

Università degli studi Milano - Bicocca
Facoltà di Scienze Matematiche Fisiche e Naturali

CORSO DI LAUREA SPECIALISTICA IN FISICA



**Realizzazione di un plasma atmosferico in
configurazione semi-metallic torch come
possibile
strumento per l'ultra-pulizia della
componentistica
in rame nell'ambito dell'esperimento
CUORE.**

30 Novembre 2009

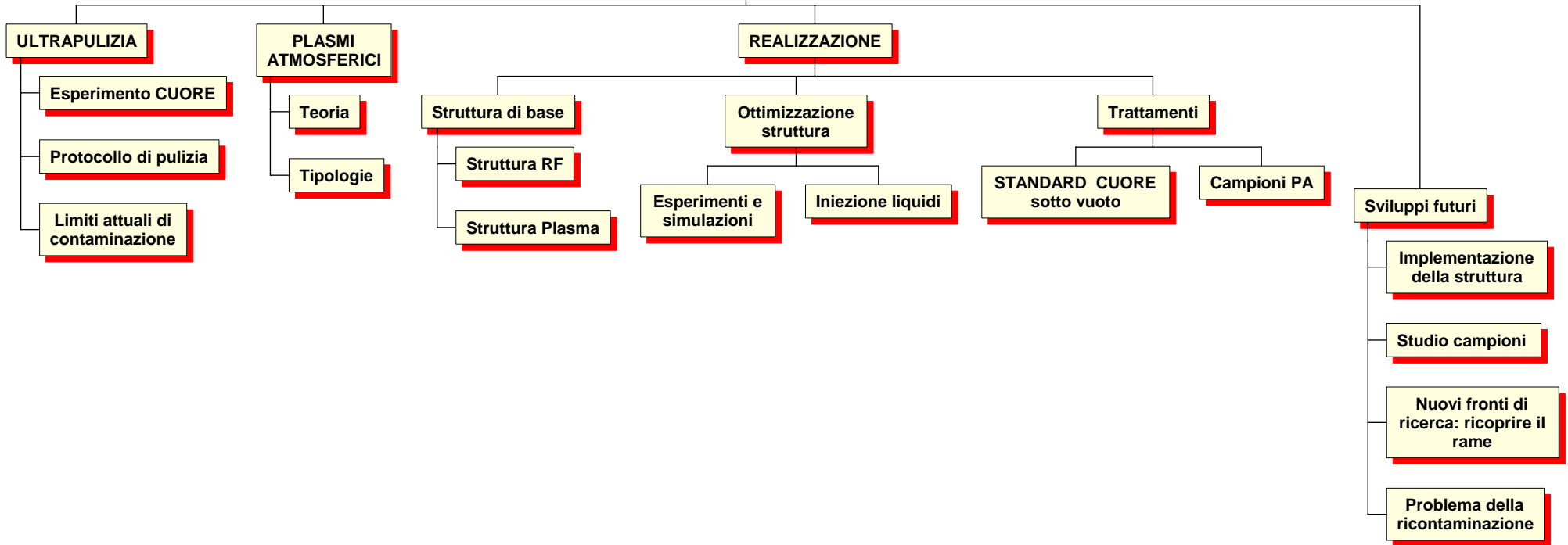
RELATORI: Prof. VINCENZO PALMIERI

Prof. EZIO PREVITALI

Tesi di Laurea di:
Giovanni Terenziani
Matricola 079522

Anno Accademico 2006 - 2007

Realizzazione di un plasma atmosferico in configurazione semi-metallic torch come possibile strumento per l'ultra-pulizia della componentistica in rame nell'ambito dell'esperimento CUORE.



Indice

1	Il Neutrino ed il Decadimento Doppio β	7
1.1	Introduzione	7
1.2	Neutrino di Dirac e Majorana	8
1.3	Teoria del Doppio decadimento β	9
2	I modi di rivelazione del decadimento $2\beta 0\nu$	11
2.1	Conteggi spuri	11
2.2	Esperimenti di conteggio diretto	13
2.2.1	Esperimenti con i semiconduttori	13
2.2.2	Esperimenti con scintillatori	13
2.2.3	Esperimenti di ionizzazione	14
2.2.4	Eperimenti con rivelatori criogenici	14
2.3	Esperimenti geochimici	14
2.4	Esperimenti radiochimici	15
2.5	Perché CUORE	15
2.6	CUORE: l'esperimento e la struttura	15
2.7	CUORE: i componenti	18
2.7.1	I cristalli	18
2.7.2	I sensori	18
2.8	La contaminazione	21
2.8.1	Decadimenti Alfa	21
2.8.2	Contaminazioni di superficie e di bulk	22
3	Il Protocollo di pulizia	25
3.1	Le cavità superconduttive	25
3.1.1	Trattamento di burattatura	26
3.1.2	Trattamento elettrochimico	26
3.1.3	Attacco Chimico: SUBU	29
3.1.4	Pulizia tramite plasma in vuoto	29
3.2	Esperimenti precedenti a CUORE: CUORICINO	31
3.3	LA-ICP-MS	31
3.3.1	Principi di funzionamento	32

3.3.2	Struttura dell'LA-ICP-MS	32
3.4	Sperimentazioni precedenti a questo lavoro di tesi	35
3.5	Dati in nostro possesso	37
4	Limiti attuali di contaminazione	43
4.1	Applicazioni Plasmi Atmosferici	44
4.1.1	Trattamenti di superficie: cleaning	44
4.1.2	Trattamenti di superficie: etching	45
4.1.3	Trattamenti di superficie: Attivazione della superficie	45
4.1.4	Trattamenti di bulk	46
5	Teoria dei Plasmi	51
5.1	Plasmi in Local Thermodynamic Equilibrium (LTE) o non in equilibrio (non-LTE)	51
5.2	Tipi di collisioni all'interno del plasma	54
5.3	Gas breakdown e scarica stazionaria in un campo HF	57
6	Plasmi sottovuoto utilizzabili per CUORE	61
6.1	Diodo	61
6.2	Magnetron	63
6.3	ELectron Cyclotron Resonance (ECR)	63
7	I Plasmi Atmosferici: le sorgenti al plasma	67
7.1	Plasmi a DC e a basse frequenze	67
7.1.1	Modo Continuo	67
7.1.2	Modo Pulsato	68
7.1.3	Scariche RF ad alta potenza: Torce ICP	70
7.1.4	Scariche RF a bassa potenza	71
7.2	Sorgente di plasma a microne	72
7.2.1	Efficienza di trasferimento dell'energia dal generatore RF al plasma	72
7.2.2	Plasmi Indotti con Micro-onde (MIP)	73
7.2.3	Sorgenti di plasma basati su guide d'onda rettangolari	75
7.2.4	Metallic Torch	76
7.2.5	Semi-metallic Torch	76
8	Struttura di Base	79
8.1	Struttura sistema RF	79
8.1.1	Generatore	80
8.1.2	Circolatore	81
8.1.3	Tuner	81
8.1.4	Guida d'onda	82
8.1.5	Tubo di confinamento	83
8.2	Struttura del plasma	83

8.2.1	Prove con guida d'onda normale	85
9	Ottimizzazione struttura	93
9.1	Guida Tapered	93
9.2	Simulazioni	93
9.3	Progettazione struttura del Plasma Atmosferico	99
9.4	Foro a $\lambda/8$ e $\lambda/4$	103
9.5	Aumento delle specie reattive nel plasma	104
9.5.1	Iniezione liquido prima del plasma	105
9.5.2	Iniezione liquido dopo il plasma	106
9.5.3	Iniezione liquido dentro il plasma	106
10	Trattamenti	107
10.1	Protocollo CUORE	107
10.1.1	Novembre 2008	107
10.1.2	Novembre 2009	110
10.2	Campioni trattati col plasma atmosferico	112
10.2.1	Sostituzione di alcuni passaggi nel protocollo CUORE	112
10.3	Prove per evidenziare la ricontaminazione	115
10.3.1	Campione $n^{\circ}4$ ritrattato col Plasma Atmosferico	115
10.3.2	Protocollo CUORE con in aggiunta il Plasma Atmosferico	118
10.4	Conclusioni	120
11	Sviluppi Futuri	123
11.1	Ottimizzazione della struttura	123
11.1.1	Ottimizzazione della sorgente	123
11.1.2	Studio di differenti gas carrier	123
11.2	Studio approfondito dei campioni	125
11.3	Ricopertura del rame	125
11.4	Problema della ricontaminazione	125
	List of Tables	127
	List of Figures	129
	Bibliografia	133

Parte Prima

Capitolo 1

Il Neutrino ed il Decadimento

Doppio β

1.1 Introduzione

Da cosa parte la convinzione che il neutrino possieda massa? Innanzitutto é il nostro intuito fisico a suggerirci tale soluzione, in quanto ci si puó aspettare che esso sia caratterizzato da una massa come le altre particelle descritte da una lagrangiana di materia. Diverso discorso invece vale per i bosoni: ad essi é infatti piú facilmente concesso che non abbiano massa in quanto portatori dell'*informazione* piuttosto che *generatori* e *protagonisti* dell'interazione. Inoltre anche il principio di esclusione di Pauli non avrebbe senso applicato ai neutrini. Perché infatti un determinato stato quantico (definito da specifica energia e numeri quantici) dovrebbe avere limitazioni sul numero di particelle presenti se queste non hanno massa e non risentono l'una della presenza dell'altra?

Dal punto di vista delle teorie di grande unificazione delle forze (GUT), che cercano appunto di unire in una unica teoria completa le forze elettromagnetiche, deboli e forti, i neutrini vengono posti in un multipletto F , assieme a un leptone carico l e due quark, uno positivo ed uno negativo (q^+, q^-). Si ha quindi

$$F = \begin{pmatrix} q^+ \\ q^- \\ l \\ \nu \end{pmatrix} \quad (1.1)$$

In questa concezione i neutrini sono assimilati ai leptoni e ai quark che sono particelle massive. Sperimentalmente si hanno prove che la massa dei neutrini debba essere molto minore di quella di qualunque altro leptone, anche se il motivo non é ancora completamente chiaro. Una spiegazione *potrebbe* derivare dal fatto che essa é una particella *elementare*, e quindi non costituita da altre particelle, come ad esempio il neutrone, e *neutra*, il che inoltre comporta problemi di distinzione con la sua antiparticella.

Ci si puó ora domandare: il numero leptonico non potrebbe fornirci la distinzione

necessaria tra ν e $\bar{\nu}$? L'esistenza di questo numero quantico però non è necessaria a spiegare alcuni fenomeni: si osserva sperimentalmente ad esempio che il ν_μ emesso dal decadimento del π^+ simultaneamente al μ^+ interagisce con la materia creando *sempre* μ^- e mai μ^+ ; questo potrebbe portare a dire che ν e $\bar{\nu}$ siano due particelle ben distinte, e che le loro interazioni tendano a conservare il numero quantico L. Si potrebbe però formulare una spiegazione alternativa: la particella neutra prodotta nel decadimento del π^+ ha elicità negativa (LH) mentre quella prodotta dal π^- ha elicità opposta (RH). Ora, siccome le interazioni deboli violano massimamente la parità P e non la coniugazione di carica C, i ν LH interagiscono producendo solo μ^+ , mentre i $\bar{\nu}$ RH possono produrre solo μ^- . Nel caso quindi in cui l'elicità bastasse a spiegare i risultati sperimentali non sarebbe necessario parlare di particella ed antiparticella.

Nella più famosa interpretazione di questi risultati, una particella che parta come neutrino di Dirac (caratterizzato da quattro stati, ν e $\bar{\nu}$, ognuno con due stati di elicità diversa) si divide poi in due neutrini di Majorana (ognuno con due stati). Uno di questi due è *leggero* e viene identificato con quello usuale ν , mentre il secondo, chiamato N, è pesante e sterile.

1.2 Neutrino di Dirac e Majorana

Fu in seguito alla formulazione dell'equazione di Dirac che si creò il concetto di particella e antiparticella. Mentre per le particelle cariche le due sono ben distinguibili anche grazie alle loro proprietà elettromagnetiche, per le particelle neutre questo non è così chiaro. Fu in seguito all'introduzione di particelle identiche alle loro antiparticelle introdotto da Majorana nel 1937 che le cose si complicarono ulteriormente. La distinzione tra ν^D (neutrino di Dirac) e ν^M (neutrino di Majorana) è facilmente verificabile attraverso lo studio delle proprietà di trasformazione sotto l'operatore di coniugazione di carica. Tuttavia, siccome i neutrini interagiscono solo debolmente, e tutte le interazioni deboli violano P, bisogna investigare le proprietà di trasformazione rispetto alla altre simmetrie discrete CP e CPT. Utilizziamo un esperimento mentale proposto da Kaiser per rendere più facile la distinzione di tali particelle. Iniziamo col supporre l'esistenza di ν_L (neutrino left) dotato di carica; assumendo valida l'invarianza CPT, l'esistenza di tale neutrino implica la presenza della sua immagine CPT, e cioè $\bar{\nu}_R$. Grazie alla supposizione che il neutrino abbia massa, possiamo trovare un sistema di riferimento che si muove più velocemente della particella, per cui, applicando una trasformazione di Lorentz, possiamo trasformare ν_L in ν_R , facendo viaggiare tale sistema in direzione opposta, mantenendo il suo spin inalterato. Ora i casi che si pongono sono due; se ν_R è diversa da $\bar{\nu}_R$, essa avrà la propria immagine in CPT, $\bar{\nu}_L$. Otteniamo in questo caso quattro stadi con la stessa massa. Tale quadrupletto di configurazione prende il nome di neutrino di Dirac ν^D ; oltre ad avere stati distinti tra particella ed antiparticella, esso ha momento di dipolo magnetico, e se la CP non è conservata, anche momento di dipolo elettrico. In conclusione quindi un neutrino di Dirac può

essere tramutato in uno stato di elicit  opposta tramite una trasformazione di Lorentz e attraverso un momento torcente esercitato dai campi \mathbf{B} e \mathbf{E} .

Nel caso in cui ν_R ottenuta con la trasformazione di Lorentz fosse uguale a $\bar{\nu}_L$ si ottengono i neutrini di Majorana, caratterizzati da soli due stati. In questo caso si ha inoltre che tali particelle non possono possedere momenti di dipolo elettrico e magnetico. Siccome sotto CPT \vec{B} e \vec{E} sono invarianti, mentre \vec{s} cambia direzione, l'interazione di dipolo provoca un cambiamento di segno dell'energia. Se quindi vale l'invarianza per CPT, i momenti di dipolo devo scomparire.

1.3 Teoria del Doppio decadimento β

Si ha un doppio decadimento beta quando due neutroni del nucleo vengono trasformati in due protoni, emettendo contemporaneamente due elettroni e due antineutrini elettronici. Nel caso in cui, invece, il neutrino sia una particella di Majorana, si rende possibile che tale decadimento avvenga senza emissione di alcun neutrino. In tal caso, l'energia cinetica che prima era ripartita tra quattro particelle, ora viene divisa solo tra gli elettroni. Rimane quindi evidente che, se si riuscisse a determinare con sufficiente precisione il picco energetico di questo tipo di decadimento si potrebbero ottenere informazioni rilevanti sulla scala di massa del neutrini stesso.

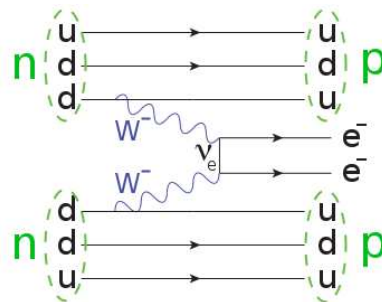


Figura 1.1: Diagramma di Feynman rappresentante il decadimento doppio beta senza emissione di neutrini

Purtroppo, nella realt , in tale finestra energetica sono presenti molti eventi che possono coprire i conteggi voluti. Essendo, inoltre, il decadimento in processo molto raro, risulta cruciale una minima presenza di fondo fourviante nella regione energetica d'interesse. Un background B di $0,01c/(keV * kg * y)$ pu  essere ottenuto con accurate tecniche di selezione e pulizia dei materiali utilizzati per l'esperimento. Introducendo una figura di merito, dovuta a Fiorini, come $F_D^{0\nu} \approx 7.59 \times 10^{23} \sqrt{Mt/D\delta E}$ con M massa del rivelatore. Assumendo una risoluzione energetica di $5keV$ a $2.5 MeV$, avremmo per tale figura di merito un valore di $9.4 \times 10^{25} \sqrt{t}$, che in t anni di statistica darebbe per la massa del neutrino un limite di $0.036 - - - 0.2t^{1/4} eV$. Raggiungendo un $B \approx 0.001c/(keV * kg * y)$, con un'esposizione di 5 anni, e supponendo un ulteriore arricchimento isotopico al 95% , si riuscirebbe ad ottenere

un limite da 8 a 45 meV. Analizzeremo in seguito la statistica dei conteggi spuri e i piú importanti esperimenti volti all'individuazione di tale picco.

Capitolo 2

I modi di rivelazione del decadimento

$2\beta 0\nu$

2.1 Conteggi spuri

Ogni esperimento riguardo il decadimento doppio beta senza emissione di neutrini si scontra sempre con la presenza praticamente costante di conteggi spuri di background. Il numero di tali eventi può essere espresso tramite l'equazione

$$B = bMt\delta E \quad (2.1)$$

ove b è il tasso di conteggi di background, espresso in $\text{counts} \cdot \text{keV}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{y}^{-1}$, M è la massa della sorgente in kg, t è il tempo di misura sperimentale in anni e δE è la finestra energetica degli eventi di $0\nu\beta\beta$ in keV ed è proporzionale alla risoluzione energetica del rivelatore. Abbiamo assunto che il fondo sotto il picco $0\nu\beta\beta$ sia costante sull'intervallo δE . Nel caso in cui quest'ultimo sia molto grande, l'approssimazione è meno valida poiché gli eventi $2\nu\beta\beta$ possono cadere nell'intervallo δE .

Il numero di eventi $C_{\beta\beta}$ del $0\nu\beta\beta$ possono essere espressi in termini del tasso di decadimento $\lambda_{\beta\beta}$:

$$C_{\beta\beta} = \lambda_{\beta\beta} N t \epsilon = \lambda_{\beta\beta} (A_0/W) a \epsilon M t \quad (2.2)$$

ove A_0 è il numero di Avogadro, W il peso molare del materiale sorgente, a l'abbondanza isotopica del nucleo padre ed ϵ l'efficienza di rivelazione degli eventi $0\nu\beta\beta$. Un criterio generale per scoprire il potenziale di un esperimento $0\nu\beta\beta$ può essere espresso come $C_{\beta\beta} = C_1 \sqrt{B + C_{\beta\beta}}$, dove C_1 è l'intervallo di confidenza espresso in unità di σ della distribuzione di Poisson. È conveniente richiedere un certo rapporto segnale rumore, ad esempio $C_{\beta\beta}/B \approx 1$. In questo caso richiediamo $C_{\beta\beta} = \gamma \sqrt{B}$ con $\gamma = C_1 \sqrt{2}$. Quindi

$$\lambda_{\beta\beta}(A_0) \left(\frac{a \epsilon M t}{W} \right) = \sqrt{b M t \delta E} \quad (2.3)$$

che risulta nella seguente formula per la sensibilità ($\lambda_{\beta\beta} = \frac{\ln 2}{T_{1/2}^{0\nu}}$)

$$T_{1/2}^{0\nu} = \alpha \left(\frac{a\epsilon}{W} \right) \sqrt{\frac{Mt}{b\delta E}} \quad (2.4)$$

in cui, per $C_{\beta\beta} \approx B$ si ha $\alpha = 7.3 \times 10^{22}$ anni. Da questa relazione può essere derivata un'espressione molto descrittiva per la figura di merito. Nell'equazione 2.3 sarebbe più corretto usare i conteggi totali $B + C_{\beta\beta}$; tuttavia, nei casi in cui il fondo è un multiplo del segnale, il risultato è lo stesso, ma con un diverso valore di α . Se non c'è il segnale l'equazione 2.4 si riferisce alla sensibilità come limite. Se non c'è fondo, non abbiamo bisogno dell'ultima equazione e α può essere scelto lo stesso per tutti gli esperimenti da confrontarsi.

L'efficienza e l'abbondanza isotopica rientrano nella figura di merito linearmente, mentre la massa della sorgente appare con una radice quadrata. Da ciò risulta chiaro il loro fondamentale apporto per il calcolo della massa. Infatti, ciò significa che per ottenere lo stesso aumento nella sensibilità raggiunto raddoppiando l'abbondanza isotopica, la massa, a parità di background, dovrebbe essere quadruplicata. Rimane comunque vero che la massa può essere continuamente espansa, mentre l'abbondanza isotopica e l'efficienza sono limitate dal valore massimo 1.

Altra caratteristica imprescindibile è una risoluzione energetica migliore possibile: grazie ad essa è possibile minimizzare le contaminazioni nei conteggi prodotte da decadimenti $2\nu\beta\beta$ nella finestra energetica del picco 0ν . Di conseguenza essa si rivela essere il fattore determinante: determina infatti la larghezza del picco $0\nu\beta\beta$ e ne permette la distinzione da quello del $2\nu\beta\beta$.

Di conseguenza risulta chiaro che l'esperimento ideale per la rivelazione del decadimento doppio beta senza neutrini dovrebbe possedere le seguenti caratteristiche:

- il minor background possibile
- la migliore risoluzione possibile
- la maggiore massa possibile dell'isotopo padre
- un'efficienza di rivelazione quanto più possibile prossima ad uno.

Inoltre, per avere possibilità di rivelazione, bisognerebbe avere a disposizione isotopi con grandi fattori di spazio delle fasi (alto Q-valore) e si dovrebbero considerare diverse matrici di elementi nucleari. Negli esperimenti $0\nu\beta\beta$ di seconda generazione sono a disposizione grosse quantità di materiale sorgente grazie all'utilizzo di materiali arricchiti isotopicamente.

Essendo tale decadimento estremamente raro è necessario applicare tecniche di basso conteggio. Risulta quindi evidente che la preoccupazione maggiore dev'essere volta alla riduzione del fondo, per il quale le più comuni sorgenti sono

- I muoni atmosferici e le loro interazioni nei materiali con conseguente produzione di neutroni; vengono ridotti effettuando esperimenti in luoghi sotterranei

- Le catene radioattive naturali di Uranio e Torio. In particolare la riga gamma piú energetica in natura a 2614 keV é al di sopra della maggior parte dei Q-valore dei decadimenti e disturba gli esperimenti
- Radioattività da attività umane (^{137}Cs)
- Attivazione cosmogenica
- ^{40}K (1461 keV)
- Neutroni da reazioni (α, n)

Tutti gli esperimenti si concentrano sulla rivelazione dell'elettrone e possono essere distinti in attivi e passivi. Il vantaggio di uno attivo risiede nel fatto che la sorgente ed il rivelatore sono identici, anche se spesso misurano solo lo spettro di entrambi gli elettroni. Tuttavia i rivelatori passivi, pur fornendo informazioni distinte su energia e traccia degli elettroni, hanno sorgenti meno intense ed una risoluzione energetica peggiore.

Fin'ora sono stati seguiti tre approcci generali: geochimici, radiochimici e di conteggio diretto.

2.2 Esperimenti di conteggio diretto

2.2.1 Esperimenti con i semiconduttori

In questo tipo di esperimenti vengono utilizzati diodi al germanio. In questo caso la sorgente ed il rivelatore coincidono e l'isotopo da studiare é il ^{76}Ge con Q-valore a 2039 keV. Il vantaggio di cui godono risiede principalmente nell'eccellente risoluzione energetica dei semiconduttori al germanio, che é di circa 3-4 keV a 2MeV. Tuttavia la tecnica consente solo la misura della somma dell'energia dei due elettroni. Una migloraia però é stata apportata utilizzando germanio arricchito (a.i. naturale del germanio é di 7.8%). L'esperimento di Heidelberg-Moscow, svolto ai laboratori nazionali del Gran Sasso, utilizza Ge arricchito all'86% in ^{76}Ge e ha raggiunto i migliori risultati, insieme all'esperimento IGEX per quanto riguarda i livelli di back ground e limiti sulla massa effettiva del neutrino ($0.2 \text{ counts per } keV^{-1} \cdot kg^{-1} \cdot y^{-1}$ e $\langle m_{\nu_e} \rangle < 0.35 eV$), senza l'utilizzo di meccanismi di discriminazione.

COBRA utilizza invece CdTe o CdZnTe per investigare i decadimenti di ^{116}Cd e ^{130}Te .

2.2.2 Esperimenti con scintillatori

Alcuni isotopi emettitori 2β possono anche essere usati in scintillatori, sempre seguendo l'approccio calorimetrico, tuttavia la risoluzione energetica risulta peggiore rispetto ai semiconduttori; esperimenti di questo tipo sono fatti con il ^{48}Ca usando cristalli di CaF_2 e ^{116}Cd in CdWO_4 .

2.2.3 Esperimenti di ionizzazione

Sono tipologie di esperimenti passivi che utilizzano TPC (Time Projection Chamber), dove l'emettitore è il gas stesso del rivelatore (ad esempio ^{136}Xe) o è incluso in fogli sottili. Il vantaggio è che sono possibili misure di energia e traccia degli elettroni contemporaneamente, mentre lo svantaggio risiede nella limitata risoluzione energetica e, nel caso di fogli sottili, nella limitata intensità della sorgente.

2.2.4 Esperimenti con rivelatori criogenici

Queste tipologie di indagine sfruttano la tecnica innovativa sviluppata recentemente dei bolometri a bassissime temperature, dell'ordine dei mK, grazie ai quali si ottengono eccellenti risoluzioni, pari a pochi keV, a 2 MeV. I principali esperimenti sono MIBETA, CUORICINO e CUORE, i quali verranno trattati ampiamente in seguito.

2.3 Esperimenti geochimici

La logica alle spalle di questo tipo di esperimenti è quella di utilizzare vecchi minerali che possono avere accumulato una quantità significativa di nuclei derivanti da decadimenti doppio beta su scale di tempo geologiche; ciò porterebbe ad anomalie isotopiche che possono essere misurate tramite l'impiego della spettroscopia di massa. Chiaramente il vantaggio è la lunga esposizione, che può arrivare fino a miliardi di anni. Poiché però viene osservata solo la quantità totale dei nuclidi figli, questi tipi di misura non permettono di distinguere tra i diversi meccanismi di produzione. Il tasso di decadimento che si ottiene è $\lambda = \lambda_{2\nu} + \lambda_{0\nu}$. Visono però restrizioni e fattori di incertezza legate a questo tipo di misura; infatti:

- L'isotopo d'interesse dev'essere presente in grande concentrazione nel minerale.
- Devono essere evitate alte concentrazioni iniziali dei nuclidi (devono quindi essere esclusi eventuali effetti esterni atti ad influenzare la concentrazione dei figli).
- È necessaria una precisa stima dell'età del minerale.
- Si possono perdere atomi figli (per il degassaggio del gas nobile, radionuclide emettitore).

Da queste considerazioni si evince che solo il Se ed il Te sono realmente utilizzabili in pratica. Gli isotopi d'interesse di questi elementi decadono in gas nobili, la cui concentrazione durante la cristallizzazione e formazione del minerale è piccola. L'identificazione dell'attesa piccola anomalia isotopica è resa possibile dalla grande sensibilità dei gas nobili alla spettroscopia di massa.

2.4 Esperimenti radiochimici

Tali metodi di indagine hanno il vantaggio di considerare il decadimento radioattivo del nuclide figlio, permettendo misure piú brevi rispetto all'approccio geochimico. É inoltre indipendente da incertezze come l'età geologica del campione, la concentrazione originale del nuclide figlio e dalla possibile diffusione dei gas nei campioni geochimici. Questi esperimenti, come i precedenti, misurano solamente il tasso di decadimento totale tramite l'analisi della concentrazione dei nuclidi figli e non permettono quindi di discriminare tra 2ν e 0ν .

2.5 Perché CUORE

Da quanto si é visto precedentemente, le condizioni ottimali per l'effettuazione di un esperimento a cosí bassa probabilità di accadimento, sono decisamente restittive. L'esperimento per le sue caratteristiche risulta essere quindi il migliore approccio effettuato fin'ora per la rivelazione del decadimento $0\nu\beta\beta$. Bisogna innanzitutto ricordare che esso rappresenta la naturale estensione degli esperimenti MiDBD e CUORICINO. Questi esperimenti preliminari hanno permesso di dimostrare come la tecnica di rivelazione coi bolometri sia competitiva ed alternativa al classico approccio calorimetrico del Ge. In questi esperimenti si é usato infatti il ^{130}Te . Infatti tale isotopo puó decadere solamente $\beta\beta$; inoltre ha un buon fattore di merito nucleare F_N per il $0\nu\beta\beta$, 5 - 10 volte meglio del Ge, il che si traduce in un fattore 2 o 3 volte meglio per la sensibilità sulla $|\langle m_e \rangle|$. Inoltre la naturale abbondanza isotopica in ^{130}Te del Te é pari al 33.8% e non richiede arricchimento isotopico (riducendo quindi i costi e le eventuali contaminazioni dovute al trattamento dei materiali).

In ultimo, ma non certo per importanza, assume un ruolo molto rilevante la locazione dell'esperimento. Essendo l'esperimento CUORE situato a 3400 m.w.e., i problemi dovuti a background provenienti da raggi cosmici, da eventuali decadimenti radioattivi dovuti all'ambiente circostante, dal flusso di neutroni o muoni sono decisamente ridotti.

2.6 CUORE: l'esperimento e la struttura

Quando una particella elementare dotata di energia cinetica interagisce con un materiale allo stato solido, la sua energia viene ceduta parzialmente o totalmente sotto varie forme ai portatori di energia piú direttamente coinvolti, che sono il sistema elettronico e quello fononico. Se la particella possiede proprietá ionizzanti, puó eccitare e liberare parte degli elettroni appartenenti agli atomi del bersaglio, e con i rivelatori tradizionali, applicando un campo elettrico, possono essere raccolti per ottenere informazioni sull'energia totale liberata nell'interazione. La parte rimanente di energia viene ceduta quasi interamente al campo elastico del bersaglio, ossia al sistema fononico, tramite interazioni dirette o indirette con gli ioni o con gli atomi oscillanti attorno a posizioni di equilibrio fisse. Questa porzione di energia non é rivelabile con i metodi tradizionali.

Se, invece, la particella non possiede proprietà ionizzanti, la sua energia si traduce in massima parte in eccitazioni del sistema fononico. Se tale processo avviene a temperature prossime a quella ambiente, il sistema fononico raggiunge rapidamente l'equilibrio termico, in tempi determinati dal calore specifico del materiale di cui è composto il bersaglio, dalla sua conducibilità termica, seguendo tempi determinati anch'essi dal calore specifico e dalla conducibilità termica ed in aggiunta anche dalle sue dimensioni. L'energia della particella si tramuta, almeno in parte, in calore, determinando un incremento di temperatura nel bersaglio; tuttavia i valori relativamente grandi della capacità termica del bersaglio, associati ai valori decisamente piccoli dell'energia rilasciata, rendono tale riscaldamento assolutamente irrilevabile. Per rendere quindi l'effetto di tale interazione apprezzabile, è necessario scendere fino a temperature inferiori ad 1K: l'energia della particella si converte rapidamente in fononi che posseggono in media energie dell'ordine del meV. I fononi prodotti interagiscono scarsamente tra loro e con i fotoni termici preesistenti nel cristallo, e la loro lunghezza d'onda (\approx centinaia di Amstrong) è tale per cui i difetti e le impurità di tipo puntuale presenti nella struttura cristallina (dell'ordine lineare di decine di Amstrong) rappresentano dei centri di scattering poco efficienti per tali fononi, che quindi si propagano balisticamente e interagiscono in modo più o meno elastico con le superfici che delimitano il bersaglio. L'interazione della particella con il cristallo ha quindi l'effetto di produrre un sistema di fononi fortemente disaccoppiato con il sistema di fononi termici con energie 10^4 volte maggiori e che si termalizzano con difficoltà e tempi relativamente lunghi.

Sono possibili due tipi differenti di rivelatori di fononi: *rivelatori di fononi balistici* che ritardino il più possibile la termalizzazione dell'energia ceduta dal campo elastico e *calorimetri a basse temperature*, come nel caso di CUORE, che puntano invece alla termalizzazione più completa possibile dell'energia. Quest'ultimo tipo di rivelatore ha il grosso vantaggio di avere soglie di energia bassissime e soprattutto, a differenza degli altri tipi, di misurare interamente l'energia deposta, tutta rilasciata nel canale termico, e di essere quindi liberi da fluttuazioni statistiche che intervengono quando si è sensibili solo ad una parte dell'energia, e che sono l'intrinseco limite, legato alla natura dell'evento fisico, della risoluzione energetica di un rivelatore. Risoluzioni teoriche di decimi di eV sono possibili per energie dell'ordine del keV.

Nei rivelatori di questa tipologia, il parametro fondamentale è la capacità termica, che a basse temperature può essere così bassa (legge di Debye) da rendere rivelabili deposizioni energetiche persino di 1 meV in un cristallo di 10 kg. Risulta quindi chiaro che i rivelatori di questo tipo devono operare a temperature che vanno dai 10 mK ad 1 K; per questo motivo lavorano sempre in associazione ad un sistema criogenico.

Il cristallo che assorbe la radiazione incidente deve essere fornito di dispositivi in grado di rivelare i fononi, siano essi termici o balistici, prodotti dall'interazione della particella col cristallo stesso: tali dispositivi vengono quindi chiamati *sensori*, da collegarsi al cristallo detto *assorbitore*. Spesso un sensore è semplicemente un termometro sensibilissimo, capace di tramutare una infimesima variazione di temperatura in un apprezzabile variazione di

grandezza elettrica. In CUORE i sensori utilizzati sono termistori, ossia resistori la cui resistenza varia sensibilmente con la temperatura.

Nell'insieme, un rivelatore termico di particelle a basse temperature (bolometro) é caratterizzato dalle seguenti parti:

- un cristallo che funge da assorbitore di radiazione, con le richieste che abbia un basso calore specifico (tale da consentire l'applicazione della legge di Debye per la quale $C \approx (T/\sigma_D)^3$) e che mantenga il raffreddamento nel vuoto
- uno o piú sensori che sono posti in contatto termico con il cristallo tramite opportuni metodi di fissaggio alle superfici, con lo scopo di misurare innalzamenti di temperatura e/o le direzioni di provenienza dei fononi derivanti dalle interazioni della particella con l'assorbitore. In CUORE vengono usati termistori a semiconduttore drogati (con una concentrazione di impurezze prossima alla concentrazione critica di transizione metallo-isolante) per la loro riproducibilitá e conseguente produzione in larga quantitá
- opportune connessioni termiche tra sensore e un bagno termico o a volte direttamente tra sensore a sistema criogenico consentono il mantenimento di tutto il rivelatore alla temperatura di funzionamento voluta, ed influenzano il tempo di risposta del rivelatore. Tali connessioni sono nel caso dei sensori, gli stessi fili di prelievo del segnale (*connessione elettrotermica*)

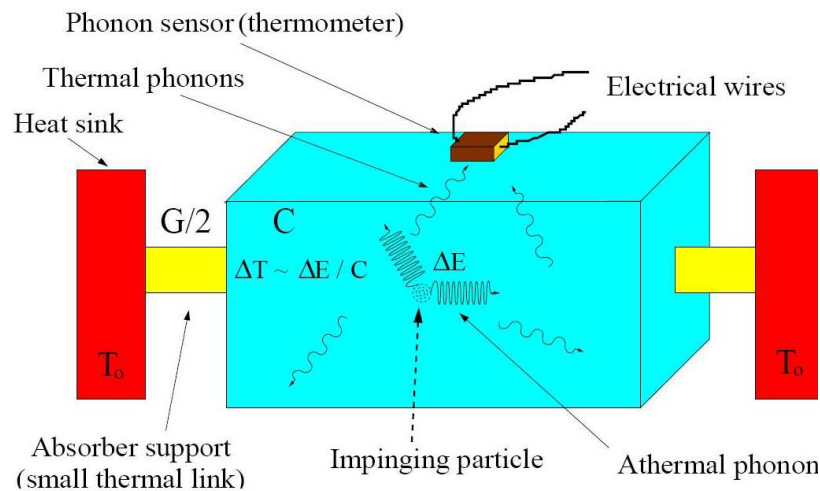


Figura 2.1: Struttura di un bolometro

CUORE consiste quindi di un array di 988 bolometri di TeO_2 sistemati in una configurazione cilindrica con 19 torri da 52 cristalli ognuna. Essendo l'ossido di tellurio un

materiale dielettrico e diamagnetico, obbedisce alla legge già citata di Debye. Il calore specifico di ogni singolo cristallo a temperature dell'ordine del mK è sufficientemente basso (dipende solo da contributi della struttura cristallina) per cui anche il piccolo rilascio di energia può risultare in un aumento apprezzabile di temperatura, secondo la legge

$$T(t) = \left(\frac{\Delta E}{C} \right) \exp \left(\frac{-t}{\tau} \right) \quad (2.5)$$

con $\tau = C/G$, rapporto tra capacità termica C e conduttanza G , con quest'ultima che permette la connessione con il bagno termico (alla temperatura T_0). In prima approssimazione si può stimare la risoluzione energetica nel caso in cui tutti i fononi primari vadano incontro ad un processo di termalizzazione; quest'ultima sarà limitata solo dalle fluttuazioni termodinamiche nel numero di fononi termici scambiati con il bagno termico, che produrranno fluttuazioni casuali nel contenuto energetico dell'assorbitore. Assumendo una statistica di Poisson, considerando che l'energia media di un fonone termico è kT (con k = costante di Boltzmann e T = temperatura) e il numero medio di fononi prodotti N è proporzionale a $C(T)/k$, si ottiene una soluzione energetica $\approx \xi \sqrt{kC(T)T^2}$ che quindi, almeno teoricamente, non dipende da E e può essere pari a 20 eV per E depositata di qualche MeV.

Un singolo rivelatore di CUORE consisterà di un cristallo di TeO_2 da $5 \times 5 \times 5 cm^3$ che fungerà da sorgente e rivelatore. Il rivelatore sarà posto in un frame di rame in una configurazione di 19 torri. Quest'ultimo, il refrigeratore e *mixing chamber* costituiscono il bagno termico, mentre il PTFE (Teflon) costituisce l'impedenza termica che ritarda il ri-raffreddamento dei bolometri e permette l'integrazione più completa possibile dell'energia deposta. I bolometri operano ad una temperatura di 10 mK. Un modello termico (TM) ha permesso di definire i parametri ottimi per CUORE (tramite test a bassa temperatura), quali ad esempio la dimensione ottimale dei cristalli, la cui eccellente performance è stata provata precedentemente da CUORICINO (una sola torre con altezza e numero di piani leggermente maggiore di CUORE).

2.7 CUORE: i componenti

2.7.1 I cristalli

Dei cristalli si è già accennato precedentemente. Essi saranno cresciuti da polveri ultrapure di TeO_2 , e successivamente puliti sulle superfici; avranno forma triangolare e la temperatura di Debye è di 232 K. Si è trovato che il calore specifico segue la legge di Debye fino a 60 mK; la capacità termica globale dei cristalli di massa pari a 750 kg è di 2.3×10^{-9} J/K.

2.7.2 I sensori

Dei buoni termistori richiedono un drogaggio molto omogeneo, che si può ottenere negli NTD (Neutron Transmutation Dopped) tramite irraggiamento di neutroni termici sull'intero

volume. La conduttività elettrica di questi semiconduttori drogati dipende fortemente dalla temperatura, secondo il meccanismo di Variable Range Hopping (VRH). In generale la resistività varia con la temperatura secondo la legge

$$\rho = \rho_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^\gamma \quad (2.6)$$

dove ρ_0 , T_0 e γ dipendono dalla concentrazione dei droganti. Nel caso di VRH, il valore di γ è $1/2$. I termistori sono di solito parametrizzati dalla loro resistività A , definita da

$$A(T) = \left| \frac{d \ln R}{d \ln T} \right| = \gamma \left(\frac{T_0}{T}\right)^\gamma \quad (2.7)$$

con

$$R(T) = \rho(T) \frac{l}{s} = R_0 \exp\left(\frac{T_0}{T}\right)^\gamma \quad (2.8)$$

dove l e s sono rispettivamente la distanza tra i contatti e la sezione d'urto dei termistori.

Gli NTD che verranno utilizzati per CUORE sono costruiti e sviluppati a LBNL, esponendo singoli cristalli di germanio ultrapuro a flusso di neutroni da reattore nucleare. È importante ottimizzare l'esposizione in modo che sia il più uniforme possibile; purtroppo non è possibile valutare il materiale del termistore direttamente dal reattore a causa dell'attivazione dell'isotopo ^{71}Ge che richiede un monitoraggio ritardato di diversi mesi. Un loro grande vantaggio risiede inoltre nella loro eccellente riproducibilità. È necessario un processo di caratterizzazione per ogni singolo NTD al fine di determinare R_0 , T_0 e γ . La misura è attuata accoppiando i termistori ad un bagno termico a bassa temperatura tramite colla epossidica ad alta conduttività. La temperatura del bagno viene variata finché non si instaura una corrente statica ed una tensione $V=RI$; ciò produce una dissipazione di potenza che innalza la temperatura ed agisce sulla resistenza, finché non viene raggiunto l'equilibrio. Per i termistori a semiconduttore la curva V-I viene detta curva di carico e, tramite fit combinati di diverse curve di questo tipo, si ottengono i parametri d'interesse.

Gli NTD sono incollati ai cristalli di tellurio tramite 9 spots di colla depositati sui cristalli da un array di pins. Ogni spot è alto $50 \mu\text{m}$ e la conduttanza termica è stata misurata tramite l'esperimento MiDBD.

Ciò che risulta cruciale è la stabilizzazione della risposta dei bolometri: le piccole variazioni di temperatura del bagno termico provocano un cambiamento nel guadagno del rivelatore e quindi un deterioramento della risoluzione energetica. In prima approssimazione, l'impulso termico dovuto ad un rilascio di energia è caratterizzato da un tempo di salita breve ($100 \mu\text{s}$) e da una discesa esponenziale legate alle caratteristiche fisiche del singolo rivelatore. L'impulso termico viene convertito in un segnale elettrico mediante un circuito di polarizzazione per il termistore e quindi l'ottimizzazione del rivelatore consiste nel determinare la miglior configurazione della tensione di polarizzazione V , per avere la massima ampiezza d'impulso (risposta del rivelatore). Sulla curva V-I il punto ottimale viene detto *punto di lavoro* e deve essere determinato sperimentalmente. Questo passaggio avviene grazie agli heaters di silicio (resistenze fisse), direttamente posti sui cristalli

con colla epossidica, attraverso i quali é possibile dissipare una data potenza rilasciata al cristallo in modo completamente equivalente alla deposizione di energia da parte di una particella. Il punto ottimo é determinato analizzando il rapporto segnale/rumore. Poiché le sorgenti elettroniche di rumore decrescono con la resistenza del bolometro, il miglior punto di lavoro corrisponde ad una tensione di polarizzazione un pó maggiore rispetto al punto ottimo. É fondamentale l'utilizzo degli heaters nella stabilizzazione della risposta del bolometro che cambia con la temperatura del bagno. Questi verranno quindi utilizzati per fornire energia in modo uniforme ai cristalli ed il guadagno termico sarà monitorato e corretto off-line. Tali heaters saranno chip di silicio drogato con una resistenza costante tra i 50 e 100 k Ω .

Le connessioni elettriche saranno fatte da fili d'oro di 50 μm di diametro e verranno avvolte su PIN di rame che costituiranno la connessione elettrica (evitando così leghe a basse temperature che contengono ^{210}Pb e tracce di altri radioisotopi). I PIN saranno attaccati al frame di rame, che costituisce il supporto dei cristalli. Saranno termicamente connessi al frame, ma elettricamente isolati.

Il montaggio dei cristalli di TeO_2 é cruciale per le performance del rivelatore e deve soddisfare dei requisiti a volte in contrasto:

- I cristalli devono essere sistemati rigidamente sul frame per evitare dissipazioni di potenza (per le vibrazioni) che possono impedire il raggiungimento della temperatura richiesta, producendo rumore a bassa frequenza
- La conduttanza termica al bagno termico (frame di rame) dev'essere abbastanza bassa da ritardare il raffreddamento del cristallo in seguito ad un impulso da calore (in modo che il tempo di discesa di un impulso sia maggiore del tempo di salita). Tuttavia deve essere contemporaneamente sufficientemente alta da garantire un raffreddamento efficiente
- Il frame deve compensare le differenze nei coefficienti di espansione termica dei vari materiali usati
- Devono essere utilizzati materiali ad alta purezza

Per CUORE verranno utilizzati due materiali, il rame ed il PTFE, che possono essere ottenuti con bassi livelli di contaminazione. Il primo presenta conduttività termica e calore specifico abbastanza alti da essere un bagno termico ideale. Il PTFE verrà utilizzato tra il frame di rame ed il cristallo: ha bassa conduttanza termica e perdita di calore e compensa la differenza tra i coefficienti di espansione termica tra il rame ed i cristalli. Come già accennato CUORE verrà disposto nella sala A dei Laboratori Nazionali del Gran Sasso ad una profondità di 3400 m.w.e., dove il flusso di muoni é ridotto a $3 \times 10^{-8} \mu \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$ e quello di neutroni a $10^{-6} n \cdot \text{cm}^{-2} \cdot \text{s}^{-1}$.

2.8 La contaminazione

Si é già accennato precedentemente come si possano commettere errori di conteggio degli eventi $0\nu\beta\beta$ a causa della presenza del background, dovuto in prevalenza a radioattività ambientale, raggi cosmici e dalle contaminazioni intrinseche del set-up sperimentale. In alcuni casi il fondo può occultare o addirittura simulare il picco dell'evento cercato. Analizziamo brevemente le due classi in cui possono essere distinte le principali sorgenti di conteggi spuri:

- **Sorgenti esterne:** un contributo non trascurabile al fondo radioattivo é dovuto ad interazioni di particelle che hanno origine all'esterno della struttura sperimentale, come fotoni e neutroni provenienti dalla roccia del Gran Sasso, o muoni e particelle indotte da muoni. I fotoni originati da radioattività naturale sono dovuti in massima parte dai decadimenti del ^{40}K e dalle catene naturali di ^{238}U e ^{232}Th ; i muoni invece hanno origine prevalentemente cosmogenica. Infine i neutroni possono avere entrambe le provenienze. Il flusso di queste ultime due tipologie di particelle però, é notevolmente ridotto dalla schermatura naturale composta di 1500 m di roccia dolomitica di cui é composta la montagna del Gran Sasso.
- **Sorgenti interne:** altra grande sorgente di background deriva dall'intrinseca contaminazione radioattiva dei materiali impiegati nella costruzione del set-up sperimentale. L'onnipresenza dei radionuclidi primordiali nei minerali e nell'ambiente, risulta in un ampio range di contaminazione dei prodotti finali. Tranne rare eccezioni, i principali contaminanti sono ancora una volta il ^{40}K , ^{238}U e il ^{232}Th . Altra importante componente del background risulta essere l'attivazione cosmogenica dei materiali usati nella struttura. Da ultima, ma non per importanza, la sorgente di background forse piú difficile da eliminare é il decadimento $2\nu\beta\beta$ del ^{130}Te che interessa il volume del cristallo. Infatti la vita di decadimento di tale evento é inferiore a quella del $0\nu\beta\beta$ e il fondo continuo si estende fino alla regione energetica di interesse.

Gli esperimenti con bolometri utilizzano rivelatori sensibili ad ogni tipo di deposizione di energia nell'interno del volume del cristallo. Ciò significa che non sono distinguibili i segnali prodotti sia da raggi gamma che da particelle cariche pesanti. Scegliendo accuratamente la locazione dell'esperimento, come si é fatto, é possibile ridurre le contaminazioni da agenti esterni. Rimane comunque il problema delle sorgenti interne, motivo per il quale tutti i materiali usati per l'esperimento devono essere ultrapuliti. Analizziamo brevemente le categorie di decadimenti;

2.8.1 Decadimenti Alfa

Particolare importanza hanno questi tipi di decadimenti in quanto, per le catene già citate di ^{238}U e ^{232}Th , l'energia rilasciata va ad inquinare la regione energetica di interesse provocando una imprecisione nella misura del picco cercato. Per controllare il grado di

pulizia raggiunto in seguito a trattamenti superficiali si sono utilizzati rivelatori al silicio a barriera superficiale.

Caratteristica importante di tali decadimenti é la forte relazione che sussiste tra l'energia della particella alfa e la vita di dimezzamento del radionuclide padre: piú é alta l'energia minore é la vita media. Per energie inferiori ai 4 MeV la vita media del corrispondente isotopo risulta essere molto lunga.

Un altro fenomeno molto importante da tenere in considerazione quando si studia spettroscopia alfa é il *range straggling* di tali particelle: essendo infatti cariche, esse interagiscono principalmente coulombianamente con gli elettroni del mezzo attraversato, ma perdono solo una piccola frazione della loro energia totale in ogni collisione (avvengono in tutte le direzioni simultaneamente); vengono quindi rallentate in modo continuo, e di conseguenza hanno cammini lineari e un range definito nei materiali attraversati (massima distanza di penetrazione). La perdita di energia specifica di tali particelle cariche, dE/dx , descritta dalla funzione di Bethe, dipende da fatti come z^2/v^2 (a paritá di materiale assorbitore), con z carica della particella e v sua velocitá. Questo fenomeno contribuisce a allargare i picchi energetici osservati negli spettri e dá indicazioni sulla *profonditá* ed origine della contaminazione di radionuclidi emettitori alfa. Mentre per CUORE, quindi, le schermature previste garantiscono un riduzione del fondo γ , per il background α (originato come visto in profonditá nei cristalli e nei materiali affacciati ai rivelatori) solo un attento controllo delle contaminazioni di bulk e superficie potranno garantire il raggiungimento della sensibilitá auspicata. Una corretta identificazione e localizzazione delle sorgenti del fondo α continuo é obbligatoria.

2.8.2 Contaminazioni di superficie e di bulk

Per quanto visto, si evince che i picchi α possono essere ben identificati nello spettro dei bolometri; inoltre la posizione del picco e la sua forma possono dare forti indicazioni sulla profonditá della contaminazione: gaussiane piccate indicano contaminazioni che possono aver luogo sia nel cristallo (contaminazione di bulk), se l'energia corrisponde a quella di transizione del decadimento ($\alpha +$ rinculo), o in uno strato estremamente superficiale (potrebbero essere sia sulla superficie del cristallo che sui materiali che si affacciano su di esso), se l'energia corrisponde a quella della particella α . Infine una contaminazione di bulk o molto profonda dei materiali direttamente affacciati dá luogo ad un continuo senza alcun picco.

Ulteriori informazioni vengono dall'analisi dello spettro in coincidenza e dallo studio dei picchi gamma. Se il fondo é dominato dalle particelle α , un vento di coincidenza é prodotto solo se un emettitore α si trova sulla superficie di un cristallo e l' α o il nucleo che rincula esce dal cristallo ed entra in un altro.

Sfortunatamente, mentre i picchi α sono evidenti e la loro origine puó essere dedotta, il fondo continuo sotto i picchi che si estende nella zona energetica del $0\nu\beta\beta$ non puó essere facilmente correlato ad uno specifico picco di contaminazione. Possono essere fatte simulazioni MonteCarlo (MC), che però richiedono una profonditá e profilo di contaminazione,

entrambi sconosciuti.

Vi sono però quattro picchi all'interno degli spettri che non appartengono a queste categorie:

- un picco a 3200 keV, del ^{190}Pt che probabilmente è stato incluso nei cristalli durante la crescita (forma gaussiana senza coda, assenza nello spettro di coincidenza, energia della transizione)
- un picco α a 4080 keV, che cresce sulla coda a bassa energia di una contaminazione di superficie ed è attribuito ad una contaminazione di volume del Th
- un picco α centrato a ≈ 5300 keV, cioè all'energia α (e non $\alpha +$ rinculo) emessa dal ^{210}Po . Il picco è stabile nel tempo ed è attribuito al ^{210}Pb (il ^{210}Pb ha una vita di dimezzamento di 22 anni, mentre il ^{210}Po di 138 giorni). La posizione del picco indica che dovrebbe trovarsi in uno strato sottile sulla superficie dei cristalli o sui materiali direttamente affacciati ad essi (nel caso della prima ipotesi anche il picco a 5.4 MeV dev'essere attribuito a questo tipo di contaminazione)
- un picco α a 5.4 MeV, che ha un'intensità che decresce nel tempo, in accordo con la vita di dimezzamento del ^{210}Po . la contaminazione di tale elemento, osservata nella crescita dei cristalli di TeO_2 , è da attribuirsi a contaminazioni di bulk del tellurio (non si osservano infatti coincidenze); una parte è comunque dovuta a contaminazioni di superficie. Quando CUORICINO è iniziato era dominato dal picco 5.4 MeV (contaminazione di bulk del polonio, 0.2 c/h/cristallo), ora è molto ridotto (≈ 0.03 c/h/cristallo), mentre le contaminazioni di superficie sembrano dominare

Inoltre la piccola quantità di coincidenze nella regione tra 3 e 4 MeV, ed anche le estrapolazioni con MC, indicano che l'origine di questi conteggi spuri determinanti il fondo continuo non è da attribuirsi a contaminazioni di superficie dei cristalli, bensì ai materiali direttamente affacciati ad essi. Alfa degradate possono in generale provenire sia da contaminazioni di superficie che dal bulk dei componenti del montaggio. Tuttavia il ridotto rate dei picchi gamma a bassa energia (centinaia di keV) escluderebbe che siano dovute a contaminazioni di bulk di U e Th del rame. Escludendo contributi di contaminazione di bulk dei piccoli componenti del rivelatore (heaters, termistori, fili elettrici, PTFE...), sulla base di misure di radioattività, ed escludendo neutroni, grazie alle simulazioni MC e ai risultati sperimentali, (MiDBD non ha riportato miglioramenti dopo il montaggio della schermatura di polietilene), si potrebbe concludere che la maggior parte del fondo di CUORICINO venga dalla contaminazione di *superficie* dei cristalli e del rame. Tuttavia il minor contributo dei piccoli componenti e dei neutroni non può essere escluso e ignorato per CUORE. Sono state quindi avanzate due ipotesi:

- riduzione delle contaminazioni di superficie

- sviluppo di bolometri in grado di identificare ed escludere eventi che si originano sulle superfici dei rivelatori

Dalla prima delle due si é sviluppato il protocollo di pulizia inizialmente usato in CUORICINO, fino ad ottenerne uno maggiormente efficace per CUORE. In quest'ottica si é cercato di utilizzare processi già usati in altri campi, ove la pulizia delle superfici fosse altrettanto importante e cruciale.

Capitolo 3

Il Protocollo di pulizia

3.1 Le cavitá superconduttive

CUORE si avvale dei Laboratori Nazionali di Legnaro dell'INFN per risolvere il problema dell'ultrapulizia delle parti in rame dell'esperimento. Il laboratorio di Superconduttivitá e Trattamento delle Superfici dei Laboratori Nazionali di Legnaro presso cui ho svolto l'attività sperimentale di progettazione e fabbricazione del plasma atmosferico oggetto della mia tesi, é specializzato nel trattamento delle cavitá risonanti in rame, su cui va depositato un film superconduttore e per cui é necessaria la massima condizione di pulizia.

Le cavitá superconduttive sono usate nella fisica delle particelle per aumentare l'energia di un fascio di particelle cariche.

Per sostenere il campo a radiofrequenza dentro la cavitá, una corrente alternata fluisce nelle pareti della cavitá. Questa corrente, man mano che incontra una resistenza superficiale, disperde potenza nelle pareti. In base a ciò puó essere definita una resistenza superficiale in relazione alla potenza dissipata. Tale resistenza rientrerá nel calcolo del *fattore di qualità*, fondamentale strumento per valutare la bontá di una cavitá superconduttiva. Tale fattore Q sará:

$$Q = \frac{\omega U}{P_{diss}} \quad (3.1)$$

ove U é l'energia immagazzinata nel campo elettromagnetico dentro la cavitá e P_{diss} é lo potenza persa nelle pareti.

Con opportune sostituzioni matematiche si puó riscrivere Q come:

$$Q = \frac{G}{R_{surf}} \quad (3.2)$$

ove R_{surf} é la resistenza integrale superficiale per la cavitá.

Come si puó osservare il fattore di qualità di una cavitá risonante a RF dipende dalla resistenza superficiale.

Per ridurre quindi al minimo tale resistenza si é sviluppato un protocollo di pulizia per le cavitá risonanti. In questo caso il trattamento include una burattatura seguita da un

attacco elettrochimico e un processo chimico (T+E+C). Si é quindi pensato di adottare tale protocollo anche per la pulizia delle componenti di CUORE, implementandolo inoltre, col passaggio in plasma ad ultra-alto-vuoto (M), in quanto si é partiti dall'assunto che nulla é piú pulito del vuoto.

3.1.1 Trattamento di burattatura

Il trattamento tramite burattatura, che d'ora in poi verrà denominato per semplicità tumbler, fa parte di quella cerchia di metodi di pulizia basati sull'utilizzo di materiali abrasivi. In questo caso le componenti abrasive possono essere sfere di acciaio o conetti di materiali ceramici posti in una soluzione, la quale può agire contemporaneamente da lubrificante e da solvente chimico. La rimozione di parte del materiale superficiale del pezzo da trattare avviene grazie al movimento del buratto, il quale fa scontrare le componenti abrasive col campione, causandone una perdita in massa. Tale trattamento sembra essere molto efficace per quanto concerne la rimozione di layer superficiali contenenti ossidi od inclusioni, ma perde in efficienza per quanto riguarda i liquidi eventualmente adsorbiti nel materiale da trattare.

Con questo tipo di trattamento inoltre si può andare incontro ad una contaminazione indotta dal trattamento meccanico stesso sulla superficie del campione. Si nota infatti che particelle dai materiali abrasivi possono rimanere intrappolate all'interno del metallo fino ad una profondità di qualche micron; per questo motivo, é consigliabile, dopo aver eseguito la burattatura, passare ad un processo di attacco chimico. Nel caso del protocollo di CUORE vi saranno vari passaggi di risciacquo prima con RODACLEAN, che é un sapone molto aggressivo prodotto dalla ditta svizzera NGL per il trattamento dei materiali metallici, poi solo in acqua deionizzata. Entrambi i trattamenti sono assistiti da ultrasuoni. In seguito, date le numerose ed accentuate asperità creatisi col processo di burattatura, risulta piú conveniente utilizzare come passaggio intermedio un trattamento elettrochimico, le cui proprietà saranno discusse in seguito.

3.1.2 Trattamento elettrochimico

Riponendo il pezzo da trattare in una soluzione elettrolitica, si può utilizzare la superficie del campione da trattare, a patto ovviamente che sia metallico, come l'anodo di una cella. Applicando quindi un potenziale al sistema si riesce ad ottenere la dissoluzione della superficie del campione, conseguendo allo stesso tempo una rimozione degli eventuali inquinanti.

L'elettropulitura é un processo che richiede un utilizzo della corrente di lavoro accurato. Nel caso in questione, un pezzo di rame elettropulito in un bagno a base di H_3PO_4 , subisce un'azione di livellamento, la quale si deve alla protezione degli avvallamenti da parte di un film viscoso che si forma durante l'elettropulitura, che in tal modo consente l'erosione dei soli picchi esposti.

La figura precedente rappresenta il tipico andamento dell'intensità di corrente in fun-

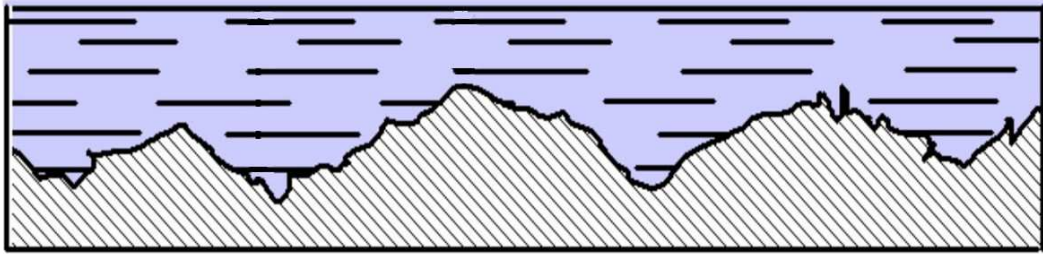


Figura 3.1: Rappresentazione delle microrugosità di una superficie metallica in soluzione elettrolitica

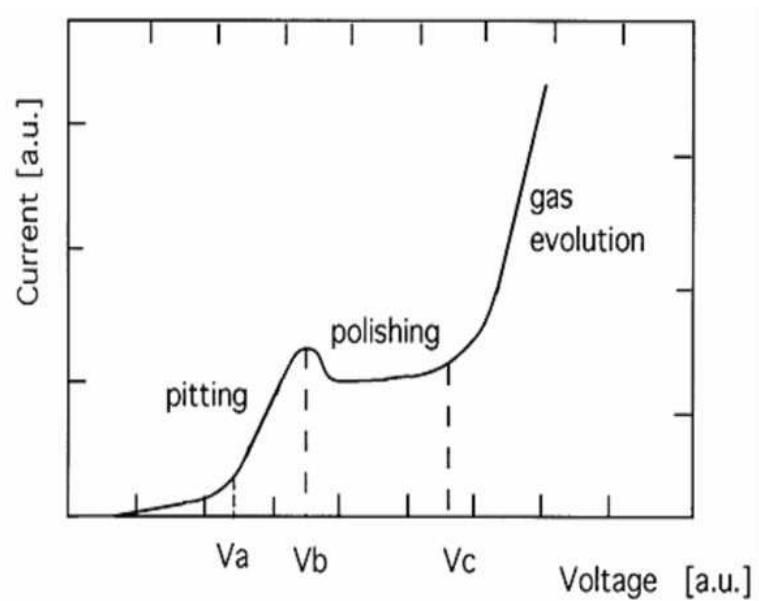


Figura 3.2: Andamento della intensità di corrente in funzione del potenziale per un processo di pulizia del rame in soluzione di acido ortofosforico

zione del potenziale applicato al sistema. Nella figura vengono individuate inoltre tre potenziali significativi. Infatti nelle tre zone individuate da essi avvengono differenti reazioni;

Tra V_a e V_b la corrente aumenta in maniera quasi lineare con il potenziale. Caratteristica di questa fase è la bassa velocità di erosione della superficie. Il processo inoltre è accompagnato dalla formazione di bolle di ossigeno che creano un pitting sulla superficie a causa della loro vicinanza all'anodo. L'effetto di livellamento vero e proprio della superficie avviene tra V_b e V_c ; con tale processo la struttura dei grani viene messa in rilievo. Maggiore è la vicinanza al punto contrassegnato da V_c , maggiore sarà l'effetto di lucidatura ottenibile dal trattamento. Infatti in tale condizione di lavoro si verifica la minima emissione di gas possibile, e ciò consente un maggior effetto del trattamento.

Proseguendo oltre nella scala dei potenziali si nota una crescita notevole nell'emissione del gas da parte dell'anodo. Di conseguenza il fenomeno del pitting si manifesta in maniera ancora più significativa. Se però il potenziale applicato risulta essere molto maggiore di V_c , allora il comportamento cambia, ed il pitting quasi non si manifesta, in quanto le bollicine di ossigeno non hanno il tempo necessario ad attaccarsi alla superficie. Per rendere quindi il processo di elettropulitura il più uniforme possibile, evitando contemporaneamente la possibilità di ricontaminazione, conviene mantenersi nella zona del *plateau* della curva I-V, e cioè tra V_b e V_c . Per avere effettivamente controllo sulla zona di lavoro, bisogna effettuare precise calibrazioni dei parametri da cui dipende, quali:

- la temperatura dell'elettrolita
- la concentrazione degli acidi
- la viscosità
- la turbolenza della soluzione

Di fatto però si nota che i valori della tensione che descrivono il *plateau* non dipendono in maniera sensibile dalla temperatura e dalla concentrazione di acidi; in prima approssimazione quindi il controllo su tali elementi può essere leggermente allentato. La corrente invece è proporzionale alla temperatura, alla concentrazione e alla turbolenza della soluzione, mentre è inversamente proporzionale alla viscosità del film che si viene a creare sulla superficie del campione da trattare.

Un efficace metodo di controllo della reazione consiste nel trovare il minimo della conduttanza differenziale tramite la derivazione numerica della curva di polarizzazione misurata. Difatti il film viscoso ha una densità e resistività elettrica maggiore rispetto alla soluzione elettrolitica, e determinare il minimo della conduttività differenziale della curva I-V, corrispondente al massimo della resistenza del film, significa ottenere i valori di tensione da applicare per porsi nella zona caratterizzata dal *plateau*. Si ottengono quindi le migliori condizioni operative.

3.1.3 Attacco Chimico: SUBU

Come é già stato discusso in precedenza, dopo un trattamento elettrochimico, all'interno del materiale trattato, si possono trovare alcune impurità dovute al processo stesso. Nel caso in cui si volesse avere un grado di pulizia molto elevato, in serie ai trattamenti sopra esposti, é d'uopo sottoporre il campione ad un ulteriore passaggio: l'attacco chimico. Nel caso di CUORE é stata utilizzata una soluzione per il trattamento di campioni di rame denominata SUBU. In generale però, prima di procedere ad un trattamento chimico, é consigliabile effettuare un prelavaggio alcalino (in modo da rimuovere eventuali contaminazioni superficiali dovuti ad olii di lavorazione o grassi), e rimuovere gli ossidi che si potrebbero essere formati durante il processo di fabbricazione.

Anche questo tipo di processo però non é esente da controindicazioni; infatti c'è la possibilità che durante il trattamento venga prodotto idrogeno che potrebbe eventualmente essere assorbito dal metallo che si sta pulendo. Nel caso in cui questo potesse essere un problema per l'impiego del pezzo in trattamento, per rimuovere tale contaminazione, si rende necessario un degassaggio tramite ricottura in alto vuoto. In tal modo tutti gli eventuali contaminanti adsorbiti dalla superficie del pezzo vengono emessi, e tramite il sistema di pompaggio, vengono espulsi dalla camera da vuoto.

Tali trattamenti si possono effettuare sia in fase liquida che in fase di vapore. Nel protocollo di pulizia proposto per l'esperimento CUORE, la soluzione sviluppata per l'attacco chimico si trova in soluzione liquida.

3.1.4 Pulizia tramite plasma in vuoto

I plasmi, data la loro alta reattività, posso essere impiegati nella pulizia delle superfici dei materiali. Tali trattamenti possono essere effettuati equivalentemente con un gas inerte (tipicamente Ar) o tramite un gas di processo. Il primo dei due casi viene chiamato *Ion scrubbing*, e si verifica quando la superficie del materiale da trattare, in contatto con un plasma, sviluppa uno strato, detto *sheat*, che produce un'accelerazione degli ioni verso sé stesso. In generale, tali ioni non posseggono energie abbastanza elevate da indurre danni alla superficie o polverizzazione ionica, detta *sputtering*, ma sufficiente a desorbire gli eventuali contaminanti presenti. Ovviamente, l'energia che acquisiscono gli ioni é proporzionale alla differenza di potenziale presente nello *sheat*: tali potenziali posso variare da pochi V (in tal caso si parla di plasmi freddi) a diverse decine di V (plasmi caldi). Ovviamente gli ioni non sono gli unici ad essere sottoposti a questo tipo di accelerazione; infatti anche altre specie posso partecipare al bombardamento della superficie; tali componenti aggiuntivi posso essere delle specie eccitate, specie termiche o fotoni ad alta energia (UV o raggi X) che rilasciano la loro energia collidendo con la superficie.

L'obbiettivo di questo tipo di trattamento prevede la pulizia e l'etching del materiale tramite gli ioni di un plasma inerte, i quali, reagendo con un gas di processo, si dissociano per l'energia intrinseca fornita dal plasma, creando così specie reattive che reagiscono con le contaminazioni di superficie.

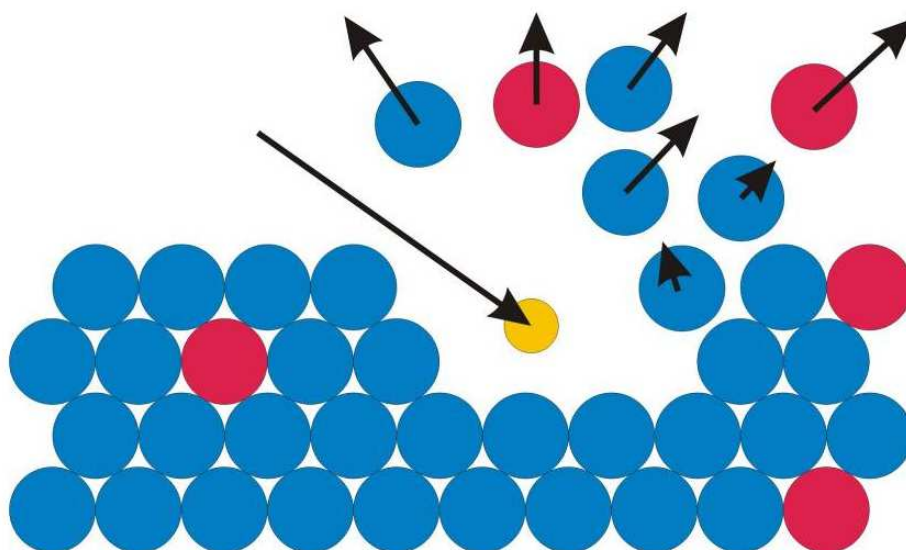


Figura 3.3: schema dell'interazione di uno ione di Ar (in giallo) il quale colpisce lo strato di rame (in blu) nel quale vi sono impurità (identificate in rosso). L'energia cinetica dello ione viene trasferita al reticolo cristallino, che viene parzialmente polverizzato. Tale processo è detto *sputtering*

Solitamente vengono impiegati per la rimozione di contaminanti superficiali di tipo idrocarburi gas quali O_2 o H_2 , mentre per impurezze che richiedono trattamenti più aggressivi si usano composti del F (SF_6 , CF_4 , CHF_6 , C_2F_6 , C_3F_8) o del Cl (HCl , CCl_4 , BCl_3) sovente in miscela con O_2 per promuoverne la dissociazione. Le tecniche di pulizia e etching in plasma sono specifiche, e possono essere usate per rimuovere selettivamente l'ossido dalla superficie e poi avere un basso tasso di erosione del materiale del substrato. Nel caso del rame, con gas clorurati, si forma cloruro di rame ($CuCl_2$) residuo, il quale può essere volatilizzato per trattamento termico sopra i 200° .

Tecnica opposta alle tecniche di plasma etching con gas reattivi è il cosiddetto *sputter cleaning*, il quale coinvolge prevalentemente processi fisici anziché chimici per ottenere l'ablazione degli strati contaminati del campione. Tale processo è ben illustrato in figura 3.3. Tale tecnica possiede numerosi vantaggi, in quanto non pone limitazioni sui tipi di materiali da trattare e riesce ad affrontare qualunque tipo di contaminante, anche se alcune contaminazioni superficiali possono essere comunque molto complicate da rimuovere a causa della loro forma. Tale tecnica però, presenta anche uno svantaggio: c'è infatti l'eventualità che la superficie di alcuni materiali a bassa conducibilità termica o elettrica venga danneggiata.

Chiaramente il gas può venire incorporato dalla superficie durante il bombardamento, ma viene rilasciato successivamente tramite riscaldamento.

3.2 Esperimenti precedenti a CUORE: CUORICINO

Prima dell'inizio dell'esperimento CUORE, al fine di valutarne la fattibilità e le eventuali problematiche, è stato proposto un altro esperimento che ne facesse da precursore; tale esperimento fu chiamato CUORICINO. Esso fu installato ai LNGS durante il 2002 e fu reso operativo nel gennaio del 2003: esso consiste in una singola torre di 13 piani contenente 62 cristalli di TeO_2 , di cui 44 sono cubi di lato 5 cm (identici a quelli di CUORE) ed i rimanenti hanno dimensioni di $3 \times 3 \times 6 cm^3$ (unica differenza sostanziale nella struttura rispetto a CUORE).

Per quanto riguarda il protocollo di ultra-pulizia delle varie componentistiche, mentre CUORE comprende una serie di trattamenti rispettivamente prima con la burattatura, poi con attacchi elettrochimico e chimico, per poi concludere con il plasma sottovuoto, per CUORICINO la procedura era limitata a una tumbleratura seguita da un attacco chimico.

Scopo finale di questo esperimento era fornire risultati concernenti le performance della torre bolometrica e il livello e l'origine del background nell'azona energetica di interesse (2530 keV). Purtroppo non è stata trovata alcuna prova sperimentale del picco in questione; è stata usata una procedura di massima verosimiglianza per stabilire il massimo numero di eventi $0\nu\beta\beta$ compatibili con il fondo misurato, ed è stata osservata una leggera dipendenza dalla funzione di fondo utilizzata, dalla posizione del picco, e dalla forma dello stesso. Se presente, il picco a 2530 keV dovrebbe apparire nello spettro di *anticoincidenza* (dove un solo rivelatore è interessato dall'evento in una finestra temporale di 50 ms, l'efficienza con cui due elettroni sono completamente contenuti in un cristallo di lato 5 cm è dell'86%). La possibilità di effettuare misure in anticoincidenza è resa possibile grazie all'indipendenza della catena di lettura, trigger e acquisizione dei singoli rivelatori e permette una riduzione del fondo nella finestra energetica del Q-valore. Mentre per CUORICINO tale tecnica non è così rilevante, per CUORE essa assumerà un valore fondamentale, vista la maggiore massa coinvolta e la sua maggiore granulosità. Il fondo ottenuto da CUORICINO è pari a $10^{-2} counts \cdot keV^{-1} \cdot kg^{-1} \cdot y^{-1}$, quindi l'obiettivo di CUORE è quello di spingersi al di sotto di esso, ottenendo così una sensibilità sulla massa del neutrino di Majorana dell'ordine di 50 meV.

Il metodo per ottenere un così netto miglioramento nell'efficienza di rivelazione passerà prevalentemente per l'ottimizzazione dei processi di ultra-pulizia coinvolti. Per quanto riguarda infatti la contaminazione delle componentistiche, per CUORE, l'obiettivo è quello di ottenerne una riduzione del 90%, grazie all'utilizzo di un numero maggiore di processi, di gradi di pulizia sempre crescente.

3.3 LA-ICP-MS

Il problema che si poneva quindi era quello di riuscire a calcolare il livello di contaminazione dei campioni da trattare. Per far ciò si è utilizzato un LA-ICP-MS (Laser Ablation Inductively Coupled Plasma Mass Spectroscopy), di fatto uno spettrometro di massa in cui l'erosione del campione avviene tramite un laser e le singole specie ionizzate per mezzo di

una torcia al plasma. Tale tecnica é stata scelta per la sua capacità di distinguere ogni isotopo della tavola periodica, per la capacità di rilevare ultratraccie (ppt) di contaminanti e per la sua relativa pulizia.

3.3.1 Principi di funzionamento

Come si é già accennato tale tecnica di analisi comporta la polverizzazione del campione e la sua successiva ionizzazione mediante ICP. Dopo quest'ultimo passaggio, le specie vengono analizzate da uno spettrometro di massa (MS). Mentre di solito si nebulizzano campioni in fase liquida, in questo caso si é utilizzato un laser (LA) per ottenere una atomizzazione dei campioni solidi. Ogni colpo di laser erode circa $100 \mu m$ di rame, e procedendo su una specifica area risulta possibile il tracciamento di un profilo di profondità.

Nel complesso ogni IPC-MS é costituito da diversi componenti tra cui l'IC, un sistema di introduzione dei campioni, uno spettrometro di massa con relativo rivelatore e un sistema di acquisizione dati.

3.3.2 Struttura dell'LA-ICP-MS

Camera di Ablazione: L'ablazione tramite laser consiste nel focalizzare il laser sul campione in modo da rompere il reticolo cristallino in quello specifico punto ed ottenere una polverizzazione di parte del materiale, che sarà successivamente immerso in un flusso di Ar che lo trasporterá al plasma per effettuare l'atomizzazione e la ionizzazione.

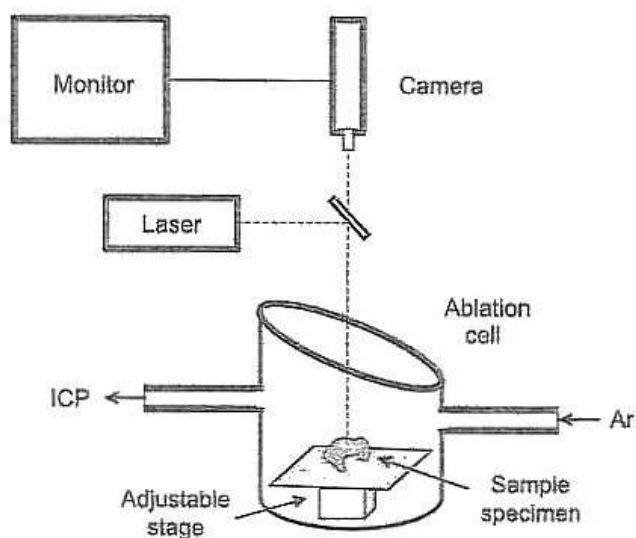


FIGURE 5.23 Laser ablation device.

Figura 3.4: Schema della camera di ablazione e del sistema di acquisizione delle immagini

La torcia al plasma: La torcia é lo strumento che genera il plasma induttivamente accoppiato (ICP), ossia accesso accoppiando l'energia di campo elettromagnetico RF (700-

1000 Watt) generato da una bobina di induzione magnetica (*load coil*) alimentata da corrente elettrica, con il flusso del gas che si vuole utilizzare. Mediamente questa struttura é composta da tre tubi di quarzo concentrici; Il tubo centrale porta l'aerosol da ionizzare, quello intermedio il flusso di Argon atto ad alimentare la fiamma, mentre quello piú esterno trasporta l'Argon per il raffreddamento, in modo da evitare la fusione delle pareti, rendendo in aggiunta il plasma di forma toroidale. Gli elettroni liberi che si vengono a creare interagiscono con il campo magnetico e subiscono delle accelerazioni in direzione variabile in funzione della variazione di frequenza; questi e^- , collidendo con atomi di argon, producono una ulteriore ionizzazione, aumentando il numero di ioni Ar^+ ed elettroni stessi: si raggiungerá l'equilibrio quando il numero di elettroni prodotti per ionizzazione sará controbilanciato dal numero di elettroni che si combinano con gli ioni positivi di Argon. Questa tipologia di plasma puó raggiungere temperature tra i 6000 ed i 10000 °K.

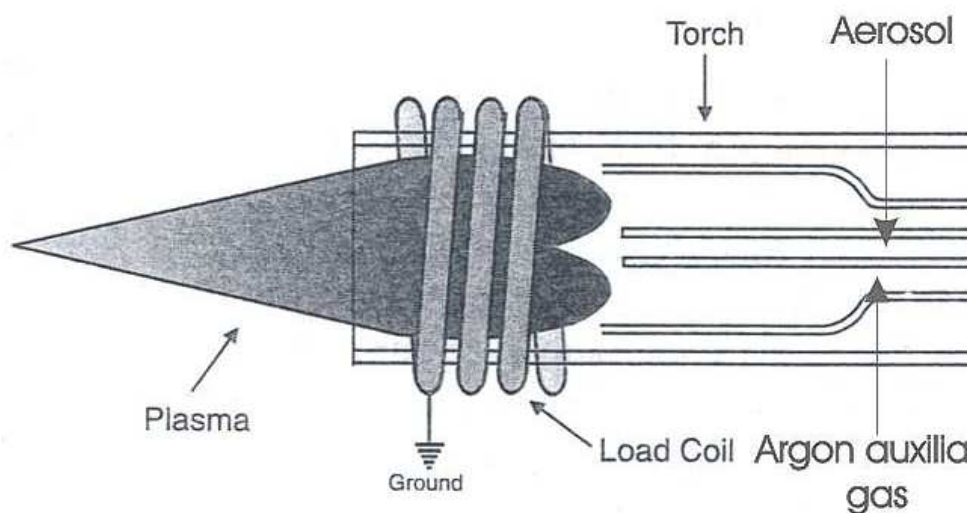


Figura 3.5: Schema della torcia ICP descritta in precedenza; si notino i tre tubi concentrici.

Ottiche di collimazione: Una volta superata l'interfaccia, il fascio subisce un'accelerazione dovuta ad un elettrodo di estrazione, e viene collimato tramite una serie di lenti elettrostatiche cilindriche, capaci di modificare la collimazione attraverso la regolamentazione del potenziale.

Filtro di massa e rivelatore: Lo strumento preso in esame in questo lavoro é costituito in aggiunta da un filtro di massa a quadrupolo, che consiste in quattro barre metalliche lavorate ad alta precisione poste in configurazione simmetrica parallele l'una rispetto alle altre. La posizione dev'essere verificata con grande cura; lo spazio tra le barre é allineato concentrico con il raggio ionico collimato dalle lenti cilindriche. La sua funzione é quella

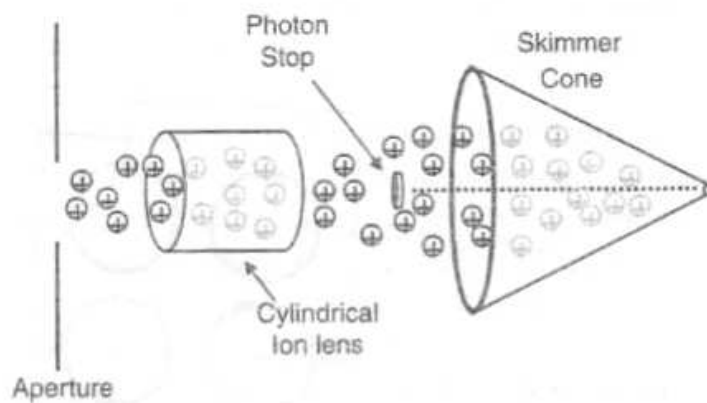


Figura 3.6: Schema del sistema delle ottiche di collimazione.

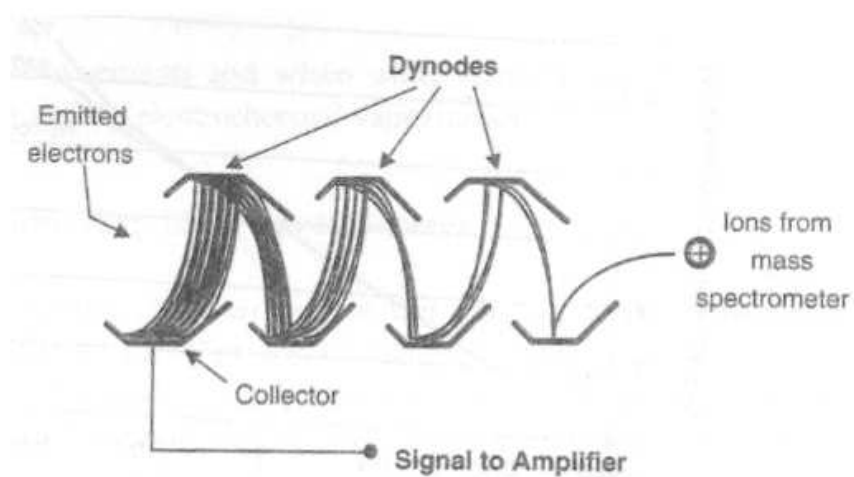


Figura 3.7: Moltiplicatore di elettroni a dinodi discreti.

di *selezionare* gli ioni ideali; infatti vengono trasmessi solo gli ioni con un preciso valore del rapporto m/z .

Rivelatore a dinodi discreti: Si tratta di una serie di piastre disposte come in figura 3.7. Ogni piastra é ricoperta da uno strato sottile di ossido, a cui é applicato un potenziale crescente, in modo che l'elettrone emesso dalla collisione venga accelerato verso la piastra successiva.

3.4 Sperimentazioni precedenti a questo lavoro di tesi

Durante il lavoro di tesi svolto precedentemente su campioni di rame si é cercato di misurare tramite l'utilizzo dell'LA-ICP-MS il volume del rame eroso dopo il trattamento di ablazione laser. L'idea era di eseguire una serie di fori sulla superficie del pezzo da analizzare. Ogni buco era generato da un numero crescente di spot di laser. Le serie effettuate erano 5 come ben raffigurate dalla prossima figura.

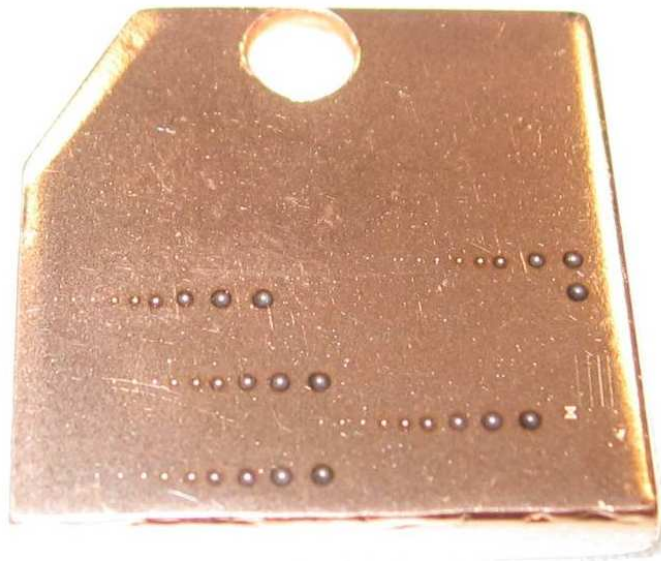


Figura 3.8: Figura che rappresenta le serie di fori effettuati con LA-ICP-MS

Tramite l'analisi delle foto effettuate al SEM si può stabilire il comportamento del materiale sotto stimolo laser. Riportiamo di seguito alcune fotografie dei campioni trattati con tale procedimento. Vengono riportati i numeri di spot, l'energia media del laser e la

profondità misurata. Da notare la disomogeneità spaziale del laser che si manifesta nella forma del foro, che altrimenti avrebbe dovuto essere cilindrico.

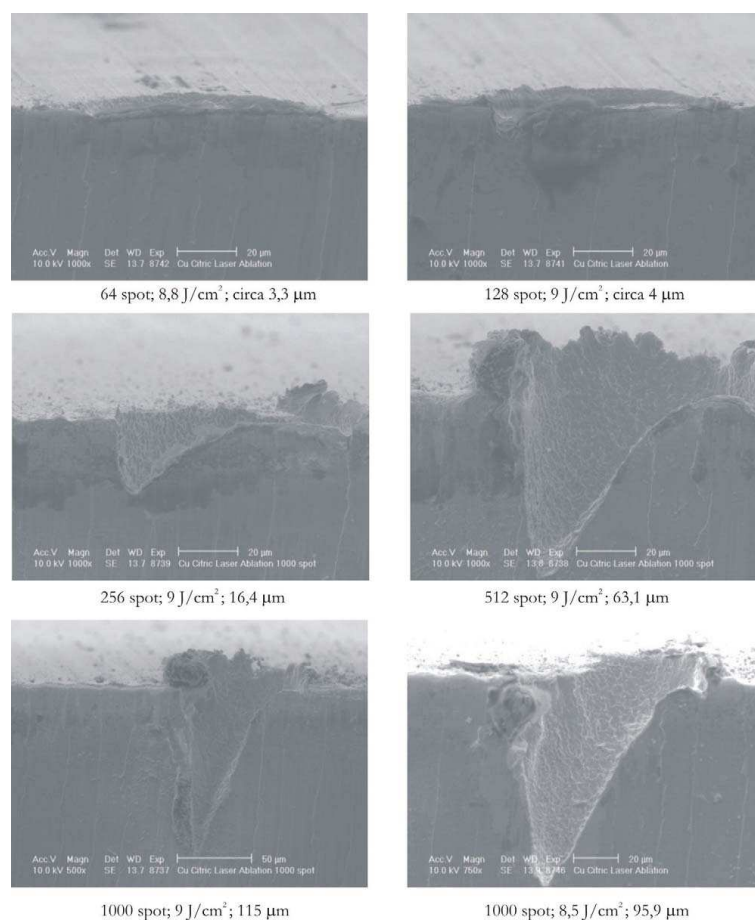


Figura 3.9: Schema della camera di ablazione e del sistema di acquisizione delle immagini

Il calcolo del volume è stato effettuato misurando sulle immagini, con un nonio, le dimensioni dei fori, dopodiché, supponendoli di forma conica, ne si è ricavato il volume usando banalmente la formula. Data la difficoltà di stima del materiale ridepositato nei dintorni del cratere, tale componente è stata trascurata. Da notare la significativa differenza tra le ultime due immagini: a parità di spot, infatti, ma con una sola differenza nell'energia pari a $0,5 \text{ J/cm}^2$, si ha una riduzione notevole del materiale di riporto ai bordi del foro, facilitando così la stima del volume tramite metodi puramente geometrici. Calcolando accuratamente il volume del materiale eroso, è possibile risalire al calcolo degli atomi di interesse erosi, nel nostro caso atomi di CuAr. Infatti il problema dell'analisi dei dati consisteva nel trovare un elemento o composto plausibile di confronto con i segnali del Torio e dell'Uranio. Scegliendo infatti il segnale puro del rame si otteneva una saturazione del rivelatore digitale. Si è quindi pensato di usare proprio il CuAr, composto che si viene a creare all'interno della torcia, il cui segnale è proporzionale al segnale del rame stesso, che però non crea saturazione del rivelatore. Riporto di seguito il grafico degli spettri ottenuti con LA-ICP-MS ove risulta evidente la differenza tra i picchi del torio e dell'uranio rispetto

al composto di rame-argon.

Inoltre risulta evidente come la maggior parte dei conteggi riguardanti il torio fosse presente nei primissimi strati di materiale, mentre per l'uranio si ha anche una contaminazione maggiormente di bulk.

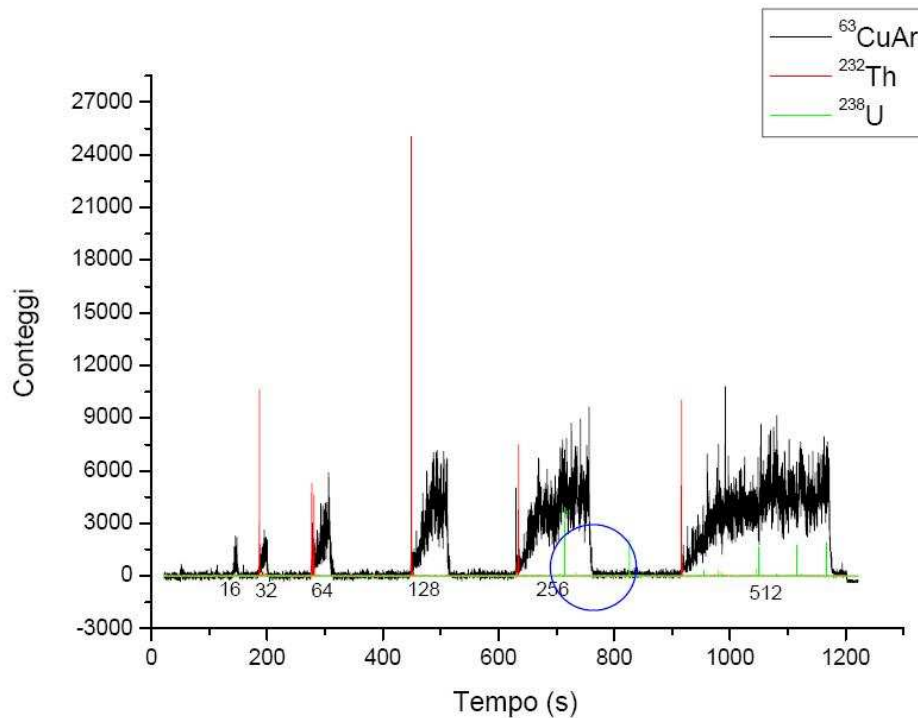


Figura 3.10: Spettro ricavato dall'analisi con LA-ICP-MS. Si nota la grande differenza di conteggi ed una certa distribuzione spaziale dei contaminanti

3.5 Dati in nostro possesso

Durante la fase di analisi precedentemente svolte, sono stati messi a confronto diversi metodi di pulizia, al fine di ottenere una relazione della contaminazione residua in dipendenza della tipologia di trattamento e dello spessore di materiale eroso. Per poter utilizzare i dati ottenuti in passato è stato necessario riefettuare tutta l'analisi statistica dei risultati, in quanto gli errori sulle misure risultavano completamente errati. Di fatti in precedenza l'errore era consistito nel fatto che, dato che si era proceduto ad una rinormalizzazione dei conteggi dell'uranio e del torio rispetto a quelli di CuAr, per calcolare l'errore sulla misura era stato effettuata la radice quadrata dei conteggi normalizzati, i quali, essendo dell'ordine di 10^{-4} , una volta subita la radice subivano un incremento di due ordini di grandezza. Di conseguenza l'errore rimaneva di molto maggiore della misura.

Dal grafico si nota abbastanza chiaramente come le contaminazioni, in questo caso di

torio, diminiscano al crescere dello spessore eroso. Si può quindi dire che maggiore sarà lo strato di materiale rimosso maggiore sarà di conseguenza la rimozione di contaminanti.

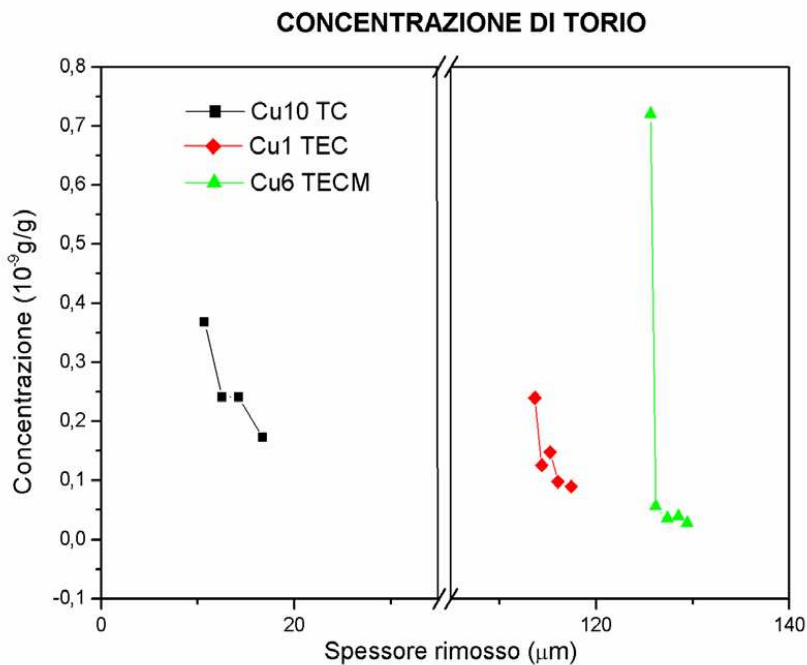


Figura 3.11: Grafico delle concentrazioni di Torio in relazione allo spessore eroso. Si nota come le contaminazioni siano molto rilevanti principalmente nei primissimi strati di materiali erosi, per poi diminuire sensibilmente.

Di conseguenza sembra avere una certa validità l'ipotesi che sostiene la necessità di trovare uno spessore ottimale di erosione in modo da rendere ancora più bassa la contaminazione residua nei campioni trattati.

I grafici 3.12 mostrano abbastanza chiaramente come l'adamento sia strettamente correlato al tipo di trattamento. Con le sigle vengono indicati i seguenti trattamenti

- T : processo di burattatura
- C : attacco chimico con SUBU per la durata di 5 minuti
- C' : attacco chimico con SUBU per la durata di 20 minuti
- E : processo elettrochimico
- M : trattamento col plasma in ultra-alto-vuoto
- PA : trattamento col plasma atmosferico (il numero seguente indica i minuti di trattamento)

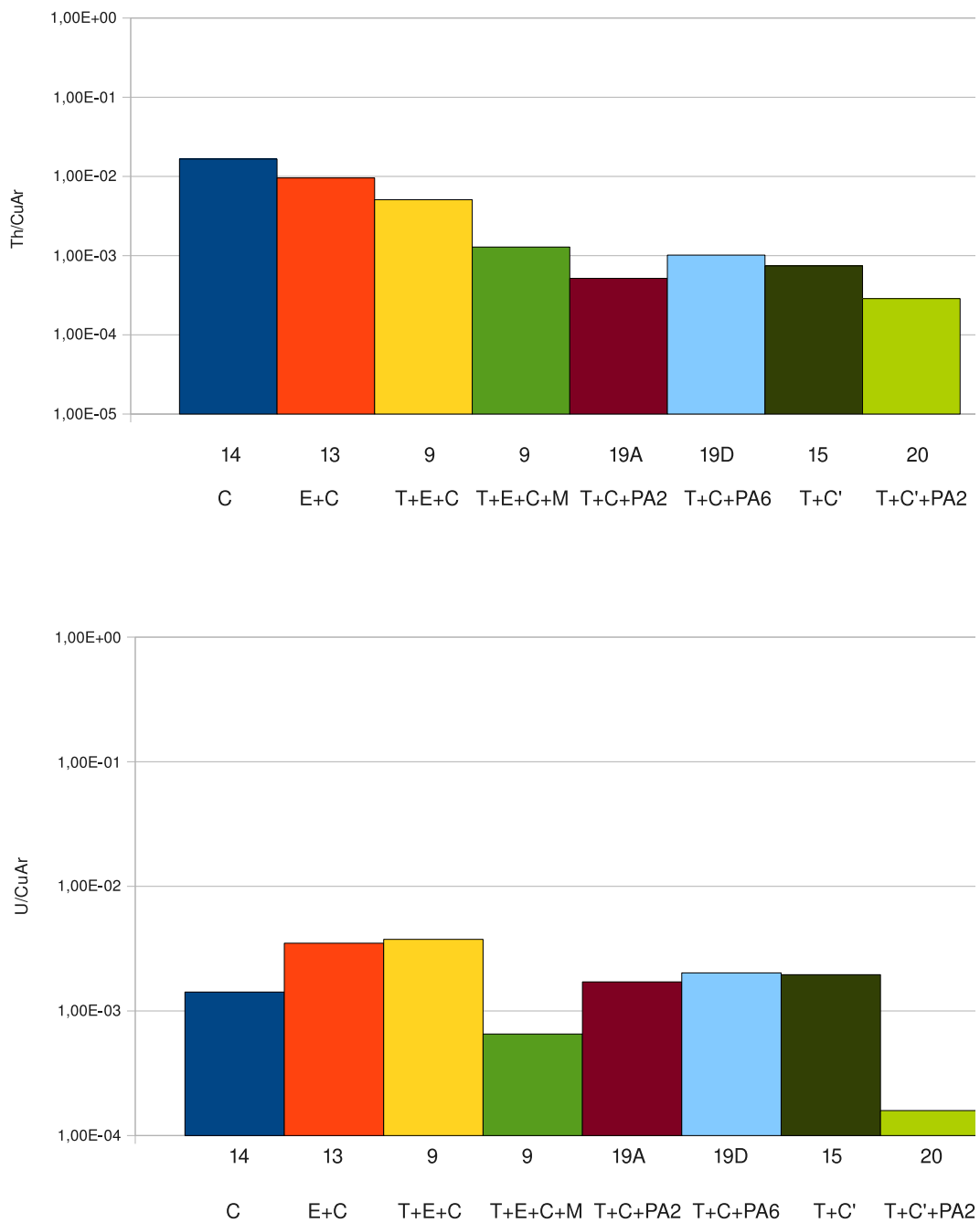


Figura 3.12: Grafici che presentano il confronto tra diverse metodologie di pulizia riguardo alla contaminazione di Torio e Uranio residua. In asse y viene riportato il rapporto Th/CuAr e U/CuAr rispettivamente

È importante notare come i campioni che hanno subito trattamento di T+C'+PA2 ottengano risultati migliori dei campioni 9 che hanno subito il protocollo di pulizia stabilito per CUORE. Sarebbe quindi ipoteticamente produttivo applicare il plasma atmosferico piuttosto che il protocollo CUORE. Ciò creerebbe anche un vantaggio di tempi oltre che di costi.

Per quanto riguarda l'uranio invece sembra molto migliore l'ultimo trattamento effettuato col plasma atmosferico. Il campione trattato con protocollo CUORE risulta essere quello più vicino al migliore risultato ottenuto. Sarebbe d'uopo un approfondimento quindi dei possibili vantaggi che il plasma atmosferico può apportare ai processi di ultrapulizia.

Nei grafici seguenti con la dicitura *Interno* ed *Esterno* si intende indicare la porzione di campione dai quali si sono ricavati i conteggi per i vari contaminanti. Ricordando che per ogni porzione di campione si sono effettuate diverse serie di ablazioni, i risultati riportati rappresentano una media dei conteggi totali ottenuti. Da questi ultimi sembra che, analizzando la figura 3.13 per il torio, si abbia un abbassamento della contaminazione soprattutto nella parte interna del campione, la quale diventa maggiore se al processo chimico si aggiunge a monte un trattamento elettrochimico. Per quanto riguarda l'uranio invece questo andamento non sembra così evidente. In effetti si nota un insolito aumento di contaminazione nel campione 13A. Ciò potrebbe essere spiegato dalla maggiore presenza di contaminazione di bulk per l'uranio, e quindi per essere rimosso ha bisogno di un trattamento più lungo.

Per quanto riguarda invece la figura 3.14 si può notare come, per il torio, mediamente, la contaminazione si riduca notevolmente con la sola aggiunta del plasma in vuoto. Infatti nei campioni 9G, 9I e 9L le concentrazioni si vanno progressivamente abbassando sia per quanto riguarda la fascia interna che quella esterna del campione. Questo vale anche per l'uranio, anche se qui si presenta l'anomalia del picco della fascia interna del secondo campione. Il protocollo CUORE sembra comunque essere un valido metodo di rimozione dei contaminanti.

In conclusione, anche se il protocollo CUORE sembra essere un valido metodo per la rimozione dei contaminanti, rimane evidente, soprattutto dal grafico 3.12, che altre strade posso essere intraprese per ottenere tale fine, ed in questo caso lo sviluppo di una sorgente al plasma atmosferico potrebbe rivelarsi una delle più economiche.

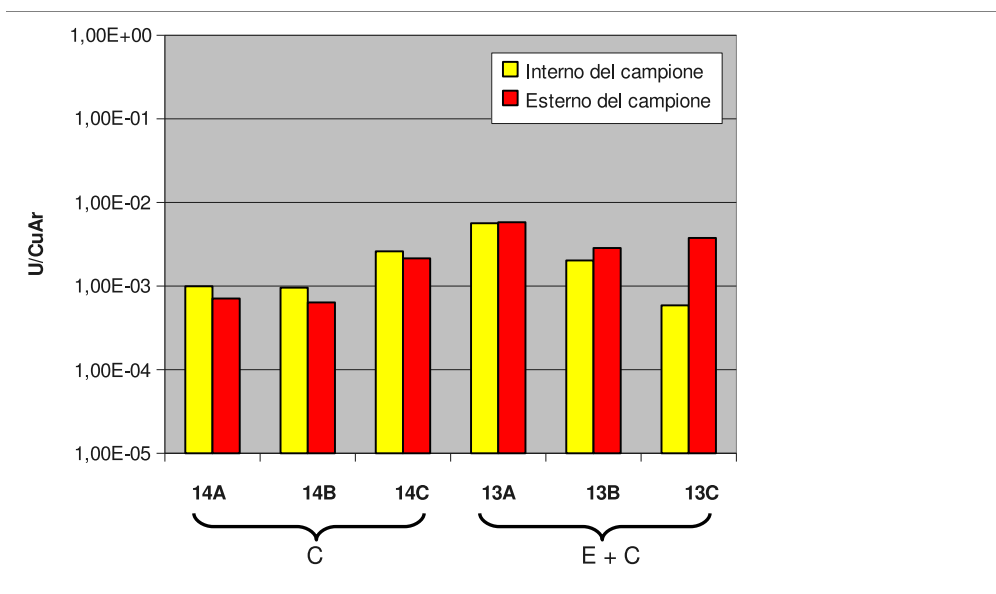
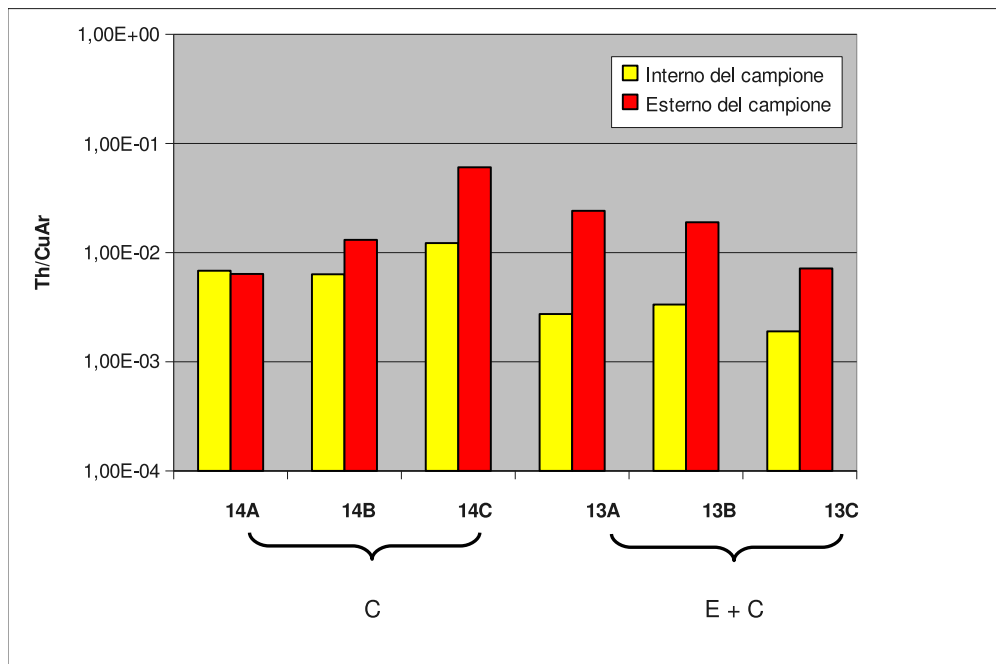


Figura 3.13: Confronto tra i trattamenti 14 (C) e 13 (E + C)

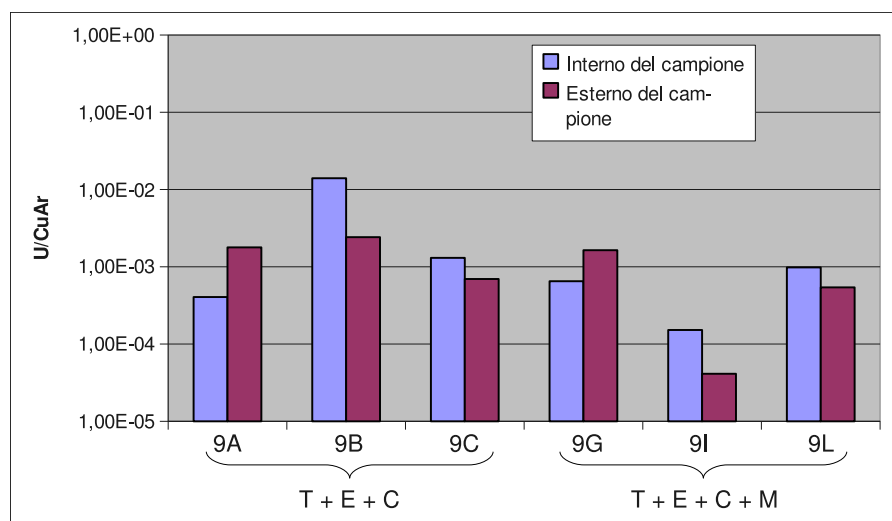
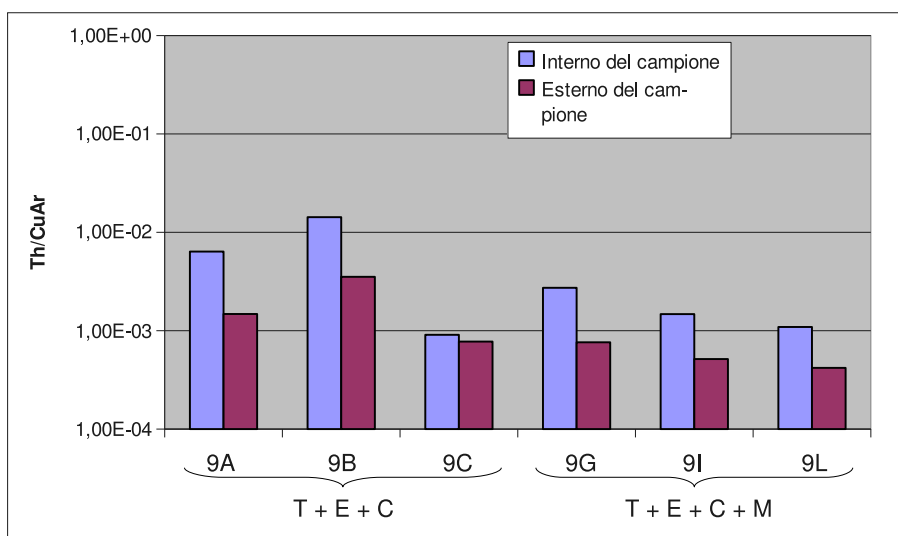


Figura 3.14: Confronto tra trattamenti 9A-B-C (T+E+C) ed 9G-I-L(T+E+C+M)

Capitolo 4

Limiti attuali di contaminazione

I limiti fino ad ora raggiunti con gli esperimenti CUORICINO e MiDBD non sono abbastanza bassi per garantire il successo di CUORE. Con i protocolli di pulizia aggiornati e migliorati, l'obbiettivo é quello di ottenere una misura del background inferiore a $10^{-2} \text{counts} \cdot \text{keV}^{-1} \cdot \text{kg}^{-1} \cdot \text{y}^{-1}$.

Ovviamente, per ottenere un risultato ottimanale nel trattamento delle superfici, sarebbe preferibile conoscere sia la composizione del contaminante da rimuovere, sia la sua posizione all'interno del cristallo da trattare. Infatti a tal proposito si potrebbero applicare diversi tipi di pulizie che sono piú o meno efficaci a seconda di cosa ci interessa andare a togliere. Siccome per questi esperimenti la posizione dei contaminanti all'interno del campione risulta ignota, si é pensato di stabilire un limite di erosione del pezzo da trattare. Con tale sistema, si ritiene che buona parte dei contaminanti presenti dovranno essere rimossi insieme al materiale del campione eroso. Lo spessore dello strato da rimuovere é stato quindi definito intorno ai $100 \mu\text{m}$, in modo tale da essere sicuri da rimuovere gran parte delle contaminazioni superficiali.

In effetti cosí é stato verificato dagli esperimenti e dalle analisi successive. Unico vero inconveniente consiste in una parziale ricontaminazione della superficie trattata, almeno per quanto riguarda il Th. Infatti si nota che il numero di conteggi della quantità di Th presente sul campione all'inizio della misura é decisamente maggiore dell'ultima misura effettuata in precedenza, salvo poi calare drasticamente come un'esponenziale. Ciò puó essere un buon esempio dell'influenza dell'eventuale ricontaminazione che si viene a creare in seguito al trattamento delle superfici. Inoltre tutto ciò é maggiormente influente nel caso il materiale trattato sia di tipo metallico puro; infatti i metalli puri sono la tipologia di materiale piú reattiva subito dopo aver subito un drastico trattamento superficiale. Per quanto riguarda quindi tutte le componentistiche in rame dell'esperimento CUORE, lo stoccaggio per lunghi periodi di tempo puó assumere rilevanza fondamentale, in quanto un'eventuale ricontaminazione superficiale massiccia potrebbe vanificare tutti i protocolli seguiti per i trattamenti di diminuzione dei contaminanti, e rendere quindi impossibile la rivelazione di un evento cosí raro come il $0\nu\beta\beta$.

4.1 Applicazioni Plasmi Atmosferici

In tal ambito del trattamento superficiale si pone l'impiego eventuale dei plasmi atmosferici. Infatti in letteratura sono presenti numerose applicazioni per la decontaminazione di diversi materiali.

Innanzitutto i plasmi atmosferici vengono prevalentemente usati per trattare gas che altrimenti sarebbero molto nocivi per la salute; di fatti questi plasmi possono andare a diminuire la concentrazione di:

- composti volatili organici (VOC): monossido di carbonio, i clorofluorocarburi (CFC), gli idrofluorocarburi (HFC), gli idrofluorocarburi (HCFC), etc.
- composti inorganici: ossidi di azoto (NO_x), diossido di zolfo (SO_2), etc

Questi inquinanti tossici derivano dai gas di scarico dei motori, dalle aziende chimiche (solventi, vernici e coloranti), dall'industria petrolchimica, e venendo immessi nell'atmosfera causano gravi problemi all'ambiente, quali il consumo dello strato di ozono, l'effetto serra, lo smog (misto di particelle in sospensione ed ozono derivante dalla reazione tra NO_x e VOC sotto irradiazione UV). Lo sfruttamento dei plasmi atmosferici quindi, sta avendo sempre maggior successo, dovuto anche al fatto che essi godono di un'ottima reattività. In generale il principio di funzionamento è il seguente: le molecole tossiche del gas da trattare vengono decomposte dalle collisioni con le specie energetiche del plasma. Tale scomposizione dà il via alla ricombinazione dei radicali liberi in molecole inoffensive. Fino ad ora sono stati ottenuti notevoli risultati, anche se il metodo di utilizzo dei plasmi dev'essere ancora ottimizzato al meglio. In questo caso il punto da migliorare sembra essere il processo di immissione del gas, poiché deve massimizzare il tempo di esposizione al plasma del gas da trattare, in modo che il maggior numero possibile di molecole tossiche venga distrutto.

Per quanto riguarda il trattamento dei materiali l'applicazione dei plasmi atmosferici può essere fondamentalmente divisa in due grandi categorie:

- trattamenti di superficie
- trattamenti di bulk dei materiali

4.1.1 Trattamenti di superficie: cleaning

La pulizia della superficie consiste nella rimozione dei contaminanti sulla superficie per ottenere il successivo strato di materiale decontaminato. In questo caso i plasmi adoperati lavorano a basse temperature, il che permette il trattamento anche di materiali passibili di deterioramento, come ad esempio il PET. Pur non essendo state granché indagate queste tipologie di plasmi, sembra essere chiara la dipendenza del grado di pulizia dalla tipologia della sorgente di plasma e quindi dalla densità di specie metastabili. Queste infatti, sembrano giocare un ruolo primario nel processo di distruzione degli inquinanti, mentre la temperatura di processo sembra essere meno importante, anzi quasi trascurabile.

4.1.2 Trattamenti di superficie: etching

In questo caso tale trattamento consiste nella rimozione del materiale dalla superficie del campione in modo da rimuovere contemporaneamente anche i contaminanti eventualmente presenti.

Excitation	Source	Plasma	Substrate	Etching Ratio	Observations
Low Frequency	DBD	He/O ₂	Organic	0,2 μmin^{-1}	Not Uniform Etching
			Materials		
Radio Frequency	APPJ	He/O ₂	Kapton	8 μmin^{-1}	Chemical process: influence of oxigen
			SiO ₂		
			W		
			Ta		
	Cold Plasma Torch	He/CF ₄	Si	0,3 μmin^{-1}	Emission intensity of F is related to etching rate of Si

Tabella 4.1: Tabella riassuntiva dei tassi di etching per diversi tipi di plasma

Il tasso di etching dipende da diversi parametri quali:

- la composizione del plasma (specie reattive)
- la natura del substrato
- le condizioni di lavoro (potenza, flusso di gas, posizione del substrato)

Generalmente per questi tipi di trattamenti si usa l'elio per stabilizzare la scarica; le specie metastabili energetiche aumentano l'efficienza di etching, e giocano un ruolo essenziale nei fenomeni di eccitazione, ionizzazione e dissociazione.

4.1.3 Trattamenti di superficie: Attivazione della superficie

È un processo per il quale si cerca di impiantare le specie attive del plasma sulla superficie del materiale da trattare, in modo da modificarne opportunamente le caratteristiche variando la sua energia superficiale.

L'efficienza di trattamento può essere caratterizzato da due metodi:

- la misura dell'angolo di contatto θ tra la superficie ed una goccia di acqua: con $\theta < 90^\circ$ significa che la superficie è idrofila, mentre per $\theta > 90^\circ$ la superficie è idrofobica

- la valutazione dell'energia di superficie tramite particolari inchiostri speciali

Inoltre, l'analisi delle superfici trattate può legare l'evoluzione della energia di superficie alla composizione della stessa ed ai legami chimici.

Come già accennato prima, anche in questo caso tali trattamenti posso essere applicati anche a materiali particolarmente degradabili con il calore (come i polimeri). Inoltre l'attivazione della superficie rimane stabile per un tempo abbastanza lungo, il che permette uno stoccaggio abbastanza sicuro dei campioni.

4.1.4 Trattamenti di bulk

Queste tipologie di trattamenti si avvalgono dell'utilizzo delle alte temperature che sono prodotte dei plasmi atmosferici in equilibrio termico. Tra queste particolari sorgenti ricordiamo per esempio i plasmi ad arco o quelli indotti da micro-onde. I primi sono già abbondantemente sviluppati e trovano larghe applicazioni anche in scala industriale, mentre i secondi sono ancora in fase di pieno sviluppo da parte di numerosi laboratori. Le principali applicazioni sono:

- trattamento di polveri sottili: richiedono alte temperature ($T > 1500K$) e una alta reattività del plasma
- trattamento di rifiuti tossici: necessità di alte temperature in modo tale da indurre una veloce e completa pirolisi dei composti organici pericolosi. I materiali inorganici sono fusi e vetrificati, con una conseguente diminuzione dei volumi ed una passivazione dei rifiuti.
- lavorazione dei materiali: anche qui si necessita di alte temperature per cui si impiegano prevalentemente plasmi ad arco o indotti da micro-onde. Vengono utilizzati nella fusione e nel taglio utilizzando come gas di lavoro Ar o He per evitare contaminazioni impreviste
- metallurgia: in questo caso le temperature sono ancora più elevate per cui solo plasmi ad arco ad alta potenza vengono utilizzati. Si utilizzano per la metallurgia estrattiva, per la fusione e la purificazione dei metalli, etc.

Data quindi la grande adattabilità degli impieghi possibili per i vari tipi di sorgenti al plasma atmosferico, l'utilizzo di una torcia al plasma potrebbe essere pensato come implementazione del protocollo di pulizia dell'esperimento CUORE. Infatti, data la sua praticità, la sua economicità, e il suo semplice utilizzo, una torcia di tal fattura (specialmente se indotta da micro-onde) potrebbe essere un valido strumento per una eventuale pulizia superficiale per evitare possibili ricontaminazioni di superfici. Come infatti è già stato accennato i materiali ultrapuliti, soprattutto se metallici, sono molto reattivi, ed uno stoccaggio per lunghi periodi di tempo potrebbe portare ad una ricontaminazione non indifferente. A tal fine sono quindi stati svolti esperimenti su diversi campioni che

erano già stati trattati seguendo il protocollo di CUORE e che erano risultati contaminati dopo le misure effettuate a milano, facendo in modo che il trattamento con il plasma atmosferico adasse ad agire per ultimo sulla superficie. Se quindi i risultati fossero confortanti, si potrebbe prevedere la presenza di una semplice torcia al plasma in configurazione semi-metallic torch al tavolo di montaggio dell'esperimento, in modo da poter trattare rapidamente e comodamente i pezzi da montare.

Parte Seconda

Capitolo 5

Teoria dei Plasmi

5.1 Plasmi in Local Thermodynamic Equilibrium (LTE) o non in equilibrio (non-LTE)

Il Plasma é un gas elettricamente conduttivo composto da particelle cariche. In generale si ottiene fornendo energia ad un gas neutro dando cosí inizio alla ionizzazione dello stesso. Le particelle cariche si liberano quando elettroni con sufficiente energia si trovano a collidere con gli atomi e le particelle neutre del carrier gas. Questi ed altri processi collisionali verranno trattati in seguito nei successivi capitoli. A seconda quindi della quantitá di energia trasferita, le caratteristiche del plasma cambiano in termini di densitá elettronica e temperatura. Le due grandi categorie di plasmi da prendere in considerazione sono quindi:

- Plasmi in equilibrio termodinamico locale (LTE)
- Plasmi non in equilibrio termodinamico locale (non-LTE)

I primi richiedono che le transizioni e le reazioni chimiche siano governate dalle collisioni e non dai processi radiativi. Inoltre i processi collisionali devono essere micro-reversibili. Ció vuol dire che ogni processo deve essere in equilibrio col suo inverso (eccitazione/diseccitazione; ionizzazione/ricombinazione). Inoltre per i LTE, i gradienti locali delle proprietá del plasma devono essere bassi abbastanza da lasciare che le particelle libere del plasma raggiungano l'equilibrio: il tempo di diffusione deve essere simile o maggiore del tempo necessario alla particella per raggiungere l'equilibrio. Quando quindi si verifica il caso in cui le temperature degli elettroni e degli ioni positivi, che possono raggiungere e superare le migliaia di gradi Kelvin, si equivalgono ci si trova in un caso di plasmi LTE. Anche le densitá di particelle cariche possono essere molto elevate e arrivare fino a $10^{21} - 10^{26} m^{-3}$. Fino ad oggi molte risorse e ricerche sono state dirette verso lo sviluppo di plasmi a basse pressioni, in quanto, in queste condizioni, per il loro grande libero cammino medio, é piú facile fornire energia agli elettroni rispetto agli atomi neutri o agli ioni. Infatti a causa della loro bassa frequenza di collisione elastica, non hanno molte possibilitá di trasferire energia alle particelle del gas. Difatti mentre le energie degli e^- possono essere di diversi elettronvolt, le temperature del gas non superano in maniera significativa quella ambiente.

Per spiegare come si può ottenere un plasma non-LTE si deve partire dalla distribuzione di Boltzmann della densità degli atomi eccitati. Infatti, per livelli bassi, il tasso di dis-eccitazione elettronica indotta dall'atomo è generalmente minore del rate di eccitazione elettronica indotta a causa di una significativa percentuale di diseccitazione radiativa.

Un'altra deviazione dai LTE è data dalla differenza di massa tra gli elettroni e le particelle cariche positivamente. Infatti i primi si muovono molto velocemente in confronto agli ioni che possono essere considerati fermi. Gli e^- sono quindi i responsabili delle collisioni e dei processi transizionali.

Altra componente che può spostare dall'equilibrio sono i forti gradienti che è possibile ottenere nei plasmi e gli associati effetti diffusivi. Questi tipi di plasmi possono essere ben descritti da modelli di gas a due temperature: quella elettronica (T_e) e quella delle particelle pesanti (T_h). A causa della grande differenza di massa la temperatura del plasma è assumibile essere T_h . Ciò è ben espresso nella Figura 5.1.

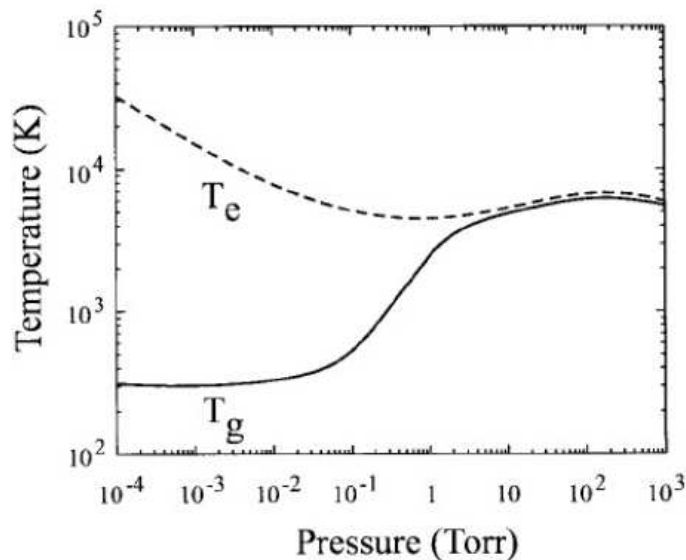


Figura 5.1: Grafico della temperatura delle specie presenti nel plasma in relazione con la pressione

Per ottenere plasmi non-LTE per l'applicazione tecnologica è necessario praticare una riduzione della pressione, facilmente raggiungibile tramite pompe per il vuoto relativamente a buon mercato. Siccome la riduzione dei costi è una cosa sempre consigliabile, un altro approccio può essere quello di lavorare ad alte pressioni (tipicamente quelle atmosferiche) cercando in qualche modo di aumentare il libero cammino medio. Ciò può essere ottenuto sfruttando il flusso di gas che si inietta nella guida d'onda, cercando di innescarlo nella direzione di scorrimento. Per ottenere il plasma si deve far sí che gli atomi vengano eccitati sopra la loro energia specifica di ionizzazione, la quale è unica per ogni gas. In conseguenza di ciò l'atomo perde gli elettroni delle shell più esterne e si ionizza. L'energia necessaria

5.1. PLASMI IN LOCAL THERMODYNAMIC EQUILIBRIUM (LTE) O NON IN EQUILIBRIO (NON-)

viene fornita tramite l'applicazione di un campo elettrico al gas. Altri metodi per trasferire energia possono essere diversi, tra i quali c'è l'impiego di reazioni chimiche esotermiche, fasci di particelle neutre o compressioni adiabatiche finché l'energia immagazzinata non è sufficiente a generare un plasma. I plasmi generati dalla fornitura di energia attraverso il campo elettrico possono essere divisi in categorie:

- Direct Current (DC)
- Pulsed Current
- Radio-Frequency (RF)
- Microwave Discharge

L'energia di *breakdown* necessaria è descritta dalla legge di Paschen:

$$V \approx \frac{B \cdot p \cdot d}{\ln[A(p \cdot d)] - \ln[\ln(1 + 1/\gamma_{se})]} \approx \text{cost.}$$

Ove V è il voltaggio di *breakdown*, p è la pressione, d è la distanza tra due elettrodi, A e B sono parametri dipendenti dal tipo di gas utilizzato, e γ_{se} è il coefficiente di emissione secondaria del catodo.

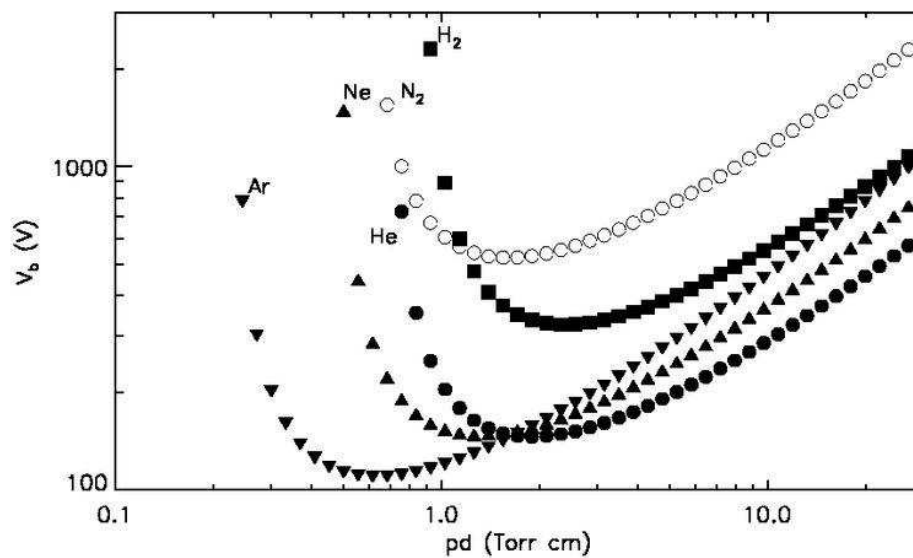


Figura 5.2: Grafico delle curve di Paschen per Idrogeno, Elio, Azoto, Neon e Argon

La Figura 5.2 riporta l'andamento delle curve di Paschen al variare del gas. Quelli più frequentemente utilizzati sono l'elio, l'azoto, l'argon, il neon e l'idrogeno. Il minimo di ogni curva è di particolare interesse in quanto l'energia di ionizzazione è più bassa in tale condizione. Al diminuire della pressione o del gap tra gli elettrodi il voltaggio di *breakdown*

aumenta rapidamente a causa dell'aumento conseguente del libero cammino medio degli elettroni. In questo modo diminuisce quindi la possibilità di ottenere la ionizzazione voluta. Paradossalmente il potenziale di *breakdown* cresce all'aumentare della pressione o del gap tra gli elettrodi. In questo caso infatti il libero cammino medio decresce e ciò porta ad una maggiore frequenza di collisione; gli elettroni però non riescono ad acquisire abbastanza energia, necessaria a creare altre ionizzazioni, a causa degli urti troppo frequenti.

5.2 Tipi di collisioni all'interno del plasma

In linea di principio ogni tipo di interazione tra elettroni e ioni pesanti può essere convenientemente descritta in termini di processi collisionali. Bisogna però distinguere tra le due grandi classi di urti:

- **Collisioni Elastiche** : In questo processo l'elettrone interagisce con lo ione pesante in un modo che si abbia solo scambio di energia cinetica, lasciando inalterato lo stato interno della particella pesante.
- **Collisioni Inelastiche** : Processo in cui parte dell'energia dell'elettrone viene persa per cambiare lo stato interno della particella pesante (eccitazione degli stati elettronici, ionizzazione, eccitazione rotazionale o vibrazionale delle molecole). Occasionalmente l'energia interna può essere trasformata in cinetica; in questo caso viene chiamata *collisione superelastica o del secondo tipo*.

Le probabilità di entrambi questi due tipi di urti viene di solito definita in funzione della sezione d'urto o espresso come una frequenza collisionale. Per definire tali parametri consideriamo un fascio uniforme di elettroni che si muovono con velocità iniziale \mathbf{w} , indirizzato verso una particella pesante in stato di quiete. Chiamiamo I il flusso incidente. A causa dell'interazione con la particella pesante, un particolare elettrone acquisirà una diversa velocità \mathbf{w}' , la direzione della quale, relativamente alla \mathbf{w} , può essere caratterizzata dagli angoli di scattering χ (angolo polare) e ϕ (angolo azimutale). La sezione d'urto differenziale q_s per scattering di un elettrone contro un piccolo bersaglio di angolo solido $d\Omega = \sin \chi d\chi$ è definita in modo che $Iq_s d\Omega$ rappresenti il numero di elettroni nel flusso incidente I che sono scatterati dell'angolo $d\Omega$ per unità di tempo. Si definisce quindi la sezione d'urto totale come:

$$Q_s(w) \cong \int_{\Omega} q_s(\Omega, w) d\Omega = \int_0^{2\pi} d\phi \int_0^{\pi} q_s(\Omega, w) \sin \chi d\chi$$

Consideriamo ora un flusso di elettroni incidenti su un gas di cui prendiamo una sezione di area dS normale rispetto alla direzione del fascio, e di spessore dx . Il numero di particelle pesanti (di densità N) è dato da $NdSdx$. Siccome la loro distribuzione è casuale, il numero di elettroni scatterati per unità di tempo in tutte le direzioni è dato da $IQ_s(w) \cdot (NdSdx)$. Dividendolo per il numero di elettroni incidenti sulla superficie per unità di tempo, $I dS$, si ottiene la probabilità che ogni proiettile subisca uno scattering entro la distanza dx . Questa

probabilità é definita come $P_s dx = NQ_s(w)dx$. A causa dello scattering il flusso incidente é diminuito di una quantità pari a $dI = -INQ_s(w)dx$ durante l'attraversamento dello strato di gas. La densità di probabilità $P_s(w)$ ha la dimensione del reciproco della distanza. Se definiamo ora $dt = dx/w$ come il tempo che un elettrone impiega ad attraversare lo strato di gas, la probabilità che un dato elettrone subisca uno scattering nell'intervallo di tempo dt é $NQ_s(w)w dt$. La quantità:

$$\nu_s(w) = NQ_s(w)w$$

é definita come la *frequenza di collisione*. Il suo reciproco é il tempo medio tra una collisione e un'altra. La distanza media percorsa da una particella tra due urti é detto *libero cammino medio* λ_s . Per un elettrone di velocità w avente collisioni elastiche con le molecole del gas é semplicemente dato da:

$$\lambda_s(w) = \frac{w}{\nu_s(w)} = \frac{1}{NQ_s(w)}$$

Fino ad ora abbiamo considerato casi in cui gli scattering avvenivano singolarmente. In realtà dev'essere definita una *frequenza di collisione globale* $\nu_s(w)$ come somma delle frequenze singole, quindi:

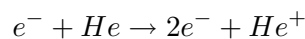
$$\nu_s(w) = \sum_k \nu_{sk}(w) = Nw \sum_k Q_{sk}(w) = N \sum_k P_{sk}(w)$$

Dobbiamo ora considerare le collisioni in cui gli elettroni vengono creati o persi. I principali tipi di urti che rientrano in queste classi e si verificano nei gas solo leggermente ionizzati sono:

- **Ionizzazione per urto elettronico** : a questa categoria ci siamo già riferiti parlando di urti anelastici. E' importante però sottolineare che in questo processo un nuovo elettrone viene creato. La probabilità di ionizzazione per unità di tempo di un elettrone di velocità w é data da:

$$\nu_i(w) = NQ_i(w)w$$

ove Q_i é la sezione d'urto di ionizzazione. Siccome ν_i dipende da w la determinazione della frequenza media di ionizzazione richiede la conoscenza della distribuzione delle velocità elettroniche. La reazione é ben descritta da:



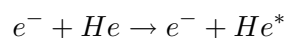
Entrambi gli elettroni risultanti possono successivamente essere accelerati e produrre nuove ionizzazioni. Per ottenere il rilascio degli e^- meno legati é necessaria una energia minima specifica per ogni gas.

- **Cattura Elettronica** : l'elettrone viene catturato da una molecola o da un atomo, dando così vita ad uno ione negativo. Rispetto al meccanismo di scarica, la cattura è equivalente alla rimozione di un elettrone dalla zona attiva: la grande massa dello ione infatti evita che esso assorba una quantità significativa di energia dal campo elettromagnetico. La frequenza di cattura dipende dall'affinità elettronica del gas dato, grande per i cosiddetti gas catturanti come l'ossigeno, il cloro ed il fluoro.
- **Ricombinazione Collisionale Elettrone-Ione** : un possibile risultato di una collisione elettrone-ione è la cattura dell'elettrone da parte di uno ione che dà origine ad una particella neutra. Tale processo è chiamato ricombinazione collisionale o volumetrica (per distinguerla dalla wall recombination) e la sua frequenza di accadimento è significativa per energie elettroniche basse, tipicamente sotto 1 eV. Nei plasmi con un'energia media elettronica bassa, la ricombinazione può fortemente influenzare l'equilibrio delle particelle cariche. Si è soliti definire la ricombinazione volumetrica non attraverso la frequenza collisionale ma tramite il coefficiente di ricombinazione α_r , definita attraverso il rapporto di rimozione delle particelle cariche per tale processo:

$$\frac{\partial n}{\partial t} = -\alpha_r n n_i \approx -\alpha_r n^2$$

ove n_i è la densità degli ioni, e generalmente $n \approx n_i$.

- **Eccitazione** : Se l'elettrone che impatta con l'atomo non ha abbastanza energia, la ionizzazione non si verifica, ed il trasferimento di energia porta ad una eccitazione dell'atomo. Ciò vuol dire che assorbendo un quanto di energia, un elettrone dell'atomo può saltare su uno livello quantico più alto. Come ci si può aspettare l'energia di eccitazione, ossia la soglia per avere l'effetto dell'eccitazione, è in qualche modo inferiore a quella di ionizzazione in quanto l'elettrone non riesce completamente a fuggire dall'attrazione dell'atomo. La reazione può essere scritta come:



Ovviamente l'energia persa dall'elettrone primario è pari all'energia rilasciata all'atomo nella collisione. Lo stato eccitato di un atomo è instabile e per questo ha una vita media di decadimento. In questo arco di tempo l'atomo cerca di tornare al suo stato iniziale emettendo un fotone. La frequenza di questa onda elettromagnetica dipende direttamente dalla differenza di energia tra lo stato eccitato e lo stato iniziale in accordo con la formula:

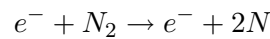
$$E = h \cdot f$$

ove E è l'energia, h è la costante di Planck di valore pari a $6,626 \cdot 10^{-34} \text{ Js}$ e f è la frequenza. Siccome il quanto di energia necessario per il salto è specifico per ogni

atomo, la spettroscopia ottica per emissione può essere molto utile per determinare la presenza delle speci presenti nel plasma.

Quando un elettrone viene liberato dall'atomo esso viaggia all'interno del plasma. Durante questo viaggiare può accadere che abbia luogo la *ricombinazione* con un altro ione positivo. Questo è il processo inverso della ionizzazione. E' molto importante che per sostenere la *glow discharge* che il tasso di ionizzazione sia più alto del tasso di ricombinazione.

- **Dissociazione** : processo in cui una molecola viene divisa in più parti. Per esempio una molecola di Azoto può venire dissociata in in due atomi di Azoto. Essa può avvenire se l'elettrone incidente ha energia in eccesso rispetto alla forza di legame della molecola.



Siccome il prodotto della reazione è molto più reattivo dell'atomo genitore, questo processo risulta portare ad un aumento della reattività chimica del plasma. Infatti questa tecnica viene utilizzata per ottenere una deposizione di film sottili tramite il plasma-enhanced chemical vapour deposition. Infatti le molecole del gas precursore, contenente l'idrogeno ed il carbonio, vengono dissociate, e le nuove speci così create posso andare a depositarsi sul substrato creando uno strato sottile.

5.3 Gas breakdown e scarica stazionaria in un campo HF

Il fenomeno di *breakdown* è quello per cui si ha una improvvisa apparizione di una corrente elettrica in un gas quando soggetto ad un campo elettrico sufficientemente intenso. Per illustrare questo fenomeno dobbiamo considerare una scarica a diffusione controllata innescata in un contenitore cilindrico da un campo HF uniforme. Assumiamo che tutte le particelle vengano create in un dato volume di gas da una ionizzazione per impatto elettronico, e scompaiano per una ricombinazione sulle pareti del tubo, dove arrivano per diffusione. L'equazione di continuità è data quindi da:

$$\frac{\partial n}{\partial t} = \nabla^2(Dn) + \langle \nu_i \rangle n \quad (5.1)$$

ove $\langle \nu_i \rangle$ è la frequenza di ionizzazione media per impatto elettronico; D è il coefficiente di diffusione che come abbiamo visto dipende generalmente dalla densità elettronica e dalla posizione. Comunque in entrambi i casi di n alto o basso, D è indipendente dalla densità. Nel range di bassa densità, gli elettroni diffondono liberamente con un rate corrispondente al fattore di diffusione libera:

$$D_e = \frac{4\pi}{3} \int_0^{+\infty} \frac{w^4}{\nu_C(w)} f_0(w) dw \quad (5.2)$$

mentre ad alti valori di n viene usato il coefficiente di diffusione ambipolare:

$$D_a \approx \frac{\mu_i}{\mu_e} D_e \quad (5.3)$$

Dalle equazioni, essendo

$$\mu_e = -\frac{4\pi e}{2m_e} \int_0^{+\infty} \frac{w^3}{\nu_C(w)} \frac{\partial f_0(w)}{\partial w} dw \quad (5.4)$$

la mobilità degli elettroni, e identicamente μ_i quella degli ioni, così come D_i , si evince che D_a non potrà mai essere maggiore di D_e . Il termine $f_0(w)$ è il *termine isotropico* della funzione della distribuzione delle velocità degli elettroni $f(\mathbf{w})$. Quest'ultima è espressa dall'equazione:

$$f(\mathbf{w}) = f_0(w) + f_1(w) \cos \chi \exp(j\omega t) \quad (5.5)$$

con χ l'angolo tra la direzione della particella e quella del campo elettrico. $f_0(w)$ determina il valore medio dell'energia degli elettroni, e serve per calcolare qualunque valor medio di ogni quantità dipendente unicamente dal valore assoluto della velocità e non dalla sua direzione. Questa componente isotropica è direttamente correlata alla *funzione di distribuzione dell'energia* (EEDF). La componente $f_1(w)$ è chiamata *termine anisotropico* e determina il valor medio della velocità elettronica sotto l'influenza di un campo elettrico \mathbf{E} .

Nei casi, quindi, di massima o minima densità possiamo risolvere l'equazione 5.1 tramite la tecnica della separazione delle variabili e cioè ponendo $n(\mathbf{r}, t) = n(\mathbf{r})N(t)$ il che porta a:

$$\frac{dN}{dt} = (\langle \nu_i \rangle - \Gamma)N \quad (5.6)$$

$$\nabla^2 n = -\frac{\Gamma n}{D} \quad (5.7)$$

ove Γ è una costante e D sta per D_a o D_e , a seconda del range di densità. La soluzione dell'equazione 5.6 è quindi:

$$N = N(0) \exp(\langle \nu_i \rangle - \Gamma)t \quad (5.8)$$

Risolvendo invece l'equazione 5.7 si arriva ad un profilo spaziale $\frac{n(\mathbf{r})}{n(0)}$ per una determinata forma del contenitore in cui si verifica la scarica. Le condizioni al contorno dell'equazione 5.7 sono imposte sia dalla dimensione del contenitore che dalla densità elettronica sulle pareti (l'ultimo dipende dal cammino libero medio delle particelle). Comunque l'assunzione che n diventi zero sulle pareti è realistica. E' da notare che il rapporto $\frac{\Gamma}{D}$ è l'autovalore dell'equazione 5.7 e dipende dalle già menzionate condizioni al contorno. Comunque indipendentemente da come sia la configurazione del contenitore della scarica, l'autovalore può essere espresso in maniera generale come:

$$\frac{\Gamma}{D} = \frac{1}{\Lambda^2} \quad (5.9)$$

che definisce la *lunghezza caratteristica di diffusione*. Siamo ora pronti a caratterizzare l'innesco e la scarica continua. Per valori molto bassi di N l'equazione 5.6 diventa:

$$\frac{dN}{dt} = (\langle \nu_i \rangle - \frac{D_e}{\Lambda^2})N \quad (5.10)$$

Da questa deriva il cosiddetto criterio di Townsend per l'innesco:

$$\langle \nu_i \rangle \geq \frac{D_e}{\Lambda^2} \quad (5.11)$$

Esso riflette il fatto che il tasso di produzione necessita di essere solo leggermente maggior del tasso di perdita. Al crescere di N col tempo, il coefficiente di diffusione degli elettroni cambia da D_e a D_s , un coefficiente di diffusione effettivo. Una volta che la densità ha raggiunto valori abbastanza elevati tali che $\lambda_D \ll \Lambda$, allora il coefficiente di diffusione diventa ambipolare, caratterizzato da D_a . Sotto condizioni di stazionarietà abbiamo che $\Gamma = \langle \nu_i \rangle$ e quindi:

$$\langle \nu_i \rangle = \frac{D_a}{\Lambda^2} \quad (5.12)$$

Questa equazione descrive il *bilancio di particelle cariche in condizioni stabili*.

Capitolo 6

Plasmi sottovuoto utilizzabili per CUORE

Analizziamo brevemente le tecnologie maggiormente sfruttate per quanto riguarda la creazione dei plasmi sottovuoto. Tali tecnologie rappresentano una potenziale applicazione dei plasmi sottovuoto nei processi di CUORE.

6.1 Diodo

Un sistema a diodo é composto da due elettrodi affacciati a cui viene applicato un potenziale DC crescente. La corrente che fluisce tra il catodo e l'anodo é trascurabile fino al superamento di una tensione di soglia detta *potenziale di scarica*. Per ottenere una scarica sono sufficienti le ionizzazioni che vengono create dagli elettroni liberi, amplificate dal campo elettrico in un processo a valanga. In tal caso gli e^- vengono accelerati verso l'anodo e, nel caso in cui possiedano energia sufficiente, provocano la ionizzazione degli atomi neutri del gas. Gli ioni in questo caso vengono accelerati verso il catodo e nell'urto con la superficie possono creare elettroni secondari. All'aumentare della tensione si ottiene un numero di e^- secondari sempre crescente, finché non risultano sufficienti a mantenere la scarica: si ottiene così il plasma tra gli elettrodi. A seconda delle varie distribuzioni di carica tra i due elettrodi, vengono identificate diverse zone a luminescenza differente riportate in figura 6.1.

Gli elettroni sono accelerati dalle cariche accumulate sul catodo in corrispondenza del cathode dark space. La regione globalmente neutra é chiamata *negative glow* ed é quella in cui gli e^- hanno una energia tale, da ionizzare un numero sufficiente di atomi da sostenere la scarica. Una volta persa la loro energia durante le collisioni, gli elettroni percorrono la regione detta *Faraday dark space* senza causare ionizzazione o eccitazione degli atomi, e quindi senza alcuna emissione di luce; siccome in questa regione vengono creati ioni negativi, si forma una carica spaziale negativa.

Una volta oltrepassata tale regione, gli e^- vengono accelerati verso l'anodo ed hanno di nuovo sufficiente energia per realizzare altre ionizzazioni tramite collisioni. Di conseguenza

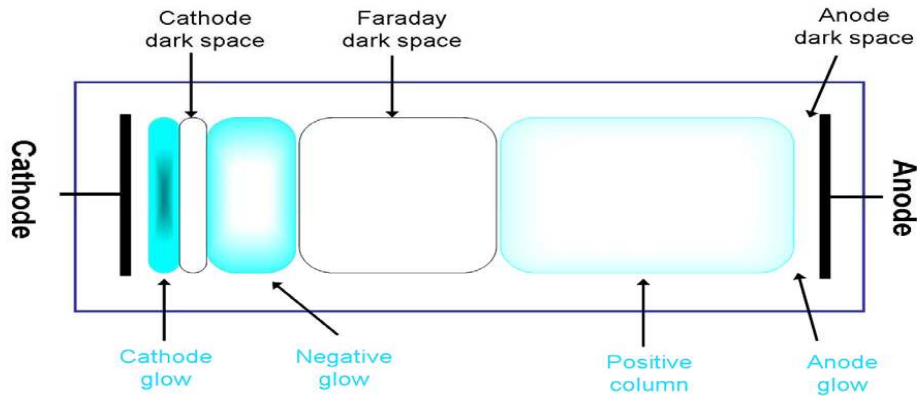


Figura 6.1: Rappresentazione schematica delle zone che si creano tra i due elettrodi nella configurazione a diodo DC

si ha di nuovo una regione luminosa detta *colonna positiva*: in questa regione il plasma é omogeneo e ben definito.

In questa configurazione il catodo viene chiamato *target* in quanto verrà bersagliato da un bombardamento ionico. In un sistema DC, infatti, il campo elettrico é sempre diretto dal substrato al target. Solitamente viene utilizzato un gas nobile per sostenere le scariche, ad esempio l'Argon; é da notare che l'impiego di gas caratterizzati da un peso atomico simile agli atomi del target massimizza il trasferimento di energia e quindi accresce il flusso di atomi sputterati.

In questi sistemi a diodi la condizione necessaria per mantenere la scarica é che ogni elettrone rilasci abbastanza energia e crei un numero sufficiente di ionizzazioni da indurre la formazione di un altro elettrone. Perché ciò avvenga si devono verificare le seguenti condizioni:

- la distanza tra anodo e catodo deve essere maggiore del libero cammino medio degli e^-
- la pressione deve essere mantenuta tra 10^{-2} e 10^0 mmbar
- la idfferenza di potenziale dev'essere compresa tra 500 e 5000 V, in modo da creare alti campi acceleranti

6.2 Magnetron

Il sistema di sputtering a diodo però non è molto efficiente; infatti gli elettroni, prima di andare persi, subiscono un numero limitato di collisioni ionizzanti. Un metodo per migliorare la resa è quello di allungare, per mezzo di un campo magnetico, il tragitto che gli e^- compiono prima di collidere con l'anodo o le pareti. Da qui l'implementazione del sistema a diodo con un magnetron.

Un sistema a magnetron sputtering, quindi, consiste essenzialmente in un sistema a diodo in cui un campo magnetico esterno (di forma opportunamente definita) agisce in prossimità del catodo in modo da aumentare l'efficienza di ionizzazione degli elettroni. Nel caso in cui il campo B sia applicato parallelamente al target, gli e^- secondari che sono accelerati verso il substrato subiscono una deflessione ad opera della forza di Lorentz e sono forzati a seguire traiettorie a spirale intorno alle linee di campo.

Aumentando quindi l'efficienza di ionizzazione è possibile depositare film a pressioni inferiori rispetto ai sistemi a diodo DC, ma nel contempo il target subisce un forte riscaldamento.

Un grande vantaggio di questi sistemi risiede nel fatto che è possibile disegnare sistemi di qualunque geometria (purché la velocità di deriva descriva una linea chiusa), ma generalmente i più utilizzati sono di forma planare o cilindrica. La configurazione cilindrica è costituita da un catodo cilindrico centrale del materiale che si intende depositare, e da un arrangiamento di magneti interni od esterni al catodo in modo da produrre un intenso campo in direzione assiale. In tal modo il moto degli e^- è confinato lungo l'asse del sistema dove si forma un plasma che si estende in direzione radiale. Due alette a potenziale negativo in corrispondenza delle due basi del catodo fungono da schermo per gli elettroni e, impedendone la fuga, aumentano l'efficienza di ionizzazione.

6.3 Electron Cyclotron Resonance (ECR)

Nell'ambito dei plasmi a bassa pressione ed a bassa temperatura un importante ruolo lo svolgono i plasmi sostenuti tramite *Electron Cyclotron Resonance* (ECR). Lo sviluppo di tale tecnologia è dovuto alla ricerche effettuate sulla fusione e sulla propulsione per satelliti artificiali, adattata opportunamente ai requisiti del trattamento in plasma a bassa pressione (10^{-5} mbar). La teoria che sta dietro al processo è già indicata dall'acronimo; infatti l'energia delle micro-onde è accoppiata alla naturale frequenza di risonanza del gas di elettroni in presenza di un campo magnetico statico. La condizione di risonanza si verifica quando la frequenza di ciclotrone di un elettrone, definita da

$$\omega_{ce} = \frac{eB}{m_e} \quad (6.1)$$

uguaglia la frequenza di eccitazione ω . Nell'equazione precedente B è il modulo del campo magnetico e rispettivamente e ed m_e la carica e la massa dell'elettrone stesso.

In una scarica, questa condizione è soddisfatta in un volume o in uno strato interno

al plasma in cui il campo B statico corrisponde a quello della frequenza di risonanza, per cui $\omega = \omega_{ce}$, ed una componente del campo elettrico è perpendicolare a B . Gli elettroni vengono accelerati in questo volume ECR e ionizzano ed eccitano il gas neutro. Il risultato è un plasma a bassa pressione, praticamente non collisionale, di cui è possibile variare ampiamente lo stato di ionizzazione alterando pressione di lavoro, flusso di gas e potenza delle micro-onde.

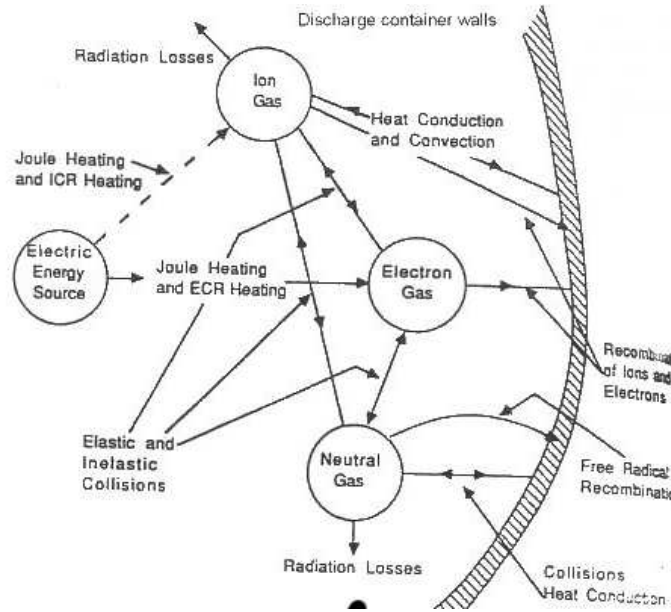


Figura 6.2: Rappresentazione schematica dei trasferimenti di energia all'interno di un plasma debolmente ionizzato

Nella figura 6.2 vengono schematizzati i principali processi di trasferimento di energia dall'onda elettromagnetica al gas. Partendo da sinistra, l'energia delle micro-onde viene trasferita tramite l'accoppiamento con la frequenza di risonanza agli elettroni (ECR) e agli ioni (ICR) presenti nel plasma. La freccia tratteggiata indica che il processo non è molto efficiente; infatti siccome il lavoro fatto su una particella carica da parte del campo elettrico è inversamente proporzionale alla massa, l'energia rilasciata agli ioni è trascurabile rispetto a quella fornita agli elettroni.

Gli elettroni, a loro volta, trasferiscono parte dell'energia che posseggono al gas di ioni e di particelle neutre tramite processi collisionali, i quali possono essere elastici od inelastici; a loro volta gli ioni e le particelle neutre scambiano energia tra loro tramite urti ioni-neutri.

Il plasma trasferisce energia all'ambiente esterno attraverso fenomeni di conduzione di calore e convezione di ioni e atomi neutri, ricombinazione di ioni ed elettroni alle pareti e perdite di radiazione γ dovute al diseccitamento di specie eccitate.

L'effetto dell'accoppiamento ECR sul moto dell'elettrone fa sì che in assenza di campo elettrico, l'elettrone segue una traiettoria spiraleggiante intorno alle linee di campo. La larghezza di questa spirale rimane però in questo caso costante. Quando, invece, ci si trova

in condizioni di risonanza, la velocità elettronica perpendicolare al campo statico aumenta progressivamente, modificando il moto dell'elettrone il quale, in questo caso, si trova a seguire una spirale di raggio crescente linearmente col tempo.

Il massimo di energia trasferita all'elettrone è funzione delle frequenza degli urti elettronici nel plasma. A basse pressioni ($\nu_e \ll \omega$), il numero di rivoluzioni che la particella può fare senza incorrere in urti è maggiore che a pressioni elevate, e di conseguenza è anche maggiore l'energia assorbita dal campo elettromagnetico. Il contrario invece avviene ad alte pressioni. Quindi l'efficienza di trasferimento dell'energia è tanto maggiore quanto minore è la pressione di lavoro.

Nella fase pratica, si fa uso di campi magnetici stabili non uniformi per accendere le scariche ECR, ed abitualmente sono di tipo a specchio. Quando una particella si muove in un campo magnetico, spiraleggia con traiettoria decrescente nelle linee di campo convergenti, fino a venire riflessa. Da quel momento torna indietro ed esce dallo specchio con orbite crescenti.

Nel caso, invece, in cui venga applicato anche un campo elettrico trasversale e variabile nel tempo, ha luogo l'accelerazione ECR dell'elettrone quando passa nella regione in cui $\omega = \omega_{ce}$. Questa porzione di spazio viene solitamente chiamata *superficie ECR o strato ECR*. Lasciata la zona accelerante, l'elettrone ha energia sufficiente a creare atomi ionizzati ed a creare specie cariche dissociando gli atomi in ioni ed elettroni.

Capitolo 7

I Plasmi Atmosferici: le sorgenti al plasma

Analizziamo ora i vari possibili sistemi di creazione dei plasmi in condizione di pressione atmosferica. Verranno presentate numerose configurazioni differenti, con i relativi vantaggi e svantaggi. Scopo di questo lavoro di tesi é la valutazione della possibile applicazioni di tali strutture come implementazione del protocollo già definito per l'esperimento CUORE.

7.1 Plasmi a DC e a basse frequenze

A seconda del loro design, le scariche a DC e a bassa frequenza posso lavorare anche in continua o in impulsata. Il vantaggio della seconda rispetto alla prima é che garantisce un maggiore scambio di energia mantenendo limitato il riscaldamento del sistema. Tuttavia questa configurazione é piú complicata da realizzare rispetto ad una sorgente a DC.

7.1.1 Modo Continuo

Arc Plasma Torch

Questo tipo di torce sono generalmente divise in due categorie: Current-carrying arc e transferred arc. Entrambe le configurazioni consistono di:

- un catodo da cui vengono emessi gli elettroni
- un sistema di emissione del gas
- un noozle che confina il plasma

La maggiore differenza risiede nel diverso utilizzo che viene fatto dell'anodo. Infatti nella configurazione current-carrying arc tale ruolo viene ricoperto dal noozle, il quale é quindi polarizzato positivamente. Per il transferred arc, invece, l'anodo é il materiale che viene trattato, mentre il noozle é a potenziale variabile. L'arco viene innescato tra il catodo e l'anodo, e cosí facendo ionizza il gas e produce il plasma. Le temperature variano tra gli

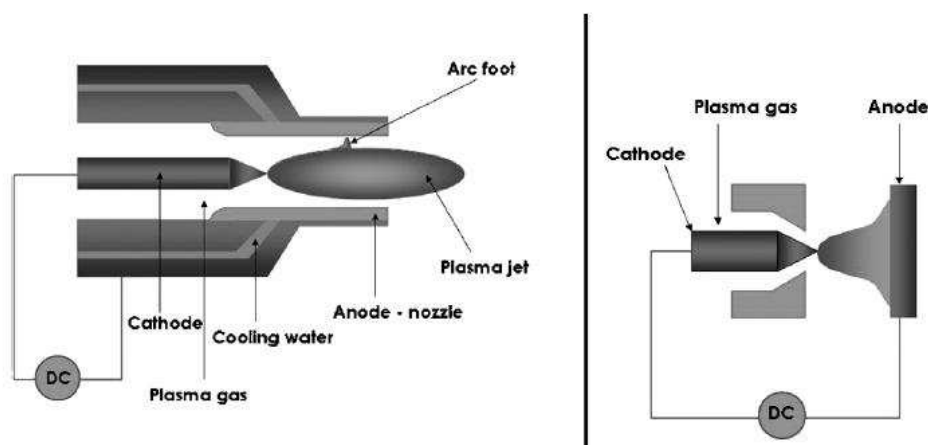


Figura 7.1: Rappresentazione schematica di una struttura a current-carrying arc ed una a transferred arc

8000° K (l'esterno del plasma) e i 15000° K (centro del plasma). In questo caso, siccome l'arco è un mezzo molto conduttivo si ottiene un gas altamente ionizzato e quindi la densità elettronica è circa $3 \cdot 10^{23} m^{-3}$. Le tipiche condizioni di lavoro sono 1-15 l/s per il flusso di gas, 50-600 A, 10 MW/m. Questi parametri possono cambiare leggermente a seconda del materiale da trattare.

Torçe Pencil-like

Fondamentalmente tutte usano una configurazione caratterizzata da un omogeneo jet di plasma ottenuto tramite un current-carrying arc. Tramite questo si può trattare preventivamente la superficie del materiale su cui si deve lavorare. Grazie, inoltre, alle non eccessive temperature generate dalla torça, a differenza delle classiche torçe al plasma ad arco, anche i materiali più sensibili al calore possono essere impiegati (es. Polimeri). Le torçe classiche possono essere classificate come LTE, e date le alte temperature da esse sviluppate, vengono utilizzate principalmente nelle applicazioni industriali quali la saldatura, il coating, o il taglio. Le torçe pencil-like a bassa potenza invece, sono classificate come non-LTE, ma vista la grande produzione di specie chimicamente reattive, trovano applicazione nei trattamenti a basse temperature.

7.1.2 Modo Pulsato

Corona Discharge

Questa configurazione viene classificata come non-LTE ed è caratterizzata da una bassa densità di corrente. La struttura è costituita da un filo, che funge da catodo, e dall'anodo (il materiale trattato) e da un generatore di corrente pulsata. Dopo l'innesco, il plasma

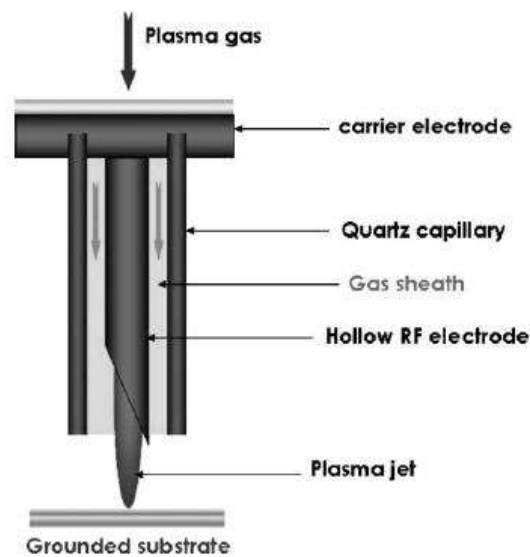


Figura 7.2: Rappresentazione schematica di una torcia pencil-like

avvolge il filo, da cui il nome Corona. Se il potenziale è negativo il plasma viene chiamato *corona negativa*, *positiva* altrimenti. Nel primo caso, gli ioni positivi vengono accelerati verso il filo, mentre gli elettroni secondari sono emessi ed accelerati dentro il plasma.

Questo fronte che si muove di elettroni ad alte energie (circa 10 eV), seguito da una coda di e^- a minore energia (circa 1 eV), viene chiamato *streamer*. Le collisioni inelastiche che si verificano tra questi elettroni energetici e le particelle pesanti, inducono la formazione di specie chimicamente reattive. Per evitare la formazione di filamenti, si deve calibrare il tempo degli impulsi di corrente al di sotto del tempo di creazione dell'arco. Infatti in questo caso si ottiene che l'arco si spenga prima che diventi troppo conduttivo, evitando così la transizione in filamenti. La corrente di scarica è molto bassa: tra 10^{-10} e 10^{-5} A.

Il maggior problema di questa configurazione risiede nella ridotta area di trattamento disponibile. Infatti, dato il loro piccolo volume, la Corona Discharge può trattare solo piccole superfici. Per cercare di aumentare le dimensioni della corona, si può sostituire il filo fungente da catodo, con un piatto, parallelo alla superficie da trattare. In questo caso si vengono a creare dei piccoli archi tra l'anodo ed il catodo, perpendicolari alle superfici, che però causano un trattamento non omogeneo della superficie. Per evitare questo problema può essere impiegata una barriera dielettrica.

Scarica a Barriera Dielettrica (Dielectric Barrier Discharge): DBD

Questa configurazione consiste di due piatti piani paralleli di metallo: almeno uno dei due viene coperto con uno strato dielettrico. Per assicurare una maggiore stabilità di operazione col plasma, la distanza dei piatti deve essere fissata ad alcuni millimetri di distanza. Facendo poi fluire il gas attraverso il gap dei piani si ottiene il plasma voluto.

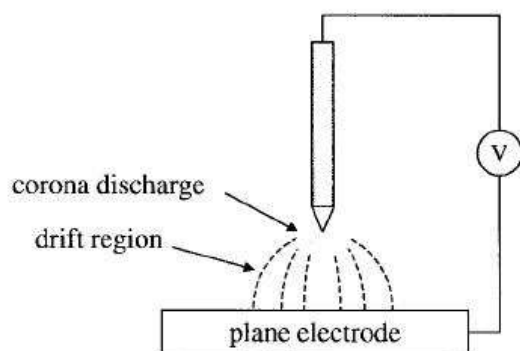


Figura 7.3: Rappresentazione schematica di una struttura a corona discharge

La scarica può essere ottenuta utilizzando una sorgente sinusoidale o pulsata. Inoltre, a seconda della composizione del gas, del voltaggio e della frequenza di eccitazione si possono ottenere filamenti o una distribuzione uniforme di plasma. Il secondo caso si ottiene più facilmente utilizzando l'elio come gas di innesco. L'utilizzo di uno strato dielettrico gioca un ruolo fondamentale in quanto:

- limita la corrente di scarica ed evita la transizione in archi, il che comporta il possibile utilizzo di configurazioni sia pulsate che continue.
- distribuendo casualmente i micro archi sulla superficie dell'elettrodo, permette un trattamento maggiormente uniforme. Inoltre la creazione degli archi ha origine dagli accumuli di cariche sullo strato dielettrico.

7.1.3 Scariche RF ad alta potenza: Torce ICP

In questa configurazione il plasma è ottenuto e mantenuto stabile attraverso una spirale elicoidale alimentata a RF. La corrente che fluisce attraverso la spirale genera un campo magnetico variabile in prossimità della zona di plasma. Il risultante campo elettrico circolare accelera le cariche negative, sostenendo la scarica. La frequenza del plasma così generato è maggiore di 1 MHz. Questa frequenza fa sì che gli elettroni seguano le oscillazioni del campo elettrico e che né gli e^- né gli ioni possano raggiungere la pareti della torcia. Ciò fa sì che l'inquinamento del plasma sia limitato e che sia possibile utilizzare diversi tipi di gas: inerti, ossidanti, riducenti etc. Il plasma dev'essere contenuto in un tubo ceramico (es. quarzo, silicon nitride) raffreddato ad aria o ad acqua, a seconda della potenza di

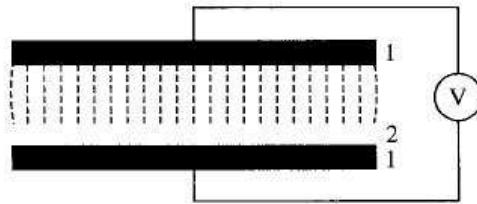


Figura 7.4: Rappresentazione schematica di una struttura a dielectric barrier discharge

lavoro. Questo tipo di torce lavorano in un ampio range di potenze che va dai 20 ai 1000 KW e con flussi di 10-200 slm. In generale però al crescere della potenza di lavoro si ha un decremento del diametro della torcia ed una minore frequenza di plasma.

7.1.4 Scariche RF a bassa potenza

Jet di Plasma a Pressione Atmosferica (APPJ)

Costituito da due elettrodi concentrici attraverso i quali fluisce il gas, applicando una potenza RF a quello interno con un voltaggio tra i 100 e i 150 V si ottiene l'innesco del plasma. Il gas ionizzato esce da un nozzle ad una velocità di circa 12 m/s. La bassa quantità di potenza immessa permette di evitare la trasformazione in archi e produce una scarica più stabile. Questo tipo di configurazione è stato impiegato per la deposizione di silice amorfa idrogenata con silice aggiunta in downstream rispetto al plasma di elio e idrogeno in numerosi esperimenti presenti in letteratura.

Torce al Plasma freddo e Sistemi a catodo cavo

Queste strutture si collocano tra le DBD e le APPJ. Sono composte da due elettrodi concentrici (quello interno è il catodo RF mentre quello esterno è posto a massa). La parte finale del catodo è circondata da un isolatore. In questa zona il gas immesso tra i due elettrodi si innescherà e si creerà il plasma. Per assicurare maggiore stabilità al plasma si può inserire un tubo di quarzo tra il catodo e l'anodo.

Il secondo tipo di torce è molto simile al primo. Infatti mantengono anch'esse una configurazione coassiale degli elettrodi. Una delle differenze risiede però nel fatto che il

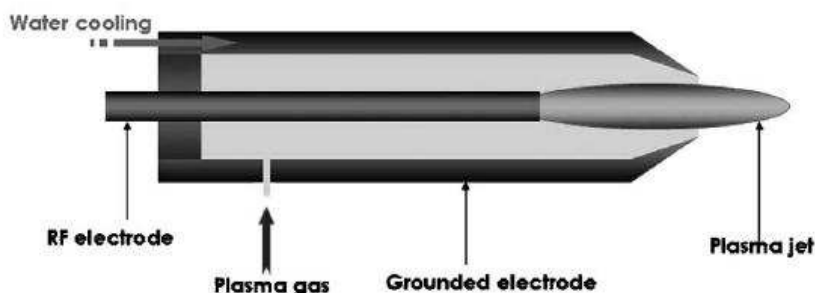


Figura 7.5: Rappresentazione schematica di una struttura a plasma jet a pressione atmosferica

catodo centrale é cavo ed é qui che passa il gas da ionizzare. Il plasma si creará all'interno del catodo, il quale a sua volta é inserito in un tubo di quarzo. Generalmente la velocità del gas é tale da far fuoriuscire il plasma dal catodo e dalla struttura.

7.2 Sorgente di plasma a microne

7.2.1 Efficienza di trasferimento dell'energia dal generatore RF al plasma

Una sorgente di plasma alimentata da microne é un sistema in cui l'energia del campo viene usata per innescare un plasma dalle caratteristiche desiderate. In generale un tale sistema deve soddisfare tre requisiti:

1. Riempire il tubo con il gas desiderato, una specifica pressione ed un determinato flusso.
2. Produrre il campo elettromagnetico con la dovuta distribuzione ed intensità per innescare il plasma.
3. Assicurare un efficiente trasferimento di potenza tra il campo elettromagnetico ed il plasma.

Il primo obiettivo é facilmente ottenibile creando un collegamento tra il tubo di quarzo che si desidera usare e la linea di trasmissione del gas in questione o la bombola necessaria.

Per capire maggiormente come la realizzazione pratica della sorgente riguardi i processi fisici che si verificano nella scarica dobbiamo ricordare alcuni fatti basilari:

- Il design della sorgente di campo elettromagnetico e del contenitore del plasma (nel nostro caso un tubo di quarzo), impongono le condizioni al contorno per il campo EM e per il flusso di particelle cariche ed energia;
- Il sostentamento del processo di scarica e le caratteristiche della sorgente sono strettamente relazionati a causa dell'interazione tra il campo EM e la zona attiva del plasma.

Analizziamo quindi l'efficienza di trasferimento di potenza dal generatore al plasma. Tale termine viene definito dal rapporto tra la potenza immagazzinata dal plasma, P_A , e quella prodotta dal magnetron, P_I . Nello specifico:

$$\eta = \frac{P_A}{P_I} \approx \frac{(P_I - P_R)}{P_I} \quad (7.1)$$

ove P_R rappresenta la potenza riflessa all'ingresso della guida d'onda; oltre alla riflessione ci possono essere altri meccanismi di perdita di potenza, una parte dispersa nel dielettrico (P'_S), una immagazzinata nei componenti metallici (P''_S) ed una liberata nell'ambiente circostante (P'''_S). Comunque grazie ad una adeguata progettazione della struttura queste tre componenti possono venire trascurate e la formula può ridursi semplicemente alla 7.1. Ovviamente un'appropriata configurazione richiede che la potenza riflessa sia la minima possibile, in modo da massimizzare l'assorbimento di energia da parte del plasma ed avere quindi una ionizzazione ottimale. Definiamo infatti il plasma come un carico di impedenza Z_L . A questo punto vogliamo relazionare questo valore all'efficienza di trasferimento di energia η ; dobbiamo introdurre innanzi tutto il *coefficiente di riflessione* Γ_L , che è la quantità che caratterizza il mismatch tra l'impedenza di una linea di trasmissione chiusa di impedenza Z_L e il livello di riflessione all'interno di essa, ed è definita da:

$$\Gamma_L = \frac{Z_L - Z_0}{Z_L + Z_0} = \frac{z_L - 1}{z_L + 1} \quad (7.2)$$

ove z_L è il coefficiente Z_L normalizzato con Z_0 . Per la definizione di Γ_L abbiamo che:

$$|\Gamma_L|^2 = \frac{P_R}{P_I} \quad (7.3)$$

il quale attraverso l'equazione 7.1 definisce l'*efficienza di trasferimento di potenza*:

$$\eta = 1 - |\Gamma_L|^2 \quad (7.4)$$

Come si può notare per avere il massimo trasferimento di energia si deve porre $\Gamma_L = 0$, e quindi si deve avere $P_R = 0$. Ciò è ottenibile attraverso la regolazione dei tuner, per ottenere il valore minimo di potenza riflessa e poterlo quindi trascurare senza problemi.

7.2.2 PlasmI Indotti con Micro-onde (MIP)

Tutti i sistemi per la produzione di plasma tramite l'impiego delle micro-onde si basano sullo stesso principio. Le onde si trasmettono all'interno del sistema e trasferiscono energia

al gas da innescare. Come già visto in precedenza, collisioni elastiche avvengono tra gli elettroni e le particelle pesanti. Per la loro grande differenza di massa, gli ioni rimangono quasi fermi mentre gli elettroni rimbalzano indietro senza quasi perdere energia cinetica. Inoltre essi vengono accelerati dal campo elettromagnetico, e quindi guadagnano energia cinetica, mentre gli ioni subiscono solo un leggero riscaldamento. Dopo numerose collisioni elastiche (che seguono le leggi di probabilità), gli elettroni guadagnano abbastanza energia da indurre una eccitazione inelastica o una collisione ionizzante. A questo punto il gas è parzialmente ionizzato e dà vita ad un plasma che supporta la propagazione di micro-onde. Generalmente queste strutture sono costituite da:

- Una sorgente di micro-onde (power supply, magnetron e circolatore, come nel nostro caso)
- Strumenti per le micro-onde (guide d'onda, sistemi per la messa a punto)
- Un sistema d'innescò
- Un sistema per il passaggio del gas

L'innescò è la chiave delle sorgenti a micro-onde. Infatti un auto-innescò della scarica assicura condizioni di lavoro flessibili e permette l'industrializzazione del processo. Come visto precedentemente, l'energia da trasferire al plasma dev'essere alta abbastanza per innescare il plasma. In letteratura sono presenti diversi metodi per ottenere ciò:

- L'innescò indiretto tramite un'asta conduttiva che svolge il ruolo di antenna. Le micro-onde sono infatti concentrate sulla punta dell'asta
- Una cavità risonante che massimizza il campo dove fluisce il gas
- Una spira elicoidale che produce un'onda circolarmente polarizzata
- L'utilizzo di un materiale elettricamente conduttivo e che abbia proprietà di resistenza al calore

Inoltre i MIP possono essere divisi in tre categorie:

- plasma a cavità risonanti
- torce ad espansione libera
- microplasmi

Queste categorie verranno analizzate nello specifico nei successivi capitoli.

7.2.3 Sorgenti di plasma basati su guide d'onda rettangolari

Le cavità risonanti hanno svolto un ruolo dominante nello studio e nelle applicazioni dei plasmi innescati a microonde. L'intensità del campo infatti può essere ottenuta scegliendo il giusto modo di oscillazione, i coupling e le strutture di matching necessarie. Comunque la presenza del plasma influenza notevolmente le caratteristiche di risonanza e matching. In particolare le cavità rettangolari sono forse le più utilizzate e sono formate da una sezione rettangolare di dimensioni standard, e sono chiuse da una parte. La frequenza a cui si lavora o le dimensioni della guida vengono solitamente scelte in modo che la guida lavori nel modo fondamentale TE_{10} . In tal caso il campo elettrico è uniforme lungo il lato più stretto della guida mentre c'è una variazione di campo, lungo le pareti più grandi, di un coseno di mezza lunghezza d'onda e rispetto ad esse è perpendicolare.

La cavità risulta essere risonante se la sua lunghezza è pari a $p\lambda_g/2$ con λ_g la lunghezza d'onda del modo TE_{10} . Quando un'onda, infatti, entra nella cavità, essa rimbalza indietro, arrivata alla fine della guida d'onda, creando così un'onda stazionaria, con una piccola perdita di energia. All'aumentare delle onde entranti nella guida, esse si combinano con quella stazionaria aumentando la sua energia.

Varie posizioni possono essere adottate per il tubo in cui si vorrà innescare il plasma. Infatti a seconda della orientazione dell'asse del tubo rispetto alla direzione del campo elettrico possono essere coinvolti diversi meccanismi di scarica.

Nel mio caso è stata utilizzata la configurazione con l'asse parallelo al campo elettrico, la quale rende possibile il lavoro in un range più ampio di condizioni sperimentali. In questa configurazione il tubo può essere completamente contenuto nella guida d'onda oppure, come nel mio caso, può essere fatto passare attraverso di essa praticando dei buchi sui lati maggiori della guida. L'estremità della guida, opposta all'ingresso, è chiusa da un carico con impedenza caratteristica Z_0 , o da uno stantuffo mobile. A questo punto una sezione della guida d'onda può essere considerata come una linea a microonde a due porte. Nel caso di un plasma a bassa pressione, di densità non superiore di più di uno o due ordini di grandezza rispetto al valore critico n_C definito come:

$$n_C = \omega^2 \epsilon_0 \frac{m_e}{e^2} \quad (7.5)$$

con ω la frequenza angolare dell'onda, m_e ed e rispettivamente la massa e la carica dell'elettrone e ϵ la permittività nel vuoto, e con $2R < 0.15a_W$ (con R raggio del plasma e a_W larghezza della guida), si può ottenere dal circuito equivalente alla struttura il valore di una singola impedenza Z_ρ definita da:

$$\frac{Z_L}{Z_0} = c_1 \cdot \frac{n_C}{\bar{n}} \cdot \frac{\nu}{\omega} + j(c_1 \frac{n_C}{\bar{n}} + c_2) \quad (7.6)$$

ove \bar{n} è la densità media elettronica, ν la media della frequenza di collisione elettrone-particella pesante, e c_1 e c_2 fattori di forma, i quali per una data guida d'onda e frequenza di campo elettrico, dipendono unicamente dal raggio della colonna di plasma.

7.2.4 Metallic Torch

A questa categoria di torce appartengono le TIA (torcia ad iniezione assiale). La loro struttura é caratterizzata da una transizione guida d'onda-linea coassiale. Il gas di plasma fluisce nella linea coassiale piú interna, ed esce dal noozle. Le micro-onde sono generate da un magnetron e vengono condotte verso il plasma attraverso una guida d'onda rettangolare. La scarica avviene alla fine del noozle. In questa configurazione si utilizzano due modi vibrazionali per il campo elettrico: modo TE_{10} all'interno della guida d'onda, mentre modo TEM nella linea coassiale, il che limita la perdita di energia dovuta ad eccitazioni parassite.

7.2.5 Semi-metallic Torch

Il design di queste torce é molto simile a quello delle precedenti metallic torch. Le maggiori differenze risiedono nel modo di propagazione del campo elettromagnetico e nella mancanza di una transizione guida-linea coassiale. In questa configurazione il gas fluisce all'interno di un tubo di quarzo (trasparente alle radiazioni a micro-onde). In questa modalitá il plasma non viene innescato all'uscita da un noozle, ma all'interno del tubo di quarzo, nella zona che interseca la guida d'onda rettangolare. La modalitá di propagazione del campo elettromagnetico cambia e passa da TE_{10} (nella guida d'onda) a TM_{10} (all'interno del tubo di quarzo). La piú semplice semi-metallic torch é chiamata Torcia di Plasma a Micro-onde (MPT). Essa crea una scarica a forma di fiamma: il suo colore dipende dal tipo di gas utilizzato, nel caso dell'aria compressa esso assume tonalitá molto chiare, prossime al bianco.

Parte Terza

Capitolo 8

Struttura di Base

8.1 Struttura sistema RF

Per la realizzazione della struttura della torcia al plasma in configurazione semi-metallica ci si è avvalsi di un sistema che producesse e convogliasse micro-onde fino alla zona di produzione del plasma. Questo tipo di sistema è formato da componenti appartenenti a due classi diverse:

- componenti attive: sorgenti capaci di generare radiofrequenze (Magnetron, triodi, kylstrom, etc.)
- componenti passive: parti dedicate alla trasmissione delle onde (guide d'onda, cavi coassiali), all'adattamento (adattatori di impedenza, carichi, circolatori) e alla misura dell'intensità del campo in una data zona di interesse (direction coupler)

Un rappresentazione schematica della struttura è riportata in figura 8.1.

Come si può vedere il sistema è composto alla base da un generatore di campo elettromagnetico; nel nostro caso si disponeva di una magnetron da forno a microonde di potenza garantita fino a 1200 W come minimo, ad una frequenza di 2.45 GHz. Sopra di esso è posto un circolatore, il quale ha la funzione di trasmettere il campo prodotto dentro la linea del sistema, e di migliorare la stabilità operativa, scaricando l'eventuale potenza riflessa; subito dopo di esso si trova un sistema a tre tuner a vite, utilizzato nella fase di ottimizzazione del plasma per ottenere il miglior rapporto tra potenza entrante ed uscente dalla guida d'onda nella quale si vuole creare il plasma. Attaccato ad esso si trova il directional coupler al quale possono essere collegati i power meter che permettono di misurare la potenza in ingresso ed uscita dalla guida d'onda. Infine si trova la guida d'onda vera e propria; essa deve avere delle dimensioni specifiche, perché in base ad esse verrà alterata la lunghezza d'onda del campo entrante. In base alla formula:

$$\lambda_z = \frac{\lambda_0}{[1 - (\frac{\lambda_0}{2a})^2]^{1/2}} \quad (8.1)$$

si ha che λ_z è la lunghezza d'onda del campo all'interno della guida d'onda le cui dimensioni sono a per il lato corto della base, b per quello più lungo; λ_0 è la lunghezza d'onda

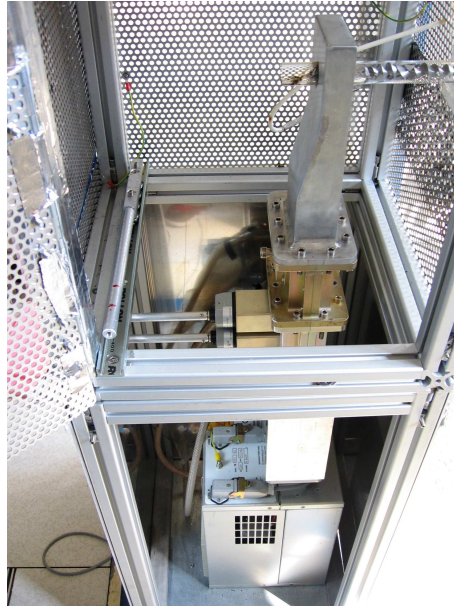


Figura 8.1: Struttura del sistema a plasma atmosferico

del campo quando esce dal generatore, e quindi nel nostro caso corrisponde all'inverso della frequenza di 2.45 GHz. Ottenuta la lunghezza d'onda dentro la guida si deve far sí che la propagazione del campo EM abbia gli zeri sul bordo piú esterno come nell'ingresso. Inoltre grazie ai calcoli é possibile trovare il punto di valore massimo del campo, punto in cui sará piú conveniente andare a porre il tubo all'interno del quale si crea il plasma.

Descriveremo di seguito nel dettaglio le varie componenti costituenti il nostro sistema.

8.1.1 Generatore

Il generatore usato durante questo lavoro di tesi é composto da due parti attive, rispettivamente un alimentatore ALTER SM445G, con alimentazione monofase a 12 A, capace di erogare fino a 1800 W di potenza alla *testa*, ed un magnetron (detto appunto *testa*) ALTER TM0, chiamato anche tubo elettronico a diodo. Quest'ultimo é del tutto simile a quelli utilizzati all'interno dei normali forni a micro-onde, anche se in questo caso, esso é progettato per erogare una potenza di 1200 W. Le due parti sono collegate tra loro attraverso l'ausilio di cavi schermati ed opportunamente calibrati dal produttore.

I vantaggi di tale configurazione sono che non sono presenti parti mobili, e che la sua struttura permette un apparato di controllo relativamente semplice. Inoltre, se confrontato con altre sorgenti, risulta compatto, leggero, efficiente ed in grado di erogare alte potenze.

Fisicamente il magnetron, che é un diodo, consiste di un cavo cilindrico circondato da un anodo anch'esso cilindrico; quest'ultimo presenta segmenti che formano cavità risonanti che si estendono radialmente a partire dal centro. Lo spazio fra anodo e catodo é detto *spazio di interazione* ed é il luogo ove gli elettroni, stimolati dall'interazione con il campo elettromagnetico, girano ed oscillano in un processo che libera onde elettromagnetiche. La

configurazione geometrica del catodo e dell'anodo permette di definire la frequenza delle micro-onde. Nel nostro caso tale frequenza corrisponde a 2.45 GHz.

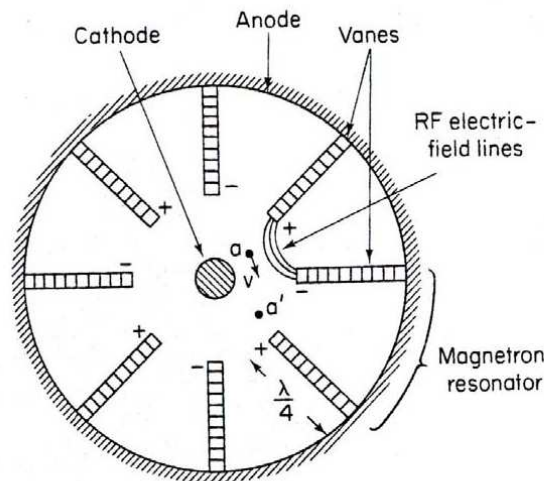


Figura 8.2: Rappresentazione schematica di un Magnetron

8.1.2 Circolatore

In un sistema a micro-onde vi è la possibilità che una certa percentuale della potenza venga riflessa indietro. Più l'impedenza del carico (cioè la parte assorbente l'energia, sia esso il plasma od un volume d'acqua) è differente da quella del generatore, maggiore sarà la porzione di energia riflessa. Siccome questa risulta dannosa per le componenti attive del sistema, essa viene deviata verso un dissipatore in grado di trasformarla in calore, in modo tale da riuscire a disperderlo nell'ambiente.

Il circolatore è una sezione di guida d'onda a tre o quattro vie, progettata in modo che l'energia introdotta da una porta venga indirizzata solo alla seconda, e quella introdotta dalla seconda venga indirizzata alla terza. Quindi se dalla prima porta entra la radiofrequenza prodotta dal magnetron, essa è libera di propagarsi verso la seconda (alla quale quindi collegheremo la nostra camera di scarica), mentre l'energia riflessa viene deviata verso la terza porta, alla quale è collegato un carico (in genere raffreddato ad aria o ad acqua) in grado di dissiparla.

8.1.3 Tuner

Questa categoria di componenti passive è in grado di alterare l'impedenza della linea, cercando di renderla il più simile a quella del generatore, in modo da minimizzare la potenza riflessa. Tali strumenti prendono il nome di *adattatori di impedenza* e ne esistono di varie categorie.

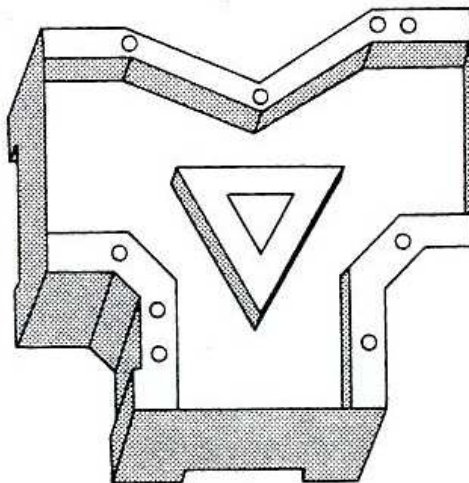


Figura 8.3: Rappresentazione schematica di un circolatore. Il nucleo centrale normalmente é in ferrite

Il piú semplice, meccanicamente parlando é l'*iride*. Esso consiste in una lamina di metallo con un'incisione in grado di garantire un'adattamento di impedenza, in quanto a seconda della geometria della fessura puó agire come un carico capacitivo o induttivo. Questo tipo di strumento però é utilizzabile quando si conosce a priori l'entitá della correzione da effettuare.

Un altro modo di variare l'impedenza consiste nell'avvitare una o piú viti nello spazio della guida d'onda. Lo strumento in questione é detto adattatore a vite o *stub tuner* e si presenta come una sezione di guida d'onda con tre perni di metallo, la cui profonditá di penetrazione nella guida é regolabile attraverso delle manopole.

In questo caso la vite agisce come una capacitá o come un'induttanza a seconda della profonditá a cui é avvitata.

8.1.4 Guida d'onda

Le guide d'onda sono componenti passive che servono a propagare le micro-onde in uno spazio voluto, anche lontani dal punto di produzione. Esse sono tubi di alluminio od ottone di sezione rettangolare o circolare, in grado di trasportare le onde con dispersioni inferiori ai cavi coassiali. Ció é ben descritto dalla figura 8.5; si puó notare come, mentre per i cavi coassiali l'attenuazione cresce al crescere della frequenza, per la guida d'onda in esame, dB/m decresce a partire dai 2 GHz fino ad ottenere un minimo intorno ai 6/7 GHz per poi risalire lentamente. Ció ben esemplifica i vantaggi che si ottengono usando guida di questo tipo. La frequenza denominata in figura f_T é detta di *cut off*, ed é dipendente dalle caratteristiche geometriche della sezione, al di sotto della quale il campo elettromagnetico

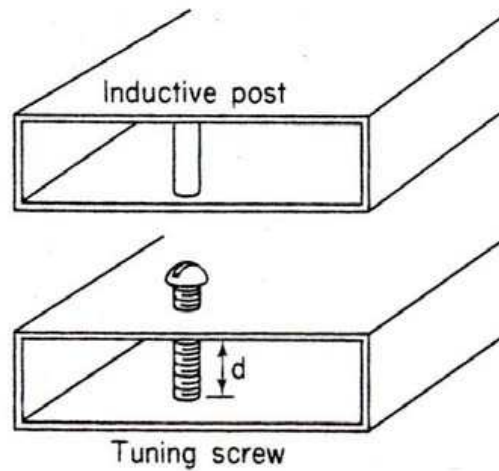


Figura 8.4: Rappresentazione schematica di un tuner a vite

non si può propagare. Le componenti dell'onda elettromagnetica viaggia all'interno della guida grazie alla riflessioni, a dispersione minima, che avvengono all'interno della stessa. Si instaurano quindi modi stazionari, e il risultato è che l'energia viene concentrata in determinate zone della guida.

8.1.5 Tubo di confinamento

In determinate posizioni della guida d'onda, per ottenere un plasma in configurazione semi-metallica, si sono praticati dei fori atti a contenere il tubo che conterrà il gas carrier da ionizzare. Fattori importanti per la scelta del tubo sono:

- la costante dielettrica del materiale di cui è composto. Infatti grazie a questo parametro risulta più o meno facile ed immediata l'accensione del plasma
- la resistenza a gradienti termici molto piccati, in quanto le temperature raggiunte sono molto elevate, ed una fragilità intrinseca del tubo potrebbe compromettere la riuscita dell'innesco
- la resistenza al surriscaldamento
- la facilità di costruzione

8.2 Struttura del plasma

Dallo studio della letteratura è risultato che la struttura maggiormente confacente alle nostre esigenze fosse quella della semi-metallic torch. I vantaggi che ha tale configurazione per la creazione di plasmi atmosferici, rispetto alle altre, sono:

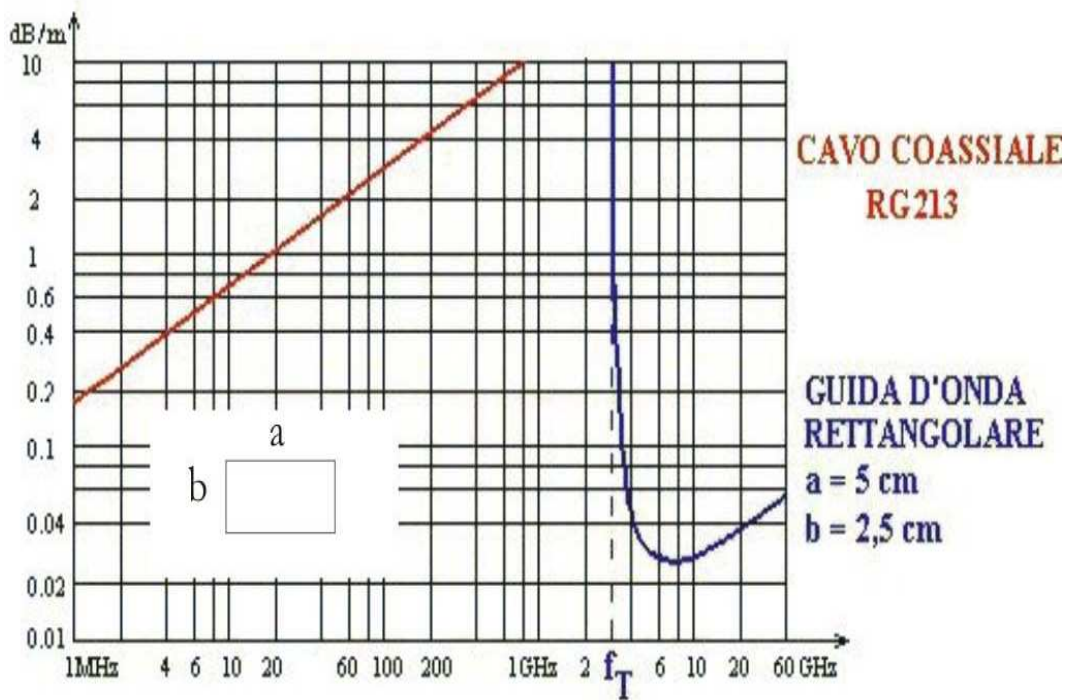


Figura 8.5: Grafico che rappresenta l'andamento del coefficiente di attenuazione dB/m al crescere della frequenze di lavoro per un cavo coassiale e per una guida d'onda rettangolare. La frequenza f_T rappresenta la minima frequenza trasmissibile della guida d'onda in questione.

- struttura simile alle Metallic torch ma non richiede una transizione guida/cavo coassiale
- la possibilità di far fluire il gas carrier attraverso un tubo di quarzo
- utilizza le onde di superficie che si propagano lungo l'interfaccia tra il tubo di quarzo ed il plasma permettendo quindi una maggiore elongazione della fiamma
- permetterebbe di usare generatori a bassa potenza, tipicamente quelli usati anche nei forni a micro-onde casalinghi
- buoni risultati nella pulizia e nell'etching delle superfici dei materiali metallici

Analizziamo di seguito le prove svolte per l'ottimizzazione della struttura.

8.2.1 Prove con guida d'onda normale

La configurazione per la creazione del plasma con cui si è avuto a che fare durante questo lavoro di tesi è assimilabile a quella delle semi-metallic torch. Il sistema infatti è caratterizzato da un generatore di micro-onde Alter TA-1250, da un circolatore, un tuner a tre viti regolabili, e, inizialmente, da una guida d'onda rettangolare, con dimensioni di base di $43 \times 86 \text{ mm}^2$. La prima guida d'onda utilizzata era aperta ad entrambe le estremità, e grazie alla costruzione di una sorta di stantuffo, si poteva regolare la lunghezza della guida d'onda. In questo modo è possibile verificare quale sia la posizione ottimale per innescare il plasma. Lo stantuffo è costituito da due lamine di alluminio, intramezzate da una lamina di ottone, la quale, ricopriva, con un serie di lamelle, anche i lati che toccavano la guida, garantendo così una ottimale tenuta elettrica. Una lunga vite filettata è stata posta su una delle facce maggiori in modo da rendere funzionale il movimento in verticale, regolabile attraverso un gioco di dadi. Fissando il valore dell'intensità, alzando ed abbassando il tappo si nota come varia all'interno della guida il campo elettrico, e facendo ciò abbiamo cercato il massimo del campo.

A questo punto si è passato all'ottimizzazione della quantità di energia trasferita all'interno della guida da parte del generatore. Mantenendo il magnetron a bassa potenza, utilizzando dei power meter per avere una misura dell'intensità di campo elettrico entrante ed uscente dalla guida, e regolando i tuner, si è cercato di migliorare il rapporto tra energia trasmessa e riflessa. Dei tre tuner a disposizione, posti l'uno sopra l'altro a distanza di circa 3 cm, si è notato che l'apporto del primo e dell'ultimo alla modifica dell'energia entrante era trascurabile. Fissata quindi la posizione, si è proceduto alla segnatura del punto, ove verrà poi eseguito un traforo, atto a ospitare il tubo di quarzo necessario a contenere il plasma. Tale tubo aveva inizialmente diametro di 14,5 mm; varie dimensioni sono state utilizzate nelle prove successive.

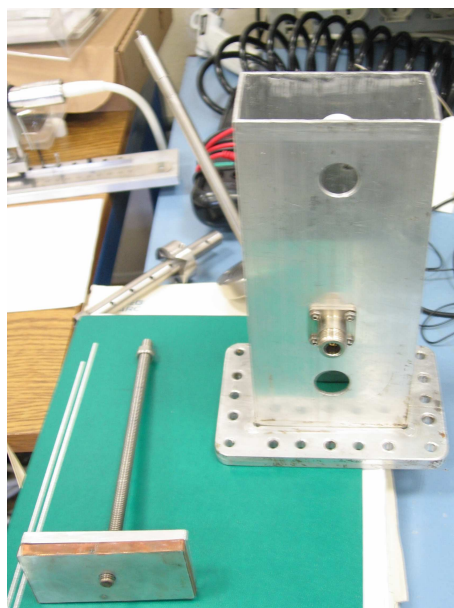


Figura 8.6: Foto della guida con cui si é ottimizzato il massimo di campo elettrico

Revolver

Ottenuta la posizione del massimo del campo elettrico e praticato il foro, si é proceduto alla prima prova di innesco. Il primo gas utilizzato é stato l'Argon. Per ottenere l'accensione del plasma si é dovuta utilizzare una punta metallica come punto focalizzante del campo, in modo da ottenere un effetto punta, e ionizzare il gas.

Nel primo tentativo, il plasma ottenuto risultava molto filamentoso, poco stabile, e la gettata della fiamma oltre il bordo del tubo non superava il centimetro; varie ipotesi sono state fatte su cosa potesse essere fatto per migliorare la situazione. Si é supposto che il principale problema potesse venire dalla forte turbolenza all'interno del tubo dovuta al flusso di gas; si é pensato che creando una specie di revolver, composto dal tubo col diametro di 1,45 cm contenente altri tre tubi, uno di diametro 4,5 mm, e gli altri due di 8 mm, essa potesse essere evitata. La turbolenza però non sembra uscirne migliorata, ed inoltre non si riusciva ad innescare il plasma in tutti i tubicini; infatti una volta che esso si accendeva all'interno di uno di essi, indifferentemente da quale fosse, non era piú possibile creare la scarica all'interno degli altri. Ciò puó essere spiegato dal fatto che il plasma é un carico variabile, il quale, una volta accoppiato bene col campo, lo assorbe tutto, una volta innescato; il risultato é che nella configurazione sopra descritta l'energia del campo non era piú sufficiente a generare la scarica.

Doppio tubo e nozzle

Abbandonato il revolver, ci si é volti verso l'utilizzo di due tubi di diametri 14,5 e 4,5 mm, sempre di quarzo, in modalitá concentrica; il flusso di gas fluiva all'interno del tubo piú piccolo; la fiamma risultava piú lunga e stabile rispetto alle situazioni precedenti, ma

la struttura filamentosa del plasma rimaneva praticamente inalterata, anche se la quantità di filamenti era diminuita.

Queste prove iniziali ci hanno portato a pensare che il ruolo predominante lo ricoprisse il campo elettrico all'interno della guida. Si è quindi pensato che, ponendo un nozzle di rame all'estremità del tubo, si riuscisse a creare un effetto di concentrazione del campo elettrico sulla punta, e quindi ottenere una migliore fiamma di plasma, e contemporaneamente non ci fosse più bisogno dell'innesco manuale. La fiamma in effetti si innescava più facilmente e automaticamente, una volta raggiunta l'intensità di campo ideale, in quanto il nozzle stesso fungeva da innesco; la turbolenza era scomparsa, ciò grazie al fatto che il foro all'uscita del nozzle era molto stretto e quindi concentrava meglio il gas; il plasma era quindi molto più concentrato, ma rimaneva comunque filamentoso, e la sua lunghezza non gli permetteva di uscire al di fuori della guida d'onda. Inoltre se il nozzle veniva spinto troppo all'interno della guida d'onda, fino a superarne la metà, il plasma si spegneva automaticamente.

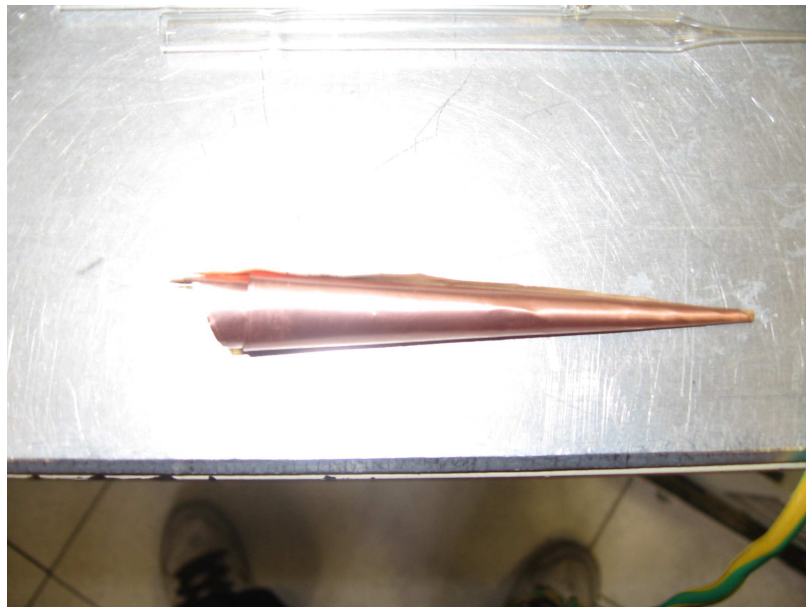


Figura 8.7: Foto del nozzle delle dimensioni ottimali

Si è inoltre notato che le dimensioni della fiamma dipendevano in qualche modo dal nozzle di rame, e si è quindi proceduto allo studio dell'influenza di ciò sul plasma. Inizialmente si è provato a far uscire maggiormente la fiamma applicando all'estremità del nozzle un altro tubo di quarzo, supponendo che il flusso, e le onde superficiali che si propagavano sulla superficie del tubo avrebbero permesso di allungare la fiamma di plasma.

I problemi riscontrati però erano due:

- se si spingeva troppo avanti il nozzle, il plasma rimaneva confinato nel solo tubo
- il nozzle piano piano si erodeva

Si è inoltre notato che la struttura stessa del plasma cambiava a seconda delle carat-



Figura 8.8: Foto del plasma creatosi alla fine del nozzle e prolungato col tubo di quarzo successivo

teristiche geometriche del nozzle. Sono stati quindi provati differenti nozzle, con angoli differenti e fori d'uscita di grandezza variabile, e con spessori differenti. Infatti sembra che l'erosione sia proporzionale sia all'angolo che allo spessore del nozzle stesso. La lunghezza della fiamma invece, sembra esserne legata in maniera inversamente proporzionale. Dopo numerosi tentativi, e dopo aver confrontato i nostri risultati con la letteratura esistente a riguardo, siamo arrivati alla conclusione che l'angolo ottimale per il nozzle fosse di 10° . Questo garantisce una minor erosione del nozzle, e contemporaneamente la lunghezza maggiore per la fiamma. I risultati però non erano ancora quelli che volevamo ottenere. Infatti la fiamma rimaneva comunque ancora troppo concentrata, leggermente filamentosa, e confinata dentro la guida d'onda. Si è quindi accantonata l'idea del nozzle di rame e si è cercata un'altra via, provando a cambiare il materiale del tubo contenente il gas.

Tubi di materiali ceramici: steatite ed allumina

Inizialmente si è adottata una configurazione con un tubo di quarzo, contenente cuscinetti di steatite. Il gas fluiva entro il tubo, attraverso i cuscinetti, e si sarebbe dovuto innescare all'interno di essi. In realtà le prove sperimentali hanno dimostrato il contrario. A causa, infatti, dell'alto gradiente termico, la steatite letteralmente esplodeva subito dopo l'innesco del plasma. Questo è stato un problema comune a molti materiali ceramici impiegati nelle prove di innesco.

Dopo la steatite, sono state provate configurazioni con tubi di allumina, ma i risultati non sono ugualmente soddisfacenti. Le configurazioni principali sono state 3:

- Singolo tubo di allumina (diametro 15 mm)

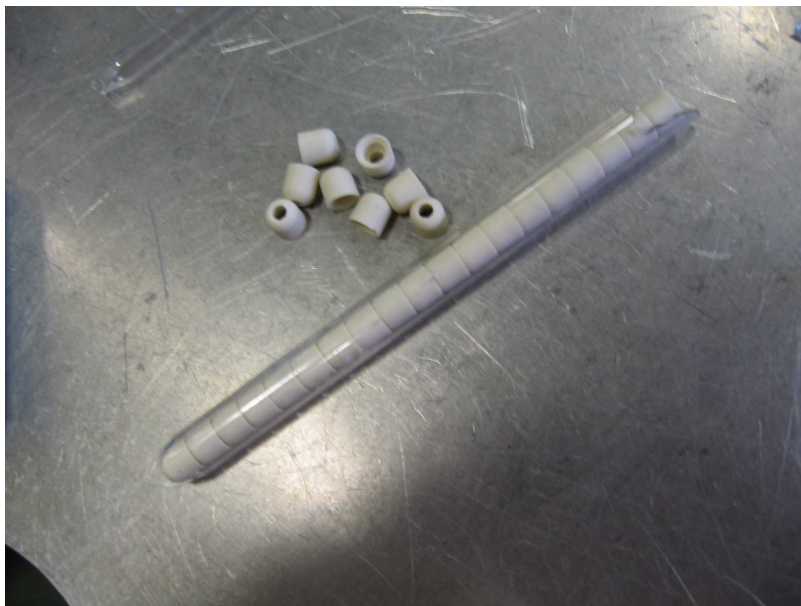


Figura 8.9: Foto del tubo di quarzo contenente cuscinetti ceramici in steatite

- Doppio tubo di allumina in configurazione concentrica (diametri 15 e 5 mm)
- Triplo tubo in configurazione concentrica (diametri 8, 4.5, 1.5 mm, i primi due in quarzo, quello piú interno di allumina)

Le prove effettuate hanno dimostrato che nei primi due casi perfino l'innesco del plasma risultava complicato, se non irrealizzabile. Nel terzo caso invece, il plasma si accendeva senza troppe difficoltà, ma rimaneva il problema dell'esplosione dell'allumina. Il suo coefficiente di espansione termica infatti, come nel caso della steatite, era troppo elevato, ed i forti gradienti di temperatura presenti al momento dell'innesco del plasma, facevano sí che la dilatazione del tubo fosse praticamente istantanea, provocandone la rottura e la conseguente esplosione. Si é quindi capito che l'unico materiale utilizzabile per il confinamento del plasma, date le sue caratteristiche fisiche, era il quarzo. D'ora in poi infatti tutte le prove saranno effettuate con esso.

Un altro problema sorge nella scelta del tubo. Infatti, come si vedrá in seguito, per aumentare l'intensità di campo all'interno della guida é stato necessario creare un restringimento della stessa. In questo caso il diametro del tubo diventa a dir poco fondamentale, in quanto, se dovesse essere troppo largo rispetto allo spessore della guida non si otterrebbe l'effetto di intensificazione del campo. Infatti, in tal caso, le linee di campo non riuscirebbero a chiudersi nella zona del tubo, e di conseguenza l'innesco del plasma risulterebbe impossibile. Quindi il diametro ottimale del tubo, a seconda del restringimento della guida cambiava per ogni configurazione.

Risolti poi i dubbi sulla scelta delle componenti della struttura, si é passati alla risoluzione dei problemi riguardanti la struttura della fiamma di plasma.



Figura 8.10: Foto di un tubo in allumina

Turbolenza

Ci si é quindi concentrati sullo studio dell'effetto della turbolenza sul plasma.

All'inizio si pensava che ciò potesse essere un problema, e che potesse peggiorare la fiamma stessa. In realtà dopo aver effettuato alcune prove si é visto che era tutto il contrario. Ciò é risultato palese quando si é provato con una configurazione di un doppio tubo di quarzo, in modalità concentrica, con un doppio flusso di gas, presente cioè in entrambi i tubi. I risultati ottenuti a questo punto erano migliori degli esperimenti precedenti in quanto la fiamma era piú lunga e meno filamentosa. Inoltre la turbolenza, dovuta al flusso nel tubo piú esterno, confinava il plasma al centro, rendendolo maggiormente stabile, e limitando il riscaldamento del quarzo. Infatti, mantenendo troppo a lungo acceso il plasma, si andava incontro al surriscaldamento del tubo di quarzo, in alcuni casi esso é stato addirittura fuso, e ciò comportava lo spegnimento della fiamma. Grazie alla turbolenza, confinando il plasma al centro, esso poteva rimanere acceso anche per ore senza alcun problema.

In seguito si é pensato di riprodurre un regime vorticoso all'iterno di un unico tubo. Per avviare la rotazione del gas carrier si é bastato introdurre una barriera metallica all'interno del tubo, dimensionata in modo da creare turbolenza nel flusso. In questo modo, una volta effettuato l'innescò del plasma, la componente spiraleggiante del gas manteneva confinato al centro del tubo il plasma, diminuendo notevolmente il riscaldamento delle pareti, ed aumentando di molto la stabilità della fiamma. Inoltre la lunghezza del plasma ne risultava largamente migliorata, tanto da raggiungere una lunghezza al di fuori del tubo di quarzo di oltre 5 cm.

Dopo tutte queste prove però rimaneva abbastanza chiaro come il problema principale

non fosse il tubo, ma l'intensità di campo all'interno della guida. I successivi esperimenti quindi, saranno volti all'insegna della risoluzione di tale problema.

Capitolo 9

Ottimizzazione struttura

9.1 Guida Tapered

Il problema di come intensificare il campo all'interno della guida non é di facile risoluzione. Infatti risulta subito chiaro e lampante che il metodo migliore sia creare un restringimento della guida delle dimensioni volute, in modo da ottenere l'intensificazione richiesta. Sorge però il problema delle riflessioni delle micro-onde dovute al restringimento stesso. Se infatti l'angolo di restringimento non dovesse essere adeguatamente piccolo, si rischierebbe di avere una riflessione troppo elevata, col risultato di vanificare l'intensificazione del campo. Operando quindi diverse simulazioni di diverse configurazioni per le guide d'onda, e studiando a fondo la letteratura presente, si é giunti alla conclusione che l'angolo ottimale fosse quello di 14° .

Inoltre, un altro fattore molto importante, piú per lo shift del punto di massimo del campo che altro, risulta essere la lunghezza di questo restringimento. Anche in questo caso sono state effettuate diverse simulazioni, al termine delle quali é stato evidente che per ottenere un risultato ottimale si doveva praticare un restringimento di lunghezza pari a $\lambda_z/2$, ove con λ_z si indica la lunghezza d'onda delle micro-onde all'interno della guida. Un altro fattore molto importante per la progettazione della guida tapered é lo spessore finale della guida; infatti piú é piccolo piú il campo elettromagnetico viene intensificato nella zona ristretta.

9.2 Simulazioni

Il primo punto da risolvere prima di effettuare le simulazioni, era stabilire se fosse piú conveniente, in termini di aumento di potenza in ingresso, una struttura geometrica della guida d'onda con un restringimento a gradini o tramite una parte diagonale. In letteratura sono presenti entrambe le configurazioni, anche se la prima, data la sua struttura discontinua, può creare maggiori riflessioni. Inoltre, dal punto di vista realizzativo, la seconda forma risultava piú semplicemente ottenibile, in quanto praticando una piega in una lastra di alluminio, si ricava la forma desiderata senza impiegare troppe saldature.

Scelta quindi la configurazione col restringimento diagonale, si é passati alla simulazione delle possibili guide d'onda utilizzabili. Le forme sono state scelte in base a criteri ben precisi. Lo scopo, infatti, era osservare i cambiamenti nell'intensit  e nella posizione del massimo di campo elettromagnetico al variare della geometria della guida.

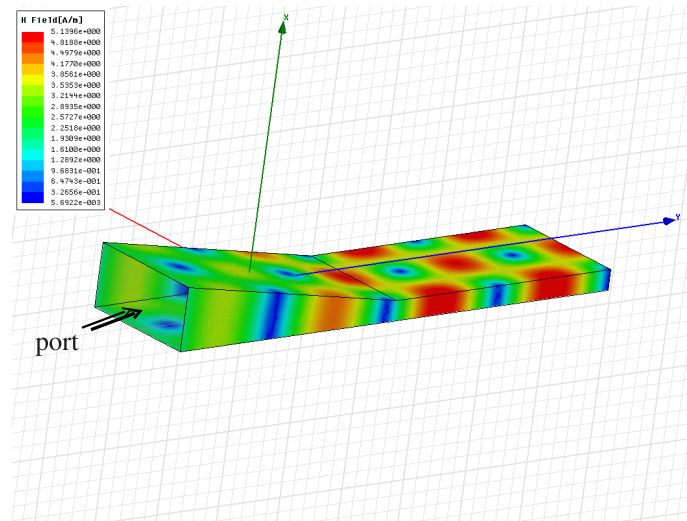


Figura 9.1: Guida d'onda di lunghezza pari a 2λ con angolo di $14,85^\circ$ e restringimento pari a 13,5 cm

In questa prima configurazione si pu  notare che la lunghezza della parte diagonale   uguale a quella dritta, ed entrambe equivalgono a 86,65 mm circa. La somma delle due parti infatti   la lunghezza d'onda del campo elettromagnetico all'interno della guida. In questo caso il massimo   convenientemente posto a met  della zona dritta, e quindi giace esattamente a $\lambda/4$. Lo spessore finale   di 13,5 mm e l'angolo di inclinazione   di $14,85^\circ$ circa. L'indicazione *Port* sta ad indicare dove, nella simulazione, si   inteso far entrare il campo elettromagnetico.

La successiva guida, Figura 9.4, mantiene inalterati lo spessore finale e l'angolo ma cambia la lunghezza delle parti; infatti per non cambiare i due parametri, la parte diagonale doveva essere pi  lunga della parte dritta. Questo si ripercuote sulla posizione del massimo all'interno della guida d'onda. Come infatti si pu  notare esso giace sulla parte diagonale mentre nella porzione di guida successiva appare solo il minimo. Questa configurazione   stata quindi scartata subito.

Successivamente si   provato a simulare una guida che avesse una doppia parte diagonale per studiare meglio come cambiasse la distribuzione spaziale del campo e la sua intensit . In questo contesto si pone la Figura 9.6. La prima parte diagonale ha un angolo pari a $24,84^\circ$ circa mentre la seconda   inclinata di $29,68^\circ$ circa. Mantenendo la lunghezza complessiva pari a λ , ed imponendo che la somma delle lunghezze delle parti diagonali

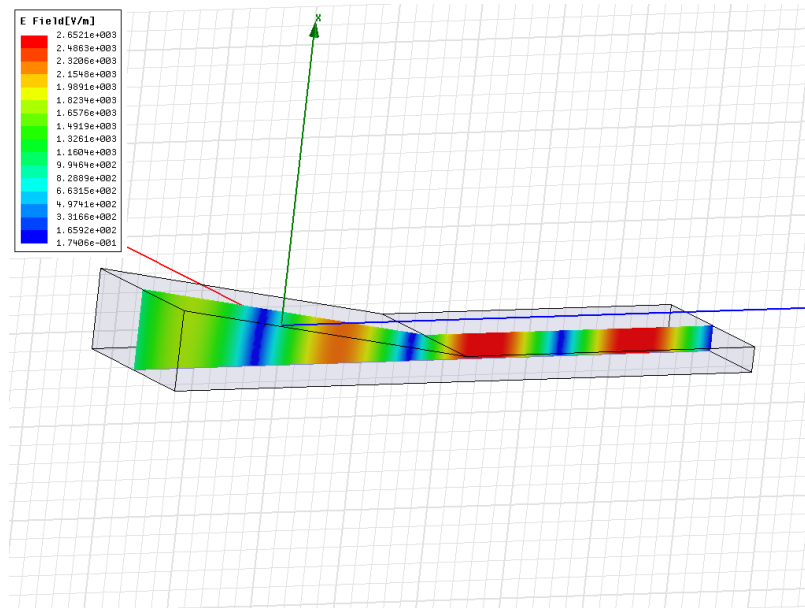


Figura 9.2: Guida d'onda di lunghezza pari a 2λ con angolo di $14,85^\circ$ e restringimento pari a 13,5 cm (vista laterale)

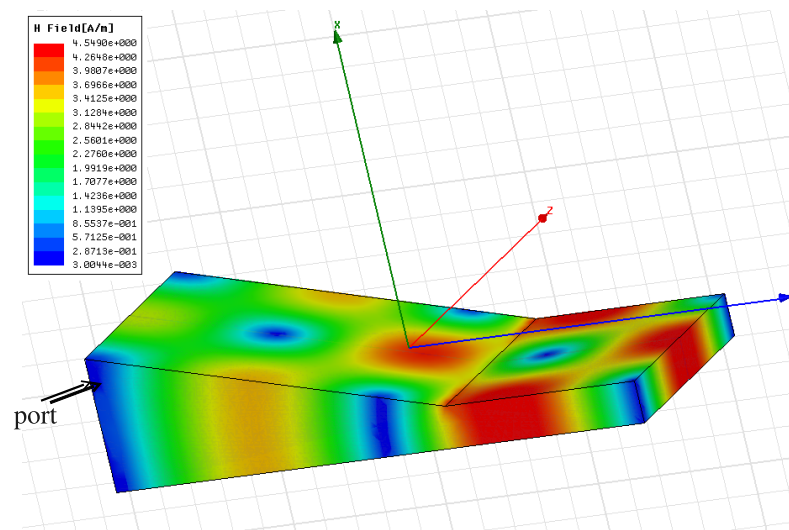


Figura 9.3: Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angolo di $14,85^\circ$ e restringimento pari a 13,5 mm

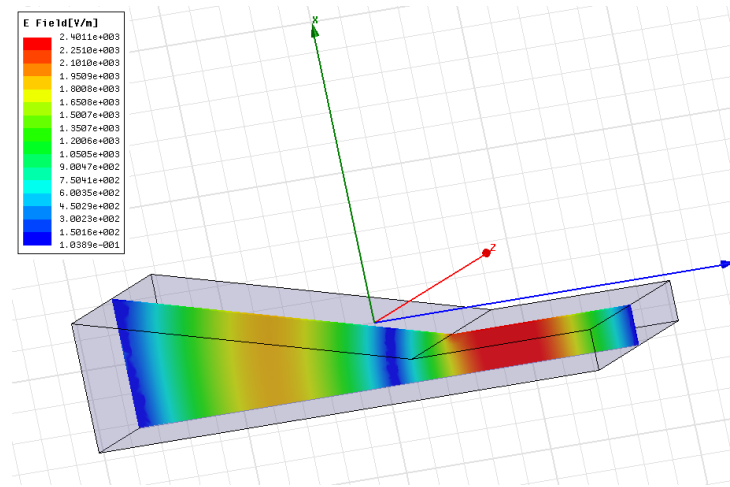


Figura 9.4: Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angolo di $14,85^\circ$ e restringimento pari a $13,5$ mm (vista laterale)

fosse $\lambda/2$, si è ottenuto uno spessore finale di $6,8$ mm circa. Come si può vedere però anche in questa configurazione il massimo non risiede in un posto utile ai nostri intenti. Le intensità però sembrano essere aumentate dalla doppia curvatura della guida. Sembra quindi che la porzione di onde riflesse sia minore rispetto alle situazioni precedenti.

L'ultima delle simulazioni rilevanti che sono state effettuate è riportata nella figura 9.8. Questa guida, di lunghezza λ presenta differenze rispetto alle precedenti per quanto riguarda sia l'angolo che lo spessore finale. Infatti, essendo questi due parametri legati l'uno all'altro, ponendo come larghezza finale 27 mm, si ottiene un'angolazione pari a $10,46^\circ$ circa. Ma la caratteristica più importante per questa configurazione risiede nella geometria stessa della guida. Infatti oltre ad esserci una rastremazione, come nelle altre simulazioni, in questa la parte diagonale presenta anche un allargamento sul piano ortogonale rispetto alla superficie maggiore.

Come si può vedere dalla figura, in questo caso il massimo si presenta prima della parte tapered ed in più il valore assoluto, sia del campo elettrico che di quello magnetico, è notevolmente diminuito in intensità rispetto alle simulazione precedenti. La strana configurazione di questa guida si era pensato potesse aiutare a rendere maggiormente stabile ed intenso il campo elettrico.

Evidentemente però in questa situazione si instaurano delle perdite parassite che sono superiori ai vantaggi che in linea teorica è possibile ottenere. Inoltre, come se questi risultati non ci avessero convinto, una ulteriore complicazione di questa guida risulta essere proprio la sua particolare geometria, particolarmente difficile da ottenere meccanicamente.

Dopo i risultati ottenuti dalle simulazioni, ci si è quindi volti alla configurazione più

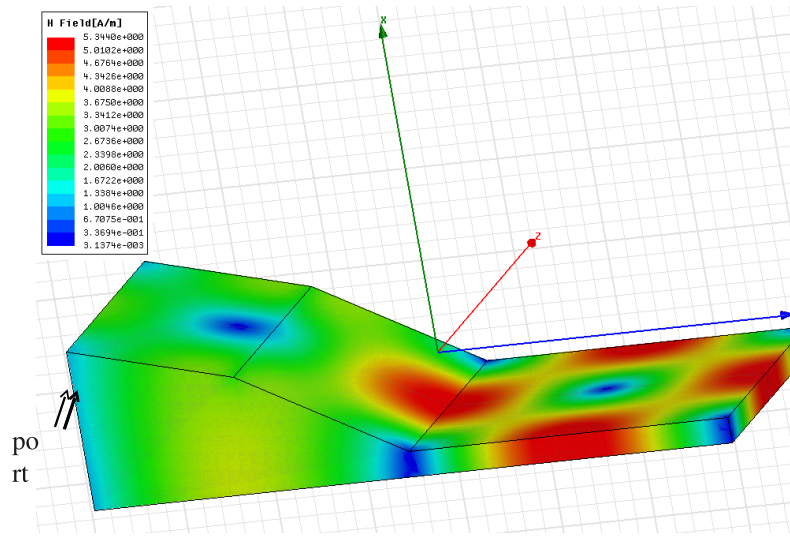


Figura 9.5: Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angoli di $24,84^\circ$ e $29,68^\circ$ e restringimento pari a 6,83 mm

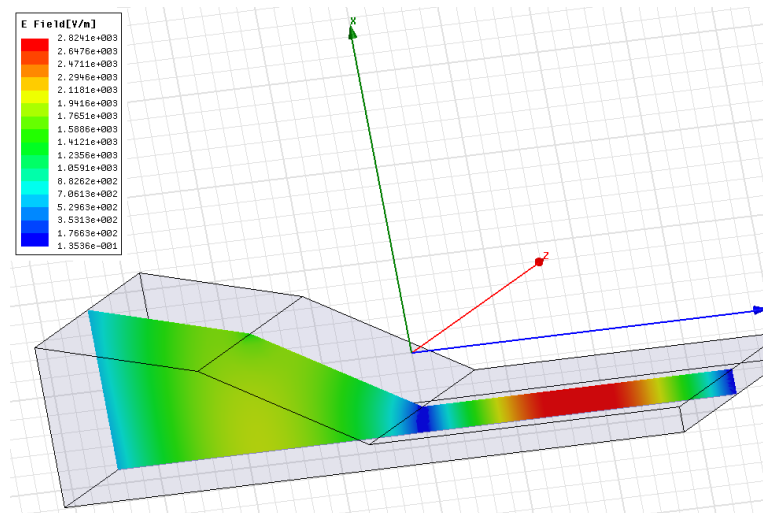


Figura 9.6: Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angoli di $24,84^\circ$ e $29,68^\circ$ e restringimento pari a 6,83 mm (vista laterali)

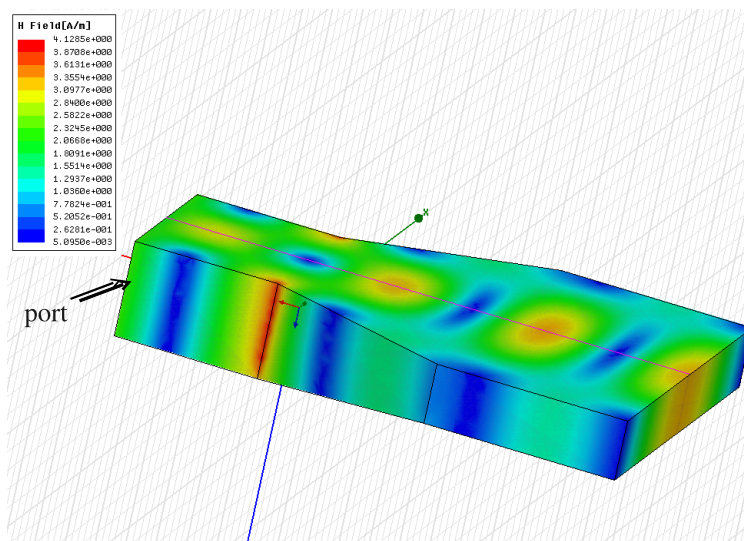


Figura 9.7: Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angolo di $10,46^\circ$, con restringimento pari a 6,83 mm sul piano x-z, ed un allargamento della parte diagonale sul piano x-y

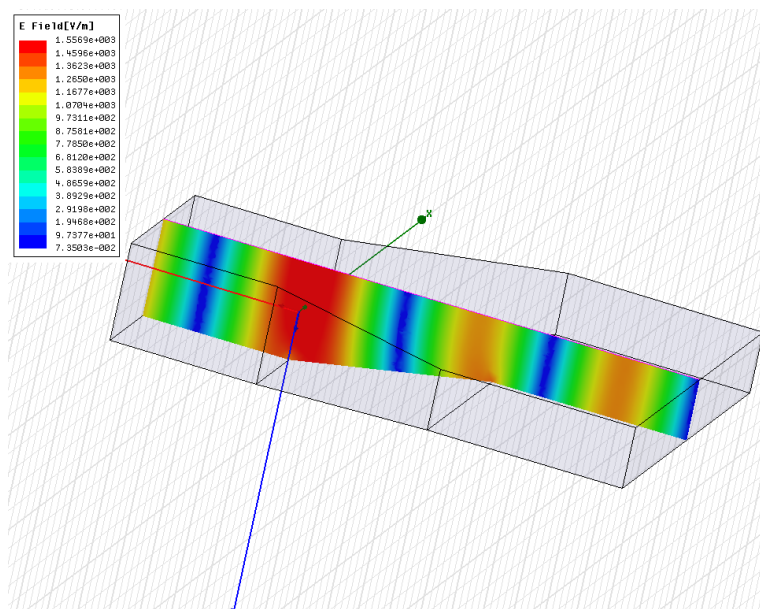


Figura 9.8: Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angolo di $10,46^\circ$, con restringimento pari a 6,83 mm sul piano x-z, ed un allargamento della parte diagonale sul piano x-y (vista laterale)

classica e semplice, quella che garantiva cioè maggiore intensità di campo nella posizione più commoda. La tipologia di guide che useremo d'ora in poi saranno quindi simili a quella analizzata nella prima simulazione. I parametri che manteniamo variabili saranno soltanto gli spessori finali dei restringimenti, ed in base a questi andremo a studiare le diverse caratteristiche che si verranno a creare nel plasma. Grazie all'esperienza acquisita con le prove fatte con le guide non tapered, e per lo studio effettuato sulla letteratura presente, le principali posizioni di lavoro che saranno esaminate saranno quelle con il foro a $\lambda/4$ e a $\lambda/8$ dal fondo della guida.

Il primo sembra essere suffragato dalle nostre simulazioni oltre che dall'intuito, mentre la seconda configurazione è stata suggerita da alcuni articoli presenti in rete. Analizzeremo nel dettaglio, nei prossimi paragrafi, le diverse situazioni che si verranno a creare.

Dopo le simulazioni risultava comunque chiaro che il campo elettromagnetico veniva notevolmente aumentato in tutte le configurazioni. Siccome i valori del campo a distanza di lavoro rimanevano superiori a quelli stabiliti come soglia di protezione per i lavoratori, si è resa necessaria la progettazione di un sistema protettivo adeguato.

9.3 Progettazione struttura del Plasma Atmosferico

Come già accennato precedentemente, gli alti valori raggiunti, anche a distanza notevole, dal campo elettromagnetico, hanno reso necessario la progettazione e la realizzazione di una struttura protettiva per i lavoratori a stretto contatto con il sistema. Utilizzando quindi il programma Inventor 2009 è stata disegnata una gabbia metallica che contenesse l'intero sistema e che quindi, sfruttando l'effetto *Gabbia di Faraday*, potesse garantire una adeguata protezione. La struttura portante è composta da profilati item di diversa lunghezza. La figura sottostante rappresenta uno dei suddetti profilati:

Come già descritto in precedenza, la struttura del sistema per il plasma atmosferico, può essere divisa in due parti:

- il corpo centrale, che va dal generatore di micro-onde fino agli attacchi per i power meter (zona sui cui si lavora principalmente all'inizio del setting)
- la guida d'onda, che è la zona in cui il lavoratore deve avere maggior facilità di manovra in quanto è quella in cui si dovranno praticare cambi di tubi, di guide, e dove si porranno i campioni da trattare

Per rendere quindi il tutto più agevole si sono realizzate due strutture a forma di parallelepipedo sovrapposte come rappresentato in figura Figura9.9. Quella sottostante, con la funzione di schermare il corpo centrale, è stata chiusa con delle lamine di alluminio dello spessore di 3 mm. Sono state forate ai quattro angoli, e successivamente fissate ai profilati. Questa soluzione non risulta particolarmente comoda, ma si è pensato di valorizzare maggiormente il lato esterno della struttura, nascondendo il corpo centrale. D'altronde la frequenza di accesso alla parte sottostante la guida d'onda era molto bassa

e si riduceva solamente alla regolazione dei tuner all'inizio del lavoro. Infatti una volta ottimizzata la loro posizione, non si ha piú necessitá di accedervi.

Per ovviare comunque a questo inconveniente si sono realizzati anche dei buchi nella lamina laterale in prossimitá dei tuner stessi, che grazie a delle prolunghe per le manopole di regolazione, permettevano l'aggiustamento della loro posizione anche a plasma acceso e senza correre alcun rischio.

La parte schermante la guida d'onda, invece, é stata realizzata con della rete traforata in alluminio, con fori del diametro di 6 mm. E' stata scelta questa soluzione in quanto permetteva una protezione adeguata, infatti nonostante fosse bucherellata non permetteva il passaggio di campo elettrico perché la lunghezza d'onda della radiazione emessa era circa di 17 cm e quindi per propagarsi all'esterno avrebbe avuto bisogno almeno di fori di diametro confrontabile con la sua λ , ed inoltre consentiva una certa qual trasparenza utile per osservare il plasma atmosferico e studiarne il comportamento.

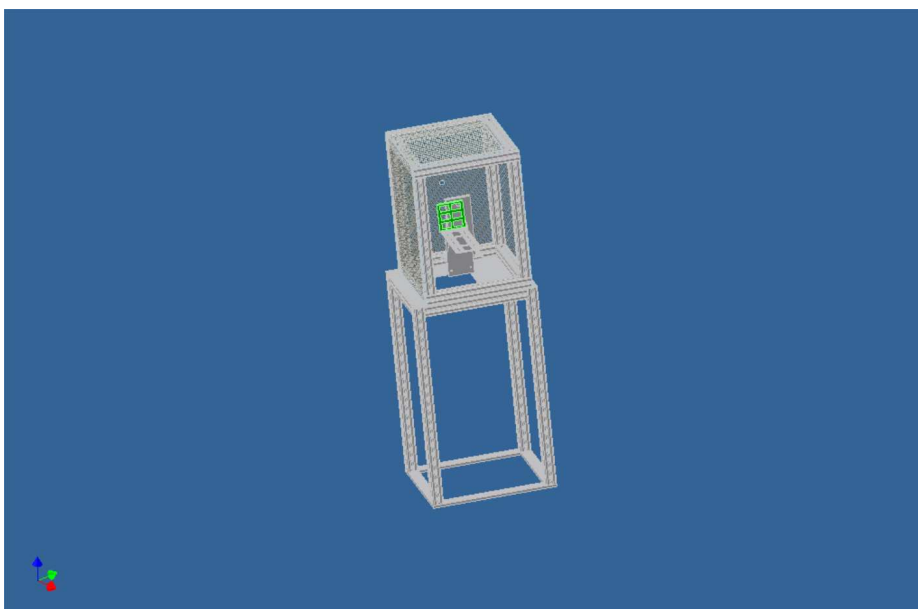


Figura 9.9: Gabbia Item

Le due strutture sono fissate tra loro attraverso una serie di viti. Nella figura precedente é presente anche il portacampioni che é stato progettato durante lo svolgimento di questo lavoro di tesi. I requisiti ai quali doveva principalmente far fronte erano quelli riguardanti la maneggevolezza, importante per riuscire a far scorrere i campioni da trattare davanti alla fiamma, e la possibilitá, in caso di sostituzione del campione, di effettuare cambi in maniera rapida e relativamente comoda.

Il primo requisito é stato superato tramite l'ausilio di una guida lineare che permettesse la movimentazione in parallelo rispetto alla guida d'onda; la successiva foto rappresenta la guida lineare utilizzata durante gli esperimenti. Essa é una guida della Rollon modello TL28-400. All'atto della vendita era composta solo dal binario, dai cuscinetti a sfera



Figura 9.10: Foto della gabbia di Faraday ultimata

e dal parallelepipedo su cui poi verrà fissato il portacampioni. Per i nostri scopi però è stato aggiunta un'asta che permettesse di regolare il movimento senza dover aprire la gabbia, riducendo quindi i pericoli di esposizione alle radiazioni. Nella figura si possono inoltre notare i prolungamenti dei tuner che si sono resi necessari per lo studio della loro incidenza, a seconda della posizione, sulla fiamma di plasma. Il portacampioni viene fissato alla guida lineare tramite dei grani, visibili in figura, e con l'ausilio di alcuni bulloni.

In Figura 9.12 è rappresentato il portacampioni costruito per sostenere i campioni da trattare col plasma atmosferico. La parte superiore è dove verrà fissato il campione; essa è particolarmente duttile in quanto, grazie al disco laterale, permette di ottenere diverse angolazioni di esposizione. Inoltre, grazie alle scanalature nella parte sottostante, la sua posizione risulta regolabile anche in altezza, cosa molto utile nel caso si debbano trattare anche campioni di grandezza superiori a $5 \times 5 \text{ cm}^2$. Lo stesso accorgimento è stato utilizzato per far sì che fosse regolabile anche il movimento sul piano della guida lineare. In questo modo la distanza del campione dalla guida d'onda, e quindi dalla fiamma di plasma, può essere regolata con una certa precisione. Regolando in questo modo la distanza, chiaramente, cambierà l'effetto dell'esposizione del campione alla fiamma. Infatti più distante sarà il portacampione meno specie attive raggiungeranno la superficie da trattare con una efficienza di trattamento, quindi, molto minore. Tutto dipende dal tipo di trattamento che si vuole effettuare. Inoltre il tempo di esposizione è un fattore molto rilevante per quanto riguarda il tasso di erosione del il plasma atmosferico.

Nel caso specifico dell'esperimento CUORE, l'uso che si vuole fare del plasma atmosferico è finalizzato ad una pulizia veloce e molto superficiale, in modo da rimuovere una possibile contaminazione, dovuta ad uno stoccaggio prolungato nel tempo, delle



Figura 9.11: Guida Lineare



Figura 9.12: Portacampioni

componenti.

La possibilità di spostare il campione più o meno vicino alla fiamma ha però fatto sì che si dovesse trovare una soluzione per la coda che consente questa movimentazione. Come è infatti visibile nella Figura 9.11 si è dovuto praticare una feritoia nella rete di fronte l'uscita del plasma. Questo non comporta comunque una eccessiva dispersione delle onde elettromagnetiche.

Come si nota nella Figura 9.9, si è inoltre dovuto praticare un foro nella rete posteriore alla guida d'onda per far passare il tubo in quarzo atto a contenere il plasma. Anche questo permette poca dispersione delle onde elettromagnetiche, non consentendo comunque di superare i livelli di soglia stabiliti per legge, pari a $50W/m^2$. Infatti a distanza di qualche centimetro dalla rete, l'intensità di campo non risultava essere superiore a $25/30W/m^2$, anche nei punti ove sono presenti la feritoia ed il foro appena descritti.

9.4 Foro a $\lambda/8$ e $\lambda/4$

Prima di effettuare le simulazioni mostrate in precedenza ci siamo basati sulla letteratura presente in rete per studiare il plasma e per delineare più accuratamente i passi futuri. Inizialmente quindi nelle prime guide d'onda è stato praticato un foro di diametro 30 mm, poco più grande del nostro tubo più largo, all'altezza di $\lambda/8$ dalla fine della guida. In questo foro è stato poi inserito un tubo di quarzo, nel quale il gas carrier fluiva.

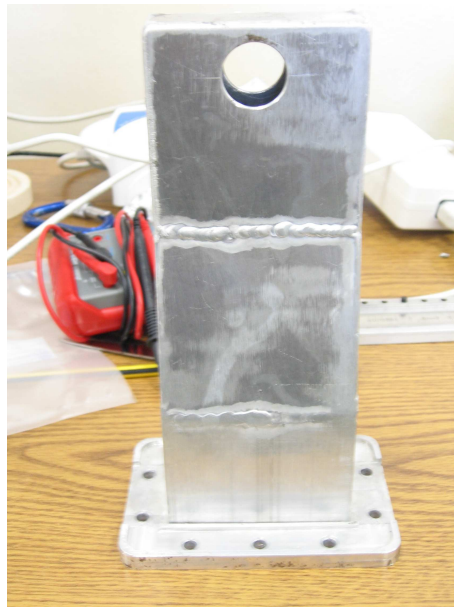


Figura 9.13: Foto della guida d'onda col foro praticato a $\lambda/8$

Dal punto di vista strettamente qualitativo la fiamma di plasma appariva stabile e di una lunghezza abbastanza soddisfacente, in quanto si protraveva al di fuori del tubo per quasi 8 cm. Inoltre anche l'innesco non presentava grosse difficoltà e quindi la posizione

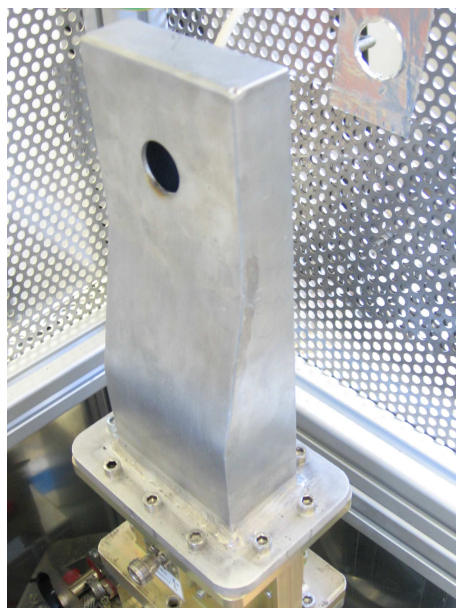


Figura 9.14: Foto della guida d'onda col foro praticato a $\lambda/4$

poteva sembrare adeguata. Dall'analisi però effettuata col power meter ci si è resi conto che l'accoppiamento con il campo elettromagnetico non era ottimale. Infatti la potenza riflessa era decisamente elevata, anche se ciò non sembrava essere influire più di tanto sulla fiamma di plasma.

Per valutare però adeguatamente la posizione migliore si è deciso di effettuare un confronto con un plasma creato nella posizione a $\lambda/4$. Tale situazione sembrava essere suffragata anche dalle simulazioni, che nelle configurazioni prese in esame, sembravano porre il massimo di campo proprio a $\lambda/4$ dalla fine della guida. In questo caso le differenze del plasma non erano valutabili ad occhio, ma da un accurato esame col power meter è risultato evidente come l'accoppiamento fosse decisamente migliore, e dopo una ulteriore ottimizzazione col tuner, si è raggiunto il valore minimo di potenza riflessa pari al 1% della potenza diretta. Valore decisamente minore rispetto alla configurazione a $\lambda/8$.

Inoltre, dopo l'ottimizzazione, risultavano maggiormente visibili le differenze tra le fiamme. A $\lambda/4$ il plasma sembrava più lungo, di più facile accensione e molto più stabile, senza fluttuazioni dalla posizione centrale rispetto al tubo. Questa sarà quindi la posizione con cui verranno trattati i campioni di prova durante il lavoro di tesi, al fine da confermare una possibile applicazione di tale struttura al protocollo di ultra-pulizia per l'esperimento CUORE.

9.5 Aumento delle specie reattive nel plasma

Ottimizzata la fiamma si è iniziato a ragionare sulle proprietà specifiche del plasma atmosferico. Dalla teoria dei plasmi risulta evidente che un processo di pulizia che sfrutta

il plasma dipende largamente dalla quantità di specie reattive che sono all'interno di esso. Si è cercato quindi un modo per incrementare il numero di esse.

L'idea che è stata pensata è quella di aggiungere al gas carrier un liquido, possibilmente vaporizzato. La prima prova è stata effettuata usando come liquido l'acqua normale.

Per creare l'effetto di vaporizzazione si è pensato di utilizzare un aerografo, facilmente reperibile in commercio.



Figura 9.15: Foto dell'aerografo

Ci si ponevano però tre differenti possibilità di impiego

- posizionarlo prima dell'innesco del plasma
- posizionarlo direttamente nel punto di innesco del plasma
- posizionarlo subito dopo l'innesco, all'uscita della fiamma di plasma dal tubo in quarzo

9.5.1 Iniezione liquido prima del plasma

Questa configurazione è stata la prima di cui si è cercato di provare l'efficacia. L'idea era di inserire direttamente nel flusso di gas l'acqua vaporizzata, in modo che le gocce nebulizzate fossero trasportate dal flusso e, con l'innesco del plasma, potessero aumentare la quantità di specie O^+ e O^{++} , che dalla letteratura si sono dimostrate le specie maggiormente efficaci nei trattamenti di pulizia superficiale. Purtroppo la nebulizzazione a freddo dell'acqua comportava il crearsi di una condensa liquida all'interno del tubo prima del raggiungimento della zona di innesco. Quindi il tanto atteso arricchimento di specie reattive non deve aver avuto luogo all'intensità desiderata. Inoltre in questo caso il plasma

aveva difficoltà di accensione e nella maggior parte dei casi addirittura non ci si riusciva nemmeno.

Dallo studio della letteratura si è appreso che il problema della condensazione dell'acqua potrà essere evitato riscaldando l'acqua fino ad una temperatura non inferiore ai 150° C; la possibile struttura in questa configurazione potrebbe essere l'oggetto di sviluppi futuri. Magari sfruttando direttamente le caratteristiche del magnetron, utilizzato nei forni a micro-onde, e quindi specifico per il riscaldamento delle molecole d'acqua, si potrebbe semplicemente modificare la struttura in modo che un tubo contenente l'acqua subisca il riscaldamento necessario, per poi ricollegarsi al tubo del gas carrier.

9.5.2 Iniezione liquido dopo il plasma

Visti i problemi avuti nella posizione precedente, si è pensato di porre l'aerografo all'uscita del plasma, in modo da sfruttare direttamente la fiamma. In questo caso, siccome l'aerografo doveva rimanere all'interno della gabbia, si è realizzato un sistema che prolungasse i collegamenti necessari per l'acqua e l'aria. Inoltre esso doveva essere posizionato sopra la guida d'onda, ma senza toccare la stessa, in quanto, a causa dell'alta potenza generata dal magnetron, si verificava un riscaldamento che avrebbe potuto fondere e rovinare le parti in plastica.

L'aerografo è quindi stato fissato alla gabbia esterna tramite un'asta filettata, in modo da poterlo fissare con due dadi. Un sistema di tubi portava l'acqua e l'aria necessaria all'augello. L'idea era quella che, una volta acceso il plasma, il getto di acqua nebulizzata venisse sparato direttamente sulla fiamma, ottenendo l'arricchimento voluto. Il getto d'acqua però andava ad alterare la fiamma, soprattutto per quanto riguarda la sua lunghezza, e la maggior parte dell'acqua proseguiva nel suo tragitto senza quasi venire interessata dalla fiamma di plasma.

Per avere però un'idea reale dell'effettiva utilità di tale processo si dovranno condurre studi in futuro che riguardino soprattutto la spettroscopia di emissione, per avere un riscontro reale dell'eventuale arricchimento di specie che ci si era prefissati.

9.5.3 Iniezione liquido dentro il plasma

L'ultima posizione dell'aerografo invece presentava principalmente problematiche di tipo realizzativo. Infatti cercare di porre il getto d'acqua direttamente dentro il plasma avrebbe comportato una modifica radicale della struttura meccanica complessiva della guida d'onda. Inoltre avrebbe cambiato completamente il modo di propagazione del campo elettromagnetico, comportando uno studio intenso ed approfondito delle modifiche da effettuare al sistema.

Questa configurazione dovrebbe però risolvere i problemi di condensazione avuti nel primo caso, e dovrebbe garantire il risultato voluto di arricchire il plasma. Verrà lasciata questa evoluzione a studi successivi.

Capitolo 10

Trattamenti

10.1 Protocollo CUORE

10.1.1 Novembre 2008

Durante il primo periodo dello svolgimento del lavoro di tesi sono stati prodotti alcuni campioni, seguendo il protocollo di pulizia sviluppato per CUORE, con l'idea di utilizzarli come standard per il confronto con i successivi trattamenti. I campioni utilizzati erano pezzi di rame OFHC (Oxygen Free High Conductivity) di lato 5 cm e spessore di 0.3 cm. Ne sono stati prodotti 6, eseguendo su di essi diversi livelli del protocollo di pulizia. Prima di ogni trattamento veniva eseguita un'iniziale pulizia tramite ultrasuoni e RODACLEAN prima, con la temperatura dell'acqua portata a 40° C, e poi con un ulteriore risciacquo con i soli ultrasuoni; le tempistiche erano rispettivamente di 5 e 10 minuti.

La seguente tabella riporta tutti i trattamenti eseguiti.

Campione	Burattatura 1	Burattatura 2	Elettrochimico	SUBU	Plasma in vuoto
<i>n</i> ° 1	X	X	X	X	
<i>n</i> ° 2	X	X	X	X	X
<i>n</i> ° 3	X	X			
<i>n</i> ° 4		X	X		
<i>n</i> ° 5		X			
<i>n</i> ° 6		X	X	X	

Tabella 10.1: Tabella riassuntiva dei trattamenti e dei campioni prodotti a novembre 2008

Le due burattature si distinguono in quanto la prima è stata effettuata usando satelliti di acciaio posti in sale grosso, mentre per la seconda sono stati utilizzati conetti di allumina posti in una soluzione di acqua e sapone RODACLEAN, un particolare sapone adatto per lo sgrassaggio di componenti metalliche.

I primi tre campioni hanno subito i processi di burattatura insieme. Sono infatti stati

legati tra loro con un filo di rame precedentemente pulito in ultrasuoni e RODACLEAN, e risciacquato per 10 minuti in ultrasuoni. Sono stati quindi inseriti in un contenitore, contenente una soluzione di sale grosso e satelliti di acciaio prima e in acqua sapone e coni di acciaio poi. La movimentazione specifica del buratto é gestita da un apposito macchinario, il quale genera un moto rotazionale, atto a massimizzare gli urti tra i campioni da trattare e i materiali abrasivi. Il fatto che i campioni fossero legati tra loro ha impedito che avvenissero collisioni accidentali tra i campioni stessi. In tal modo é piú facile ottenere una stima diretta della burattatura tramite coni e satelliti, senza ulteriori interferenze. Di seguito riportiamo la figura del tumbler in questione.



Figura 10.1: Foto del tumbler Turbula utilizzato per la fase di burattatura di tutti i campioni trattati

Le tempestiche di trattamento sono state mantenute intorno ai 360 minuti, pari a 6 ore. Di queste, la prime quattro sono state svolte con l'utiizzo di satelliti di acciaio, mentre le successive due con i coni di allumina, che permettono di ottenere un effetto maggiormente levigante. In tal caso il tasso di erosione per il processo di burattatura ammontava a circa $0,06 \mu\text{m}/\text{h}$. All'interno del protocollo di pulizia, questo é il tasso di erosione piú basso. Tale trattamento serve infatti quasi unicamente per rimuovere la maggiore componente di contaminazione strettamente superficiale, e permette cosí di ottimizzare i trattamenti successivi, tra i quali, prevalentemente, il processo elettrochimico. Infatti quest'ultimo trat-

tamento agisce al meglio quando le rugosità superficiali del campioni sono state smussate al massimo.

Per il trattamento elettrochimico i campioni vengono immersi in una soluzione di acido fosforico (60 %) e butanolo (40 %). Viene inoltre costruita un sistema per mantenere il campione di rame in mezzo a due catodi. Un generatore fornirà di conseguenza un potenziale negativo ai catodi ed uno positivo al campione, in quale di fatto diverrà l'anodo. Nel caso del protocollo CUORE i catodi saranno in rame, al fine di evitare eventuali contaminazioni derivanti dall'impiego di altri materiali. Durante il processo si viene a creare un sottile film viscoso di colore azzurro-bluastro sulla superficie dell'anodo. Controllando i regimi di tensione e corrente si possono controllare i comportamenti del trattamento. Infatti, ad alti valori di tensione, si crea il fenomeno del *pitting*; vengono liberate delle bollicine di ossigeno da parte del materiale che si sta trattando, le quali, interrompendo leggermente il film viscoso, creano delle leggere striature sulla superficie del campione. Tali difetti sono visibili a trattamento finito. Dopo il processo è molto importante sciacquare i campioni in acqua deionizzata, per evitare la contaminazione della superficie resa particolarmente reattiva dalla pulizia. tale risciacquo deve essere ripetuto per non meno di 10 volte. Infine i campioni vengono asciugati con alcool. In seguito viene svolto il solo procedimento di sciacquo e risciacquo in acqua e RODACLEAN descritto precedentemente.

Il trattamento elettrochimico è stato svolto in 4 tranches. Al fine di ottenere una indicazione sulla efficienza di trattamento dei campioni, sono state utilizzate tempistiche differenti per i campioni. Al termine di ogni tranches di trattamento infatti è stata valutata la perdita di spessore dei campioni trattati. In tal modo, visto che ci era prefissata la rimozione di almeno 100 μm di spessore, si poteva valutare l'andamento dell'erosione e l'eventuale incremento del tempo di trattamento. I campioni 1 e 2 hanno subito l'elettropulitura completa, pari a 1000 minuti di trattamento, con un tasso di erosione pari a 0,11 $\mu\text{m}/\text{min}$. Per i campioni 4 e 6 la lunghezza del trattamento è stata diminuita in quanto, utilizzando una soluzione già usata in precedenza, si aveva che i tassi di erosione erano quasi doppi. Infatti dopo solo un trattamento di 510 minuti, lo spessore eroso ammontava già ai 100 μm richiesti. Il tasso di erosione in questo caso ammontava a 0,2 $\mu\text{m}/\text{min}$.

Successivamente sono stati trattati col processo chimico i campioni 1, 2, e 6. Questo trattamento consiste nel mantenere in immersione il campione per circa 5 minuti in una soluzione chiamata SUBU. La composizione di tale soluzione rimane un segreto industriale. In seguito a tale pulizia il campione deve essere passivato tramite immersione in un'altra soluzione contenente acido sulfammico e acqua (20g/litro) per circa 5 minuti. I tassi di erosione per tutti i campioni si sono attestati essere intorno ai 1,50 $\mu\text{m}/\text{min}$. Come al solito avviene dopo ogni trattamento, i campioni sono stati sciacquati e risciacquati con acqua e RODACLEAN.

In seguito solo il campione 2 ha ubito il trattamento col plasma in ultra-alto-vuoto. Prima però di procedere con il processo vero e proprio il campione deve essere riposto per un certo periodo di tempo nella camera da vuoto, nella quale, tramite l'utilizzo di un sistema di pompe, e tramite il processo di baking, si arrivano ad ottenere le pressioni

volute. Durante il baking la pareti della camera da vuoto vengono riscaldate; in tal modo si migliora di molto il processo di degassaggio che avviene nel campione, permettendo una maggiore efficienza di pompaggio. Il procedimento é molto semplice; vengono applicati degli anelli riscaldanti alla flangie della camera da vuoto. Ogni anello é una resistenza che dissipa verso il sistema una potenza variabile a seconda del diametro, da 150 W per una CF16 a 1000W per una CF200. L'energia fornita da un alimentatore denominato *UHV control* é intorno ai 10 KW di potenza, divisa su tre canali distinti, alimentata da corrente trifase. Ogni canale é controllato da un termostato che permette di controllare la temperatura, e nel caso fosse necessario, di interrompere l'erogazione di corrente. Grazie a tale sistema di controllo il sistema di baking puó essere lasciato acceso durante la notte ed i week-end senza controindicazioni.

Per ottenere le basse pressioni ottimali il sistema di pompaggio é composto da una combinazione di criopompe e da pompe turbomolecolari e rotative. Le criopompe hanno il grosso vantaggio di essere molto pulite in quanto prive di parti mobili in comunicazione con la camera, ed inoltre possiedono alte velocitá di pompaggio. In tal modo quindi viene evitato il problema dell'eventuale riflusso di olio (*backstreaming*), con conseguente abbattimento dei costi. Per porre in funzione tali pompe, é necessario evacuare l'impianto fino al raggiungimento di una pressione inferiore a 10^{-4} mbar.

In aggiunta viene utilizzato un sistema di pompaggio preliminare composto da una turbomolecolare innescata a sua volta da una rotativa. É un sistema a secco, quindi privo di lubrificanti, garantendo di conseguenza la massima pulizia. Mediante soffiotti, il sistema di innesco é collegato sia alla criopompa sia alla camera di ICD (*Ion Cleaning Device*), in modo tale da permettere un pompaggio indipendente in entrambe le zone, e quindi una conseguente maggiore flessibilitá del sistema.

Effettuati tutti i procedimenti per ottenere il vuoto necessario, si procede con il trattamento vero a proprio. Settando una configurazione ottimale per i magneti pari a 12 V e 1,2 A per il primo e 49 V e 1,8 A per il secondo si ottiene il confinamento migliore del plasma. Ponendo poi il generatore in condizione di erogare 0,1 A di corrente con 0,38 W e un voltaggio tra 386 e 400 V si ottiene l'innesco del plasma all'interno della camera. In questo modo il plasma inizia l'erosione superficiale del campione. Dopo un'ora di trattamento il tasso di erosione dei nostri campioni era pari a $0,28 \mu\text{m}/\text{h}$.

In seguito tutti i campioni sono stati portati all'universitá di Milano Bicocca per subire l'analisi degli spettri delle amissione alfa. In tal modo é possibile stabilire la contaminazione residua. I risultati verranno analizzati successivamente.

10.1.2 Novembre 2009

Dall'analisi dei dati dei campioni prodotti a novembre del 2008 si é reso evidente il fatto che la contaminazione presente era dettata dal fatto che la camera da vuoto fosse stata contaminata, e quindi, invece che pulire i pezzi di rame, aveva indotto una ulteriore contaminazione degli stessi. Effettivamente per la produzione di una torre prototipo, erano stati trattati parti in rame contenenti per errore fori ciechi di dimensione millimetrica tale

da non essere pulibili dai processi elettrochimici e chimici. Una volta quindi introdotti nella camera da vuoto, e sottoposti ad ultra-alto-vuoto, hanno degassato e di conseguenza sporcato la camera.

Per ottenere quindi una sorta di standard con cui confrontare i campioni trattati con il plasma atmosferico, alcuni pezzi di rame sono stati trattati nuovamente seguendo il protocollo CUORE, avendo avuto cura in precedenza di procedere ad una pulizia profonda del sistema da vuoto. In tal caso il campione prodotto era uno solo, il quale ha seguito i protocolli stabiliti, subendo quindi un trattamento al tumbler pari a 16 ore, un processo elettrochimico di 8 ore, superiore ai casi precedenti in quanto il rate di erosione della soluzione nuova che si é utilizzata era inferiore a quelle usate in precedenza, un attacco chimico col SUBU ed infine il classico trattamento al plasma in ultra-alto-vuoto della durata di 1 h. Ovviamente prima e dopo ogni trattamento si é eseguita sempre una sgrassatura tramite sciacquo in acqua e RODACLEAN ed ultrasuoni, ed un risciacquo con la sola acqua, sempre usando gli ultrasuoni. I campioni cosí ottenuti sono stati analizzati ed i risultati sono stati messi a confronto.

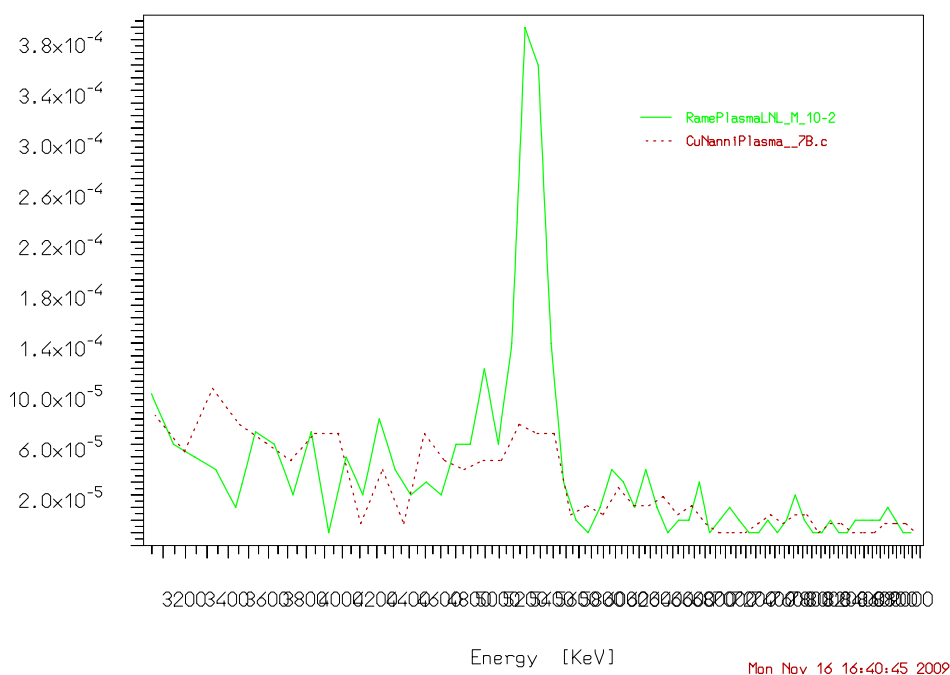


Figura 10.2: Grafico delle contaminazioni del campione prodotto a novembre 2008 seguendo il protocollo CUORE, con camera da vuoto contaminata, e standard riprodotto a novembre 2009

Dal grafico si può notare come la contaminazione del campione che non ha subito il riprocessamento col plasma atmosferico sia molto maggiore, mentre tale ritrattamento ha svolto adeguatamente il compito della diminuzione della radioattività residua.

10.2 Campioni trattati col plasma atmosferico

10.2.1 Sostituzione di alcuni passaggi nel protocollo CUORE

Come prima prova si é pensato di utilizzare il plasma atmosferico, in configurazione di torcia semi-metallica, per il trattamento dei campioni in rame in modo da poter stabilire se la sua applicazione avrebbe potuto sostituire uno dei processi di pulizia già compresi nel protocollo CUORE. In quest'ottica il processo che sarebbe più probabile andare a sostituire risulterebbe il buratto, in quanto, tra quelli presenti nel protocollo, risulta essere quello maggiormente sporco, e con la maggior possibilità di introdurre contaminazioni ulteriori nei campioni. Inoltre lo spessore di campione interessato dal processo di tumbleraggio risulta confrontabile con lo strato di materiale che il plasma andrebbe a trattare. Per avere un confronto ottimale con i campioni precedente prodotti sono state svolte diverse prove e diverse configurazione di trattamento. Le analizziamo nello specifico in seguito. É importante tenere a mente che in tutti i processi che includevano l'ausilio del plasma atmosferico é stato utilizzato come gas carrier l'azoto, in quanto usando la linea interna di aria compressa non si potevano escludere in maniera univoca eventuali contaminazioni da olio ed altre impurità.

Tumbler + Plasma Atmosferico

Il primo tentativo é stato effettuato usando nell'ordine il tumbler ed il plasma atmosferico. Il campione, sempre delle dimensioni solite di $5 \times 5 \times 0,3 \text{cm}^3$, é stato riposto nel tumbler già descritto in precedenza. D'ora in poi ogni trattamento di burattatura é stato eseguito con i soli conetti di allumina in acqua e RODACLEAN in quanto si é visto che danneggiano meno la superficie del campione, e quindi le contaminazioni introdotte dovrebbero essere conseguentemente minori. Il processo di burattatura é durato 16 ore. Tale tempistica verrà tenuta fissa per tutti i seguenti processi che richiederanno l'impiego del tumbler.

Una volta eseguito il tumbleraggio si é passati, dopo aver sciacquato il campione con acqua e RODACLEAN in ultrasuoni, ed in seguito in acqua ed ultrasuoni, al trattamento col plasma atmosferico. Per cercare di ottenere un trattamento il più uniforme possibile ogni campione é stato diviso idealmente in quattro zone distinte. Riportiamo di seguito l'immagine che evidenzia la divisione virtuale del pezzo.

Ogni zona corrispondeva ad una posizione ben precisa in cui porre il campione per esse trattato col plasma. Ovviamente tale divisione riguardava entrambe le faccie del campione in esame. Si é quindi posto il pezzo di rame nelle posizioni previste e si é proceduti col trattamento. Ogni posizione veniva mantenuta per 5 secondi. Di conseguenza il trattamento su entrambe le faccie é durato nel complesso 40 secondi.

In seguito il campione é stato riposto in un sacchetto di plastica specifico per CUORE ed é stato posto sottovuoto. É stato in seguito portato all'università di Milano Bicocca ove verrà misurato in futuro.

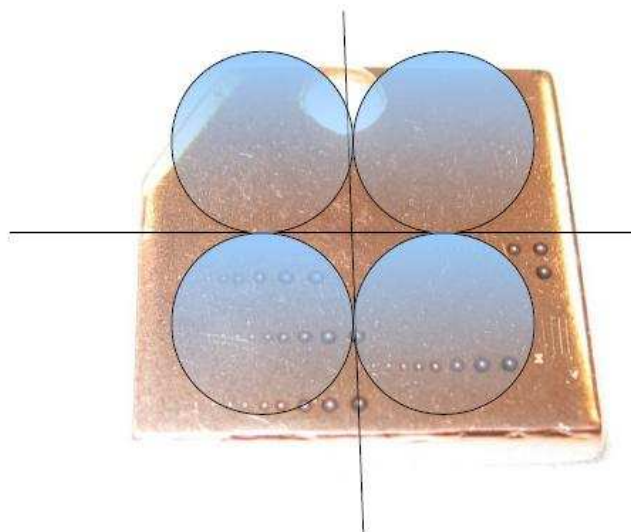


Figura 10.3: Figura che rappresenta la divisione ideale in quattro zone delle piastrine trattate

Attacco Chimico + Plasma Atmosferico

Il secondo campione prodotto é stato trattato prima con il SUBU e successivamente con il plasma atmosferico. Obiettivo finale sará quello di porre a confronto tutti i campioni prodotti col plasma atmosferico in modo da avere un panoramica completa ed effettiva sulle capacità di rimozione dei contaminanti da parte del plasma atmosferico e dei vari passaggi intermedi. In questo caso si é seguito il solito protocollo di sciacquo e risciacquo in ultrasuoni, per poi passare al trattamento chimico. Il pezzo di rame é stato posto in soluzione SUBU per 5 minuti e poi é stato passivato per altri 5 minuti. In seguito, dopo un altro passaggio di sciacquo e risciacquo, lo si trattato col plasma atmosferico.

É stata eseguita la solita divisione ideale, ed anche in questo caso ogni porzione di campione é stato trattato per 5 secondi. In seguito il campione é stato riposto in appositi sacchetti di plastica utilizzati per CUORE, e dopo avervi praticato un leggero vuoto atto ad evitare contaminazioni ulteriori, é stato portato a Milano per la misura della contaminazione residua.

I dati ottenuti analizzando il suo spettro all'università di Milano Bicocca verranno messi a confronto con i dati ottenuti dall'analisi dei campioni prodotti in precedenza, e che avevo subito un trattamento stoppato al SUBU.

Tumbler + Attacco Chimico + Plasma Atmosferico

Il successivo campione prodotto é stato pensato come confronto con il campione n° 1 prodotto a novembre 2009 e del quale si é discusso precedentemente. Il trattamento di burattatura é stato il medesimo trattato in precedenza. Anche in questo caso la tempistica é stata di 16 h nel complesso. Come al solito prima di procedere é stata effettuata la procedura di sgrassaggio con gli ultrasuoni in soluzione di acqua e RODACLEAN, e successivamente in acqua ed ultrasuoni.

Dopo il processo di burattatura il campione é stato sottoposto ad un attacco chimico. La soluzione in cui é stato posto il campione é detta SUBU, e la sua composizione rimane un segreto industriale. Il tempo effettivo di trattamento é stato di 5 minuti per la parte di trattamento piú altri 5 minuti per procedere alla passivazione della superficie pulita. La passivazione consiste nel riporre il campione in una soluzione di acido sulfammico e acqua in proporzione di 20 g/litro. Dopo di che il campione ha subito ancora il lavaggio superficiale che abbiamo utilizzato tra ogni differente trattamento; dopo quindi aver sciacquato il pezzo in una soluzione di acqua e RODACLEAN con l'ausilio degli ultrasuoni per 5 minuti, e dopo averlo risciacquato per altri 10 minuti con la sola acqua e ultrasuoni, si é passati al trattamento col plasma atmosferico.

Come nel caso precedente il campione é stato diviso idealmente in quattro zone distinte al fine di garantire una maggiore uniformità di trattamento. Anche in questo caso il tempo di processo per ogni singola posizione é stato deciso essere di 5 secondi. In tal modo il trattamento complessivo di entrambe la facce é durato, come nel caso precedente, 40 secondi.

Plasma Atmosferico

In ultimo, per quanto riguarda campioni *nuovi*, é stato trattato un campione sottoponendolo al solo trattamento col plasma atmosferico. La procedura é stata la stessa mostrata in precedenza. L'esame dello spettro verrà condotta in seguito per avere una stima di massima della capacità di riduzione dei contaminanti da parte del solo plasma atmosferico.

Di seguito riporto una tabella che ricapitola tutti i campioni trattati e ed i processi eseguiti.

Campione	Situazione Iniziale	Trattamento	Risultati
T + PA	Nessun Trattamento	Buratto + PA(40 sec)	In fase di misura
C + PA	Nessun Trattamento	SUBU + PA(40 sec)	Misure compatibili col solo trattamento SUBU ma fondo tra 3-5.35 MeV + alto
T + C + PA	Nessun Trattamento	Buratto +SUBU +PA(40sec)	
PA	Nessun Trattamento	PA (40 sec)	In fase di misura
CUORE (contaminato)	Trattamento CUORE	PA (40 sec)	Misure compatibili col CUORE pulito
SUBU (ricont.)	T + E + C	PA (40 sec)	Misure comfrontabili con il tratt. precedente

Tabella 10.2: Tabella riassuntiva dei trattamenti e dei campioni prodotti

10.3 Prove per evidenziare la ricontaminazione

10.3.1 Campione *n*°4 ritrattato col Plasma Atmosferico

In modo da ottenere un valido confronto delle possibilità effettive del trattamento col plasma atmosferico in aggiunta al protocollo CUORE, si é pensato di ritrattare il campione *n*°4 prodotto a novembre 2008 applicandogli il solo plasma atmosferico. Dal confronto dei risultati si spera di avere una conferma delle possibilità intrinseche nel trattamento col plasma atmosferico.

Dagli spettri sopra riportati risulta abbastanza evidente come la contaminazione totale dei campioni non sembra essere alterata dal successivo trattamento col plasma atmosferico. In tal senso si può quindi evincere che tale trattamento sicuramente non introduce una contaminazione aggiuntiva. Risulta altresí chiaro, però, che non é stato raggiunto un miglioramento nella contaminazione. Si può quindi riassumere da questo dato preliminare che se il campione risulta pulito prima del trattamento in plasma atmosferico, tale trattamento, per le tempistiche utilizzate, non introduce né miglioramenti né peggioramenti.

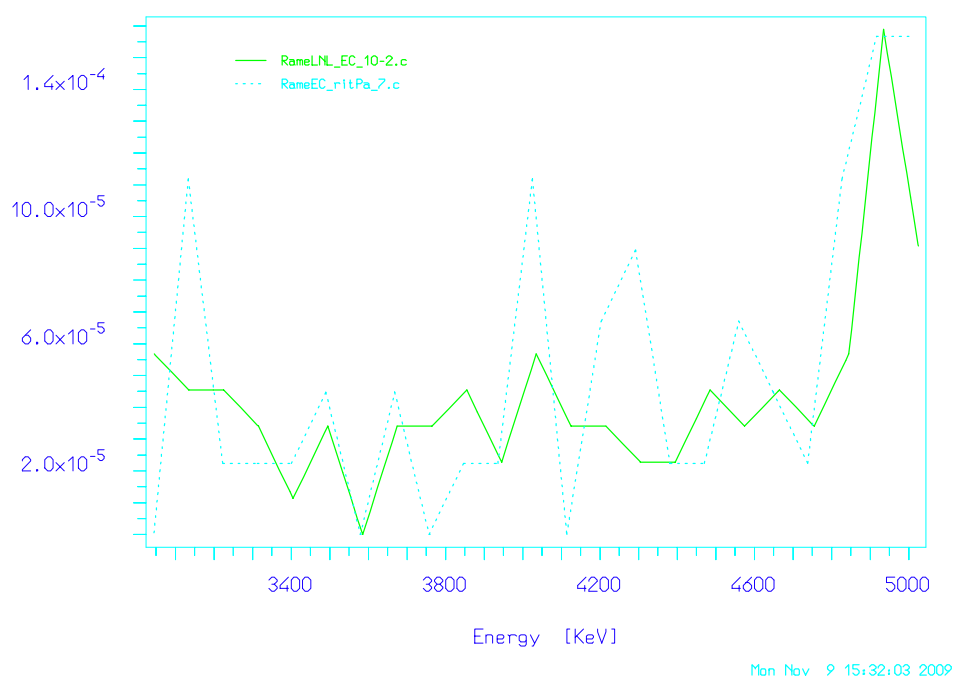


Figura 10.4: Confronto tra gli spettri, prima dei 5300 keV, del campione prodotto a novembre 2009 (linea verde) e quello dello stesso campione ritrattato col plasma atmosferico ad agosto 2009 (linea tratteggiata)

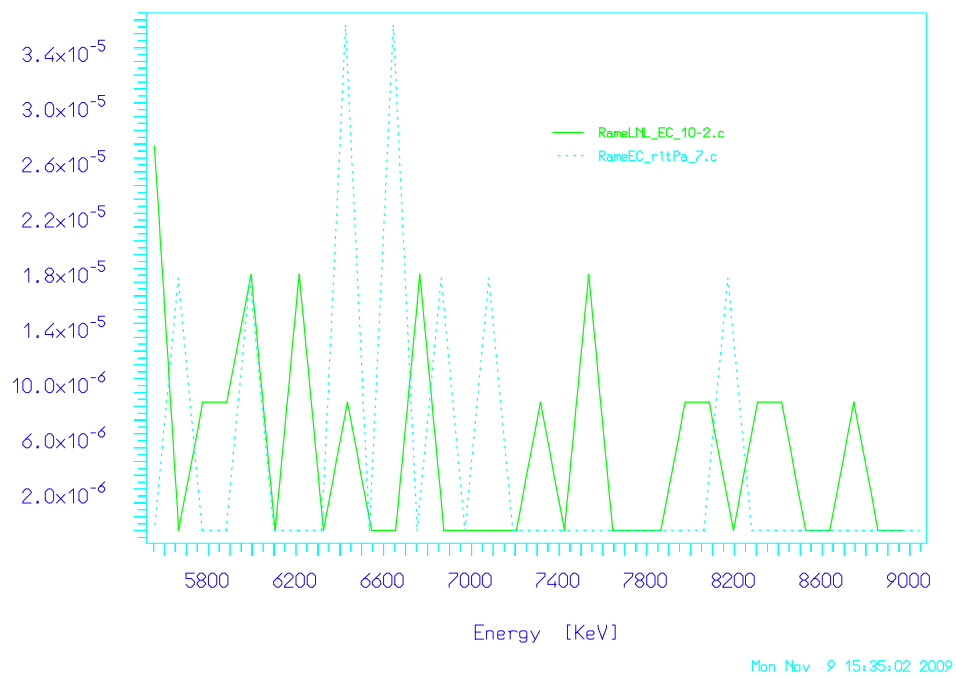


Figura 10.5: Confronto tra gli spettri, dopo i 5300 keV, del campione prodotto a novembre 2009 (linea verde) e quello dello stesso campione ritrattato col plasma atmosferico ad agosto 2009 (linea tratteggiata)

10.3.2 Protocollo CUORE con in aggiunta il Plasma Atmosferico

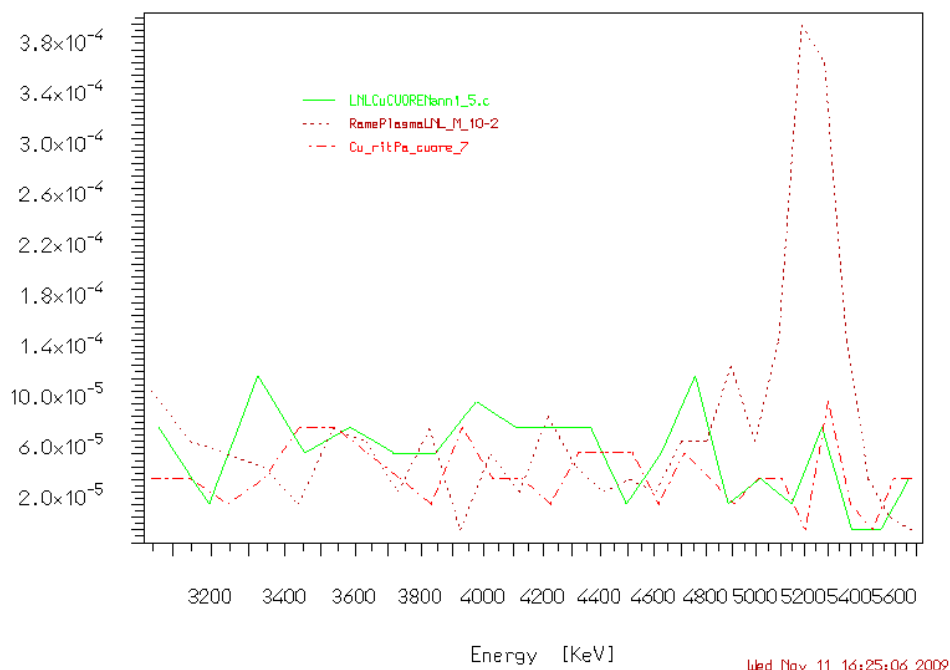


Figura 10.6: Confronto tra gli spettri, prima dei 5300 keV, del campione prodotto a novembre 2009 col protocollo CUORE (linea rossa scura), quello dello stesso campione ritrattato col plasma atmosferico ad agosto 2009 (linea tratteggiata rossa chiaro) e quello di un campione ritrattato col protocollo CUORE a settembre (linea verde)

Dato il problema che si aveva avuto durante la produzione dei campioni durante la sessione di novembre 2008, si è pensato di ritrattarli utilizzando il plasma atmosferico; in tal modo un'eventuale ricontaminazione dovuta ad uno stoccaggio troppo lungo potrebbe essere rimossa con un leggero trattamento superficiale. Inoltre, visto che in particolare il campione che aveva subito tutto il protocollo di pulizia deciso per CUORE aveva risentito della contaminazione introdotta dalla camera da vuoto del plasma in ultra-alto-vuoto, si potrebbe avere un'ottima informazione sulla potenza di decontaminazione del trattamento col plasma atmosferico.

È stato quindi preso il campione $n^{\circ} 2$, che aveva appunto subito tutto il protocollo CUORE, ed è stato sottoposto al solito trattamento col plasma atmosferico che usava come gas carrier l'azoto, cioè 40 sec di trattamento in totale.

Dai grafici si evince chiaramente che il processo del plasma atmosferico è stato capace di rimuovere la contaminazione in eccesso provocata dalle impurità presenti nella camera da vuoto del plasma in ultra-alto-vuoto. Inoltre tale campione è confrontabile con lo standard prodotto col protocollo CUORE a settembre, quando cioè la camera da vuoto era stata pulita.

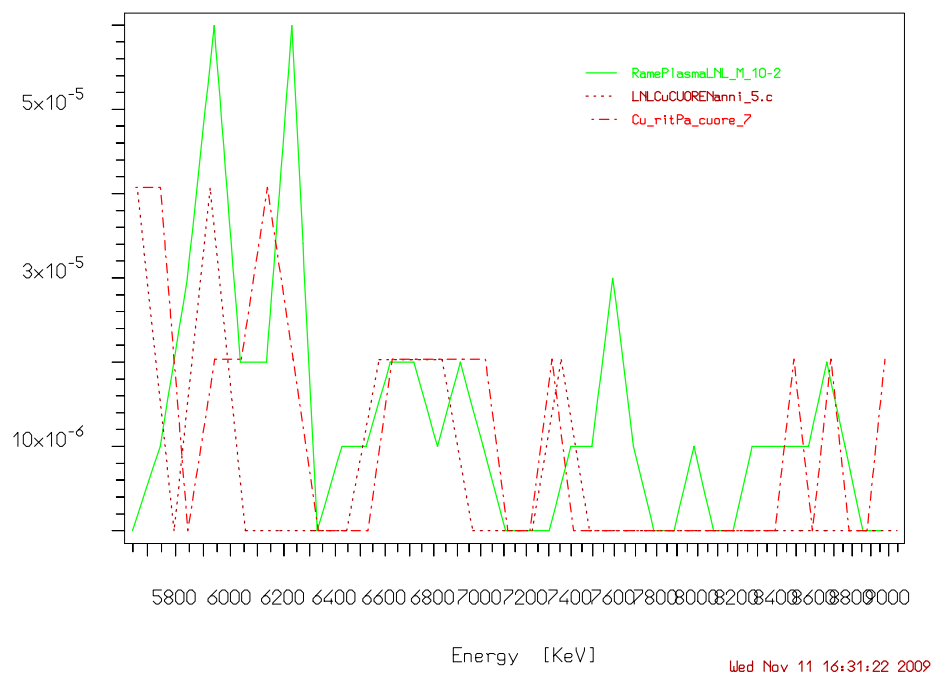


Figura 10.7: Confronto tra gli spettri, dopo i 5300 keV, del campione prodotto a novembre 2009 col protocollo CUORE (linea rossa scura), quello dello stesso campione ritrattato col plasma atmosferico ad agosto 2009 (linea tratteggiata rossa chiaro) e quello di un campione ritrattato col protocollo CUORE a settembre (linea verde)

Riporto di seguito il grafico delle attività di tale campione confrontate con un processo di pulizia T + E svolto in precedenza e con una misura del fondo.

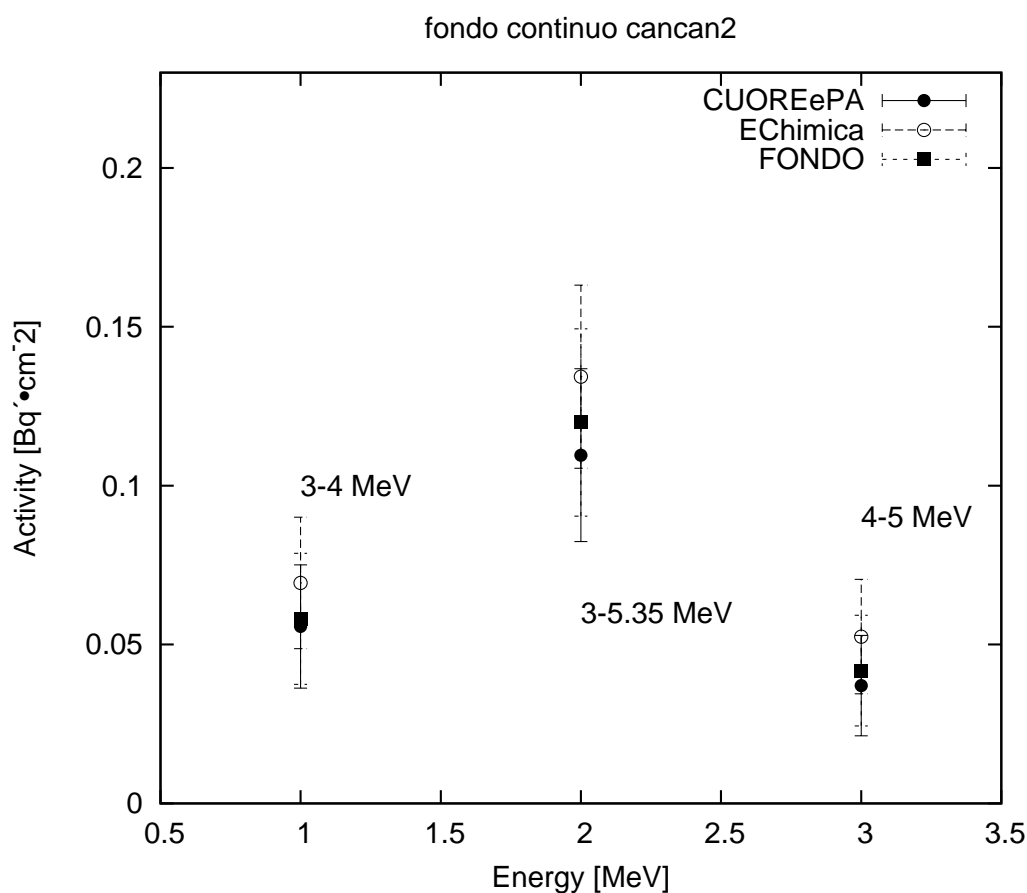


Figura 10.8: Confronto tra le attività residue del campione ritrattato col plasma atmosferico dopo il protocollo CUORE, un campione T + E ed una misura del fondo

Si nota come, chiaramente, il trattamento T + E è il più sporco, mentre il ritrattamento col plasma atmosferico del campione contaminato processato col protocollo CUORE, riesca a farlo rientrare nei valori del fondo.

10.4 Conclusioni

In conclusione si può dire che il processo di pulizia con annesso il trattamento col plasma atmosferico ha dato i risultati sperati. Sembra infatti che almenuno in prima approssimazione, le contaminazioni degli elementi di interesse vengano ridotte. Risultano essere infatti confrontabili con tutte le misure di bassa radioattività svolte in precedenza.

Una ulteriore indagine approfondita sulle caratteristiche dei plasmi atmosferici potrebbe portare ad un miglioramento di tale processo, ed eventualmente ad una implementazione del protocollo già esistente per CUORE, o addirittura alla sostituzione di uno dei passaggi fino ad adesso utilizzati. Inoltre l'utilità di avere una torcia al plasma pronta per poter

eventualmente ritrattare campioni ricontaminati potrebbe essere comoda per una riduzione in loco delle contaminazioni residue.

Capitolo 11

Sviluppi Futuri

11.1 Ottimizzazione della struttura

I risultati ottenuti con la configurazione in semi-metallic torch sono stati soddisfacenti. Sono infatti state notate le enormi possibilità di applicazione in numerose tecniche molto disparate tra loro. Risulta comunque evidente che un'ulteriore miglioramento è possibile. Per quanto riguarda la configurazione raggiunta si potrebbero dividere le miglorie in due grandi classi

- Ottimizzazione della sorgente
- Studio dei differenti gas carrier con relative differenze tra i plasmi prodotti

11.1.1 Ottimizzazione della sorgente

Sicuramente questa parte potrebbe essere quella che garantisce i maggiori miglioramenti. Infatti studiando maggiormente le varie geometrie, soprattutto quelle delle varie guide d'onda possibili, si potrebbero ottenere campi molto più intensi e quindi fiamma maggiormente stabile e sempre meno filamentosa. Inoltre cambiando le geometrie con oculatezza e dopo accurate simulazioni, si potrebbe addirittura pensare di creare un guida, che grazie all'incrementazione del campo ed alla moltiplicazione del massimo potrebbe portare ad avere la possibilità di innescare una serie di fiamme al plasma invece che una soltanto come nel nostro caso. In questo caso sarebbe molto utile avere più di una fiamma, soprattutto nel caso in cui si dovessero trattare una serie di campioni sempre nello stesso modo e con gli stessi tempi di trattamento, come d'altronde è accaduto durante questo lavoro di tesi.

11.1.2 Studio di differenti gas carrier

Un altro importante fattore di sviluppo potrebbe essere lo studio riguardante le varie applicazioni di differenti gas carrier. Infatti in questo lavoro di tesi il plasma è stato creato prevalentemente con l'utilizzo di N_2 ultrapuro, ma sono state provate configurazioni in cui veniva usata anche l'aria compressa. L'unico problema in questo caso era l'ignoto grado di impurità presente nella linea interna del sistema dei Laboratori Nazionali di Legnaro. Se

peró, magari tramite l'impiego di opportuni filtri, si riuscisse a migliorare il grado di pulizia dell'aria, l'impiego di questo gas sarebbe ottimale in quanto abbasserebbe ulteriormente i costi di produzione.

Inoltre le caratteristiche piú importanti di un plasma riguardano la densità di specie attive, e soprattutto la loro capacità reattiva. In questo caso l'aria compressa garantirebbe un ottimo valore di densità per le specie O^+ e O^{++} , che dalla letteratura presente sembrano essere quelle maggiormente utili nei trattamenti di etching e di pulizia superficiale.

Altrimenti si posso pensare altri modi per incrementare tali specie. In questo caso si potrebbe utilizzare un getto di acqua ionizzata direttamente nella fiamma di plasma. In parte questa configurazione é già stata provata durante lo sviluppo di questa sorgente al plasma. I risultati però non sono stati eclatanti ed un'ulteriore ottimizzazione sarebbe necessaria. Durante le prove infatti, l'acqua si condensava sulle pareti del tubo, non permettendo quindi l'incremento delle specie voluto. Dallo studio della letteratura si é capito che per poter ottenere il risultato voluto in questa configurazione si doveva portare l'acqua ad almeno 150° . Questo sviluppo potrebbe essere quindi oggetto di indagini future. Alternativamente si potrebbe pensare ad un sistema nel quale una componente assimilabile al nostro aerografo fosse implementabile direttamente all'interno del tubo contenente il plasma, e nello specifico nella porzione di spazio in cui il plasma viene innescato, in modo da ottenere direttamente un getto di acqua vaporizzata dentro la fiamma. In questo caso sarebbero necessarie numerose simulazioni soprattutto per lo studio delle complesse riflessioni delle onde elettromagnetiche che verrebbero a creare all'interno delle guide.

Inoltre anche lo studio di altri gas carrier potrebbe portare a grandi sviluppi ed interessanti soluzioni. Infatti se l'obbiettivo fosse aumentare le specie O^+ e O^{++} si potrebbe pensare ad arricchire direttamente il gas da ionizzare con un quantità variabile di O_2 . In tal caso quindi si otterrebbe il risultato voluto, anche se tale sistema comporterebbe un maggiore controllo data la pericolosa attitudine dell'ossigeno a prendere fuoco molto facilmente.

Un altro tipo di gas carrier molto promettente per il trattamento superficiale é il CCl_4 , in quanto adatto per il trattamento di pezzi in rame. Infatti data la sua elevata reattività l'impiego di tale gas potrebbe portare a trattamenti molto piú efficaci soprattutto per quanto riguarda i trattamenti di etching. Purtroppo data la sua elevata pericolosità di inquinamento dell'ambiente e il suo alto grado tossico per gli uomini e gli animali, il suo impiego richiederebbe un ulteriore studio dei sistemi di sicurezza per i lavoratori. Inoltre la sua decomposizione termica in presenza di ossigeno e acqua puó dare origine a gas tossici quali l'acido fluoridrico ed il monossido di carbonio.

Per quanto riguarda invece l'ottimizzazione dei fattori pratici di produzione del plasma, quali la facilitá di innesco ed altri, si potrebbe pensare di aggiungere al gas carrier un determinata percentuale di elio. Infatti da dati sperimentali risulta abbastanza evidente che un plasma composto da solo elio ha molto piú failitá di innesco rispetto per esempio ad una fiamma creata con argon e azoto. In tal caso si pensa che l'aggiunta di elio potrebbe aiutare nella fase di innesco, permettendo forse di rimuovere il meccanismo di innesco

manuale che é stato necessario usare durante questo lavoro di tesi.

11.2 Studio approfondito dei campioni

Un ulteriore implementazione di questo lavoro di tesi sar  sicuramente l'incremento della statistica dei trattamenti. Infatti l'ulteriore produzione di altri campioni porterebbe a prove pi  certe sulle effettive possibilit  di sviluppo ed impiego dei plasmi atmosferici nei trattamenti superficiali di materiali metallici. Inoltre per avere maggiori prove sull'effettiva capacit  di ridurre le contaminazioni, siano esse superficiali e di bulk, si potrebbero provare ulteriori differenti tempistiche di trattamento, in modo da poter ricavare un andamento certo dei gradi di decontaminazione dei campioni in relazione ai tempi di esposizione.

11.3 Ricopertura del rame

Da esperimenti eseguiti in precedenza sembra che uno strato di polietilene depositato sopra campioni di rame possa fungere da strato protettivo per i rivelatori dai raggi alfa provenienti dall'interno dei campioni.

Varie sono le diverse tipologie di ricoprimenti che é possibile realizzare. Al variare delle concentrazioni di atomi di idrogeno e di atomi di carbonio ibridizzato si possono ottenere risultati completamente diversi.

Se le supposizioni sull'effetto protettivo di questo tipo di layer dovessero essere confermate si dovrebbe svolgere un attento lavoro di studio e di valutazione degli effettivi vantaggi e svantaggi che potrebbero comportare. In alcuni casi si potrebbero ottenere vantaggi di tipo economico e per quanto riguarda la possibile ricontaminazione dei campioni.

Un'altra grande possibilit  di indagine é rappresentata dallo studio sugli effetti eventuali che una leggera ossidazione sulla superficie del campione potrebbe portare. Si é infatti gi  parlato della forte reattivit  intrinseca in un campione di materiale metallico ultra-pulito. In tal caso si potrebbe mettere a confronto lo sticking factor dei campioni appena trattati col processo CUORE con pezzi in cui oltre al processo CUORE é stato eseguito un rientro in leggera atmosfera di ossigeno o azoto, con il fine di produrre un leggero strato ossidato o nitrato con la finalit  di proteggere il campione da eventuali ulteriori contaminazioni.

11.4 Problema della ricontaminazione

Durante la produzione dei pezzi necessari alla costruzione della struttura dell'esperimento CUORE ci si é resi conto che dovendone produrre in quantit  considerevole, la maggior parte di essi avrebbe dovuto stazionare per diversi periodi in sacchetti di plastica. Di conseguenza si é pensato che tale stoccaggio avrebbe potuto introdurre una ulteriore ricontaminazione. In tal caso l'applicazione di un trattamento col plasma atmosferico potrebbe essere molto vantaggioso.

Infatti il plasma atmosferico non richiede tempi di trattamenti troppo lunghi, e l'utilizzo di esso, sui campioni, poco prima della fase di montaggio potrebbero garantire una pulizia finale abile a rimuovere la possibile ricontaminazione. In questa ottica dovranno essere condotti esperimenti in futuro al fine di studiare questa possibile ulteriore applicazione. In particolare dovranno essere approfonditi gli studi per quanto riguarda i tempi di esposizione dei campioni alla fiamma di plasma. In particolare per tempi superiori ai 40 secondi totali o per tempi bravissimi; bisogna tenere a mente però che tempistiche troppo lunghe di trattamento potrebbero indurre sulle superfici forti ossidazioni; in tal caso sarebbe utile capire quale sia il punto di equilibrio tra benefici e svantaggi.

Elenco delle tabelle

4.1	Tabella riassuntiva dei tassi di etching per diversi tipi di plasma	45
10.1	Tabella riassuntiva dei trattamenti e dei campioni prodotti a novembre 2008	107
10.2	Tabella riassuntiva dei trattamenti e dei campioni prodotti	115

Elenco delle figure

1.1	Diagramma di Feynman rappresentante il decadimento doppio beta senza emissione di neutrini	9
2.1	Struttura di un bolometro	17
3.1	Rappresentazione delle microrugosità di una superficie metallica in soluzione elettrolitica	27
3.2	Andamento della intensità di corrente in funzione del potenziale per un processo di pulizia del rame in soluzione di acido ortofosforico	27
3.3	schema dell'interazione di uno ione di Ar (in giallo) il quale colpisce lo strato di rame (in blu) nel quale vi sono impurità (identificate in rosso). L'energia cinetica dello ione viene trasferita al reticolo cristallino, che viene parzialmente polverizzato. Tale processo é detto <i>sputtering</i>	30
3.4	Schema della camera di ablazione e del sistema di acquisizione delle immagini	32
3.5	Schema della torcia ICP descritta in precedenza; si notino i tre tubi concentrici.	33
3.6	Schema del sistema delle ottiche di collimazione.	34
3.7	Moltiplicatore di elettroni a dinodi discreti.	34
3.8	Figura che rappresenta le serie di fori effettuati con LA-ICP-MS	35
3.9	Schema della camera di ablazione e del sistema di acquisizione delle immagini	36
3.10	Spettro ricavato dall'analisi con LA-ICP-MS. Si nota la grande differenza di conteggi ed una certa distribuzione spaziale dei contaminanti	37
3.11	Grafico delle concentrazioni di Torio in relazione allo spessore eroso. Si nota come le contaminazioni siano molto rilevanti principalmente nei primissimi strati di materiali eroso, per poi diminuire sensibilmente.	38
3.12	Grafici che presentano il confronto tra diverse metodologie di pulizia riguardo alla contaminazione di Torio e Uranio residua. In asse y viene riportato il rapporto Th/CuAr e U/CuAr rispettivamente	39
3.13	Confronto tra i trattamenti 14 (C) e 13 (E + C)	41
3.14	Confronto tra trattamenti 9A-B-C (T+E+C) ed 9G-I-L(T+E+C+M)	42
5.1	Grafico della temperatura delle speci presenti nel plasma in relazione con la pressione	52
5.2	Grafico delle curve di Paschen per Idrogeno, Elio, Azoto, Neon e Argon	53

6.1	Rappresentazione schematica delle zone che si creano tra i due elettrodi nella configurazione a diodo DC	62
6.2	Rappresentazione schematica dei trasferimenti di energia all'interno di un plasma debolmente ionizzato	64
7.1	Rappresentazione schematica di una struttura a current-carrying arc ed una a transferred arc	68
7.2	Rappresentazione schematica di una torcia pencil-like	69
7.3	Rappresentazione schematica di una struttura a corona discharge	70
7.4	Rappresentazione schematica di una struttura a dielectric barrier discharge	71
7.5	Rappresentazione schematica di una struttura a plasma jet a pressione atmosferica	72
8.1	Struttura del sistema a plasma atmosferico	80
8.2	Rappresentazione schematica di un Magnetron	81
8.3	Rappresentazione schematica di un circolatore. Il nucleo centrale normalmente é in ferrite	82
8.4	Rappresentazione schematica di un tuner a vite	83
8.5	Grafico che rappresenta l'andamento del coefficiente di attenuazione dB/m al crescere della frequenze di lavoro per un cavo coassiale e per una guida d'onda rettangolare. La frequenza f_T rappresenta la minima frequenza trasmissibile della guida d'onda in questione.	84
8.6	Foto della guida con cui si é ottimizzato il massimo di campo elettrico	86
8.7	Foto del nozzle delle dimensioni ottimali	87
8.8	Foto del plasma creatosi alla fine del nozzle e prolungato col tubo di quarzo successivo	88
8.9	Foto del tubo di quarzo contenente cuscinetti ceramici in steatite	89
8.10	Foto di un tubo in allumina	90
9.1	Guida d'onda di lunghezza pari a 2λ con angolo di $14,85^\circ$ e restringimento pari a 13,5 cm	94
9.2	Guida d'onda di lunghezza pari a 2λ con angolo di $14,85^\circ$ e restringimento pari a 13,5 cm (vista laterale)	95
9.3	Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angolo di $14,85^\circ$ e restringimento pari a 13,5 mm	95
9.4	Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angolo di $14,85^\circ$ e restringimento pari a 13,5 mm (vista laterale)	96
9.5	Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angoli di $24,84^\circ$ e $29,68^\circ$ e restringimento pari a 6,83 mm	97
9.6	Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angoli di $24,84^\circ$ e $29,68^\circ$ e restringimento pari a 6,83 mm (vista laterali)	97

9.7	Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angolo di $10,46^\circ$, con restringimento pari a 6,83 mm sul piano x-z, ed un allargamento della parte diagonale sul piano x-y	98
9.8	Guida d'onda di lunghezza pari a λ con angolo di $10,46^\circ$, con restringimento pari a 6,83 mm sul piano x-z, ed un allargamento della parte diagonale sul piano x-y (vista laterale)	98
9.9	Gabbia Item	100
9.10	Foto della gabbia di Faraday ultimata	101
9.11	Guida Lineare	102
9.12	Portacampioni	102
9.13	Foto della guida d'onda col foro praticato a $\lambda/8$	103
9.14	Foto della guida d'onda col foro praticato a $\lambda/4$	104
9.15	Foto dell'aerografo	105
10.1	Foto del tumbler Turbula utilizzato per la fase di burattatura di tutti i campioni trattati	108
10.2	GRafico delle contaminazioni del campione prodotto a novembre 2008 seguendo il protocollo CUORE, con camera da vuoto contaminata, e standard riprodotto a novembre 2009	111
10.3	Figura che rappresenta la divisione ideale in quattro zone delle piastrine trattate	113
10.4	Confronto tra gli spettri, prima dei 5300 keV, del campione prodotto a novembre 2009 (linea verde) e quello dello stesso campione ritrattato col plasma atmosferico ad agosto 2009 (linea tratteggiata)	116
10.5	Confronto tra gli spettri, dopo i 5300 keV, del campione prodotto a novembre 2009 (linea verde) e quello dello stesso campione ritrattato col plasma atmosferico ad agosto 2009 (linea tratteggiata)	117
10.6	Confronto tra gli spettri, prima dei 5300 keV, del campione prodotto a novembre 2009 col protocollo CUORE (linea rossa scura), quello dello stesso campione ritrattato col plasma atmosferico ad agosto 2009 (linea tratteggiata rossa chiaro) e quello di un campione ritrattato col protocollo CUORE a settembre (linea verde)	118
10.7	Confronto tra gli spettri, dopo i 5300 keV, del campione prodotto a novembre 2009 col protocollo CUORE (linea rossa scura), quello dello stesso campione ritrattato col plasma atmosferico ad agosto 2009 (linea tratteggiata rossa chiaro) e quello di un campione ritrattato col protocollo CUORE a settembre (linea verde)	119
10.8	Confronto tra le attività residue del campione ritrattato col plasma atmosferico dopo il protocollo CUORE, un campione T + E ed una misura del fondo	120

Bibliografia

- [1] B. Kayser. *The Physics of Massive Neutrinos*, World Scientific 1989
- [2] Glenn F. Knoll. *Radiation DEtection and measurements*, Wiley and sons
- [3] O. Cremonesi. *Neutrinoless Double Beta Decay: Present and Future*
- [4] F. T. Avignone, G. S. King, YU G. Zdesenko. *Next generation double decay experiments: metric for their evaluation*, New Journal of Physics 2005
- [5] Kenneth S. Krane. *Intoductory Nuclear Physics* Wiley and sons
- [6] E. Fiorini. *CUORE: a Criogenic Underground Observatory for Rare Events*, 2005
- [7] C. Maiano. *Analisi della radioattività superficiale dell'esperimento CUORE* 2006
- [8] G. Lanza. *New Magnetron Configurations for Sputtering Niobium Thin Films into Copper Tesla-type Superconducting Cavities*, 2008
- [9] P. Menegatti. *Techinche di plamsa etching per ultrapulizia da contaminazione radioattiva di Uranio e Torio con relativa caratterizzazione LA-ICP-MS nell'ambito dell'esperimento CUORE per lo studio del decadimento doppio beta del ^{130}Te* , 2005
- [10] Claire Tendero, Christelle Tixier, Pascal Tristant, Jean Desmaison, Philippe Leprince. *Atmospheric pressure plasmas: A review*, Elsevier 2006
- [11] U. Kogelschatz. *Atmospheric-pressure plasma technology*, 2004
- [12] Andreas Schutze, James Y. Jeong, Steven E. Babayan, Jaeyoung Park, Gary S. Selwyn, and Robert F. Hicks. *The Atmospheric-Pressure Plasma Jet: A Review and Comparison to Other Plasma Sources*, 1998
- [13] Igor Murokh. *Atmospheric Plasma Surface Treatment Technique*, 2000