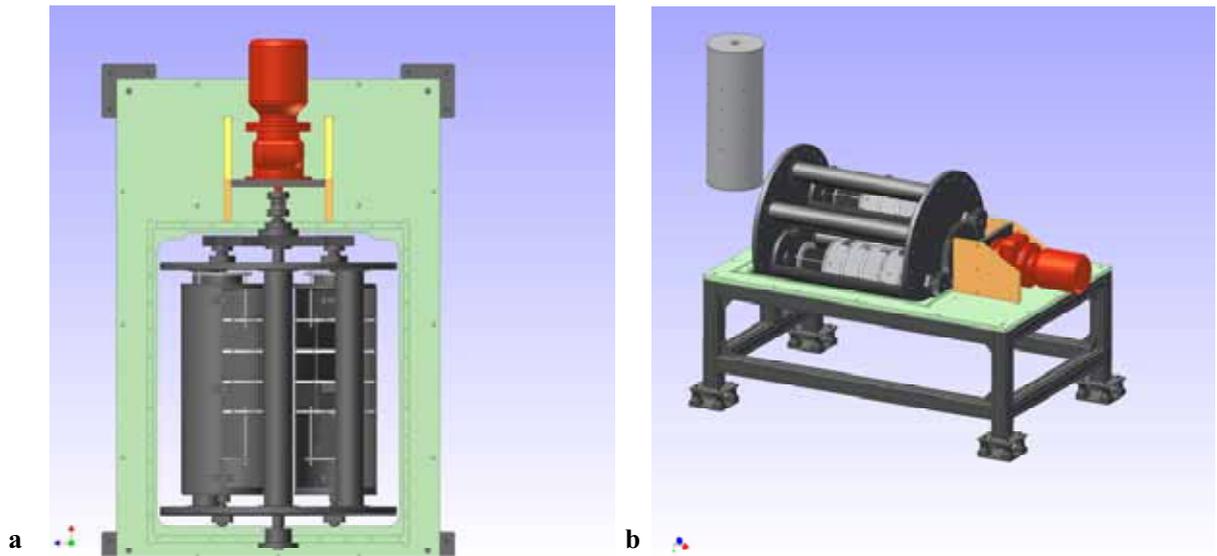


**Figure 2.3.** Immagine del RKP 10 K, abrasivi di forma conica. RKP indica la qualità del media, mentre 10 le sue dimensioni e K la forma conica.

## ***2.2 Buratto***

Il buratto usato per pulire le parti in rame di CUORE è rappresentato in fig. 2.5. In detta figura si nota che il buratto è costituito da 3 elementi principali: una struttura esterna, formata da un telaio e da smorzatori, un corpo centrale (comprende i volani, il cestello di alluminio all'interno del quale viene fissato il porta campione, i contrappesi, necessari per programmare adeguatamente processi per campioni di diverso peso, e gli ingranaggi), il motore, con il suo supporto di protezione.

Il movimento del buratto è comandato esternamente da un apposito programma (fig. 2.5) in cui è possibile lavorare in modalità manuale o automatica. Con la modalità manuale si imposta una velocità di lavorazione e si stabilisce la marcia di rotazione (tasti marcia avanti o marcia indietro).



**Figura 2.4.** (a) Rappresentazione dall'alto del buratto, composto da un corpo centrale, una struttura esterna e dal motore, (b) rappresentazione laterale del buratto.



**Figura 2.5.** Un'immagine del pannello di controllo. Esso permette di regolare la velocità del buratto, la direzione di rotazione e la fine del processo.

Lavorando in modalità automatica è possibile impostare il numero di giri a cui far muovere il buratto, il verso di rotazione (in senso orario o in senso antiorario) e il tempo di funzionamento del sistema stesso, al termine del quale il tumbler si ferma. Il numero di giri di rotazione viene impostato mediante la rotellina posta al di sotto

del display. Il numero reale di giri è ottenuto moltiplicando questo valore x 3, questa operazione è dettata dal rapporto 1:3 tra la corona centrale del buratto e gli ingranaggi ( si veda per dettagli § 2.2.1).

### 2.2.1 *Trasmissione diretta*

È di seguito riportato lo schema di funzionamento del buratto utilizzato finora per la pulizia dei campioni di CUORE, in esso è rappresentata una rotazione concorde degli elementi costituenti.



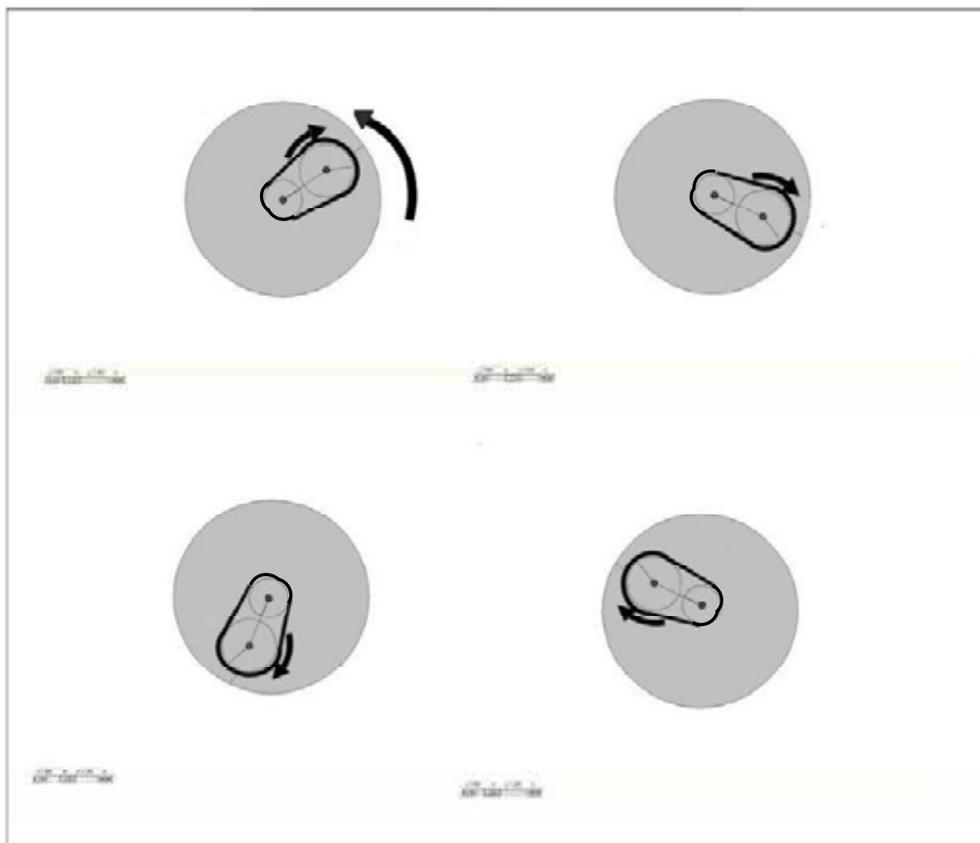
**Figura 2.5.** Schema di funzionamento del buratto utilizzato per pulire i campioni di CUORE. Le 4 immagini rappresentano la rotazione della struttura rotante, che ha lo stesso verso di rotazione del cestello.

In questa configurazione, basata su degli ingranaggi dentati, il volano centrale ruota nello stesso verso del cestello a causa degli ingranaggi presenti. La corona centrale risulta molto più grande degli ingranaggi, questo comporta un incremento

della velocità del cestello, in un rapporto 1:3 (per esempio se viene impostata sul pannello di controllo una velocità pari a 12%, il cestello girerà a 35-36 giri il minuto). I media contenuti nel porta campione, che ruota quindi con il cestello, svolgono un'azione di levigatura sbattendo ripetutamente contro il campione.

Inizialmente il buratto era stato progettato per essere utilizzato ad alte velocità, ma questo tipo di configurazione a trasmissione diretta non si è dimostrata adatta per il basso rate di levigatura dei pezzi burattati. È quindi risultato indispensabile apportare sostanziali modifiche.

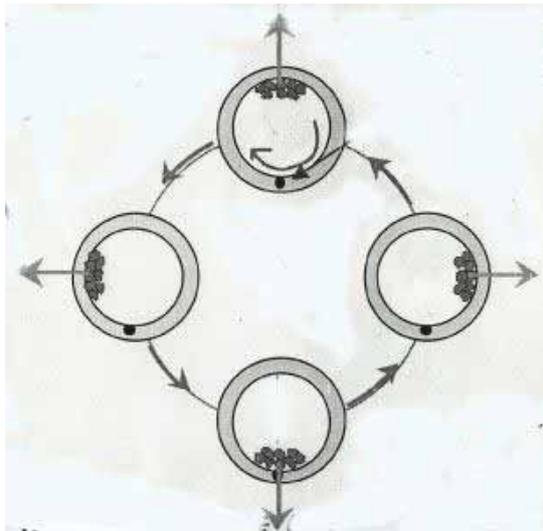
### 2.2.2 *Trasmissione a cinghia*



**Figura 2.6.** Schema di funzionamento del buratto attualmente in fase di lavorazione. Nella nuova configurazione è prevista l'aggiunta di 2 pulegge e di una cinghia.

La nuova configurazione che dovrà assumere il tumbler si basa sull'uso di 2 pulegge e di 1 cinghia (fig. 2.6). In questa configurazione avverrà il posizionamento di una trasmissione a cinghia tra le pulegge, in modo che il cestello e il volano girino

in senso inverso uno rispetto all'altro, e il cestello abbia orientamento fisso come da disegno allegato (fig. 2.7). Il rapporto, che nel precedente caso era di 1:3, diventerà di 1:1, di modo tale che la velocità impostata corrisponderà al reale numero di giri del cestello. In questa configurazione il tumbler potrà quindi lavorare a velocità molto più elevate (sui 300 giri il minuto circa).

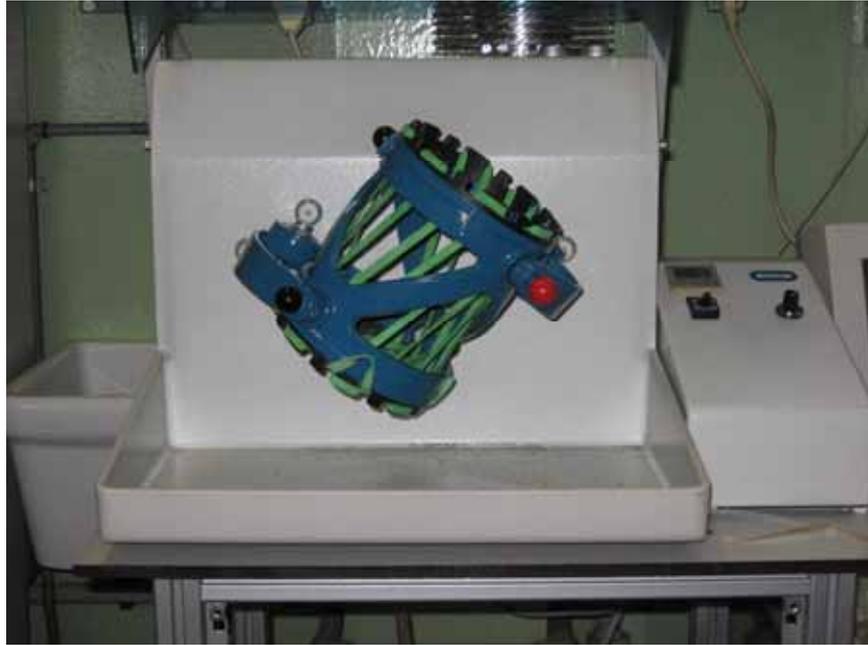


**Figura 2.7.** Particolare del funzionamento del tumbler dopo l'applicazione delle modifiche.

Si è optato per l'utilizzo delle pulegge in quanto, in questo modo, i media, utilizzati per il trattamento, si posizioneranno a seconda del cestello. Come si osserva da figura 2.6, quando la rotazione porta il cestello sulla destra i media al suo interno si trovano sul lato destro, analogamente avviene per le altre posizioni.

### **2.3 Turbula**

La turbula è utilizzata per mescolare gli abrasivi e i campioni e per pulire la superficie di quest'ultimi. L'efficienza della turbula deriva dai movimenti di rotazione, traslazione e inversione del suo cestello, ai quali è contemporaneamente sottoposto il cestello.



**Figura 2.8.** La TURBULA T2F usata in questo protocollo di pulizia.

Il modello di turbula attualmente in utilizzo presso il laboratorio è la TURBULA T2F (fig. 2.8). Il cestello può ospitare contenitori di capacità massima pari a 2 litri e di qualsiasi forma.

I contenitori sono bloccati all'interno del cestello da due anelli in plastica rotanti e da una serie di elastici. La velocità di rotazione utilizzata per i campioni di CUORE è di circa una rotazione al secondo.

La turbula T2F si è dimostrata ottima per i campioni di dimensioni più piccole, quali barre o colonne. Per questo motivo si sta valutando di dotarsi di una macchina in grado di contenere volumi maggiori.

### ***2.3 Buratto secco: prove***

Per determinare le condizioni ottimali per la pulizia delle superfici dei pezzi di rame sono state fatte prove, adottando diverse condizioni di lavoro (secco o umido) e diversi media (vedi § 2.1). I buratti descritti in precedenza possono essere utilizzati sia a secco che in umido.

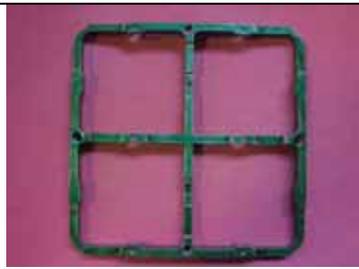
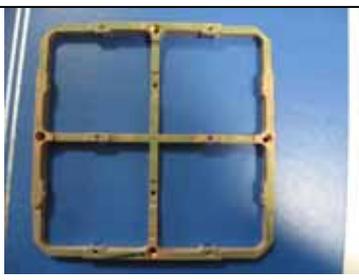


**Figura 2.9.** Il frame di CUORICINO usato per le prove e del trattamento di buratto secco. Il colore verde ci permette di vedere immediatamente l'effetto del trattamento.

In particolare con “buratto secco” si indica un processo in cui i media vengono utilizzati senza acqua o altri liquidi. Di seguito sono poste delle tabelle riassuntive delle prove effettuate in queste condizioni di tumbler, utilizzando come campione un Frame di CUORICINO (fig. 2.9), prototipo dell'esperimento CUORE.

Per monitorare gli effetti del tumbler, il Frame è stato interamente dipinto con un pennarello verde, potendo così osservare le zone in cui i media avevano agito e l'intensità del trattamento stesso.

Posizione del campione nel porta-campione	Condizioni di lavoro	Campione post trattamento
	  <p>52% → 150 giri/min  <math>t = 2h</math>  <math>r_a = 193,74 \text{ nm}</math>  <math>r_q = 293,84 \text{ nm}</math></p>	

	<p>5% → 15 giri/min  <math>t = 16h</math>  <math>r_a = 286,51 \text{ nm}</math>  <math>r_q = 399,01 \text{ nm}</math></p>	
	<p>52% → 150 giri/min  <math>t = 1h</math>  <math>r_a = 317,69 \text{ nm}</math>  <math>r_q = 441,67 \text{ nm}</math></p>	
	<p>10-15% → 35 giri/min  <math>t = 2h</math>  <math>r_a = 586,38 \text{ nm}</math>  <math>r_q = 944,83 \text{ nm}</math></p>	

**Tabella 2.2.** Riassunto delle prove eseguite nel tumbler utilizzando come media le piramidi verdi.

Da questa prima serie di prove fatte (tab. 2.2) è risultato che:

- Lavorare alle alte velocità lascia il campione sostanzialmente inalterato;
- La condizione migliore di lavoro si ha operando alla velocità di 35 giri/min, condizione in cui il campione, al termine del trattamento, risulta ricoperto di verde solo in alcune zone.

Sono state eseguite altre due prove con le piramidi verdi, in esse il campione non ha mostrato alcuna modificazione. Tali prove non sono state qui riportate in quanto i campioni risultavano ricoperti da una polvere verde dovuta alle piramidi stesse, a dimostrazione che tali media hanno un più opportuno uso in umido.

Si è passati quindi allo studio dell'effetto dei satelliti/sale sullo stesso campione di CUORICINO e i risultati sono di seguito esposti.

Posizione del campione nel porta-campione	Condizioni di lavoro	campione post trattamento
	50% → 150 giri/min t = 2h 200ml satellite/ 800ml sale grosso	
	50% → 150 giri/min t = 4h 400ml satellite/ 1600ml sale grosso	
	33% → 100 giri/min t = 4h 700ml satellite/ 2800ml sale grosso	
	12% → 35 giri/min t = 9h 700ml satellite/ 2800ml sale grosso etching rate = 0,04(μm/h)	 

**Tabella 2.3.** Riassunto delle prove eseguite nel tumbler utilizzando come media i satelliti con il sale grosso.

I campioni trattati con satelliti e sale grosso hanno dimostrato che:

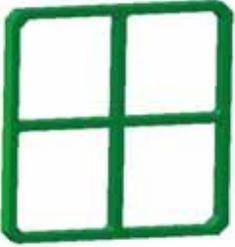
- La velocità che dà i risultati migliori è di 35 giri/min, come già esposto anche in tabella 2.2;
- alte velocità non modificano in alcun modo la superficie.

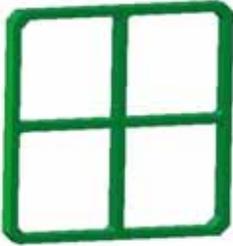
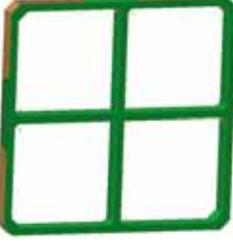
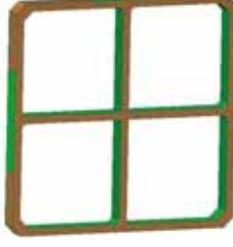
Dopo questa prima fase di prove si è deciso di adottare una velocità di lavoro di 35 giri/min. Avendo osservato che le piramidi in allumina necessitavano di un utilizzo in umido, si è operato in questo verso, sostituendo inoltre i media con i coni in allumina, avendo comunque il gruppo di Milano rilevato tracce di radiattività residue nelle piramidi.

#### 2.4 Buratto umido: prove

Le prove di buratto in umido sono state eseguite sia nel Tumbler che con la turbula, in quanto in questa fase nel primo buratto veniva utilizzato un porta campione non sigillabile e quindi non in grado di tenere l'acqua.

Di seguito sono riportate le prove eseguite nei due sistemi.

Posizione del campione nel porta-campione	Condizioni di lavoro	campione post trattamento
	 <p>12% → 35 giri/min t = 3h etching rate = 0,012 (µm/h)</p>	

	<p>12% → 35 giri/min t = 3h etching rate = 0,016 (μm/h)</p>	
	<p>12% → 35 giri/min t = 6h etching rate = 0,05 (μm/h)</p>	
	<p>12% → 35 giri/min t = 3h etching rate = 0,06 (μm/h)</p>	

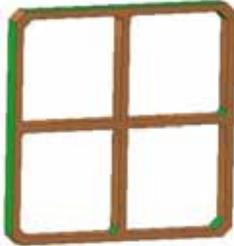
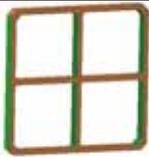
**Tabella 2.4.** Prove eseguite nel Tumbler utilizzando come media i coni di allumina e acqua. Le prove servivano per trovare la giusta posizione in cui porre il frame per avere il maggior effetto di pulitura.

Posizione del campione nel porta-campione	Condizioni di lavoro	campione post trattamento
	<p>Vel. 46 t = 18 h etching rate = 0,052(μm/h)</p>	<p>Il campione risultava verde solo in alcune zone, soprattutto nei lati.</p>

**Tabella 2.5.** Prova eseguita con la turbula utilizzando come media solamente i coni di allumina in presenza di acqua.

I risultati ottenuti evidenziano un migliore funzionamento dei media in allumina in presenza di acqua. Si sono quindi eseguite delle prove, nelle medesime condizioni, con la turbula. Come si vede dalla tabella 2.5, anche in queste condizioni risultati sono stati ottimi.

Dato che i coni sono dei media da utilizzare principalmente per rifinitura, si è deciso di provare una nuova ‘ricetta’ in cui in una prima fase venivano utilizzati i satelliti con il sale e in un secondo momento i coni, allo scopo di rimuovere materiale ma contemporaneamente ottenere una superficie con la minor rugosità possibile. Tale ricetta è stata provata in entrambi i buratti (tab. 2.6).

	condizioni di lavoro	campione post trattamento
	<p>Velocità 46  <math>t = 4h + 2h</math>            etching rate = 0,077(<math>\mu\text{m}/h</math>)</p>	 la superficie è molto liscia
	<p>35 giri/min  <math>t = 4h + 2h</math>            etching rate = 0,041(<math>\mu\text{m}/h</math>)</p>	

**Tabella 2.6.** Prova eseguita con entrambi i buratti in cui in un primo momento i campioni vengono burattati con satelliti/sale e successivamente con coni di allumina in umido.

Queste ultime prove hanno confermato che l’utilizzo simultaneo dei due tipi di media consente il raggiungimento di ottimi risultati, sia per quanto concerne la rimozione di materiale, sia per quanto riguarda la rugosità.

## 2.5 Suggerimenti per un possibile futuro utente

Per quanto riguarda le problematiche riscontrate nell'utilizzo della turbula (rimozione parziale di materiale dai lati del frame), si è operato aumentando la lunghezza del porta campione. Non è stato possibile tuttavia aumentarle di molto, a causa delle dimensioni stesse del cestello. Le prove eseguite con la modifica apportata hanno confermato la bontà della ricetta, ma non risolto totalmente il problema. In figura 2.10 è rappresentato il frame burattato con il nuovo porta campione.



**Figura 2.10.** Frame di CUORICINO ottenuto con la turbula e utilizzando il doppio trattamento: 4 ore satelliti/sale e 2 ore coni in umido.

Come si osserva il problema dei lati non burattati sussiste. Si è inoltre osservato che, diversamente dai casi precedenti, i satelliti/sale rimuovevano meno materiale rispetto ai soli coni. La spiegazione probabilmente è sempre legata alle dimensioni del portacampione, di poco superiore al Frame stesso. Una possibile spiegazione di questo risultato va ricercata nell'azione del sale, che creava un ostacolo al movimento del frame, bloccandolo. Il frame in questo modo risentiva meno dell'azione dei media.

Per quanto concerne il Tumbler, il problema del porta campione che non tratteneva l'acqua è stato risolto con la progettazione di un porta campione in polipropilene. Si stanno inoltre ultimando le modifiche al funzionamento del tumbler (§ 2.2) che dovrebbero permetterne un uso alle alte velocità.

## ***Protocollo***

Il procedimento utilizzato per burattare i campioni di CUORE è così composto:

**1. Satelliti/sale grosso**

*Composizione:* 20%satelliti-80%sale grosso

*Tempo:* 4h

*Velocità:* 35 giri/min per il tumbler, 46 per la turbula

**2. Coni di allumina in umido**

*Composizione:* metà contenitore riempito di coni, ricoperti con acqua deionizzata e aggiunta una goccia di sapone;

*Tempo:* 2h;

*Velocità:* 35 giri/min per il tumbler, 46 per la turbula.

**Lavaggio** con RODACLEAN e ultrasuoni (2') e solo ultrasuoni (10').

Per i campioni più piccoli, quali le colonne, si preferisce utilizzare i soli coni in umido per 6 ore, per non danneggiare il filetto.



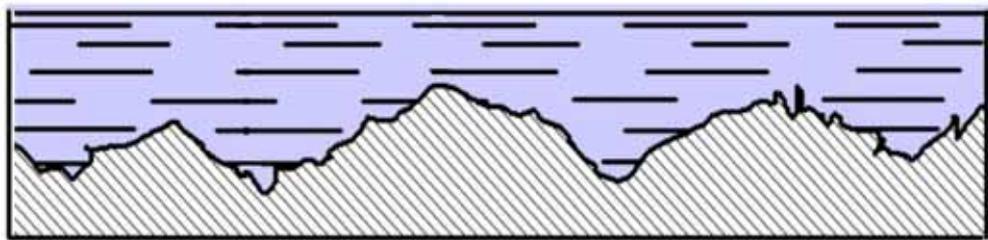
## *Capitolo 3*

### *Trattamento elettrochimico*

#### *3.1 Controllo automatico*

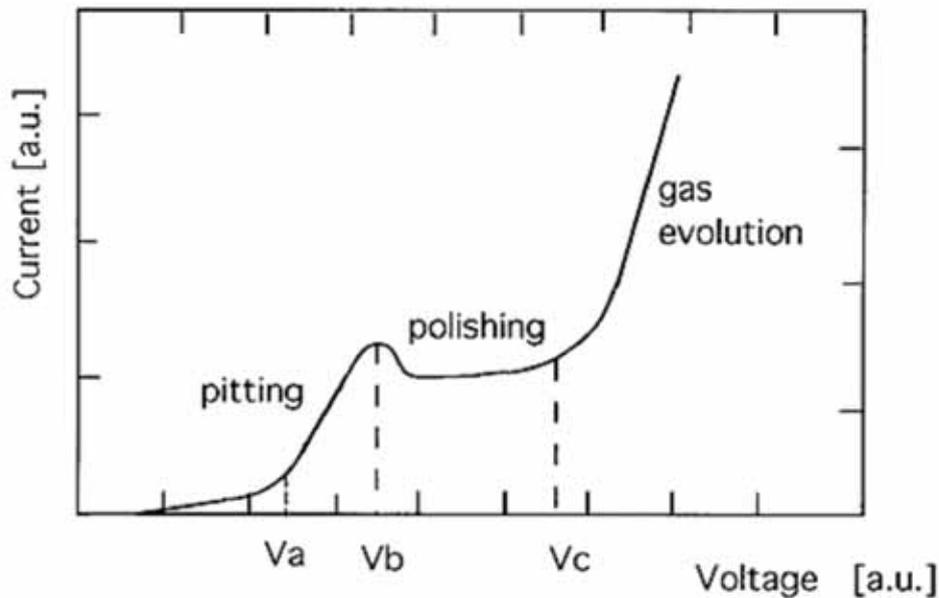
In un protocollo di pulizia delle superfici l'elettropulitura è un passaggio fondamentale al fine di ottenere buoni risultati.

In una cella elettrolitica la superficie del conduttore elettrico può diventare l'anodo del sistema, l'applicazione di potenziale al sistema porta quindi alla dissoluzione della superficie del conduttore, in seguito a rimozione di materiale, mediante un processo che può essere considerato l'inverso di un riporto galvanico. Più alta è la densità di corrente, più ruvida diventa la superficie. All'anodo viene sviluppato ossigeno, esso a bassi potenziali reagisce con i contaminanti di superficie. L'elettropulitura è un processo specifico, nel quale la corrente di lavoro viene selezionata accuratamente.



**Figura 3.1** Schema della microrugosità di una superficie di rame immersa nel bagno elettrolitico di acido fosforico.

Nel caso di rame che viene elettropulito in una soluzione di  $H_3PO_4$  in prima approssimazione l'azione di livellamento che porta ad una superficie a bassa rugosità è dovuta alla protezione delle aree lucide con un sottile strato di fosfato, che permette l'erosione dei soli picchi esposti ( fig.3.1)



**Figura. 3.2.** Densità di corrente vs potenziale per un campione in rame elettropulito in una soluzione di acido fosforico.

In figura 3.2 è rappresentata la tipica curva I-V per l'elettropulitura del Cu in acido fosforico nel caso di rame con facce piatte e parallele, in essa è possibile osservare come a variazioni di potenziale applicato corrispondano diversi effetti sulla superficie: a bassi potenziali *pitting*, ad alti l'evoluzione di gas, a potenziali intermedi l'elettropulitura.

In particolare:

- Tra  $V_a$  e  $V_b$  la corrente aumenta come funzione lineare del potenziale. La dissoluzione del materiale che funge da anodo avviene ad un tasso troppo basso. Il processo è accompagnato dall'evoluzione di bolle di ossigeno che promuovono un *pitting* sulla superficie, a causa della loro adesione all'anodo.
- L'effetto di lucidatura avviene tra  $V_b$  e  $V_c$ , in cui la struttura dei grani è messa in rilievo dal processo.
- Il livellamento della rugosità e la lucidatura della superficie avvengono in prossimità di  $V_c$ , punto in cui c'è la minima evoluzione di gas.
- A potenziali superiori ( $> V_c$ ) la produzione di gas cresce e l'erosione superficiale è accompagnata da *pitting*.
- A potenziali molto maggiori di  $V_c$  si ottiene un miglioramento della superficie in quanto le bolle di ossigeno non hanno il tempo di attaccarsi alla superficie.

Nelle vicinanze dell'anodo, con l'attivazione del processo, si forma un sottile film viscoso di colorazione bluastro.

Il processo può essere controllato mantenendo costante il potenziale o la densità di corrente. Per quanto riguarda il rame dei campioni di CUORE si usa un regime a controllo di potenziale.

Poiché è indispensabile individuare e mantenere il plateau del potenziale (il minimo della derivata di  $dI/dV$ ) a cui corrisponde la migliore condizione di elettropulitura, per l'elettropolishing del rame viene usato il programma automatico, scritto in Labview; quando il programma lavora connesso al computer, tutti i parametri in esso definiti possono essere modificati nel corso del processo e il display ri-aggiorna la curva di EP.

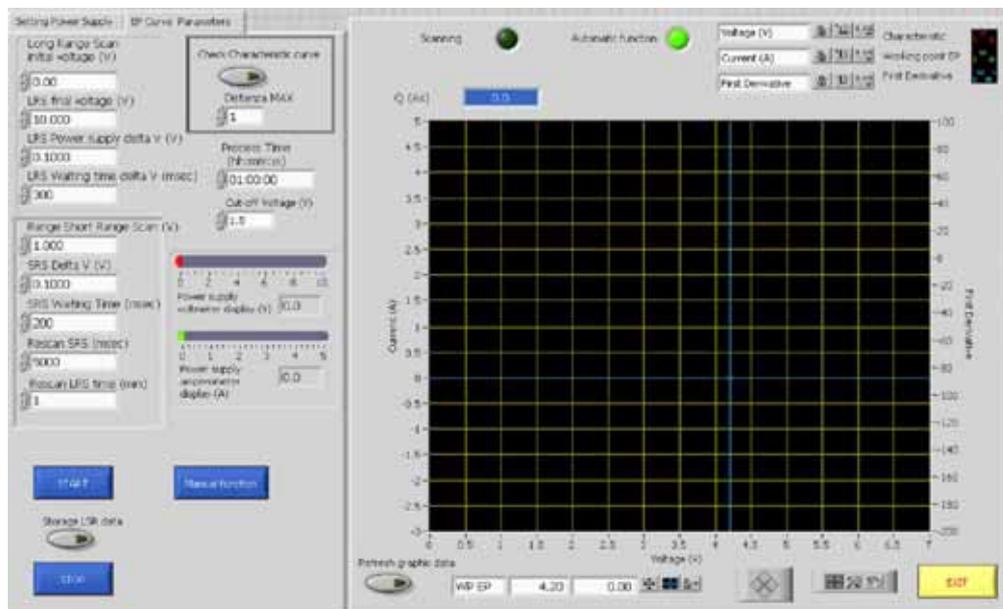


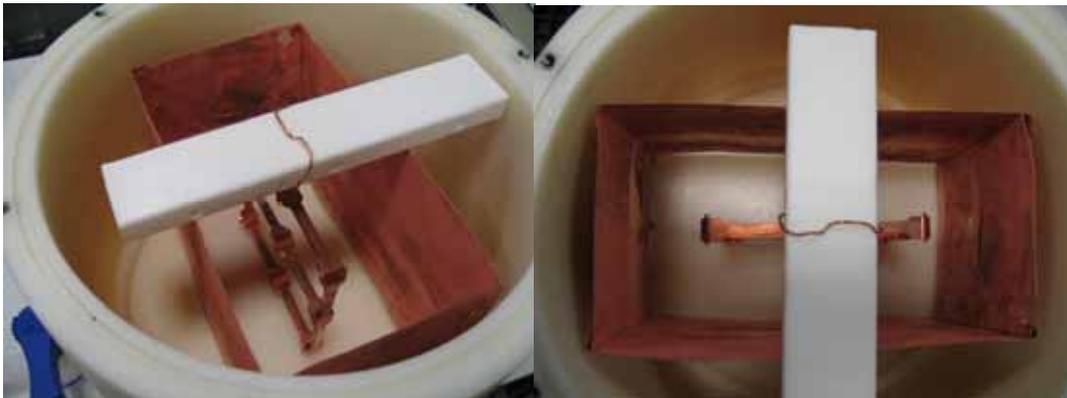
Figure 3.3. Setting dei parametri di EP.

Il programma inizialmente opera una prima scansione all'interno di un intervallo di potenziale indicato, successivamente calcola la derivata numerica di  $dI/dV$  e trova il minimo. Questo valore viene settato come il valore di EP.

A tal punto viene eseguita una scansione più piccola contenente il valore di EP trovato, all'interno della quale il programma elabora nuovamente la curva, ricalcolando il minimo della derivata ad un preciso intervallo di tempo.

### 3.2 Elettropulitura del frame in posizione verticale

Le singole parti che costituiranno il sistema CUORE sono state oggetto di numerosi studi atti a determinare la posizione più appropriata e le condizioni ottimali da utilizzare nel corso della loro elettropulitura. Per esempio, per quanto riguarda i frame, sono state eseguite delle prove per determinare quale sia la posizione più corretta in cui porli all'interno della soluzione di acido fosforico. Di seguito vengono riportati i risultati ottenuti.



**Figura 3.4.** Il frame di CUORE messo in posizione verticale. Nella foto a destra è visibile come il catodo disti circa 3 cm dai lati del frame.



**Figura 3.5.** Dettaglio dell'effetto "a buccia d'arancia" osservato sul lato inferiore del frame elettropulito. Tale effetto è dovuto al ristagno delle bollicine di  $O_2$  sulla superficie.

In un primo momento il frame è stato messo in posizione verticale nella soluzione (fig. 3.4), con il catodo attorno al campione a una distanza di 3 cm da ogni lato; il processo ha avuto la durata pari a 8 ore, al termine, il campione aveva perso 12,3 gr, corrispondenti a un *rate* di erosione di 0,20  $\mu$ /min. La superficie del campione risultava omogenea e solo sul lato inferiore presentava un effetto “a buccia d’arancia”, una finitura tipica di bollicine che ristagnano sotto una superficie (fig. 3.5).

### ***3.3 Elettropulitura del frame in posizione orizzontale***

Successivamente il frame di CUORE è stato posto in posizione orizzontale con il catodo di Cu a 3 cm dal campione (il catodo utilizzato è lo stesso del § 3.4, esso risultava però rovesciato e ortogonale rispetto al caso precedente). Il pezzo mostrava in tal caso l’intera superficie della faccia inferiore “a buccia d’arancia”, in quanto su tutta questa superficie ristagnavano le bollicine di O<sub>2</sub>.

Operando un confronto tra i risultati ottenuti con frame in posizione verticale e con frame in posizione orizzontale, è stato deciso che la posizione più corretta in cui elettropulire il frame è la prima.

### ***3.4 Processo e prelievo del campione sotto potenziale***

L’elettropulitura dei pezzi di CUORE viene realizzata con una soluzione composta al 60% da acido fosforico e al 40% da butanolo, che svolge una funzione di moderatore dell’azione dell’acido. Il catodo utilizzato è in rame, in quanto nei trattamenti elettrochimici che riguardano i campioni di CUORE deve esserci solo rame nella soluzione, per non introdurre contaminazioni. La velocità di erosione media è pari a  $0,11 \pm 0,01 \mu\text{m}/\text{min}$ .

Fondamentale è il posizionamento dei campioni da sottoporre al processo, in quanto da esso dipende il tempo necessario per l’electropolishing. In fig. 3.6 è rappresentato il processo di electropolishing per le colonne di CUORE.



**Figura 3.6.** Il meccanismo di elettropulitura delle colonne di CUORE. In questo sistema le colonne sono appese singolarmente alle otto braccia del sistema e vengono ruotate per tutta la durata del processo, per ottenere una maggiore omogeneità della superficie.

Osservando la figura 3.6 si nota che le colonne sono attaccate ad un sistema rotante composto da 8 braccia, su cui vengono agganciate mediante un filo di Cu. Il sistema viene fatto ruotare per tutta la durata del processo elettrochimico, in questo modo viene garantita omogeneità alle superfici delle colonne. Va evidenziato che in tal caso non si osserva l'effetto "a buccia d'arancia", presente invece nei frame, in quanto le superfici delle colonne sono curve.

L'electropolishing è un processo istantaneo, l'effetto di lucidatura è, infatti, visibile subito dopo l'accensione.

Dopo l'electropolishing le superfici di Cu risultano molto reattive e con forte tendenza a riassorbire le impurità presenti nella soluzione, si preferisce pertanto estrarre il campione sotto potenziale, a processo non ancora concluso. Con questa procedura il film viscoso, formatosi con il processo elettrochimico, funge da protezione, impedendo il riassorbimento delle contaminazioni nella fase di estrazione. Il campione viene quindi immerso in un becker contenente acqua deionizzata. La figura 3.7 mette a confronto un frame di CUORE elettropulito ed un frame non sottoposto a trattamenti. Si può notare come il frame elettropulito presenti una superficie estremamente lucida (dettaglio di fig. 3.8).



**Figura 3.7.** Confronto tra un frame elettropulito ed uno a cui non è stato applicato alcun trattamento di pulizia.



**Figura 3.8.** Dettaglio di un frame elettropulito che evidenzia la superficie estremamente pulita e lucida ottenuta.

### ***3.5 Risciacqui***

Al termine del processo elettrochimico i campioni sono sottoposti a ben 10 risciacqui in acqua deionizzata. Tali risciacqui sono indispensabili e permettono di eliminare i residui dell'acido fosforico che altrimenti rimarrebbero sulla superficie dei

campioni contaminandola. E' stato dimostrato che con soli pochi risciacqui non si riesce ad eliminare tutte le tracce dell'acido, essendo questo di natura viscosa.

Per pulire ulteriormente la superficie i campioni vengono lavati con RODACLEAN e ultrasuoni per 2 minuti; dopo questo passaggio, i campioni vengono risciacquati per 10 minute in acqua deionizzata e ultrasuoni ed asciugati accuratamente con etanolo.

### ***3.6 Suggerimenti per un futuro possibile utente***

E' necessario porre molta attenzione alla reattività della soluzione, cioè alla velocità con cui viene pulita la superficie dei campioni, in quanto vi è il rischio di toglier più rame di quanto richiesto e, in taluni casi, di rovinare le tolleranze dei pezzi di CUORE.

Il livello di levigatura ottenibile dipende dall'utilizzo di una soluzione nuova oppure una 'vecchia', cioè una soluzione utilizzata già per altri trattamenti di CUORE e contenente rame disciolto. Nel primo caso la velocità di erosione non è molto alta ma aumenta gradatamente con il disciogliersi del rame, nel secondo caso è più elevata ma costante.

Molta attenzione va posta al trattamento elettrochimico di alcuni campioni:

- Per le colonne: a causa delle loro dimensioni ridotte e per la presenza del filetto maschio, che può erodersi troppo, e di quello femmina, che non si pulisce bene in quanto l'acido che entra non vede il catodo.
- Per i frame: sono state eseguite delle misure di tolleranza che hanno evidenziato maggior erosione del dentino rispetto al resto delle superfici.

Inoltre, da tali misuri si è ricavato che:

- Il campione presenta una variazione media (per quanto riguarda l'aspetto dimensionale) pari a circa 150  $\mu\text{m}$ , maggiore dei 100  $\mu\text{m}$  che ci si aspettava fossero stati tolti.
- Il materiale non viene asportato in maniera uniforme nel caso del campione com'è evidenziato dalle variazioni non omogenee nei raggi di raccordo.

Risulta fondamentale controllare la durata del processo al fine di impedire un'erosione superiore a quanto necessario, ciò può anche apportare modifiche alla forma dei campioni.

### ***Protocollo***

Pertanto il procedimento esatto del trattamento elettrochimico è:

**Soluzione:** 60% acido fosforico e 40% da butanolo;

**Posizione:** verticale; prevista una movimentazione per i campioni più piccoli;

**Catodo:** sagomato in base alla forma del campione.

**Etching rate :** 0,20-0,60  $\mu\text{m}/\text{min}$  (aumenta con il diminuire dall'area del campione);

**Rimozione** ~ 100  $\mu\text{m}$ ;

**Tempo:** 3-8h (aumenta con l'aumentare dell'area del campione);

Al termine del processo, il campione è estratto sotto potenziale e sono eseguiti 10 risciacqui in acqua deionizzata. Successivamente, viene eseguito un lavaggio con RODACLEAN e ultrasuoni (2') e solo ultrasuoni (10').



## ***Capitolo 4***

### ***Trattamento chimico***

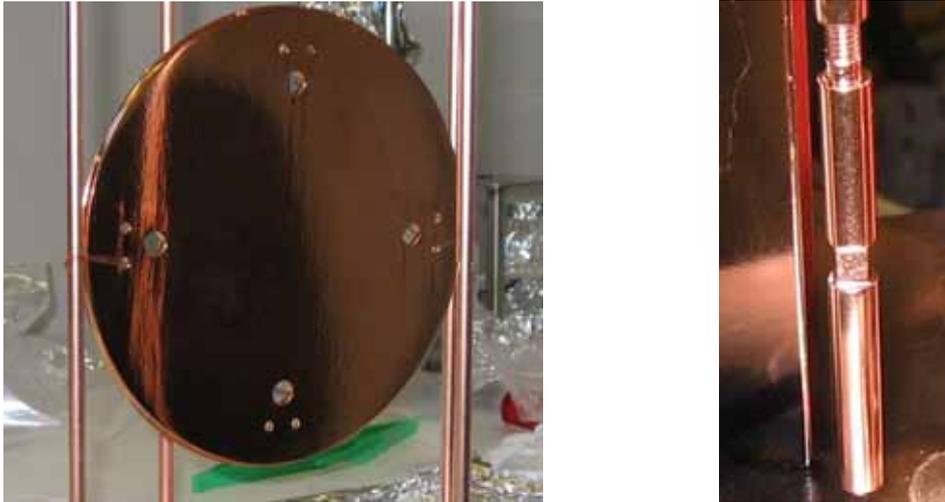
I campioni di CUORE sono poi sottoposti a un trattamento di tipo chimico, recante un'ulteriore lucidatura alle superfici; successivamente i campioni sono sottoposti a una passivazione, formante uno strato omogeneo di ossido su una superficie finale "a specchio".

#### ***4.1 Persulfato ed altri trattamenti chimici usati***

In alcuni passaggi del progetto CUORE è richiesto un blando trattamento chimico delle superfici. Per esempio: quando si vuole studiare gli effetti del solo trattamento con il plasma è richiesta una superficie priva dei segni lasciati dai trattamenti che solitamente lo precedono; per la pulizia dei porta campioni utilizzati nella camera da vuoto si ricorre a un leggero trattamento. Tale trattamento deve tuttavia eliminare le contaminazioni superficiali. Esso consiste nell'immersione dei campioni in un becker contenente persulfato di ammonio (20gr per Litro di acqua deionizzata). Successivamente, i campioni sono immersi in una soluzione di acido citrico (10gr per Litro) per circa 30 minuti. Quest'ultimo è un trattamento di passivazione che origina un leggero complesso superficiale omogeneo.

#### ***4.2 SUBU5***

Il SUBU5 è un trattamento di lucidatura (fig. 4.1). Svolgendosi in ambiente acquoso consente una più agevole eliminazione dei residui rispetto all'elettropulitura.



**Figure 4.1.** Una flangia e una colonna di CUORE trattate con SUBU5 e passivazione: la superficie appare come uno specchio.

Il SUBU5 è una soluzione a base di acido sulfammico e butanolo. Ad una temperatura della soluzione di circa 72° il campione viene immerso, agitandolo per tutta la durata del trattamento. È necessario che la temperatura della soluzione non scenda al di sotto dei 68°, in quanto si ridurrebbe l'efficacia.

Solitamente il trattamento dura 5 minuti, con una velocità di erosione pari a 1.6-2  $\mu\text{m}/\text{min}$  (il *rate* varia a seconda della dimensione del campione trattato), al termine dei quali il campione viene immediatamente immerso nella soluzione passivante. Infatti, la superficie trattata con SUBU5 è molto reattiva e non deve rimanere a contatto con l'aria in quanto ciò comporterebbe formazione di un complesso superficiale non omogeneo e potrebbero essere assorbite contaminazioni.

### **4.3 Passivazione**

La soluzione passivante è formata da 20gr/Litro di acido sulfammico in acqua deionizzata: in questo modo sulla superficie si formerà uno strato omogeneo di ossido, che fa barriera alla superficie altamente pulita. Solitamente la passivazione ha una durata di 5 minuti.

Al termine il campione viene nuovamente lavato con RODACLEAN e ultrasuoni (2 minuti) e acqua e ultrasuoni (10 minuti). I campioni sono poi asciugati mediante etanolo e flusso di azoto e messi il prima possibile in camera da vuoto.

La soluzione passivante può essere utilizzata anche per eliminare sottili strati di ossido che si formano sulla superficie dei campioni, se questi non sono perfettamente asciugati.

#### ***4.4 Suggerimenti per un futuro possibile utente***

Particolare attenzione deve essere posta ai tempi di passaggio tra questi trattamenti e il successivo (trattamento con plasma). Si è più volte osservato che lasciando per troppo tempo (da qualche ora a giorni) il campione, nel sacchetto di conservazione in atmosfera di azoto, e non ponendolo quindi immediatamente in vuoto, si possono formare macchie di ossido. Esse testimoniano un'estrema pulizia della superficie, peggiorando però l'estetica dei pezzi finali in quanto l'ossido non può venire rimosso con il trattamento al plasma.

#### ***Protocollo***

Il trattamento chimico esatto utilizzato è:

**SUBU5:** t = 5'

Etching rate: 1,6-2 $\mu$ m/min (aumenta all'aumentare delle dimensioni del campione).

Rimozione tot ~ 10  $\mu$ m.

**Passivazione:** t = 5'

Composizione: 20gr/Litro acido sulfammico in acqua deionizzata

Al termine, dopo un risciacquo in acqua deionizzata, viene eseguito un lavaggio con RODACLEAN e ultrasuoni (2') e solo ultrasuoni (10').

## ***Capitolo 5***

### ***Trattamento con il plasma***

L'ultima parte del presente lavoro è dedicata alla descrizione del quarto trattamento superficiale a cui vengono sottoposti i campioni di CUORE: un *etching* mediante plasma. Per garantire la maggiore uniformità di erosione sul campione, è stata scelta la configurazione di magnetron cilindrico.

#### ***5.1 Generalità***

In figura 5.1 è raffigurato il sistema utilizzato per il trattamento mediante plasma: il sistema vero e proprio, posto alla destra, risulta formato dalle bobine magnetiche ( in rosso), dalla camera da vuoto e dall'insieme dei dispositivi per generare il vuoto. La pompa turbo molecolare a levitazione magnetica ha sostituito la pompa criogenica precedentemente installata nel sistema; ciò ha permesso di ridurre il volume del sistema e di raggiungere, in seguito a baking, vuoti di base (il vuoto ottenuto prima dell'immissione del gas di processo) pari a  $2-4 \cdot 10^{-9}$  mbar.

La generazione del campo magnetico è affidata al sistema di 3 bobine contenute nella schermatura rossa di fig. 5.1, tali bobine sono in grado di ospitare al loro interno la camera di processo e di generare un campo magnetico uniforme. Le bobine sono alimentate da 2 generatori distinti, uno per la bobina centrale e uno per le due esterne. In precedenti lavori [Menegatti (2005)] sono stati eseguiti calcoli e simulazioni volti ad ottenere la giusta configurazione e la giusta corrente necessaria per ogni magnete. In particolare è stato verificato che per ottenere un campo magnetico sufficientemente

uniforme è necessario impostare nei 2 magneti periferici una corrente pari a  $3/2$  rispetto a quella del magnete centrale.



**Figura 5.1.** Sistema da vuoto utilizzato per trattare mediante plasma i campioni di CUORE. Il sistema è composta dalle bobine magnetiche (in rosso), dalla camera di processo e dai dispositivi per ottenere il vuoto.

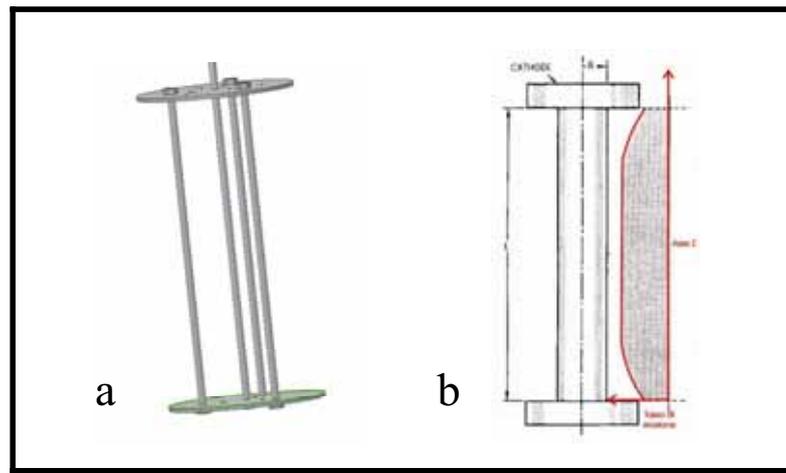
La maggior parte dei campioni di CUORE è stata posta in camera da vuoto mediante l'uso del porta-campione raffigurato in fig. 5.2; esso è stato ideato considerando i seguenti fattori.

- Le dimensioni dei vari campioni di CUORE, in modo tale da poter trattare contemporaneamente più campioni, dando così priorità alla velocità di processo.
- Come si può osservare da fig. 5.2 (b) la zona a erosione costante si trova attorno alla parte centrale del catodo-portacampione. E' quindi fondamentale, per avere la massima efficienza, considerare l'altezza di tutti i pezzi: in particolare quella

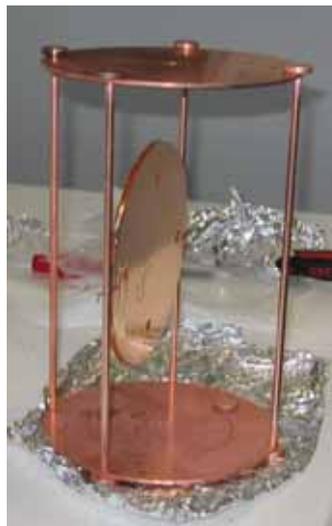
delle barre, essendo i pezzi più lunghi (escludendo le flange e lo schermo esterno che necessitano di un proprio porta campione).

- L'utilizzo di solo Cu come materiale di costruzione per evitare contaminazione dei campioni in seguito a *sputtering* dei supporti.
- Le dimensioni della camera di processo.

Il porta campione così ottenuto può essere disassemblato per apportare altre eventuali modifiche.



**Figura 5.2.** (a) Porta campione utilizzato per i campioni trattati e (b) tasso di erosione (qualitativo), in funzione della posizione lungo lo stesso porta campione.



**Figura 5.3.** Porta campione utilizzato per le flange e ideato sulla base delle loro dimensioni.

Per ovviare ai pezzi più grandi (le flange) è stato necessario ideare un nuovo porta campione (fig. 5.3), per ora esso viene utilizzato solamente per questi campioni a causa delle dimensioni superiori a quelle di apertura della croce dalla camera ( vedi § 5.5.4 per ulteriori spiegazioni); anch'esso è interamente realizzato con pezzi di rame OFHC (Oxygen Free High-Conductivity).

## 5.2 Frames

I frame rappresentano la struttura esterna delle torri di CUORE. In seguito ai trattamenti precedentemente eseguiti risultano perfettamente puliti e lucidati. A tal punto sono posti all'interno della camera di processo ICD per effettuare il trattamento di plasma *etching*.

### 5.2.1 Montaggio



**Figura 5.4.** Frame di CUORE appeso al portacampione per essere posto in camera da vuoto.

Come si vede da figg. 5.4 e 5.5 i frame vengono fissati agli assi del porta campione mediante un fascio di fili di Cu elettrolitico (estratti da un cavo elettrico,

puliti con *scotch-brite*, acetone e etanolo e con un lavaggio in ultrasuoni con il sapone RODACLEAN). I fili vengono stretti attorno ai campioni tramite una pinza di ferro accuratamente pulita con acetone etanolo e utilizzata solamente per questa funzione.

Poiché il plasma agisce perpendicolarmente all'asse del catodo, il frame è stato posto con l'asse centrale in verticale.



**Figura 4.5.** Dettaglio del frame di CUORE che evidenzia il modo di fissaggio dello stesso sul porta campione.

### **5.2.2 Processo**

Per garantire gli *standard* di pulizia richiesti dal protocollo di CUORE, la pressione di base del sistema (la pressione minima ottenuta prima dell'immissione del gas di processo) è sempre attorno a  $2-4 \cdot 10^{-9}$  mbar. Il raggiungimento dell'ultra-alto-vuoto richiesto per questo esperimento è subordinato al riscaldamento delle pareti della camera per favorire il desorbimento dei gas dalle superfici, che sono state a contatto con l'atmosfera. Il riscaldamento delle pareti provoca, infatti, un notevole incremento (alcuni ordini di grandezza) del tasso di degasaggio delle superfici interne, che quindi vengono pompate con maggiore efficacia.

Il gas di processo utilizzato è l'argon, la pressione di lavoro è di  $\sim 5 \cdot 10^{-3}$  mbar, la corrente applicata tramite generatore al catodo per accendere la scarica è pari a 0.1 A. I magneti vengono regolati ad una corrente di 1,2 A e 1,8 A rispettivamente al magnete A (magnete centrale) e ai magneti B (laterali). La durata del processo è di  $\sim 30'$ .

Al termine, dopo aver lasciato raffreddare la camera per alcune ore, viene fatto un rientro in azoto; i campioni sono prelevati e inseriti nel sacchetto di polietilene con  $N_2$ , che viene sigillato termicamente. Per evitare una ricontaminazione dei campioni questi sono inseriti in altri 2 sacchetti. Questa condizione garantisce un periodo di protezione da contaminazione di alcuni mesi.

### ***5.2.3 Suggerimenti per un possibile futuro utilizzatore***

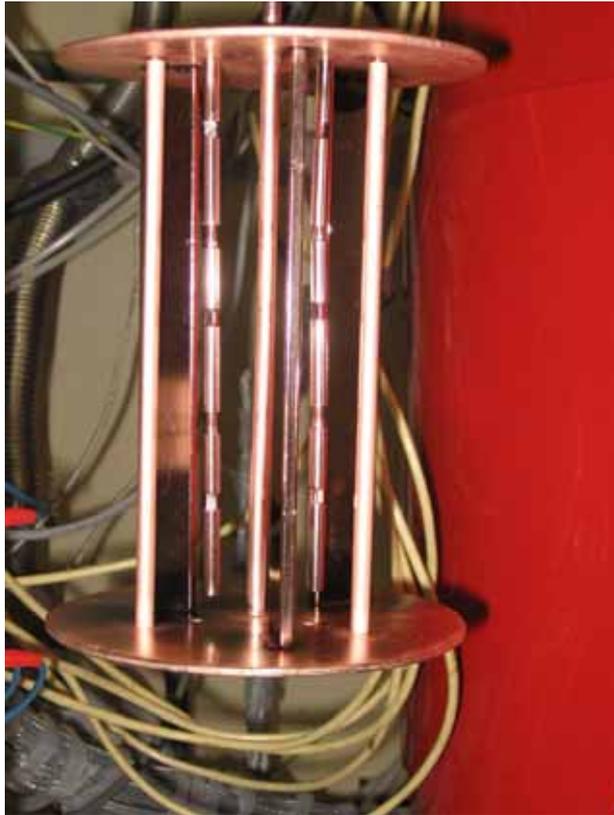
Le modifiche che verranno apportate alla camera (§ 5.7) consentiranno l'utilizzo del porta campione di fig.5.3 per tutti i campioni. Diventerà di conseguenza indispensabile individuare la disposizione ottimale dei frames in uno stesso porta campione, ovvero il posizionamento che consenta l'inserimento del maggior numero di frames.

## ***5.3 Colonne***

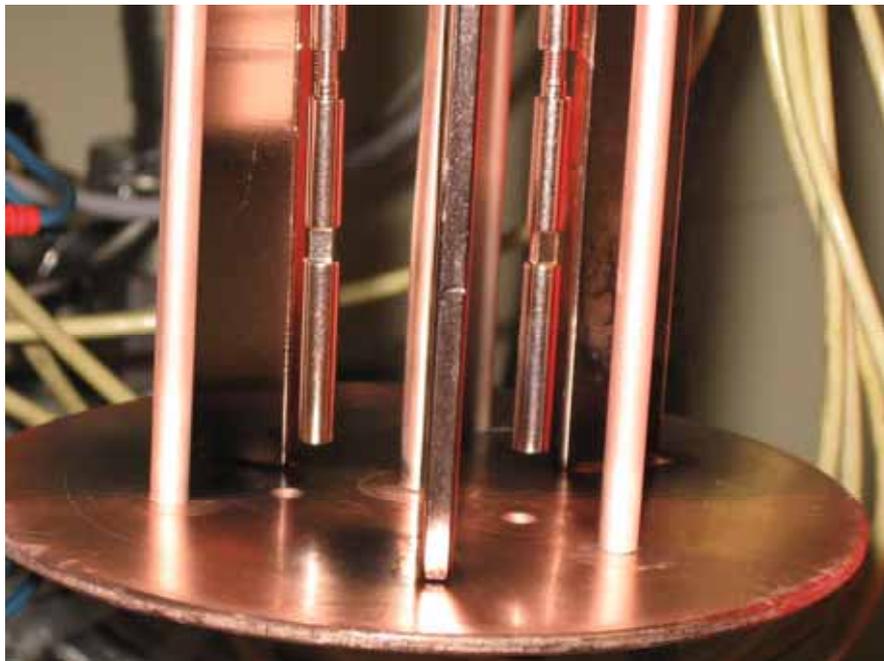
Si distinguono due tipologie di colonne di CUORE: filetto femmina-femmina e filetto maschio-femmina. Entrambe sono state sottoposte al medesimo trattamento, registrando però problemi differenti.

### ***5.3.1 Montaggio***

Per ottimizzare l'effetto del plasma, le colonne sono state posizionate nel porta campione in posizione verticale, sovrapposte l'una sull'altra mediante i loro stessi filetti (fig. 5.6).



**Figura 5.6.** Fissaggio delle colonne nel porta campione. Esse sono state sovrapposte l'una sull'altra per ottimizzare l'effetto del plasma e aumentare il numero di pezzi da poter processare nello stesso momento.



**Figura 5.7.** Dettaglio del fissaggio delle colonne. I filetti su cui si agganciavano le stesse colonne rimanevano per la maggior parte esposti all'azione del plasma.

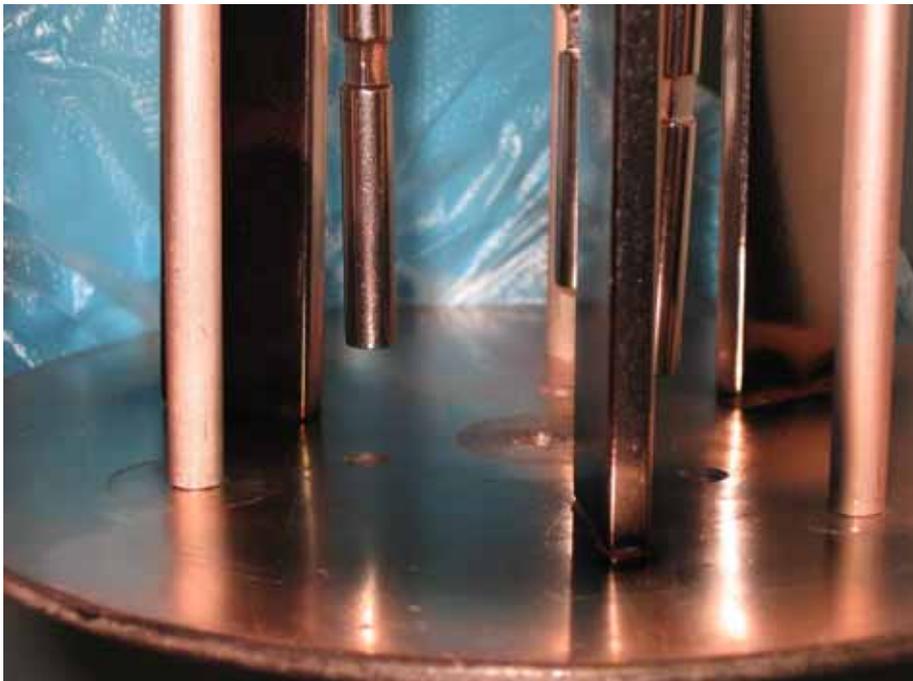
I filetti, comunque, non risultavano mascherati al plasma in quanto solo una parte di essi era incastrata nella colonna sovrastante (fig. 5.7). Tale disposizione permetteva inoltre di disporre nel porta campione molti più pezzi, rispetto al posizionamento separato delle colonnine.

A inizio fila è posta una colonna femmina-femmina con un foro M3 e foro M4, attraverso il foro M3 la colonna è fissata al piatto superiore mediante una vite in rame.

### 5.3.2 *Processo*

Analogamente ai Frames, le colonne di CUORE vengono inizialmente sottoposte a un trattamento di baking, finalizzato al degasaggio della camera e dei campioni in essa presenti, poi si attua il processo di *etching* nelle condizioni descritte nel paragrafo 5.2.2.

### 5.3.3 *Possibili problemi*



**Figura 5.8.** Dettaglio del problema riscontrato con la pulizia al plasma delle colonne. E' ben visibile nella colonna in primo piano una macchia nera nella parte terminale.

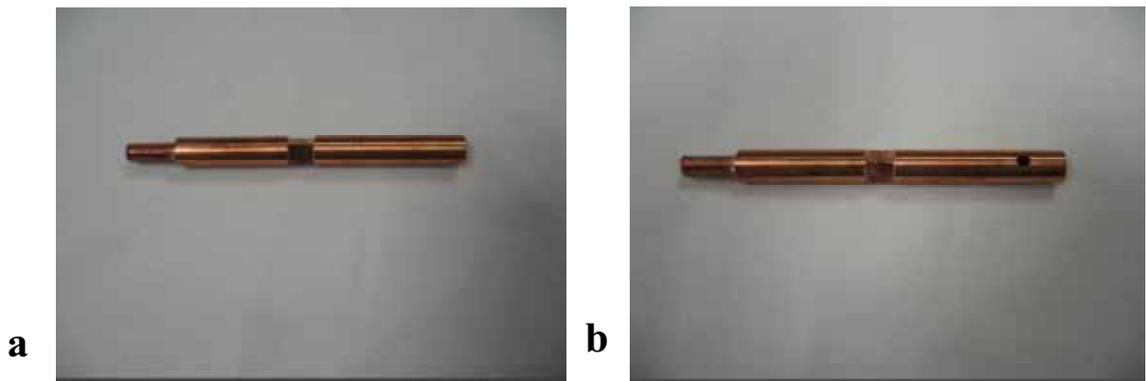
Le colonne mostravano macchie nere in corrispondenza delle estremità ( fig. 5.8). Il colore scuro è dettato dalla presenza di impurità e residui delle lavorazioni, fuoriusciti

dai filetti femmina con il baking e successivamente con il plasma. A causa della forma delle colonne non è stato possibile rimuovere tali residui con i lavaggi precedentemente esposti, anche se questi ultimi sono stati accurati anche all'interno del foro.

Le colonne sono state quindi nuovamente sottoposte a trattamento chimico, in taluni casi è risultato sufficiente il solo trattamento di passivazione, e plasma *etching*.

### 5.3.4 Suggestimenti per un possibile futuro utente.

Attualmente è in fase di studio un progetto che prevederà la realizzazione di un foro “di sfianto” sul filetto femmina che consentirà la rimozione delle impurità residue presenti all'interno dei fori delle colonne (fig. 5.9).



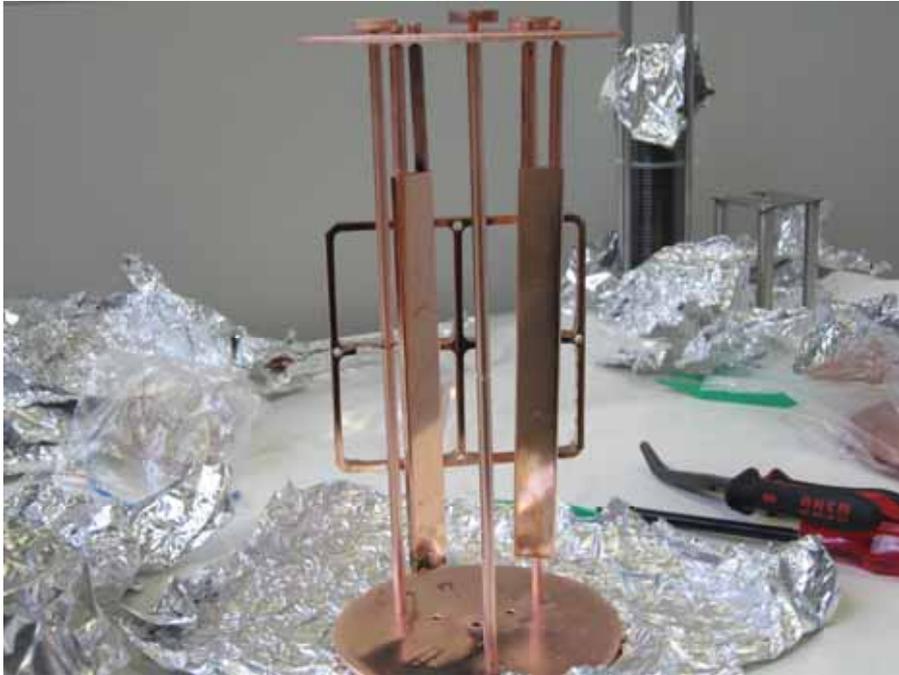
**Figura 5.9.** (a) Colonna di CUORE semplice; (b) colonna in cui è stato fatto un foro in corrispondenza del filetto femmina.

Un primo set di 5 colonne con foro sono già state sottoposte ai quattro trattamenti di pulizia. Ben 4 di esse sono risultate, al termine del processo di *etching* con plasma, perfettamente pulite e solo una presentava tracce di contaminazione sul filetto femmina. La non completa pulizia di quest'ultima può essere attribuita alla posizione poco precisa del foro.

Risulta pertanto fondamentale stabilire con cura la posizione del foro, ponendolo preferibilmente alla fine del filetto femmina, e la sua dimensione.

## 5.4 Barre

### 5.4.1 Montaggio



**Figura 5.10.** 2 barre poste nel porta campione.



**Figura 5.11.** Dettaglio del piatto superiore del porta campione che evidenzia i fori che sono stati fatti sul piatto stesso e attraverso i quali è stato possibile attaccare, mediante viti M3, sia le barre che le colonne.

Per fissare le barre sono state utilizzate, come per le colonne, viti in rame M3 (figg. 5.10 e 5.11). Attraverso dei fori, fatti sul piatto superiore del porta campioni, tali viti venivano fissate sulle barre. In tal modo le barre stesse mantenevano una posizione verticale, sfruttando l'effetto del plasma e occupando al meglio lo spazio nel porta campione.

#### **5.4.2 Processo**

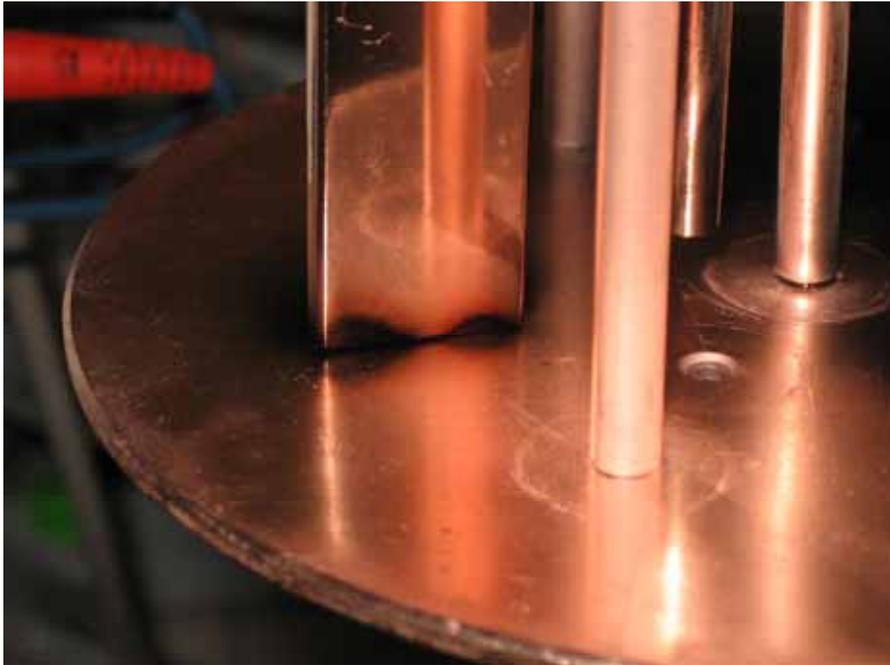
Anche le barre sono state sottoposte a baking, per degasare le superfici nella camera, e al processo, analogo a quello del paragrafo 5.2.2.

#### **5.4.3 Possibili problemi**

Analogamente alle colonne le barre hanno presentato chiazze nere in seguito all'*etching* con plasma (figg. 5.12-5.13). Anche in questo caso le macchie sono attribuibili a residui di lavorazione, fuoriusciti in seguito al baking e al trattamento al plasma, in corrispondenza dei 4 filetti femmina posti alle due estremità.



**Figura 5.12.** Dettaglio di una barra, già sigillata all'interno del sacchetto di conservazione in atmosfera di  $N_2$ , che presenta una notevole chiazza nera generatasi nel corso del processo di plasma *etching*.



**Figura 5.13.** Una barra ancora appesa al portacampioni che mostra in corrispondenza dei filetti femmina delle chiazze nere.

#### ***5.4.4 Suggerimenti per un possibile futuro utente.***

Nel progetto finale di CUORE non risulta che vi siano barre analoghe a quelle che sono state pulite. Nel caso però che ci fossero, risulterà fondamentale studiare un sistema che consenta la fuoriuscita dei residui anche dai filetti femmina delle barre, analogamente a quanto fatto per le colonne.

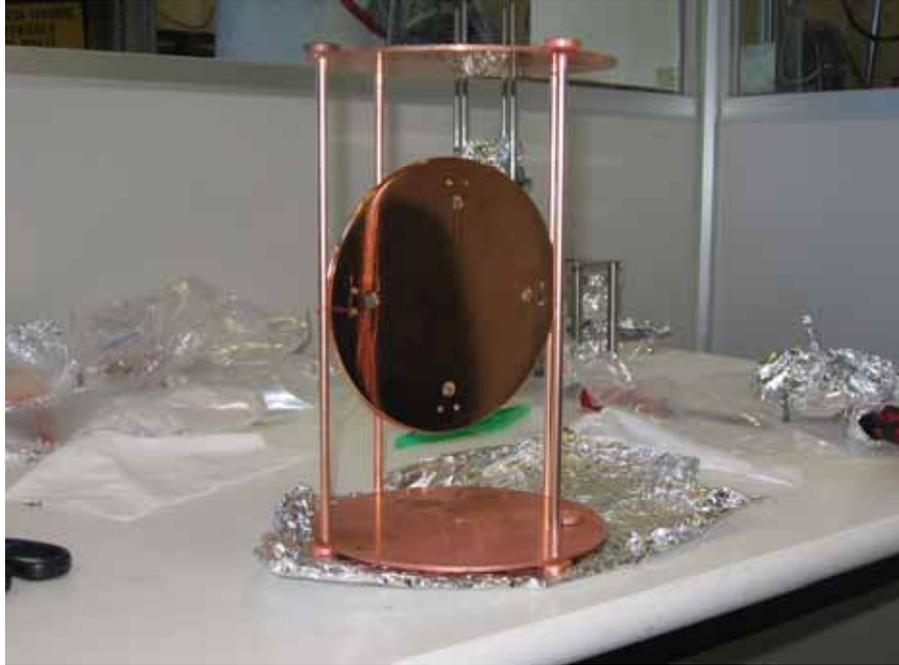
### ***5.5 Flange***

#### ***5.5.1 Montaggio***

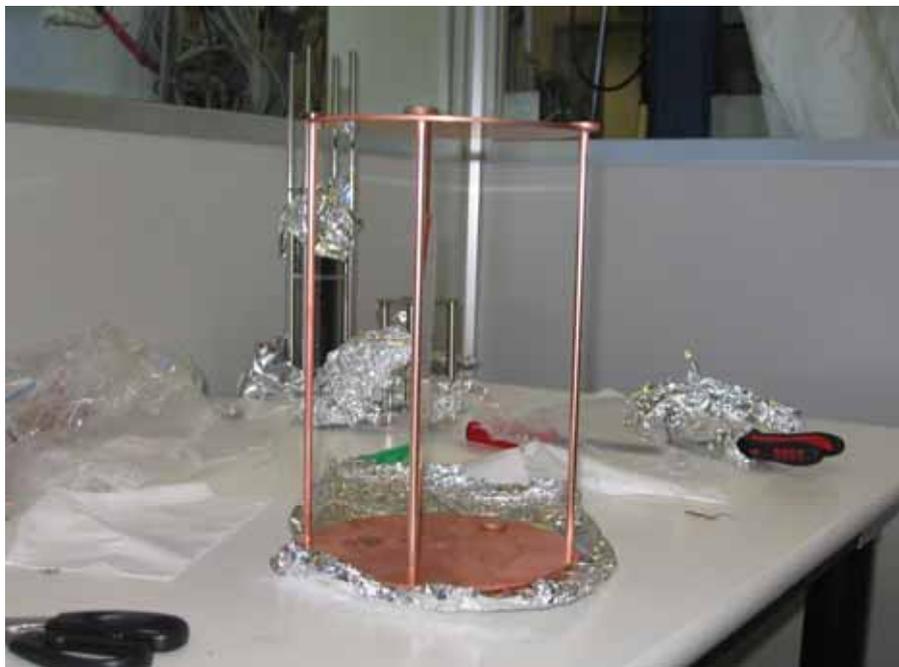
Per trattare mediante plasma le flange è stato utilizzato un particolare porta campione, che differisce da quello utilizzato con i precedenti pezzi (fig. 5.3). Tale porta campione è stato progettato considerando le dimensioni del piatto.

Come per i frames, i piatti sono stati fissati mediante l'uso di un fascio di fili di Cu elettrolitico accuratamente puliti. Come si evince dalle figg. 5.14 e 5.15, il porta

campione è stato costruito in modo che 2 degli assi laterali non siano allineati con l'asse centrale. In questo modo, il campione appeso non subisce schermatura da parte dell'asse centrale.



**Figura 5.14.** Il piatto fissato al porta campione



**Figura 5.15.** La foto mostra la flangia fissata al porta campione. In particolare si può osservare come il piatto sia stato posto fuori dall'asse centrale del porta campione stesso, per evitare che l'asse mascheri il plasma alla flangia.

Il base alla posizione che occuperà nelle torri di CUORE, la flangia possiede un lato privilegiato. Tale lato viene posto verso l'interno del porta campione, subendo così maggiormente l'azione di pulizia del plasma.

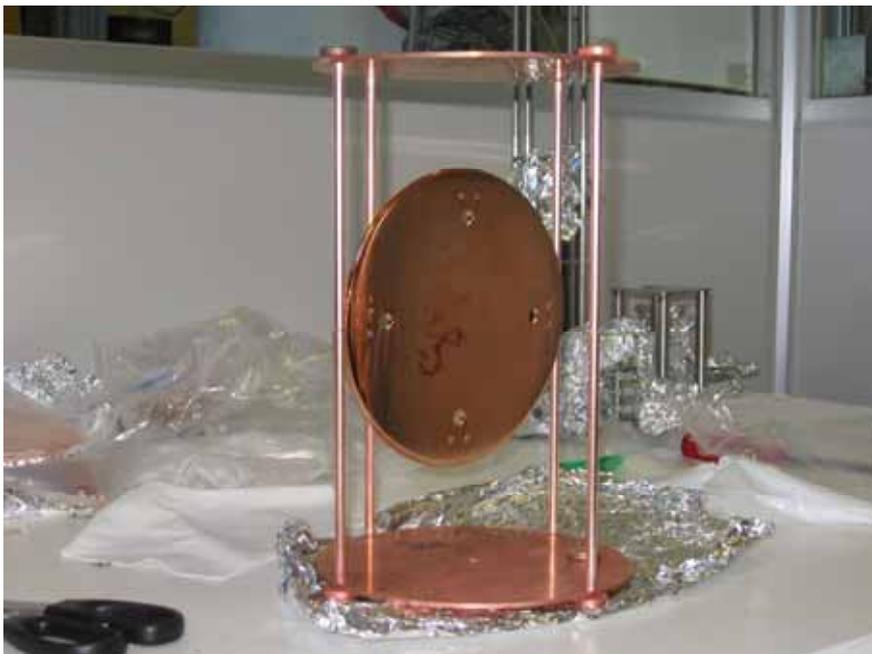
### **5.5.2 Processo**

Il processo è analogo a quello descritto nel paragrafo 2.2. Unica variazione è la corrente applicata pari a 0.15 A (anziché 0.10A). Tale scelta è dettata dalle dimensioni del pezzo.

### **5.5.3 Possibili problemi**

Con le flange si sono presentati due distinti problemi: la comparsa di macchie di ossido sulla superficie del campione (fig. 5.16) e le dimensioni del porta campione.

Le macchie, già presenti prima del trattamento con plasma, risultavano più visibili al termine di esso. Sono probabilmente ricollegabili ad un'asciugatura non completa, resa difficile dalle dimensioni del pezzo stesso. Per risolvere questo problema, i campioni sono stati sottoposti nuovamente a trattamento di SUBU5 e passivazione e quindi ritrattati con il plasma.



**Figura 5.16.** Piatto, prima di essere trattato, presenta un'evidente macchia di ossido.

Per quanto concerne il problema relativo alle dimensioni del campione è stato necessario progettare un porta campione su misura, poco più piccolo rispetto alla camera da vuoto ma più grande della croce, posta sopra la camera stessa, dalla quale vengono inseriti i campioni. Per inserire i campioni è stato quindi necessario sollevare l'intero sistema al disopra dei magneti ed aprirlo in corrispondenza della camera. A causa delle problematiche relative alle dimensioni del campione è stato necessario riprogettare i dadi di fissaggio delle aste del porta campione, in quanto i dadi in rame utilizzati toccavano la camera, impedendo così di poter fare il trattamento. I nuovi dadi sono più piccoli in diametro e di forma non più circolare ma esagonale.

#### ***4.5.4 Suggerimenti per un possibile futuro utente***

E' indispensabile modificare la croce posta sopra la camera in modo da poter caricare le flange direttamente dall'alto, senza dover alzare il sistema.

Inoltre risulta fondamentale asciugare con cura i pezzi al fine di impedire la formazione di ossido indesiderato.

### ***5.6 Schermo***

#### ***5.6.1 Montaggio***

Per trattare mediante plasma lo schermo si è reso necessario modificare leggermente la configurazione da *sputtering*. Nel caso dello schermo, il lato da privilegiare in fase di pulizia è quello interno.

Il campione è stato fissato tra gli assi del porta campione più grande, in modo tale che gli assi rimanessero esterni al campione, ed è stato bloccato superiormente ed inferiormente dai piatti del porta campione. Sulla flangia inferiore della camera è stato posto un asse in Cu che funge da anodo, fatto passare in un foro al centro del piatto inferiore del portacampione. In questo modo, all'accensione del potenziale, il plasma si genera all'interno dello schermo, consentendone la pulizia.

### 5.6.2 Processo

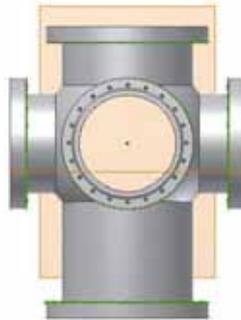
Il processo svolto è analogo a quello presentato nel § 5.2.2, unica differenza è la corrente al catodo (0.15A e non 0.10A), tale scelta è dettata dalle dimensioni del pezzo.

### 5.6.3 Possibili problemi

Il principale problema è legato alle dimensioni del pezzo, prossime alle dimensioni della camera da vuoto.

## 5.7 Modificazioni della camera da sputtering

Per ovviare ai problemi di dimensione della camera, sorti nel corso dei processi di plasma *etching* sui campioni di CUORE, si è deciso di modificare la camera progettando una nuova croce (fig. 5.18).



**Figura 5.18.** Immagine della nuova croce che verrà messa nel sistema da vuoto, eseguita mediante Autodesk.

La croce attualmente nel sistema è una croce a 6 vie con flange CF150, la camera da *sputtering* è CF 200: era stato pertanto necessario introdurre una transizione tra la croce e la camera stessa. La nuova croce presenta 4 flange CF 150 e 2 CF 200, potendosi così attaccare direttamente alla camera da *sputtering*.

In questo modo non vi saranno più problemi di inserimento dei campioni più grandi, che potranno essere trattati con più facilità.

## ***Protocollo***

Il trattamento con plasma a cui sono sottoposti i vari campioni è:

*Vuoto di base:*  $2-4 \cdot 10^{-9}$  mbar

*Frame:*

Bobina centrale:  $I_A = 1.2A$   $V_A = 1.2V$   $B = 140$  Gauss

Bobine Laterali:  $I_B = 1.8A$   $V_B = 1.8V$   $B = 210$  Gauss

Pressione(Ar) =  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Corrente = 0.10A

Potenziale  $\sim 360V$

Potenza  $\sim 35W$

Tempo = 1h

*Colonne:*

Bobina centrale:  $I_A = 1.2A$   $V_A = 1.2V$   $B = 140$  Gauss

Bobine Laterali:  $I_B = 1.8A$   $V_B = 1.8V$   $B = 210$  Gauss

Pressione(Ar) =  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Corrente = 0.10A

Potenziale  $\sim 400V$

Potenza  $\sim 32W$

Tempo= 1h

*Barre:*

Bobina centrale:  $I_A = 1.2A$   $V_A = 1.2V$   $B = 140$  Gauss

Bobine Laterali:  $I_B = 1.8A$   $V_B = 1.8V$   $B = 210$  Gauss

Pressione(Ar) =  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Corrente = 0.10A

Potenziale  $\sim 390V$

Potenza  $\sim 32W$

Tempo = 1h

*Flange:*

Bobina centrale:  $I_A = 1.2A$   $V_A = 1.2V$   $B = 140$  Gauss

Bobine Laterali:  $I_B = 1.8A$   $V_B = 1.8V$   $B = 210$  Gauss

Pressione(Ar) =  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Corrente = 0.15A

Potenziale ~ 340V

Potenza ~ 40W

Tempo= 1h

*Schermo:*

Bobina centrale:  $I_A = 1.2A$   $V_A = 1.2V$   $B = 140$  Gauss

Bobine Laterali:  $I_B = 1.8A$   $V_B = 1.8V$   $B = 210$  Gauss

Pressione(Ar) =  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Corrente = 0.15A

Potenziale ~ 320V

Potenza ~ 42W

Tempo= 1h

*Rientro:* in azoto.

## *Conclusioni*

In questo lavoro di tesi è stato presentato il protocollo attualmente utilizzato per la pulizia dei componenti dell'esperimento CUORE. Tale protocollo mira ad abbattere l'inquinamento superficiale dei pezzi in Cu, che danneggerebbe la misura del decadimento del neutrino. Tale protocollo prevede, oltre a una finitura meccanica, chimica ed elettrochimica, un trattamento di plasma *etching* in ultra-alto vuoto, e una successiva conservazione in un ambiente controllato (appositi sacchetti in polietilene e azoto secco), in grado di prevenire la ricontaminazione.

La realizzazione di questo protocollo ha permesso di definire:

- Come realizzare una ricetta di pulizia mediante abrasivi. Si sono considerati due *media* con caratteristiche differenti e se ne sono testati gli effetti.
- Come applicare un trattamento di elettropolishing a campioni di forma differente. Basandosi su studi precedenti sull'elettropulitura del Cu mediante acido fosforico, si sono cercati di pulire campioni con forma diversa. Per esempio, si è osservato che per ottenere una maggiore omogeneità per le colonne, è opportuno ruotarle per tutto il processo, mentre per il frame è consigliata una posizione verticale.
- Estrarre il campione al termine del processo elettrochimico sotto potenziale in modo che il film viscoso rimanga sulla superficie fino al risciacquo, svolgendo un ruolo di protezione e impedendo che la superficie stessa riassorba le contaminazioni presenti nella soluzione.
- Trattare mediante plasma *etching* sia campioni piccoli che molto grandi e più pezzi contemporaneamente, adattando il porta campioni alle diverse situazioni.

- I filetti femmina sono un punto in cui le contaminazioni vengono difficilmente eliminate. Nel processo elettrochimico l'acido che entra nel filetto non riesce a vedere il catodo e quindi non elettropulisce la zona (svolge solo un'azione di *etching* chimico); il SUBU5, essendo una soluzione acquosa, penetra facilmente al suo interno ma non riesce altrettanto facilmente ad uscire. Fondamentale diventa evitare la presenza di filetti femmina ciechi e prevedere la presenza di un foro "di sfiato".

Sulla base dell'analisi del protocollo di pulizia per CUORE si sono evidenziati i seguenti problemi. Per quanto riguarda l'elettrochimica, è il trattamento che erode più materiale dai campioni e è necessario controllarne accuratamente i tempi di durata. Nel caso delle colonne, dall'analisi dell'ultimo set trattato (le 5 colonne con foro in corrispondenza del filetto femmina) è risultato che sono state erose troppo, più di 500  $\mu\text{m}$  contro i circa 100  $\mu\text{m}$  previsti. Questo causa una serie di problemi di cui il più grave è quello dei filetti. L'avvitamento fa presa solo su un numero ridottissimo di filetti, e quando le colonne sono avvitate, il gioco rimane comunque ampio. Risulta inoltre un'erosione maggiore per i filetti femmina che non per i maschi. L'erosione infine non è uniforme, come notato da una misura del diametro della colonna sulla lunghezza: la variazione del diametro arriva anche a 250  $\mu\text{m}$ . Risulta quindi fondamentale ridurre i tempi di elettropulitura e calcolarli esattamente per questo tipo di campione.

Anche i frames hanno evidenziato alcuni problemi con il trattamento di elettropulitura. I 4 dentini vengono erosi circa il doppio del resto del frame, e questo spiegherebbe i problemi che si sono avuti in fase di montaggio della torre di prova di CUORE, in cui non vi era un incastro preciso con i pezzi di teflon. Questo è un problema che va sicuramente risolto con delle contromisure da attuare immediatamente. Inoltre, dalle misure di tolleranza eseguite, risulta che il materiale non viene asportato in maniera uniforme nel campione, com'è evidenziato dalle variazioni non omogenee nei raggi di raccordo. Una possibile soluzione a questi problemi potrebbe essere quella di diminuire il tempo di elettropulitura: in tal caso verrebbe eroso meno materiale, e forse questo danneggerebbe meno il campione.

Nei prossimi mesi verranno inoltre attuate delle modifiche ai sistemi per il trattamento meccanico e quello in plasma.

Per quanto riguarda il buratto, è in fase di progettazione la nuova configurazione con cinghia che permetterà di utilizzare una maggiore velocità di rotazione. Inoltre, l'ottimizzazione di questo buratto, di dimensioni molto più grandi della turbula, permetterà di scalare il processo in modo da renderlo in grado di pulire in serie i molti pezzi che costituiranno le torri di CUORE.

Nella camera da vuoto per il plasma verrà invece modificata la croce centrale a 6 vie con flange CF150, sostituendola con una sempre a 6 vie ma con 4 flange CF150 e 2 CF200, in modo da permettere l'introduzione anche di campioni grandi.

Per quanto riguarda gli sviluppi che si intendono attuare nel futuro, vi è l'interesse all'uso del plasma atmosferico come ulteriore trattamento di pulizia.

In questo momento è in fase di progettazione e di studio un sistema in grado di creare un fascio di plasma atmosferico da utilizzare per la pulizia dei pezzi di CUORE. L'intenzione è di utilizzare questo trattamento come un ulteriore trattamento di pulizia per i campioni, che seguirà gli altri qui esposti, da applicare in fase di montaggio delle torri. Lo strumento, infatti, verrà posizionato al Gran Sasso, e verrà usato sui campioni "invecchiati", cioè che sono stati trattati precedentemente.

## ***PROTOCOLLO DI PULIZIA SUPERFICIALE***

In conclusione, il protocollo di pulizia superficiale per la rimozione di contaminanti radiattivi in ultratraccia sui componenti in rame per CUORE è così riassumibile:

### **Primo trattamento: lavaggio con ultrasuoni**

Lavaggio con tetracloroetilene, acetone e etanolo e/o

Lavaggio con sapone in ultrasuoni, nel dettaglio:

- Lavaggio con l'NGL1740SUP in ultrasuoni a 40° per 10 minuti;
- Risciacquo con soli ultrasuoni per 10 minuti.

### **Secondo trattamento: burattatura**

#### **3. A secco con satelliti/sale grosso**

*Composizione:* 20% satelliti - 80% sale grosso.

*Tempo:* 4h.

*Velocità:* 35 giri/min per il tumbler, 46 per la turbula.

#### **4. In umido con coni di allumina**

*Composizione:* metà contenitore riempito di coni, ricoperti con acqua deionizzata e aggiunta una goccia di sapone.

*Tempo:* 2h.

*Velocità:* 35 giri/min per il tumbler, 46 per la turbula.

*Particolarità:* le colonne vengono burattate per 6 h con i soli coni in umido.

**Lavaggio** con RODACLEAN e ultrasuoni (2') e solo ultrasuoni (10').

**Terzo trattamento: Elettropulitura**

**Soluzione:** 60% acido fosforico e 40% da butanolo;

**Disposizione dei campioni:** verticale (prevista una movimentazione per i campioni più piccoli);

**Catodo:** sagomato in base alla forma del campione.

**Etching rate:** 0,20-0,60  $\mu\text{m}/\text{min}$  (aumenta con il diminuire dall'area del campione);

**Rimozione**  $\sim 100 \mu\text{m}$ ;

**Tempo:** 3-8 h (aumenta con l'aumentare dell'area del campione);

**Estrazione** del campione sotto potenziale;

**10 risciacqui** in acqua deionizzata;

**Lavaggio** con RODACLEAN e ultrasuoni (2') e solo ultrasuoni (10').

**Quarto trattamento: etching chimico**

**SUBU5 :** *Tempo* = 5 minuti.

*Etching rate* : 1,6 - 2  $\mu\text{m}/\text{min}$  (aumenta all'aumentare delle dimensioni del campione).

*Rimozione tot*  $\sim 10 \mu\text{m}$ .

**Passivazione:** *Tempo* = 5 minuti.

*Composizione:* 20gr/Litro acido sulfammico in acqua deionizzata.

**Risciacquo** in acqua deionizzata;

**Lavaggio** con RODACLEAN e ultrasuoni (2') e solo ultrasuoni (10').

**Quinto trattamento: etching fisico mediante plasma**

*Vuoto di base:* 2-4  $10^{-9}$  mbar

*Frame:*

Bobina centrale:  $I_A = 1.2A$   $V_A = 1.2V$   $B = 140$  Gauss

Bobine Laterali:  $I_B = 1.8A$   $V_B = 1.8V$   $B = 210$  Gauss

Pressione(Ar) =  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Corrente = 0.10A

Potenziale ~ 360V

Potenza ~ 35W

Tempo = 1h

*Colonne:*

Bobina centrale:  $I_A = 1.2A$   $V_A = 1.2V$   $B = 140$  Gauss

Bobine Laterali:  $I_B = 1.8A$   $V_B = 1.8V$   $B = 210$  Gauss

Pressione(Ar) =  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Corrente = 0.10A

Potenziale ~ 400V

Potenza ~ 32W

Tempo = 1h

*Barre:*

Bobina centrale:  $I_A = 1.2A$   $V_A = 1.2V$   $B = 140$  Gauss

Bobine Laterali:  $I_B = 1.8A$   $V_B = 1.8V$   $B = 210$  Gauss

Pressione(Ar) =  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Corrente = 0.10A

Potenziale ~ 390V

Potenza ~ 32W

Tempo = 1h

*Flange:*

Bobina centrale:  $I_A = 1.2A$   $V_A = 1.2V$   $B = 140$  Gauss

Bobine Laterali:  $I_B = 1.8A$   $V_B = 1.8V$   $B = 210$  Gauss

Pressione(Ar) =  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Corrente = 0.15A

Potenziale ~ 340V

Potenza  $\sim 40\text{W}$

Tempo= 1h

*Schermo:*

Bobina centrale:  $I_A = 1.2\text{A}$   $V_A = 1.2\text{V}$   $B = 140$  Gauss

Bobine Laterali:  $I_B = 1.8\text{A}$   $V_B = 1.8\text{V}$   $B = 210$  Gauss

Pressione(Ar) =  $5 \cdot 10^{-3}$  mbar

Corrente = 0.15A

Potenziale  $\sim 320\text{V}$

Potenza  $\sim 42\text{W}$

Tempo= 1h

*Rientro:* in azoto.