



**POLITECNICO DI MILANO**

**Facoltà di Ingegneria Industriale  
Corso di laurea specialistica in Ingegneria Spaziale**

## **STUDIO DELLO SPUTTERING IONICO**

**MESSA A PUNTO DI UN PROTOCOLLO DI MISURA  
DELLA RESA DI SPUTTERING**

Relatore: Prof Luca di Landro

Fornasari Michele    matr 680987

Anno accademico 2009/2010



## ***Ringraziamenti***

Ringrazio Thomas per avermi guidato in questa esperienza di lavoro di sperimentazione. Ringrazio anche Jean-Pierre per il prezioso aiuto tecnico e tutto il personale del Département d'Environnement Spatial dell'ONERA per avermi accolto.



*Tanta gente non lo sa, non ci pensa e non si cruccia  
La vita la butta via e mangia soltanto la buccia*



# SOMMARIO

<b>Ringraziamenti</b> .....	<b>I</b>
<b>Sommario</b> .....	<b>V</b>
<b>Introduzione</b> .....	<b>1</b>
I.1. Contesto del lavoro.....	1
I.1.1. La propulsione elettrica.....	1
I.1.2. Problematiche.....	3
I.2. A proposito dell'ONERA.....	5
I.3. Obiettivo del lavoro.....	6
<b>Parte 1. Lo sputtering ionico</b> .....	<b>7</b>
1.1. Fisica del fenomeno.....	7
1.1.1. Parametri che influenzano lo sputtering.....	8
1.2. Stime e simulazioni numeriche.....	10
1.3. Studi sperimentali.....	11
<b>Parte 2. Strumentazione</b> .....	<b>13</b>
2.1. Installazione IDEFIXe.....	13
2.2. La sorgente di ioni.....	14
2.3. Sonde di Langmuir.....	18
2.4. Microbilance a quarzo.....	19
2.5. Apparecchio di pesatura.....	21
2.5.1. Protocollo di pesatura.....	22
<b>Parte 3. Messa a punto dei mezzi sperimentali</b> .....	<b>25</b>
3.1. I Campioni.....	25
3.1.1. Proprietà fisiche.....	25
3.1.2. Montaggio.....	25
3.1.3. Difetti del sistema di montaggio.....	26
3.2. Montaggio delle sonde.....	28
3.2.1. Doppia piastrina.....	29
3.2.2. Piastrina + teflon.....	30
3.2.3. Piastrina + teflon + sonde incollate.....	30
3.3. Montaggio delle microbilance a quarzo.....	31
3.3.1. Controllo in temperatura delle QCMs.....	31
<b>Parte 4. Esplorazione del getto</b> .....	<b>33</b>
4.1. Monitoraggio temporale.....	33
4.2. Studio del profilo del getto.....	37
4.2.1. Variazione d'intensità con la distanza dalla sorgente.....	37
4.2.2. Profilo nel piano xy.....	38
4.2.3. Profilo in un piano qualunque.....	42
<b>Parte 5. Misure di erosione</b> .....	<b>45</b>
5.1. Montaggio e procedura.....	45
5.2. Esempio di una misura.....	46
5.3. Risultati.....	50
<b>Parte 6. Misure di contaminazione</b> .....	<b>53</b>
6.1. Montaggio e procedura.....	53
6.2. Stime.....	54
6.3. Elaborazione dei dati.....	55
6.4. Risultati.....	57
6.5. Analisi dei risultati.....	59

<b>Parte 8. Conclusioni.....</b>	<b>65</b>
<b>Bibliografia.....</b>	<b>67</b>



# INTRODUZIONE

## I.1.CONTESTO DEL LAVORO

### I.1.1.LA PROPULSIONE ELETTRICA

Tutti i satelliti moderni sono equipaggiati di sottosistemi propulsivi. Il sottosistema propulsivo ha molteplici ruoli fondamentali:

- Il transfer dall'orbita bassa all'orbita definitiva (terrestre o interplanetaria)
- La messa in orbita attorno ad un pianeta nel caso di missioni interplanetarie
- Il controllo dell'orbita e il controllo d'assetto
- La deorbitazione alla fine della vita del satellite

Ognuna di queste manovre o serie di manovre consumerà ovviamente una parte del propellente immagazzinato nel satellite. Ponendoci nel caso di un satellite geostazionario, le manovre più dispendiose da questo punto di vista sono quelle necessarie per il transfer dall'orbita bassa all'orbita di funzionamento. Circa metà del propellente viene infatti consumato in queste fasi. Una volta che il satellite è in posizione sull'orbita geostazionaria saranno invece periodicamente necessarie manovre di controllo di assetto, in particolare in direzione nord-sud (secondo maggior fabbisogno di propellente). È su questo genere di manovra, per il quale è necessaria una debole spinta, che la propulsione elettrica e in particolare al plasma trova oggi le sue principali applicazioni.

L'interesse verso la propulsione elettrica risiede nel forte impulso specifico che essa assicura. Questo guadagno di impulso specifico rispetto alla propulsione chimica è ottenuto grazie ad un apporto di energia di origine elettrica che permette di raggiungere velocità di espulsione dei gas più elevate rispetto alla propulsione chimica classica. In questo modo, mentre la velocità di eiezione dei gas è limitata a qualche Km/s dalla termodinamica della reazione chimica, la propulsione elettrica permette di ottenere velocità di espulsione di svariate decine di Km/s.

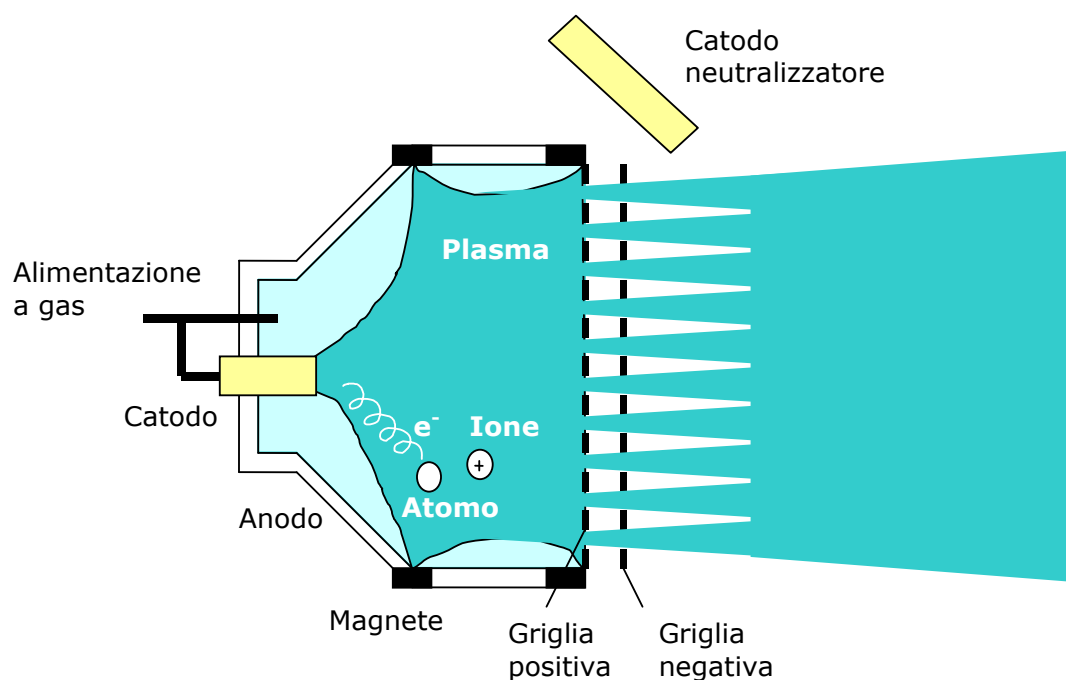


Figura I.1 – Schematizzazione del principio della propulsione elettrica a griglie

La propulsione al plasma e la propulsione ionica sono due tecnologie di propulsione elettrica molto simili. Possiamo raggrupparle nella famiglia delle propulsioni elettrostatiche poiché entrambe sfruttano la ionizzazione di un gas e la sua eiezione a grande velocità grazie ad un potenziale elettrico.

La propulsione ionica detta a griglie è la modalità di propulsione elettrostatica che permette di ottenere i più forti impulsi specifici. Il principio di funzionamento del propulsore consiste nello ionizzare un gas sotto forte potenziale e convertire successivamente la sua energia potenziale elettrica in energia cinetica. Gli ioni possono essere prodotti per bombardamento elettronico (è il caso rappresentato nella figura I.1) per poi essere successivamente estratti dalla camera di ionizzazione grazie ad un sistema a due griglie. La prima griglia è ad un potenziale leggermente inferiore al potenziale dell'anodo mentre la seconda è polarizzata negativamente. In uscita dal propulsore il getto è reso neutro dagli elettroni prodotti da un catodo cavo.

L'unica soluzione per aumentare la spinta prodotta da un propulsore a griglie è di aumentarne le dimensioni. Questa necessità è in effetti un problema non trascurabile ma il vero tallone d'Achille di questa tecnologia è il sistema delle due griglie. La seconda griglia è infatti sottoposta ad un fenomeno di polverizzazione ionica continua provocata dal fascio di ioni che la bombarda durante il funzionamento del propulsore. Questo fenomeno, unito all'effetto delle polveri cosmiche che possono depositarsi nell'interstizio tra le griglie e creare dei cortocircuiti, limita la durata di vita del motore.

I propulsori al plasma utilizzano lo stesso principio dei propulsori ionici creando ioni sotto elevato potenziale per bombardamento elettronico. In questo caso però non sono presenti griglie e le funzioni di ionizzazione e di accelerazione sono realizzate dallo stesso apparato. Sopprimendo le griglie si eliminano tutte le problematiche ad esse associate ovvero le limitazioni di densità del flusso e i problemi di durata di vita. Per questo i propulsori a effetto Hall sono più compatti dei propulsori ionici a griglie e sono caratterizzati da una migliore robustezza e affidabilità. L'assenza delle griglie impedisce però una buona focalizzazione del fascio di ioni.

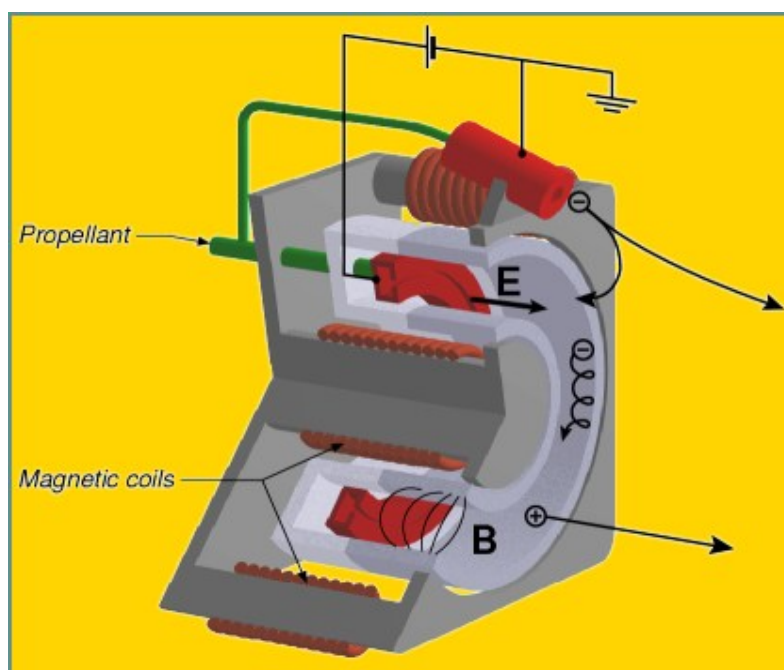


Figura I.2 – Schema di funzionamento di un propulsore al plasma

Nella figura I.2 possiamo osservare una rappresentazione schematica di un propulsore al plasma. Le griglie sono rimpiazzate da una forte densità di elettroni all'uscita del canale del propulsore. Questi elettroni sono confinati tramite un campo elettromagnetico e costretti a girare nel canale anulare del propulsore per effetto Hall. Gli elettroni che sfuggono a questo confinamento vengono attratti verso l'anodo posizionato sul fondo del canale e così facendo bombardano il gas-propellente (che viene introdotto sempre sul fondo del canale del propulsore) producendo ioni. Gli elettroni sono emessi da un catodo cavo in uscita dal propulsore che serve anche a neutralizzare il fascio espulso.

Le due tecnologie ionica e al plasma sono quindi in concorrenza. A parità di spinta, la propulsione ionica fornisce più grandi impulsi specifici ma la propulsione al plasma è più robusta, più compatta, meno pesante e soprattutto meno costosa (alimentazione elettrica più semplice). La scelta dipende dunque dal tipo di missione. I propulsori ad effetto Hall, forti della lunga esperienza russa e delle loro solide prestazioni, sono candidati ad equipaggiare un numero crescente di satelliti ma nonostante questo la loro tecnologia è ancora giovane e i gli effetti del loro utilizzo sui satelliti sono ancora poco conosciuti.

### I.1.2.PROBLEMATICHE

Nel caso di un satellite geostazionario la faccia che chiamiamo "terra" è sempre orientata verso la terra mentre i generatori solari sono agganciati sulle facce nord e sud. In questa configurazione i propulsori al plasma utilizzati per il controllo di posizione nord-sud sono disposti come in figura I.3.

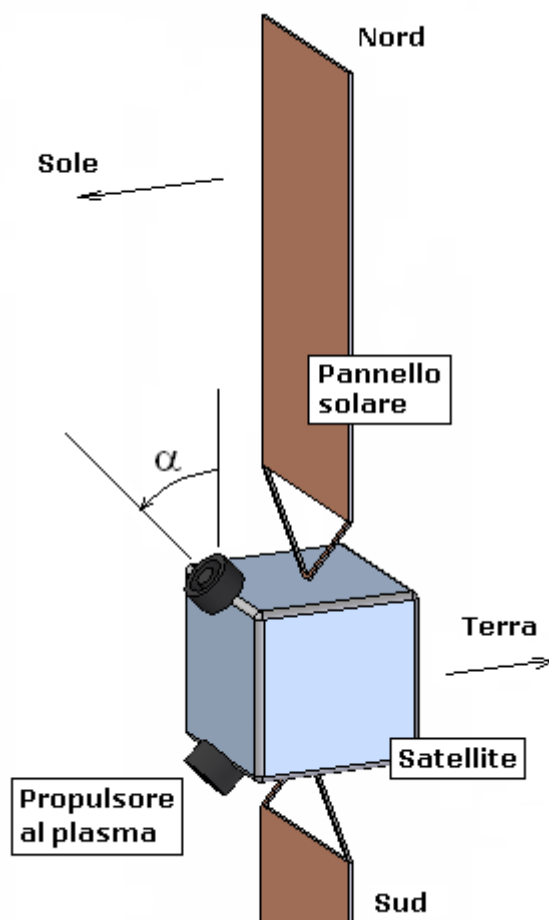
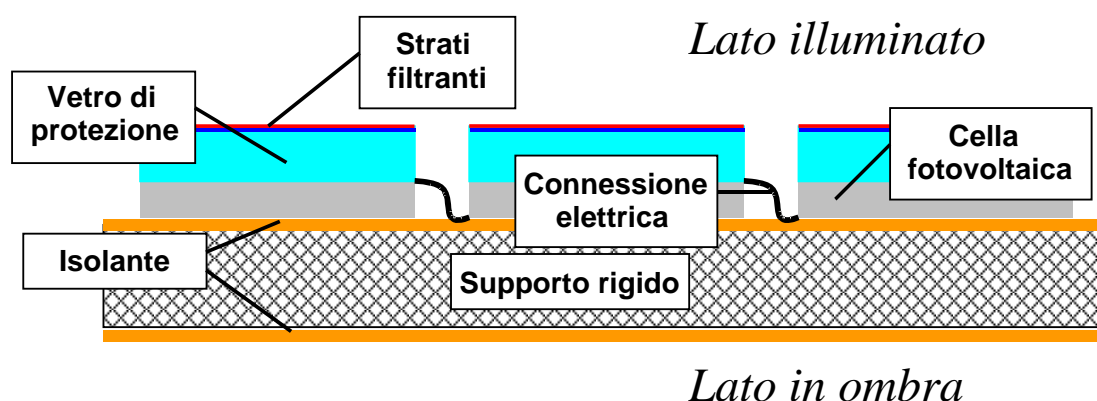


Figura I.3 – Geometria di un satellite geostazionario

Questa configurazione si traduce in un rischio di interazione tra il fascio di ioni in uscita dai propulsori e i generatori solari. Il getto dei propulsori è un flusso neutralizzato di ioni energetici che può danneggiare alcune parti satellite: gli effetti del getto ai quali ci interessiamo sono quelli legati alla polverizzazione ionica o *sputtering ionico*. Gli ioni incidenti sulla superficie dei pannelli solari sono fonte di un fenomeno di erosione i cui prodotti possono in seguito ridepositarsi sul satellite e dare luogo ad una contaminazione.

Il fenomeno dell'erosione ionica (sarà spiegato in dettaglio nel capitolo 1) consiste in un'ablazione di materia causata da una cascata di collisioni generata da uno ione energetico all'interno di un bersaglio. Il getto in uscita dai propulsori è infatti in grado di innescare un fenomeno di questo tipo nelle varie componenti dei generatori solari (dei quali possiamo osservare una rappresentazione schematica in sezione nella figura I.4).



**Figura I.4 – Vista schematica della sezione di un generatore solare**

A causa dell'erosione si rischia prima di tutto di vedere asportati gli strati sottili superficiali: nel caso ad esempio dei connettori in argento delle celle fotovoltaiche si finirebbe per perdere la corrente prodotta da un certo numero di celle. Gli strati sottili filtranti (UV) depositi sui vetri di protezione possono allo stesso modo venire erosi, perturbando fortemente il funzionamento delle celle. L'erosione selettiva può anche indurre una variazione delle proprietà di superficie dei materiali interessati modificandone la natura chimica o la topologia. Queste modifiche della superficie possono per esempio causare delle variazioni nelle proprietà termo-ottiche dei vetri di protezione o più in generale dei materiali che compongono le varie parti dei pannelli solari. L'erosione ionica rischia dunque di causare una perdita di potenza o di limitare la durata di vita dei generatori.

Una parte dei prodotti dell'erosione può a sua volta ridepositarsi sul satellite: si tratta di un fenomeno detto di contaminazione e anch'esso modifica le proprietà di superficie dei materiali. Tra gli effetti negativi per il satellite possiamo citare il deterioramento di un apparato ottico, la metallizzazione di un isolante elettrico o ancora una volta la modificazione delle proprietà termo-ottiche di alcune superfici.

Questi fenomeni d'interazione tra il getto del propulsore e il satellite, pur essendo deboli, si producono durante tutta la vita del satellite e rischiano alla lunga di ridurre l'operatività al punto da accorciarne la durata di vita stessa. Sfortunatamente la geometria illustrata nella figura I.3 è irrinunciabile: le strumentazioni di comunicazione puntano sempre in direzione della terra mentre i pannelli solari sono sempre orientati verso il sole e devono per forza essere allineati in direzione nord-sud per evitare di essere messi in ombra da altre parti del satellite.

Al fine di limitare l'esposizione dei generatori solari agli ioni dei propulsori possiamo aumentare il valore dell'angolo  $\alpha$  indicato sulla figura I.3. Questo aumento però si traduce in una perdita di efficacia della spinta. La determinazione dell'angolo  $\alpha$  ottimo è dunque il risultato di un compromesso tra una limitata interazione propulsore-generatori solari e una buona efficacia della spinta. Per determinare il miglior valore dell'angolo  $\alpha$  è dunque indispensabile un'approfondita conoscenza delle interazioni tra il propulsore e i pannelli solari, conoscenza che permette inoltre un migliore dimensionamento dei generatori (spessore dei materiali, posizione, ecc).

Vista e considerata la storia relativamente breve di questo tipo di propulsione, l'esperienza non ha permesso di mettere in evidenza e quantificare i problemi legati ad erosione e contaminazione. D'altra parte, la prospettiva di utilizzo di propulsori più potenti lascia temere un accrescimento dei citati problemi. Questi fenomeni richiedono dunque di essere meglio conosciuti al fine di assicurare delle durate di vita corrette e di ottimizzare il dimensionamento dei satelliti (in particolare del valore dell'angolo  $\alpha$  definito sulla figura I.3).

## **I.2.A PROPOSITO DELL'ONERA**

L'ONERA è un centro di ricerca aerospaziale statale francese. Si tratta di uno stabilimento pubblico a carattere industriale e commerciale i cui lavori di ricerca finalizzata servono l'innovazione e la competitività nei settori dell'aeronautica, dello spazio e della difesa.

ONERA è l'acronimo per Office National d'Etudes et de Recherches Aéropatiales (Office national d'études et de recherches aéronautiques fino al 1963). Il centro di ricerca è stato creato nel maggio del 1946 al fine di rilanciare un'attività rimasta sopita in Francia durante la guerra e l'occupazione tedesca: la ricerca aeronautica. Questa creazione è conseguenza della decisione del governo di recuperare e spostare in Francia la grande galleria del vento tedesca di Ötztal che si trovava nella zona di amministrazione francese. Ancora oggi gli apparati sperimentali delle grandi gallerie del vento sono ancora tra i principali punti di forza dell'ONERA. Il centro ricerche vanta un parco di gallerie del vento di importanza mondiale (il più importante d'Europa).



**Figura I.5 – Il logo dell'ONERA dal gennaio 2007**

L'ONERA è dislocata in otto diverse località geografiche e dà lavoro complessivamente a circa 2000 dipendenti. L'attività di ricerca è suddivisa in quattro rami scientifici: il ramo meccanica dei fluidi ed energetica, il ramo materiali e strutture, il ramo fisica e il ramo trattamento dell'informazione e sistemi.

A differenza della NASA negli Stati Uniti, l'ONERA non è un'agenzia per l'esplorazione dello spazio. In compenso l'ONERA effettua studi e ricerche per conto di agenzie con programmi spaziali sia francesi (lo CNES, Centre National d'Etudes Spatiales) che europei (l'ESA, European Space Agency) e, per quanto riguarda la difesa, per la Délégation Générale pour l'Armement. L'ONERA sovvenziona anche ricerche con fondi propri al fine di anticipare i bisogni

tecnologici futuri e si dedica alla ricerca scientifica, ad esempio in aerodinamica per applicazioni aeronautiche, per la concezione lanciatori o per nuove tecnologie di difesa (droni).

La vocazione dell'ONERA è anche di sostenere tramite la ricerca e l'innovazione l'industria nazionale francese e quella europea. Tra i clienti-partner dell'ONERA troviamo: EADS (con Airbus, Eurocopter), Safran (con Snecma, Turbomeca, Sagem), Dassault Aviation, Thales ed altri ancora. Allo stesso modo i partner industriali sono incoraggiati ad approfittare dell'esperienza degli ingegneri dell'ONERA e a beneficiare dell'opportunità di scambi di soluzioni tecnologiche.

### **I.3.OBIETTIVO DEL LAVORO**

Con lo scopo di produrre dei dati sperimentali e di meglio comprendere i fenomeni di polverizzazione ionica, l'ONERA/DESP (Département d'Environnement Spatial) si è dotata dell'installazione IDEFIXe (Installation Dédinée à l'Érosion sous un Flux d'Ions Xénon). Degli studi su questo soggetto sono già stati portati avanti da Yvan Garnier (tesi di SUPAERO, 1999) e Thomas Tondu (tesi di SUPAERO, 2005) nel corso delle loro tesi di dottorato svolte al DESP. A lato dei test sperimentali è stato inoltre sviluppato un codice di simulazione numerica del fenomeno, lo CSiPI (Code de Simulation de la Pulvérisation Ionique).

Lo scopo di questo progetto di fine studi è di riprendere in mano la parte sperimentale per produrre nuove misure di resa di sputtering e di lobi di emissione da confrontare con le previsioni di CSiPI. In particolare l'obiettivo principale del lavoro sarà il perfezionamento di un protocollo per la misura della resa di sputtering.

# 1.LO SPUTTERING IONICO

## 1.1.FISICA DEL FENOMENO

Quando una particella energetica colpisce un solido (d'ora in avanti ci riferiremo a tale solido con il termine "bersaglio") essa interagisce per repulsione elettrostatica con gli atomi che lo compongono. Se l'energia della particella è sufficientemente elevata gli urti elastici possono spostare gli atomi con i quali essa collide. Questi atomi a loro volta possono interagire con altri atomi creando una *cascata di collisioni* (figura 1.1). Questa cascata si sviluppa finché gli atomi messi in movimento non dissipano la loro energia e vengono intrappolati da pozzi di potenziale. La loro energia residua si trasforma a questo punto in energia termica.

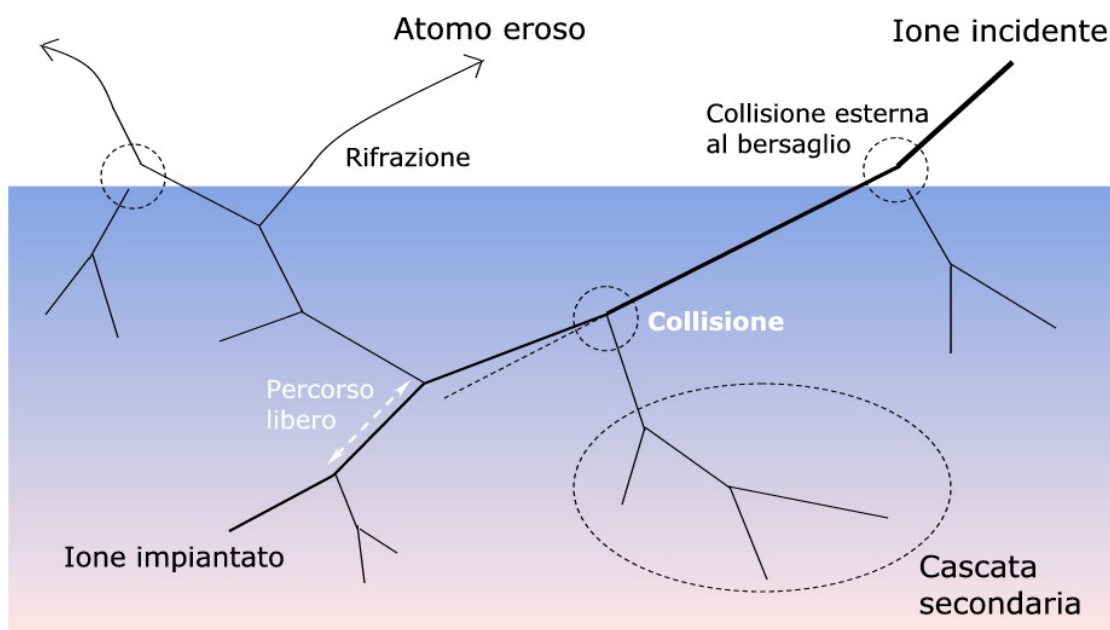


Figura 1.1 – Schema di una cascata di collisioni

Tra gli atomi interessati dalla cascata di collisioni capita che alcuni fuoriescano dal bersaglio: è il fenomeno dello *sputtering ionico*. Si usa caratterizzare questo fenomeno fisico con un parametro chiamato *resa di sputtering* o, con terminologia anglosassone, *sputtering yield* (notazione:  $Y$ ) e che è definito come la quantità di materia erosa per unità di ioni incidenti. Lo sputtering yield è di norma espresso in atomi/ione o  $\text{mm}^3/\text{C}$ .

$$Y = \frac{\text{Atomi erosi}}{\text{Ione incidente}}$$

La superficie di un bersaglio bombardato con degli ioni emetterà dunque degli atomi in differenti direzioni. Illustrando in un diagramma il flusso di materia emessa in funzione dell'angolo di vista andiamo a costruire ciò che chiamiamo un *lobo di emissione* (esempio 3D in figura 1.3).

### 1.1.1. PARAMETRI CHE INFLUENZANO LO SPUTTERING

Per provocare l'erosione lo ione incidente deve trasmettere un'energia sufficiente ad innescare la cascata. Possono però verificarsi anche delle cascate di collisioni senza erosione: chiamiamo *soglia di erosione* l'energia minima che permette di asportare degli atomi. Gli atomi all'interno del bersaglio instaurano infatti delle interazioni stabilizzanti con gli atomi che li circondano e devono superare una barriera di potenziale per abbandonare il bersaglio. Questa barriera è anche chiamata *energia o potenziale di legame di superficie* e rappresenta un parametro chiave nel fenomeno dell'erosione. In prima approssimazione possiamo considerare che siano le interazioni di un atomo del bersaglio con gli altri atomi del bersaglio stesso a far sì che un materiale si eroda più o meno facilmente.

Gli effetti delle interazioni che abbiamo appena descritto sono funzione della natura dello ione e del bersaglio: in prima approssimazione possiamo stabilire che le dimensioni della cascata siano funzione dell'energia della particella incidente mentre la localizzazione della cascata nel bersaglio sia funzione dell'angolo di impatto. Faremo anche l'ipotesi che le cascate di collisione siano indipendenti, approssimazione corretta quando il flusso di ioni non è troppo intenso e le cascate possono considerarsi sequenziali. La sezione efficace di collisione tra uno ione incidente e un atomo del bersaglio diminuisce al crescere dell'energia dello ione. Per questo, a partire da una certa energia, la resa di sputtering precipita in quanto l'energia dello ione viene trasferita troppo in profondità e gli atomi spostati hanno una minore probabilità di raggiungere la superficie del bersaglio.

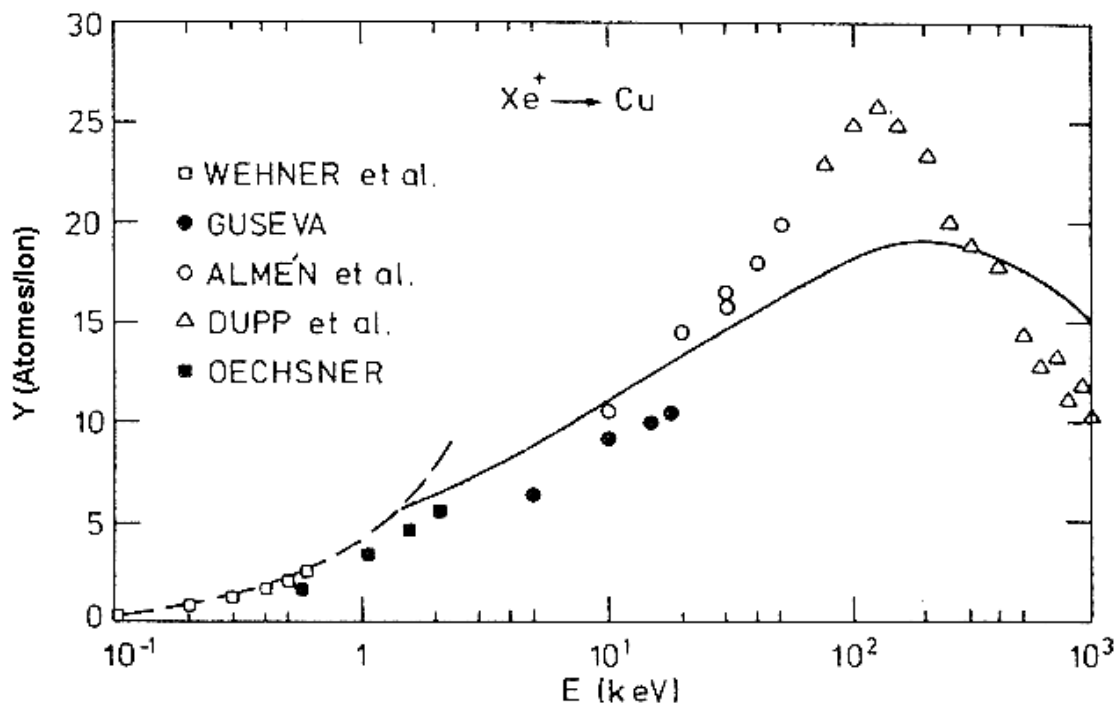
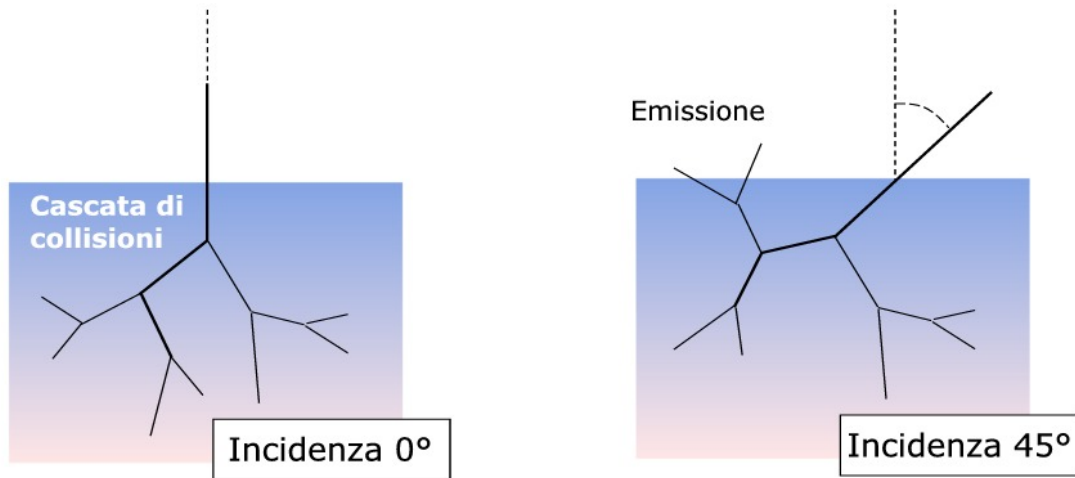


Diagramma 1.1 - Effetto dell'energia dello ione incidente sulla resa di sputtering

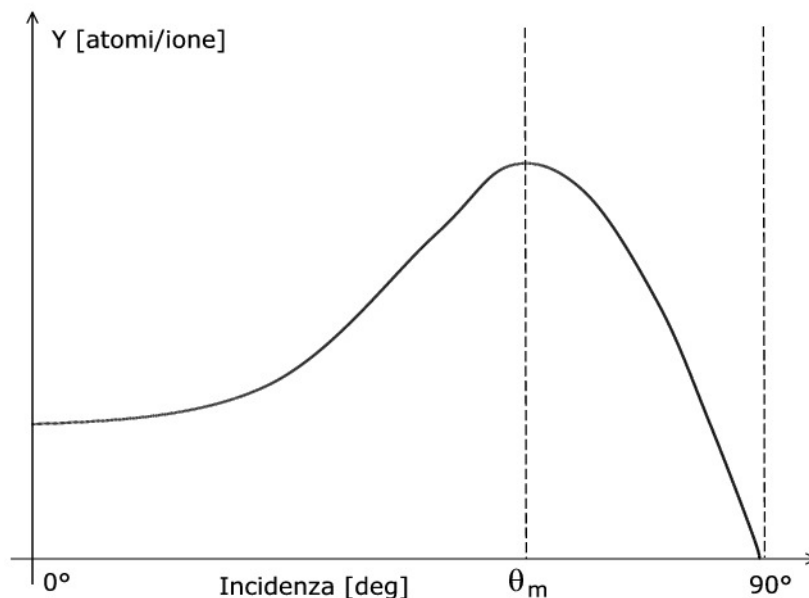


L'incidenza ha una forte influenza sullo sputtering yield. Definiamo per convenzione l'angolo di incidenza come l'angolo compreso tra la direzione dello ione e la normale al bersaglio. Quando l'incidenza aumenta, la cascata di collisioni si avvicina alla superficie e la probabilità di strappare degli atomi si accresce.



**Figura 1.2 – Effetto dell'incidenza dello ione sulla cascata di collisioni**

Per contro esiste un certo angolo a partire dal quale i rimbalzi degli ioni sulla superficie diventano troppo numerosi e lo sputtering yield subisce una brusca diminuzione: chiameremo quest'angolo  $\theta_m$ . La natura degli atomi del bersaglio e degli ioni incidenti ha un'influenza diretta anche sul valore di  $\theta_m$ : più gli atomi sono pesanti e gli ioni leggeri, più i rimbalzi sono probabili ( $\theta_m$  piccolo). Al contrario più gli atomi del bersaglio sono leggeri e più gli ioni sono pesanti, più i rimbalzi sono rari ( $\theta_m$  grande).



**Diagramma 1.2 – Forma generale della curva della resa in funzione dell'angolo d'incidenza**

## 1.2.STIME E SIMULAZIONI NUMERICHE

Esistono un certo numero di fit sperimentali e di formule teoriche che permettono di ottenere in maniera semplice delle previsioni di resa di sputtering in funzione dell'energia o dell'incidenza. Anche se queste formule non possono essere utilizzate indipendentemente da dati sperimentali, esse permettono di effettuare delle interpolazioni o delle estrapolazioni a partire da misure.

Un altro approccio che consente di predire i valori della resa di sputtering è di simulare numericamente le cascate di collisione. Esistono diverse possibilità per modellizzare i fenomeni fisici implicati ma i calcoli che richiedono il numero minore di approssimazioni sono quelli legati alla dinamica molecolare. La dinamica molecolare simula un bersaglio di dimensioni finite del quale in ogni istante vengono considerati tutti gli atomi coinvolti dalla cascata di collisioni. Lo spostamento degli atomi viene quindi seguito in tempo reale: questo significa che possiamo considerare delle interazioni simultanee con più atomi e che due atomi in movimento possono interagire tra loro. Queste simulazioni riproducono una cascata fedele alla realtà ma i calcoli sono estremamente pesanti in termini di tempi di elaborazione.

Per rimediare a questo problema possiamo effettuare una *approssimazione a collisioni binarie* o BCA (Binary Collision Approximation). In questa approssimazione consideriamo unicamente degli urti semplici tra uno ione incidente ed un atomo oppure tra due atomi del bersaglio senza preoccuparci delle interazioni con le altre particelle coinvolte nella cascata. La reale dinamica temporale della cascata non è quindi realmente simulata in quanto tutti gli eventi sono considerati distintamente gli uni dagli altri. Questo modello fornisce risultati molto soddisfacenti e permette un grande risparmio di tempo di calcolo.

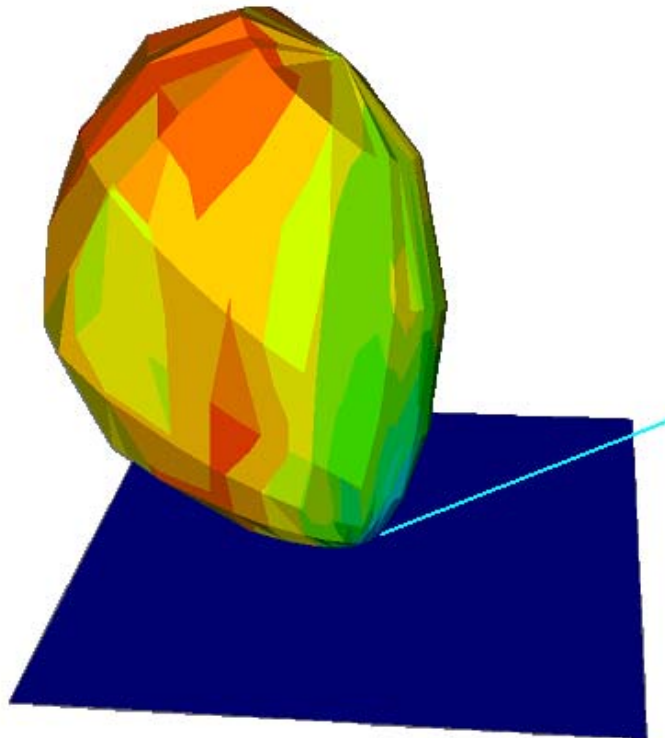
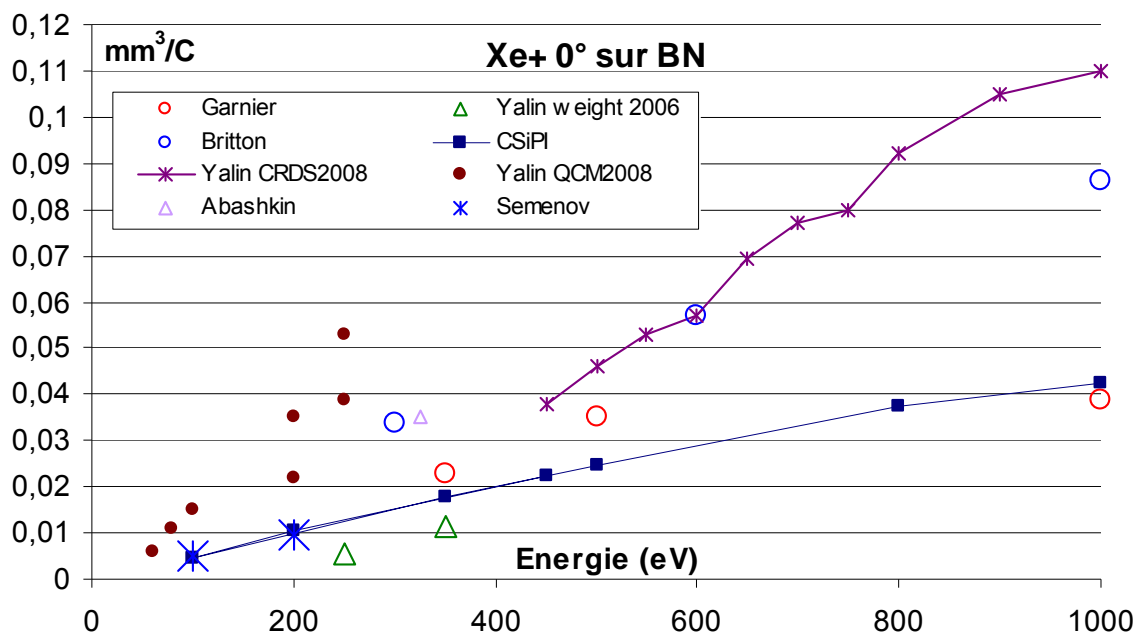


Figura 1.3 – Rappresentazione 3D di un lobo d'emissione (simulazione numerica)

Nel campo dei softwares di tipo BCA il codice di riferimento è TRIM, un programma di tipo Monte-Carlo che deve la sua popolarità al fatto che sia disponibile gratuitamente. Un grande limite di TRIM è la non accessibilità della sorgente: ispezioni e modifiche a livello di codice sono quindi impossibili. È principalmente per questa ragione che il DESP dell'ONERA di Tolosa ha sviluppato un nuovo software di simulazione: lo CSiPi (Code de Simulation de la Pulvérisation Ionique), basato sullo stesso principio di TRIM. CSiPi è quindi in grado di simulare delle cascate di collisioni e di calcolare rese di sputtering e lobi di emissione. Uno degli scopi del presente lavoro è quello di validare con prove sperimentali i risultati prodotti dalle simulazioni di CSiPi.

### 1.3.STUDI SPERIMENTALI

Le misure di resa di sputtering e dei lobi di emissione hanno grossi problemi di precisione: cercheremo in questa parte di riassumere le principali fonti di incertezza.



**Diagramma 1.3 – Esempio della dispersione delle misure sperimentali reperibili nella letteratura**

La misura di sputtering yield si effettua esponendo dei campioni a un getto di ioni di intensità nota e misurando in seguito la loro perdita di massa. La formula che permette di calcolare la resa di sputtering è la seguente:

$$Y = \frac{\Delta M}{\Delta t \rho I}$$

**$\Delta M$**  – Perdita di massa del campione. Questo è un primo punto critico: la perdita di massa è nell'ordine delle frazioni di milligrammo anche nelle più efficaci condizioni di erosione realizzabili. Se da un lato la precisione della bilancia è chiaramente di primaria importanza, è altresì assolutamente necessario evitare il più possibile qualsiasi contaminazione o alterazione dei campioni.

**$\Delta t$**  – Tempo di durata dell'erosione.

**$\rho$**  – Densità del materiale del campione.

**$I$**  – Corrente degli ioni sul campione, altro punto critico. La misura di corrente si effettua per mezzo di sonde di Langmuir che devono essere piazzate esattamente nella stessa posizione dei campioni: un monitoraggio continuo del valore di corrente è dunque impossibile. Sarà invece necessario interrompere periodicamente l'esposizione dei campioni estraendoli dal getto di ioni per effettuare la misura di corrente e rimmetterli successivamente in posizione. In questo modo i problemi di precisione di posizionamento vanno ad aggiungersi all'approssimazione effettuata operando una media sui valori di corrente misurati in differenti istanti del processo di erosione. Un'altra approssimazione è anche l'estrapolazione del valore della corrente sulla superficie del campione conoscendo l'intensità di corrente sulla superficie della sonda, visto che campione e sonda non hanno la stessa forma.

Le misure dei lobi di emissione sono effettuate per mezzo di una QCM (Quartz Crystal Microbalance). Senza addentrarci qui nel principio di funzionamento di una QCM (vedere sezione 2.4) metteremo in risalto solo qualche problematica legata al loro utilizzo. Una QCM permette di conoscere in tempo reale il flusso di materia intercettato dalla QCM stessa: il problema diventa dunque assicurarsi che i soli atomi captati dalla superficie della QCM siano quelli sfuggiti al bersaglio del quale vogliamo studiare il lobo di emissione. Dei problemi in questo senso nascono a causa dello sputtering indotto su tutte le superfici colpite dal getto di ioni (fondo della camera a vuoto, struttura di montaggio, ecc): tutto questo può portare ad una sovrastima del flusso. Al contrario, se la QCM è troppo vicina al fascio di ioni, la sua superficie può essere oggetto essa stessa di un fenomeno di erosione: in questo caso il flusso di materia è sottostimato.

Infine un'altra problematica legata all'utilizzo della QCM proviene dalla loro estrema sensibilità alle variazioni di temperatura. Una QCM deve essere mantenuta il più possibile a temperatura costante: una deriva anche molto lieve conduce ad una lettura completamente falsata dello spessore di deposito.

## 2.STRUMENTAZIONE

### 2.1.INSTALLAZIONE IDEFIXe

L'installazione IDEFIXe è composta da una camera cilindrica a vuoto munita di una sorgente di ioni e di svariate possibilità di equipaggiamento (passaggi di parete, passaggi elettrici). La foto 2.1 permette di vedere i diversi elementi.

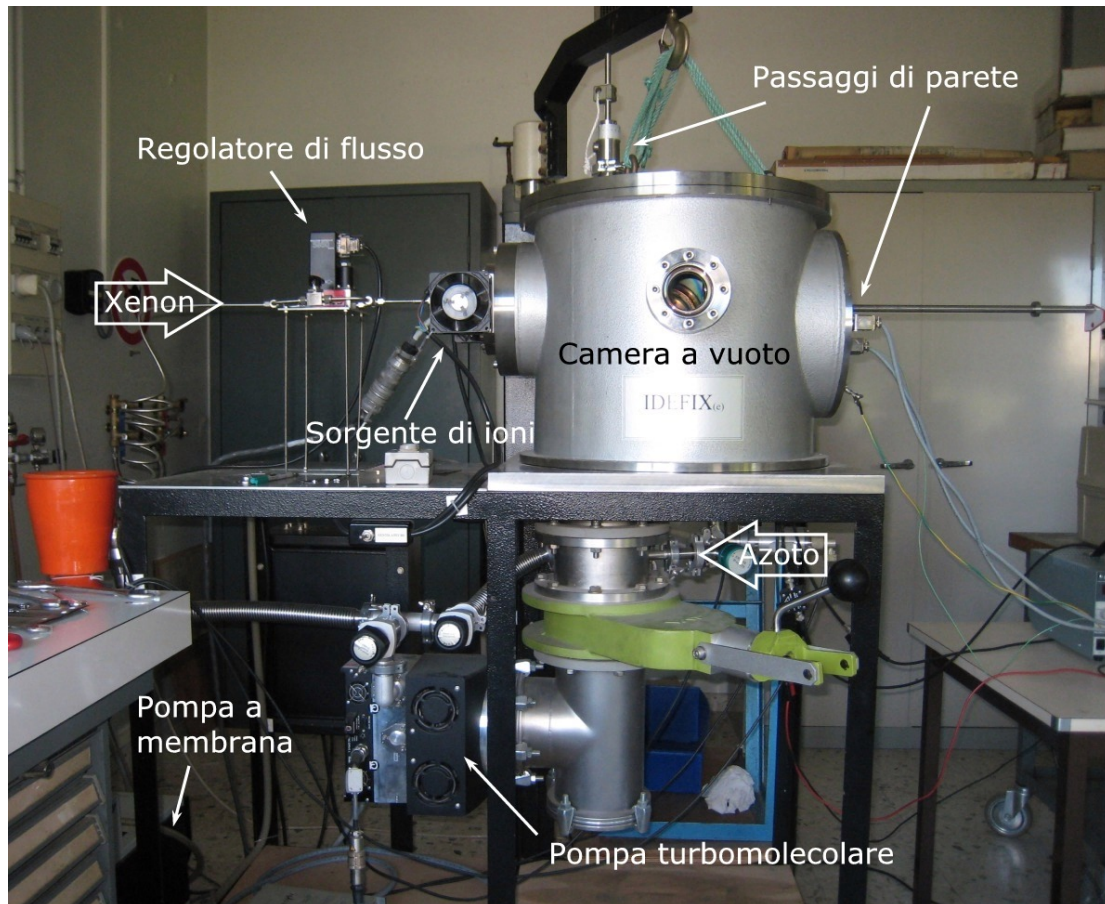


Figura 2.1 – L'installazione IDEFIXe

Il pompaggio viene effettuato tramite una pompa turbomolecolare ed una pompa primaria a membrana. In questo modo il pompaggio è "secco", aspetto importante quando si studia la contaminazione in quanto si evita la deposizione di olio di pompaggio sui bersagli di contaminazione in esame. Il pompaggio raggiunge i 700 l/s e permette di ottenere un vuoto nell'ordine di  $10^{-7}$  mbar. Durante il funzionamento, dello xenon viene iniettato nel cilindro tramite la fonte di ioni. Questo flusso di gas, nell'ordine di qualche decina di nml/min, fa aumentare la pressione intorno ai  $10^{-5}$  mbar.

Il monitoraggio della pressione è effettuato per mezzo di due sonde delle quali una lavora tra  $10^{-7}$  e  $10^{-2}$  mbar e l'altra tra  $10^{-3}$  mbar e 1 bar.

## 2.2.LA SORGENTE DI IONI

La sorgente di ioni da noi utilizzata è una sorgente "a griglie" di tipo Kaufman di 3 cm di diametro prodotta da "Ion Tech" con la denominazione "3cm Ion Source". Questo tipo di sorgente è generalmente utilizzata per effettuare incisioni ioniche ed è caratterizzata da una buona versatilità. È infatti possibile un utilizzo in una gamma di energia tra 100eV e 1200eV a seconda del costruttore, con correnti di ioni da qualche mA a qualche decina di mA.

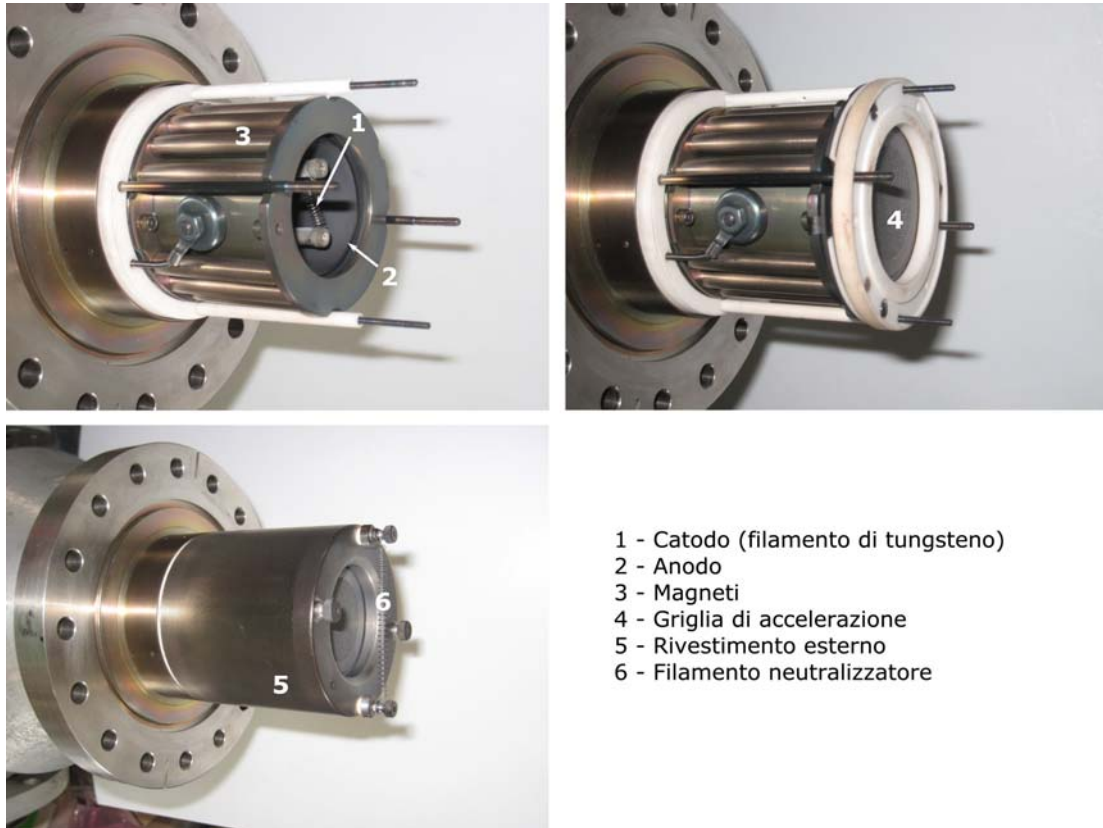
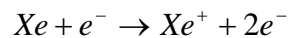
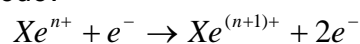


Figura 2.2 – La sorgente di ioni

Gli ioni vengono creati per bombardamento elettronico del gas xenon secondo la reazione:



che corrisponde alla prima ionizzazione dello xenon. In generale però altre ionizzazioni successive sono possibili, possiamo quindi generalizzare la reazione precedente nel seguente modo:



In questo processo è l'elettrone incidente che apporta l'energia necessaria alla ionizzazione degli atomi di gas. Per questo, poiché l'energia di ionizzazione cresce con il numero di ionizzazioni, il numero di ionizzazioni possibili è determinato dall'energia degli elettroni che bombardano il gas.

All'interno della camera di ionizzazione gli elettroni vengono emessi da un catodo, che nel nostro impianto è costituito da un filamento di tungsteno reso incandescente. L'energia degli elettroni dipende dalla loro posizione nella camera di ionizzazione ed è aumentata dalla differenza di potenziale tra il catodo e l'anodo che costituisce il corpo della camera di ionizzazione stessa. Il costruttore



della sorgente consiglia di non scendere al di sotto di un valore di 30eV; lavoriamo dunque a questa energia per limitare la formazione di ioni multipli. È da rimarcare che in queste condizioni di funzionamento in teoria potremmo comunque ottenere ioni sia semplicemente che doppiamente carichi. In pratica però, dopo la loro prima ionizzazione, gli ioni vengono rapidamente estratti dalla camera di ionizzazione e la probabilità che essi subiscano una seconda ionizzazione è molto bassa.

Un sistema di magneti permanenti crea un campo magnetico che allunga il percorso degli elettroni verso l'anodo accrescendo sensibilmente la probabilità di ionizzazione. Idealmente sarebbe vantaggioso riuscire a ionizzare tutti gli atomi di xenon introdotti nella sorgente, come avviene nei propulsori ionici. La nostra sorgente di ioni è però una versione semplificata di un propulsore e in generale il tasso di ionizzazione è intorno al 25%.

Il potenziale del fascio di ioni è quindi determinato dal potenziale dell'anodo della camera di ionizzazione. Negli istanti immediatamente successivi alla perdita dell'elettrone, gli atomi posseggono un'energia potenziale elettrica elevata e un'energia cinetica quasi nulla.

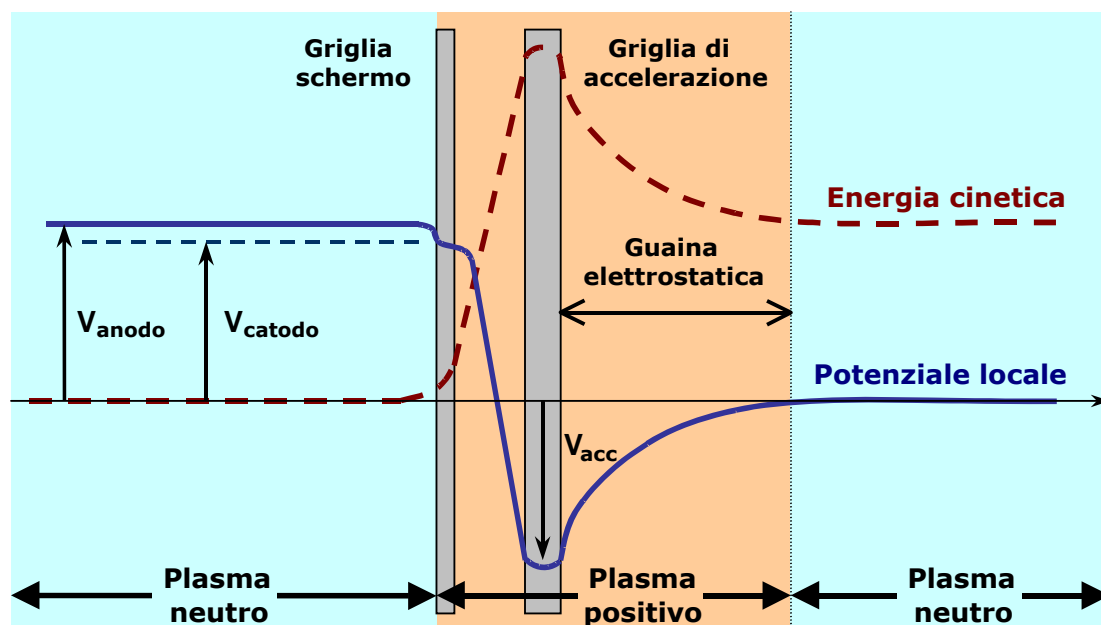


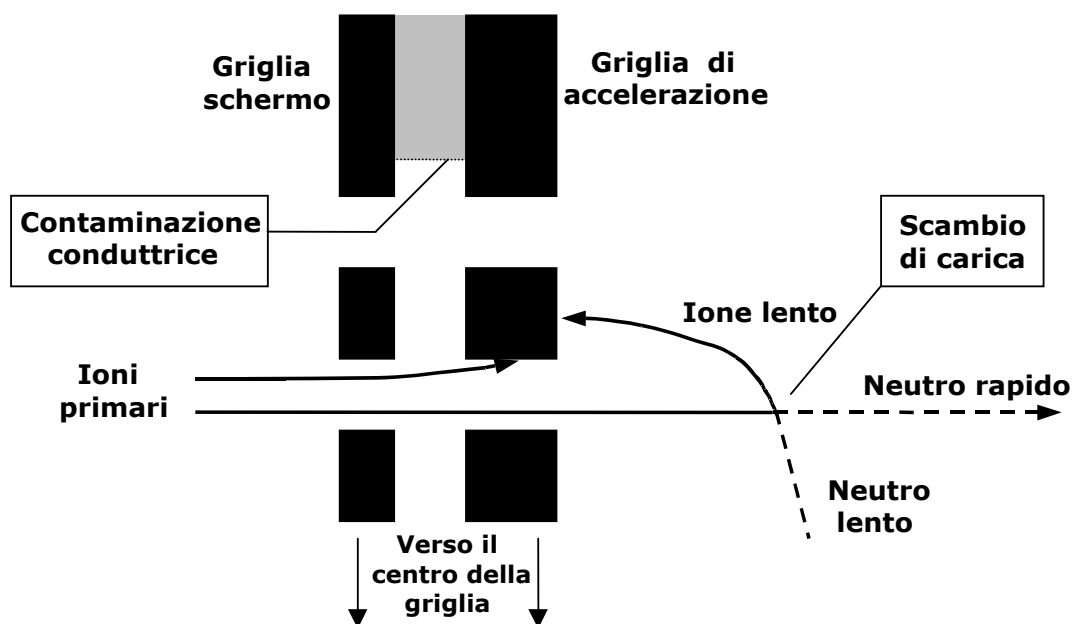
Figura 2.3 – Variazioni d'energia degli ioni lungo il loro percorso

Come possiamo vedere nella figura 2.3 la griglia detta "schermo" delimita l'uscita dalla camera di ionizzazione. Questa griglia si trova al potenziale del catodo (ovvero il potenziale più negativo della camera di ionizzazione) e attira quindi gli ioni verso l'uscita della camera stessa. Una seconda griglia, i cui fori sono praticati in corrispondenza dei fori della prima, è aggiunta a valle della griglia schermo. Questa seconda griglia è detta "griglia acceleratrice" o "griglia di accelerazione", è polarizzata negativamente e permette di estrarre più facilmente gli ioni dalla camera di ionizzazione e di instradarli verso la camera cilindrica a vuoto.

Essendo il potenziale della griglia schermo determinato dall'energia che desideriamo conferire agli ioni, è necessario aumentare in valore assoluto il potenziale negativo della griglia di accelerazione al fine di aumentare la corrente

di ioni prodotta dalla sorgente. In uscita dalla sorgente la carica del flusso è annullata da un neutralizzatore (sempre un filamento di tungsteno incandescente) che inietta degli elettroni nel fascio di ioni e lo neutralizza. In prossimità della griglia di accelerazione il potenziale negativo di quest'ultima respinge gli elettroni presenti nel plasma. Ne risulta un dominio in uscita dalla sorgente chiamato "guaina elettrostatica" o "guaina di Debye" in cui il plasma non è neutralizzato.

Abbiamo visto che il sistema di accelerazione si compone di due griglie: sulla seconda, detta griglia di accelerazione, misuriamo una "corrente di accelerazione" dovuta alla cattura di ioni carichi positivamente da parte della griglia stessa. Distinguiamo tre origini per questa corrente di accelerazione. La prima sono gli *ioni primari* prodotti nella camera di ionizzazione che impattano la griglia a grande velocità durante la loro estrazione. La seconda sono invece gli *ioni secondari* provenienti dalla camera a vuoto: si tratta di ioni lenti creati da reazioni di scambio di carica e più facilmente raccolti dalla griglia di accelerazione vista la loro bassa velocità. Può accadere infine che dopo un certo tempo di funzionamento l'isolante tra le due griglie si contamini in superficie e permetta così una certa conduzione elettrica. Si verifica dunque un leggero cortocircuito che aumenta la corrente di accelerazione misurata. La figura 2.4 illustra queste tre origini della corrente di accelerazione.



**Figura 2.4 – Origini della corrente di accelerazione**

La scatola di comando della sorgente fornisce una misura della corrente di accelerazione con il parametro  $a/b$  (in %), ovvero *acceleration/beam*. Questa percentuale esprime il rapporto tra il numero di ioni intercettati dalla griglia di accelerazione e quelli emessi nel getto.

La corrente di accelerazione è in qualche modo una misura delle imperfezioni di funzionamento della sorgente di ioni, per questo motivo si cerca sempre di mantenerla bassa. La geometria delle griglie deve quindi essere ottimizzata al fine di minimizzare le collisioni dirette di ioni: come abbiamo già accennato nella sezione I.1.1 un problema da considerare è proprio l'erosione



ionica a cui è sottoposta la griglia di accelerazione. Tale fenomeno di erosione modifica infatti la forma della griglia e conseguentemente la traiettoria degli ioni: si rischia in questo modo di aumentare il numero di collisioni dirette di ioni primari.

Gli ioni secondari si creano invece in seguito a scambi di carica. Il fenomeno dello scambio di carica corrisponde a un passaggio di carica da uno ione rapido a un atomo neutro che gli è vicino. Tale scambio può avvenire senza collisione elastica e quindi senza modifica delle quantità di moto. La reazione produce un neutro rapido e uno ione lento a partire da uno ione rapido e un neutro lento. Gli ioni di scambio di carica prodotti all'interno della guaina elettrostatica sono sistematicamente raccolti dalla griglia di accelerazione polarizzata negativamente.

Delle tre origini della corrente di accelerazione la contaminazione degli isolanti è la meno dannosa, tuttavia essa provoca pur sempre un cattivo funzionamento della sorgente. In questo caso è necessario ripulire gli isolanti tramite abrasione e per riscaldamento ad alta temperatura. Si eliminano in questo modo i depositi carboniosi di combustione e si rimuovono i cortocircuiti tramite l'ossidazione dei depositi metallici.

Lo schema illustrato in figura 2.5 riassume il funzionamento della sorgente e i suoi parametri di controllo.

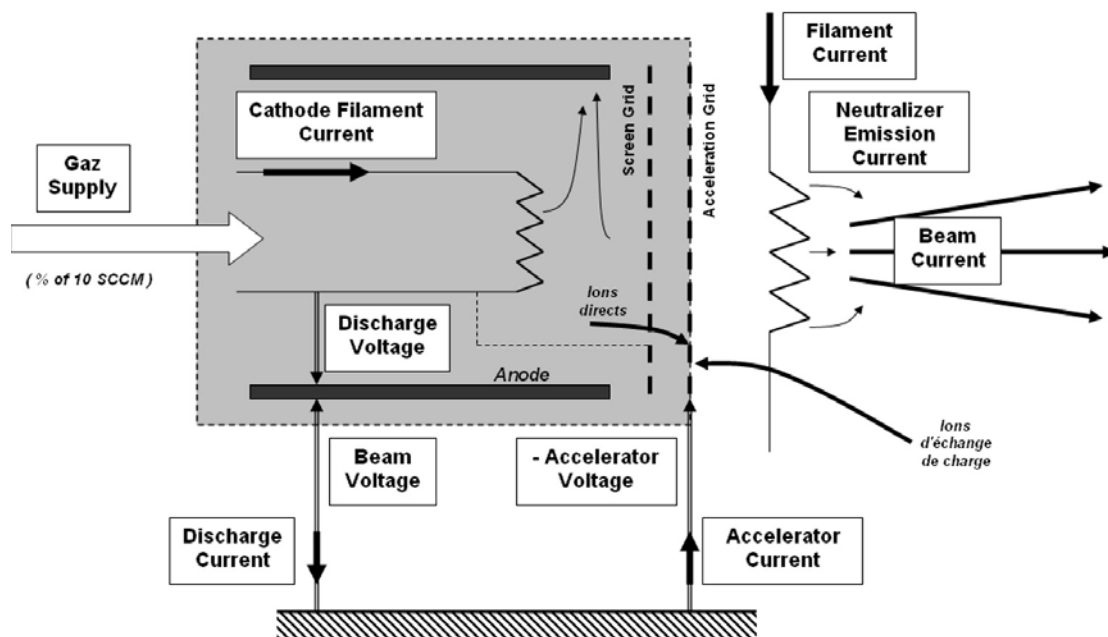
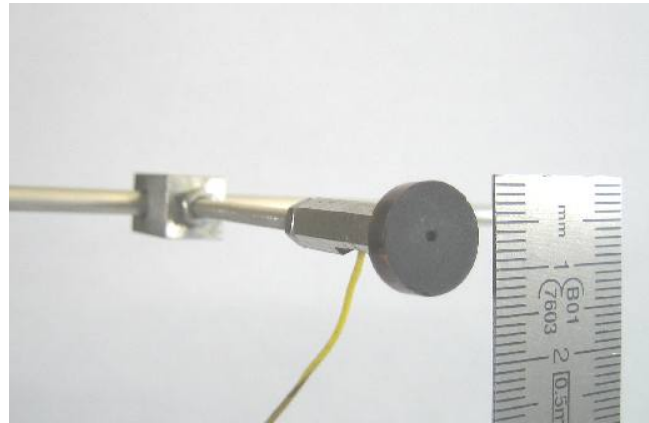


Figura 2.5 – Schema di funzionamento della sorgente di ioni

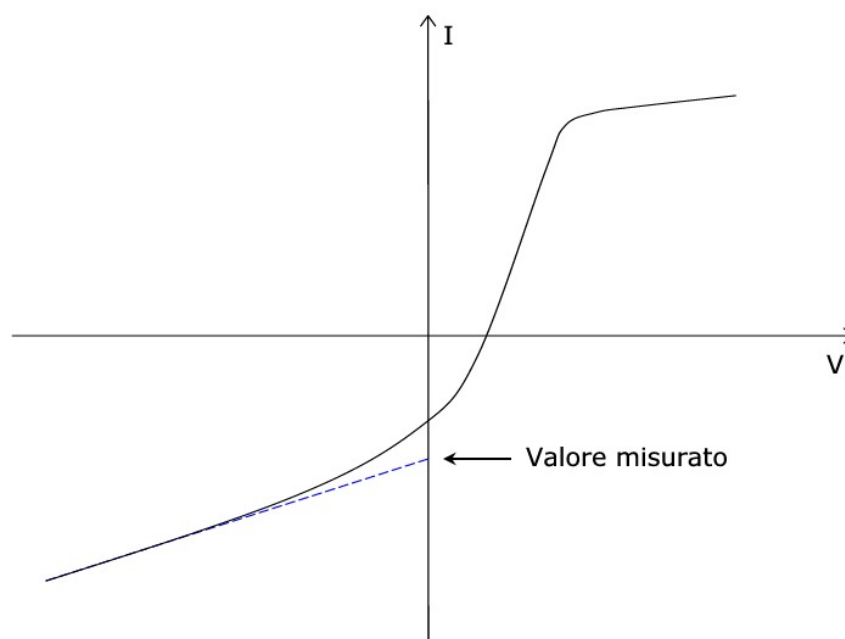
## 2.3.SONDE DI LANGMUIR

In generale una sonda di Langmuir è un corpo costituito da materiale conduttore, polarizzato e posizionato all'interno di un plasma. A causa della sua polarizzazione la sonda raccoglie elettroni e/o ioni: lo studio della corrente intercettata in questo modo, in funzione del potenziale imposto alla sonda, permette di ottenere informazioni sul plasma.



**Figura 2.6 – Una sonda di Langmuir piana in grafite**

Un metodo di misura della corrente di ioni è stato messo a punto da Yvan Garnier durante la sua tesi di dottorato al DESP. Il procedimento prevede di tracciare la "caratteristica" della sonda, ovvero la curva che descrive la corrente intercettata in funzione della polarizzazione. Per determinare la corrente degli ioni energetici erodenti si estrapola quindi il ramo ionico della caratteristica (potenziali negativi), che si suppone lineare tra -40V e -20V, e se ne calcola il valore in corrispondenza di 0V (diagramma 2.1). Bisogna sottolineare che spesso nella pratica il valore estrapolato differisce poco o nulla dal valore della caratteristica a 0V, tuttavia il procedimento di estrapolazione è sempre necessario almeno in teoria. Infatti per polarizzazioni nulle o comunque poco negative, gli elettroni più energetici contenuti nel plasma possono riuscire a raggiungere la superficie della sonda e falsare così la lettura del valore di corrente di ioni.



**Diagramma 2.1 – Caratteristica ed estrapolazione del valore di corrente**

## 2.4.MICROBILANCE A QUARZO

Le microbilance a quarzo o QCM (quartz crystal microbalance) sono correntemente utilizzate nell'industria degli strati sottili per misurare degli spessori di deposito: esse cumulano i vantaggi di una misura in tempo reale e in sito, con una buona precisione.



Figura 2.7 – Una QCM del tipo utilizzato nelle nostre misure

Le QCM sfruttano le proprietà piezoelettriche dei cristalli di quarzo. Imponendo una polarizzazione elettrica ad un cristallo di quarzo possiamo mettere quest'ultimo in oscillazione meccanica. È possibile in questo modo raggiungere un modo di risonanza fine la cui frequenza dipende dalle proprietà meccaniche e dalla geometria del sistema oscillante (ovvero dalle caratteristiche del cristallo di quarzo stesso). Per questo scopo si utilizzano generalmente dei cristalli con una taglio di tipo AT. Il taglio AT è uno standard definito nel 1978 dall'Institute of Electrical and Electronics Engineers (IEEE) che limita gli effetti della temperatura sulla frequenza di risonanza.

Un cristallo di quarzo di tipo AT oscilla a taglio ad una frequenza  $f_0$  secondo la relazione:

$$f_0 = \frac{C_{AT}}{2d}$$

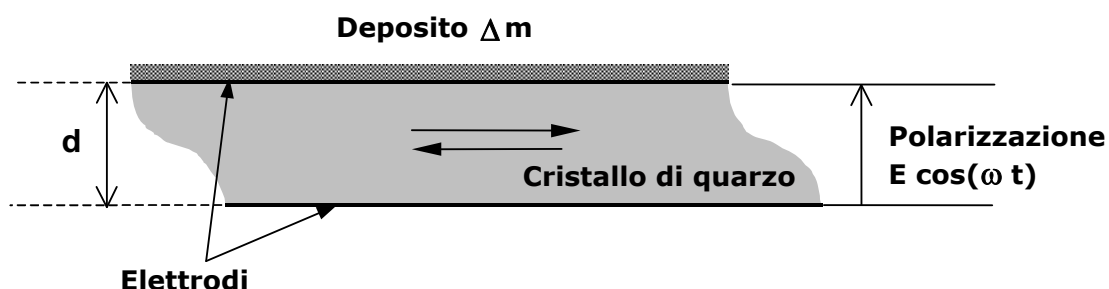
dove  $C_{AT}$  è la velocità di propagazione dell'onda di oscillazione nel cristallo di quarzo e  $d$  il suo spessore. L'aggiunzione di una massa sulla superficie del quarzo modifica le proprietà dell'oscillatore e fa variare la sua frequenza di risonanza di  $\Delta f$ . Questa variazione è direttamente legata alla variazione di densità superficiale di massa  $\Delta\sigma$ .

$$\frac{\Delta\sigma}{\sigma_0} = -\frac{\Delta f}{f_0}$$

Se aggiungiamo un deposito di massa  $\Delta m$  sull'area  $A_m$  della faccia di un cristallo di quarzo, esso provoca una variazione della frequenza di risonanza determinata dall'equazione di Stockbridge:

$$\Delta f = -\frac{K f_0^2}{\rho_q C_{AT}/2} \quad \frac{\Delta m}{A_m} = C_q \Delta m$$

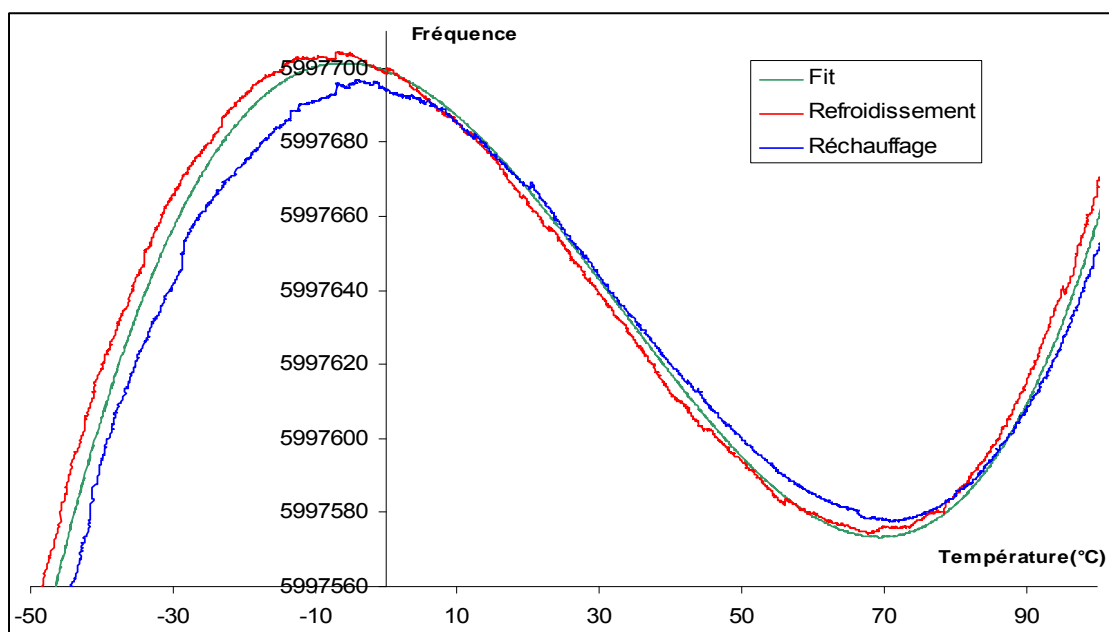
dove  $K$  è un fattore di correzione che traduce la distribuzione di deposito sulla superficie del quarzo. Vi è dunque una proporzionalità tra la variazione di massa e la variazione di frequenza: chiamiamo  $C_q$  questo coefficiente di proporzionalità. Possiamo considerare che questa relazione tra la variazione di frequenza propria e lo spessore di deposito resti valida finché lo spessore del deposito rimane trascurabile rispetto a quello del quarzo (circa  $300\mu\text{m}$ ).



**Figura 2.8 – Descrizione di un quarzo oscillante**

Le variazioni di temperatura modificano la frequenza di risonanza del cristallo di quarzo e provocano quindi la misura di false variazioni di massa di deposito. L'influenza della temperatura sulla frequenza di risonanza del cristallo dipende fortemente dal tipo di taglio: per questo motivo si utilizzano dei quarzi con taglio AT. Sebbene il taglio AT non sia rigorosamente identico da un cristallo all'altro, la frequenza di risonanza di cristalli tagliati in questo modo varia poco con la temperatura.

Come possiamo osservare nel diagramma 2.2, relativo al comportamento di un cristallo di quarzo con taglio AT, esistono due punti attorno ai quali la derivata della frequenza di risonanza rispetto alla temperatura è nulla. Questi punti si trovano il primo intorno a  $-10^\circ\text{C}$  e il secondo intorno a  $70^\circ\text{C}$ . Durante le nostre misurazioni avremo dunque interesse a stabilizzare la temperatura delle QCM in prossimità di uno di questi due valori (si tratterà evidentemente di  $70^\circ\text{C}$ ) per ridurre ancora di più gli effetti dovuti alle variazioni di temperatura.



**Diagramma 2.2 – Variazione della frequenza propria di un quarzo AT con la temperatura**

## 2.5. APPARECCHIO DI PESATURA

Per le pesature è stata utilizzata una bilancia elettronica Sartorius, modello R 160 D. Il data sheet dello strumento riporta le seguenti caratteristiche:

Sensibilità	0.01	mg
Deviazione standard	$\leq \pm 0.02$	mg
Tempo di stabilizzazione	3÷5	s

Lo strumento possiede diverse regolazioni tra le quali una permette di configurare il tipo di ambiente di lavoro : molto stabile, stabile, instabile, molto instabile.

Le pesature dei campioni saranno effettuate sotto azoto per impedire all'umidità di essere assorbita e di falsare le misure: la bilancia è quindi posizionata in una scatola a guanti e l'alimentazione del gas è effettuata tramite una presa laterale. La bilancia deve essere messa al riparo dal getto diretto di azoto ma è stato notato che anche posizionando una superficie immediatamente davanti all'uscita del tubo non si riesce a rendere l'aria sufficientemente immobile: l'ambiente rimane dunque instabile.

Come conseguenza osserviamo dei tempi di stabilizzazione più lunghi del tempo nominale anche regolando la bilancia su "ambiente molto instabile" Tipicamente l'attesa è nell'ordine di 1 o 2 minuti. Abbiamo dunque effettuato una prova di ripetibilità delle misure nelle condizioni appena descritte (diagramma 2.3). La deviazione standard misurata è di 0,013 mg, il che conferma i dati forniti dal costruttore.

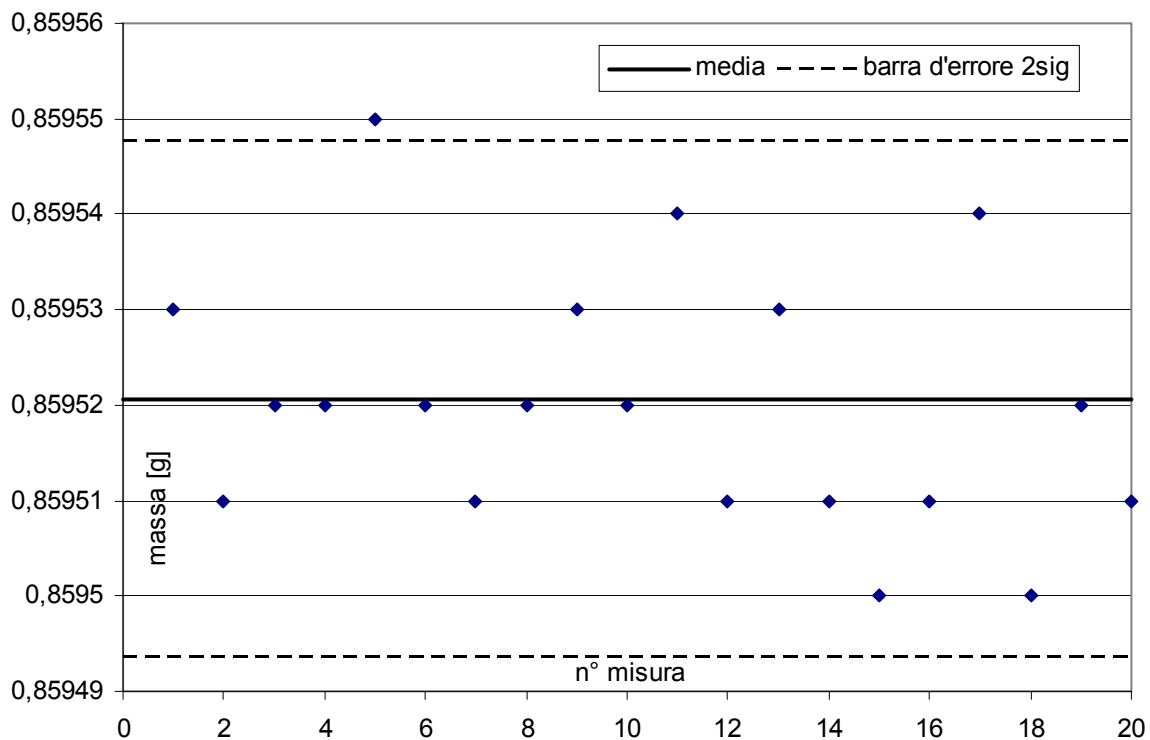


Diagramma 2.3 – Test di ripetibilità dell'apparecchio di pesatura

### 2.5.1.PROTOCOLLO DI PESATURA

Illustreremo in questa sezione i dettagli della procedura che è stata messa a punto per le pesature.

#### 1 – *Preparazione preliminare della bilancia*

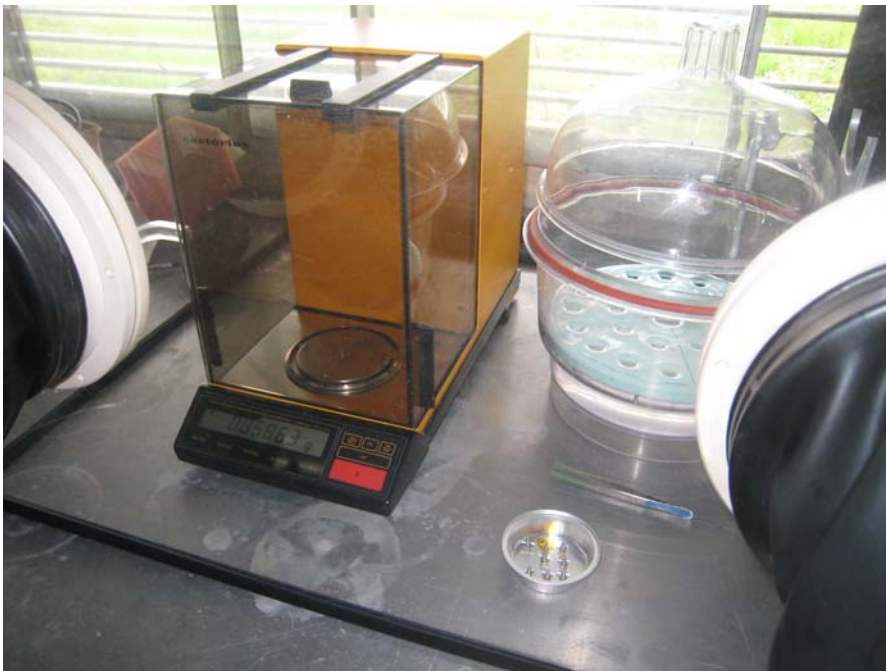
L'elettronica della bilancia necessita di un certo tempo per riscaldarsi e poter effettuare misure senza alcun tipo di deriva. La durata di questo periodo di riscaldamento non è ben chiara: la cosa migliore sarebbe pertanto non spegnere mai lo strumento. Un altro parametro da prendere in considerazione è la disidratazione sotto azoto. Questo tipo di deriva può aver bisogno di un tempo abbastanza lungo, tipicamente uno o due giorni di immersione in azoto, per annullarsi. Una volta effettuato questo processo di disidratazione è sufficiente conservare la bilancia sotto la teca e immergerla nell'azoto ogni tanto (per le pesate ad esempio) per conservarla in stato sufficientemente secco. Se lo strumento resta inutilizzato durante un lungo periodo sarebbe meglio effettuare un nuovo ciclo di disidratazione.

#### 2 – *Preparazione dei campioni*

Prima di essere pesati i campioni vanno messi sotto vuoto in una campana in plexiglass per degassificare. Per le pesate successive al processo di erosione è meglio smontare i campioni dalla basetta prima di inserirli nella campana per limitare al minimo le manipolazioni da compiere nella teca a guanti. La campana sotto vuoto viene successivamente inserita nella scatola a guanti

#### 3 – *Preparazione della bilancia e della scatola a guanti*

Prima di chiudere la scatola è fondamentale controllare l'allineamento nel piano orizzontale della bilancia avvitando o svitando eventualmente i piedini posteriori per centrare la bolla. Una volta svolta questa regolazione si chiude la scatola e si apre l'azoto. In questa fase bisogna lasciare aperta la teca interna della bilancia per facilitare la completa saturazione dell'ambiente.



**Figura 2.9 – La stazione di pesatura**

#### 4 – Operazioni preliminari

Quando la scatola è saturata di azoto (si attendono normalmente tra i 30 e i 45 minuti) si procede all'apertura del rubinetto della campana e alla chiusura della teca della bilancia. L'apertura del rubinetto è un'operazione da effettuare con precauzione se la campana contiene oggetti leggeri. Aprendo d'un sol colpo e completamente il rubinetto, il getto che si genera nella campana può avere una potenza sufficiente a spostare in modo violento gli oggetti all'interno e causare dei danni. Si attende in seguito qualche minuto per lasciar riempire di azoto la campana e permettere alla bilancia di stabilizzarsi.

#### 5 – Regolazione a zero della bilancia

Anche se prima di chiudere la scatola a guanti la tara era 0g, a questo punto del procedimento il display mostrerà quasi sicuramente un valore diverso. Ogni volta che il valore mostrato è diverso da zero quando invece ci attenderemmo un valore nullo, vale la pena di provare dare un colpo alla tavola di misura (nulla di troppo violento evidentemente) per far muovere la lettura e vedere se la nuova stabilizzazione ci riporta a zero. Se questa operazione non funziona, si impone lo zero con il tasto della tara.

#### 6 – Pesata

La pesata è effettuata introducendo solamente la mano destra nella scatola a guanti. Le azioni da compiere sono, nell'ordine, le seguenti:

- Inserire la mano nel guanto
- Aprire il lato della teca della bilancia
- Afferrare il campione con una pinza stringendolo per la vite
- Passare il campione davanti al getto d'azoto per pulirlo
- Posare il campione sul piatto della bilancia
- Chiudere la teca della bilancia
- Posare la pinza e estrarre la mano dal guanto

A questo punto bisogna attendere all'incirca 1 o 2 minuti perché la lettura si stabilizzi. Una volta annotato il valore possiamo togliere il campione dal piatto della bilancia, chiudere la teca interna, estrarre ancora una volta la mano dal guanto e verificare che il valore del display torni a 0g.





## 3.MESSA A PUNTO DEI MEZZI SPERIMENTALI

### 3.1.I CAMPIONI

#### 3.1.1.PROPRIETÀ FISICHE

I campioni utilizzati nelle nostre misure sono dei quadrati di silice di 1 cm di lato ed 1 mm di spessore. Una delle grandezze necessarie per il calcolo della resa di sputtering è la densità del materiale: è stata dunque effettuata una misura di densità su 3 campioni eseguendo 3 pesate per ogni campione.

Camp.	a [cm]	b [cm]	c [cm]	massa [g]			$\rho$ [g/cm <sup>3</sup> ]
1	0,996	0,986	0,108	0,23457	0,23456	0,23459	2,2117
2	0,988	0,994	0,108	0,23477	0,23474	0,23478	2,2134
3	0,994	0,99	0,108	0,23549	0,23555	0,23552	2,2161
							2,2137

Nei nostri calcoli verrà dunque utilizzato il valore di 2.21 g/cm<sup>3</sup>, praticamente identico al valore "ufficiale" di 2.2 g/cm<sup>3</sup>.

#### 3.1.2.MONTAGGIO

I campioni vengono esposti al fascio di ioni nove alla volta, disposti secondo un quadrato di 3 campioni per lato. Ogni campione è contrassegnato da una lettera che ne identifica il lotto e un numero che ne reperisce la posizione. La figura 3.1 mostra la faccia posteriore dei campioni ed illustra la logica di numerazione utilizzata in tutte le misure.

3	A	2	A	1	A
6	A	5	A	4	A
9	A	8	A	7	A

Figura 3.1 - Disposizione dei campioni (faccia posteriore)

Il montaggio prevede l'incollatura di ogni campione su un bullone a testa esagonale. In previsione di un eventuale studio di erosione ad alte temperature (nell'ordine di 1000°C), era stato inizialmente previsto un incollaggio per mezzo di una colla ceramica. Per questo motivo i primi tentativi di incollaggio sono stati effettuati con la colla ceramica Ceramabond 835 (Aremco Products). Le prestazioni di questo prodotto si sono tuttavia rivelate insoddisfacenti in quanto la colla non è in grado di sopportare gli sforzi introdotti con il montaggio (vedi sezione 3.1.3). Due principali problemi sono identificabili: la fragilità del prodotto secco e la difficoltà a bagnare adeguatamente la superficie della silice.

In seguito a numerosi fallimenti e considerato che nelle nostre misure la temperatura dei campioni non sale mai al di sopra di circa 120°C, la colla ceramica è stata abbandonata in favore di una colla epossidica bicomponente. Il prodotto utilizzato in tutti i montaggi è dunque la colla Epotek H70E (Epoxy Technology).

Durante il processo di erosione i campioni sono montati su una basetta dotata di scanalature per il bloccaggio in rotazione delle teste dei bulloni (figura 3.2).



**Figura 3.2 – Montaggio dei campioni**

La basetta può a sua volta venire montata su due diversi supporti un funzione del passaggio di parete che si intende utilizzare (figura 3.3).



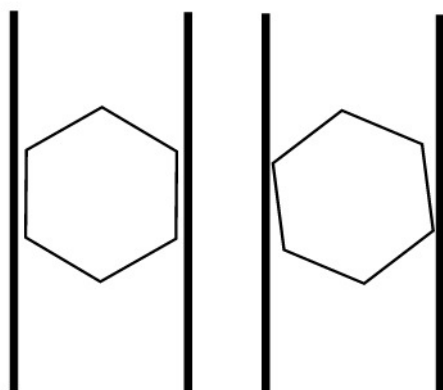
**Figura 3.3 – Giunti per la basetta**

### **3.1.3. DIFETTI DEL SISTEMA DI MONTAGGIO**

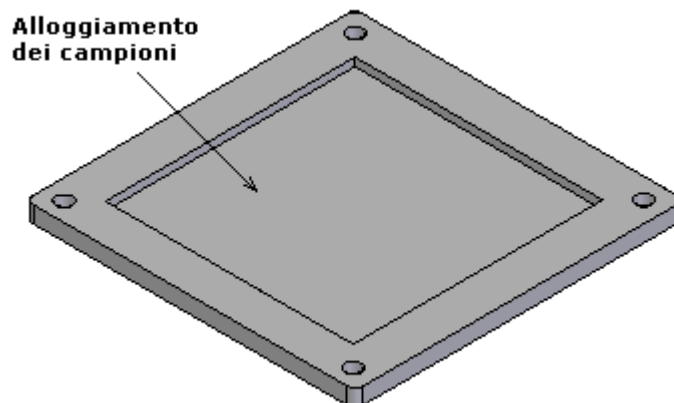
Il difetto principale del montaggio consiste negli sforzi meccanici a cui si sottopongono i campioni nel momento in cui si stringono i dadi. Questi sforzi sono la causa principale di rottura dei campioni: spendiamo dunque qualche parola al fine di descrivere nei dettagli questo problema.

Le scanalature lasciano un po' di gioco alle teste dei bulloni, il minimo necessario per facilitare montaggio e smontaggio dei campioni. I bulloni tendono dunque a subire una piccola rotazione nel momento in cui si stringono i dadi

(figura 3.4). Questa rotazione si verifica già al momento del montaggio sulla basetta provvisoria utilizzata nella procedura di incollaggio; le teste dei bulloni sono dunque incollate ai campioni in configurazione leggermente ruotata. Questo particolare dovrebbe essere sufficiente a impedire ulteriori rotazioni al momento del montaggio finale sulla basetta illustrata in figura 3.2.



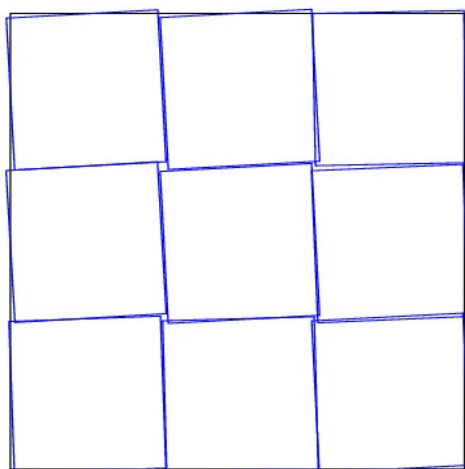
**Figura 3.4 – Rotazione delle teste dei bulloni**



**Figura 3.5 – Basetta inferiore di incollaggio**

Sfortunatamente queste ulteriori rotazioni si verificano. Una prima conseguenza di questo movimento è l'impossibilità di stringere i dadi tenendo i campioni appoggiati nell'alloggiamento della basetta di incollaggio (figura 3.5). Questo modo di procedere sarebbe il migliore in quanto l'alloggiamento mantiene i campioni in un posizione corretta. Il problema è che introducendo sforzi di torsione si finisce inevitabilmente per incastrare i quadrati di silice nell'alloggiamento. Una soluzione possibile potrebbe essere di studiare una basetta inferiore smontabile, in modo che si possa aprire per estrarre i campioni.

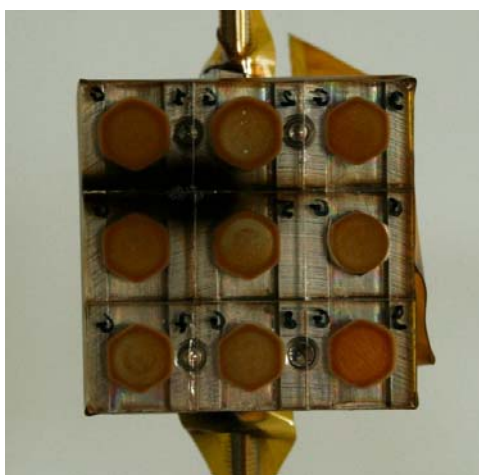
Con questo materiale la sola procedura possibile è di stringere il minimo indispensabile i dadi tenendo i campioni nell'alloggiamento, in seguito estrarli e stringere meglio i dadi appoggiando l'insieme basetta-campioni su una superficie pulita qualunque. In questo modo si può facilmente immaginare come, a montaggio terminato, i quadrati non siano più ben allineati tra loro (figura 3.6).



**Figura 3.6 – Rotazione dei campioni**

Tutti questi inconvenienti hanno per conseguenza il fatto che gli sforzi di montaggio siano ripresi dai quadrati di silice stessi anziché dall'insieme testa - scanalatura. Questi sforzi sono proporzionali al grado di serraggio dei dadi ma, anche stringendo questi ultimi solo leggermente, si finisce per introdurre dei carichi considerevoli su un materiale fragile. Questi sforzi di norma non causano problemi durante il primo/secondo montaggio ma anche se la silice non si rompe immediatamente, delle cricche, a volta visibili ad occhio nudo, si formano. Successivamente, i molteplici riscaldamenti e raffreddamenti dei pezzi contribuiscono ad accentuare il danno. Al momento dei successivi smontaggi si può talvolta constatare la separazione di piccoli frammenti di silice. Questo processo di degradazione si intensifica dunque con il numero di prove sperimentali: la causa più frequente di rigetto di dati è infatti una misura aberrante di perdita di massa. Per questo motivo un controllo rigoroso dei campioni al fine di reperire e annotare tutti i difetti è assolutamente necessario dopo ogni procedura di pesatura.

Un'altra conseguenza della rotazione dei campioni è l'allargamento delle fessure tra i pezzi di silice. Queste fessure consentono al getto di ioni di raggiungere la superficie della bassetta, di eroderla e di contaminare il retro della silice (figura 3.7), il che può provocare ancora una volta un errore nella misura della perdita di massa.



**Figura 3.7 – Contaminazione del retro dei campioni**

## **3.2.MONTAGGIO DELLE SONDE**

Come è già stato spiegato nella sezione 2.3 la funzione delle sonde è di misurare la corrente di ioni che colpisce la superficie dei campioni. Le sonde sono dei piccoli dischi (cilindri di ottone con la superficie laterale coperta di isolante) con una superficie esposta di  $0.5 \text{ cm}^2$  e la loro disposizione riproduce quella dei campioni. Quattro sonde aggiuntive sono state posizionate all'esterno del quadrato per avere più informazioni sul getto e facilitare l'identificazione di misure aberranti. La figura 3.7 mostra la logica di numerazione delle sonde.

È di primaria importanza che le sonde siano posizionate in maniera precisa, che siano ben fissate e che la loro superficie siano ben allineate tra di loro e con il piano verticale. Diverse configurazioni di montaggio sono state messe a punto: andiamo di seguito a presentarle.

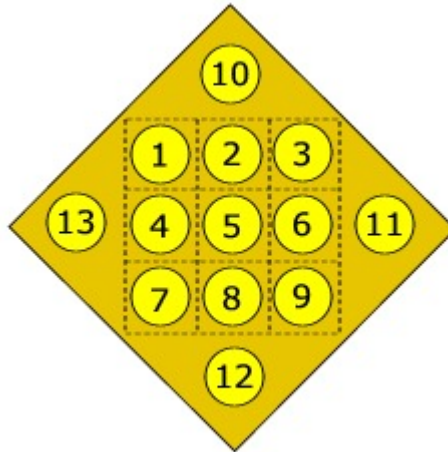


Figura 3.7 – Disposizione delle sonde (faccia anteriore)

### 3.2.1. DOPPIA PIASTRINA

Il primo montaggio messo in pratica consiste in due piastrine: una posteriore che serve come appoggio e l'altra forata che tiene in posizione le sonde. La figura 3.8 illustra il montaggio, la terza piastrina in alluminio che si vede nella foto sul retro serve da giunto per poter utilizzare il passaggio girevole superiore della camera a vuoto.

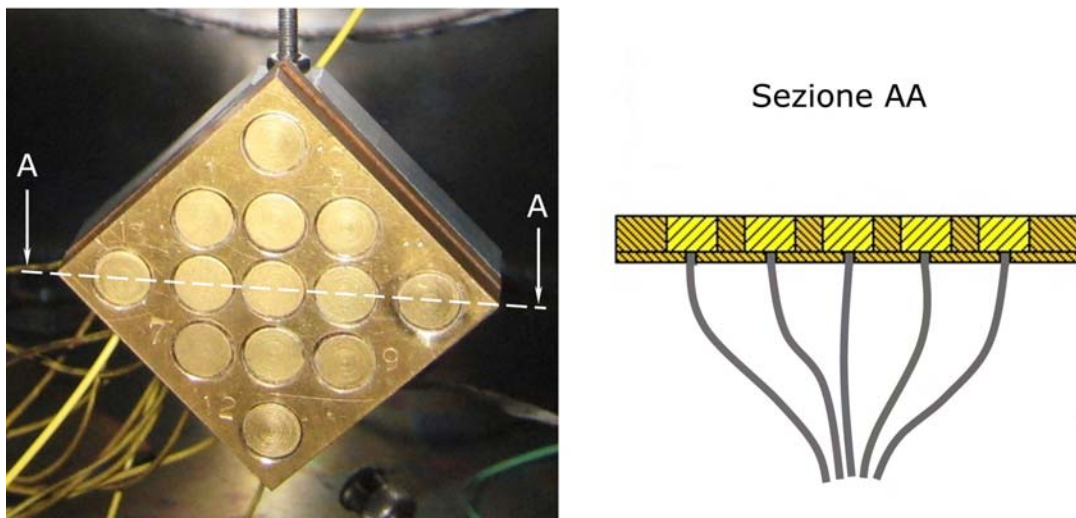
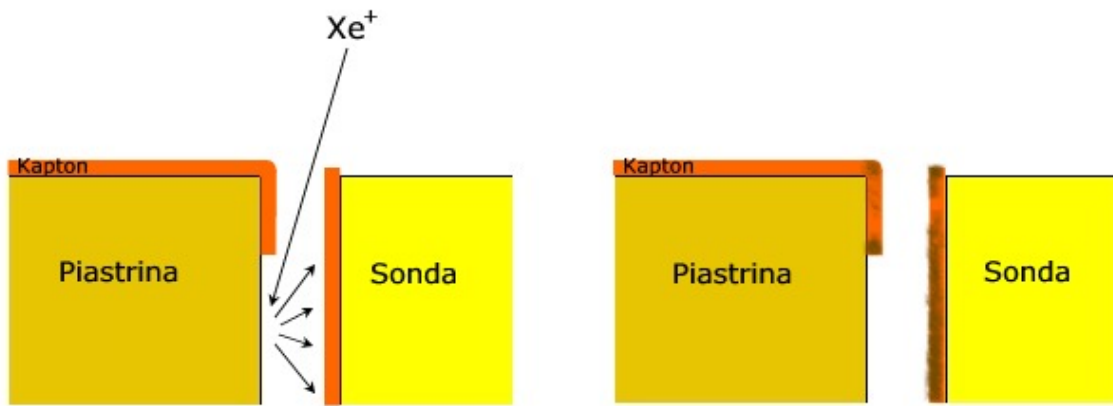


Figure 3.8 – Montaggio con doppia piastrina

Tutti i contatti tra cilindri e piastrine provocano dei cortocircuiti e la perdita della misura della sonda. Per questa ragione la superficie della basetta inferiore così come i lati delle sonde sono ricoperti da uno strato di kapton. Questo dettaglio rappresenta il punto debole del montaggio e la ragione per la quale esso è stato abbandonato. Il fenomeno di sputtering ionico che ha luogo sulle pareti degli alloggiamenti delle sonde provoca una contaminazione metallica del kapton facendo perdere in parte o totalmente a quest'ultimo la sua funzione isolante (figura 3.9).



**Figura 3.9 – Contaminazione del kapton**

### 3.2.2. PIASTRINA + TEFLON

Per risolvere il problema dei cortocircuiti, la piastrina anteriore è stata eliminata e sostituita con due strati di teflon (figura 3.10)



**Figura 3.10 – Montaggio con piastrina più teflon**

Questa configurazione si è dimostrata efficace per il funzionamento elettrico delle sonde ma non sufficientemente efficiente per quanto riguarda la precisione di posizionamento. A forti incidenze un piccolo scarto nell'orientazione di una sonda corrisponde a una porzione non trascurabile di fascio e di corrente di ioni intercettata. Gli strati di teflon non sono sufficienti ad assicurare un buon allineamento della superficie delle sonde nello stesso piano.

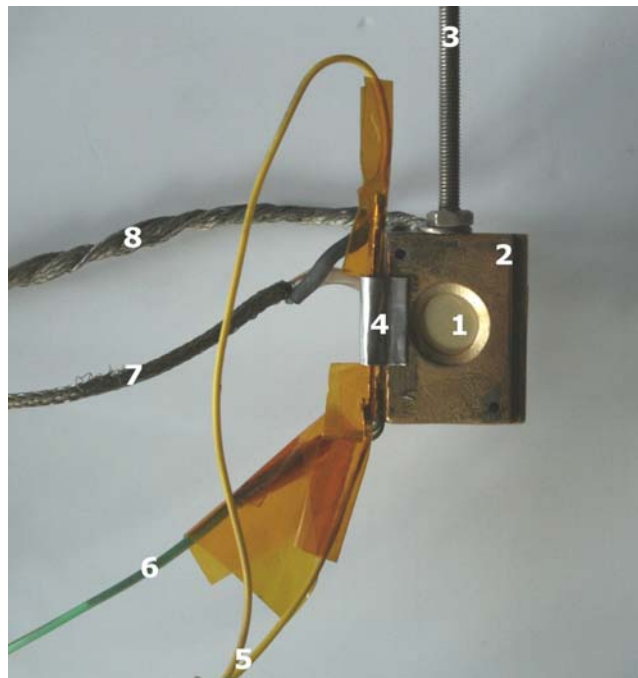
### 3.2.3. PIASTRINA + TEFLON + SONDE INCOLLATE

L'ultimo miglioramento che si è reso necessario è stato l'incollaggio delle sonde sulla basetta posteriore. La colla utilizzata è la stessa dei campioni (Epotek H70E). L'incollaggio da solo è chiaramente sufficiente ad assicurare la solidità di montaggio, gli strati di teflon sono stati conservati per limitare l'erosione ionica della basetta. Successivamente al loro incollaggio le sonde sono anche state levigate per migliorare ancora una volta la complanarità delle superfici.

### 3.3.MONTAGGIO DELLE MICROBILANCE A QUARZO

La figura 3.11 mostra il montaggio tipo di una QCM utilizzata durante le misure. Nell'immagine possiamo osservare:

- 1 – Cristallo di quarzo metallizzato (doratura)
- 2 – Supporto del cristallo di quarzo
- 3 – Asta filettata di sostegno
- 4 – Resistenza di potenza incollata con scotch di alluminio
- 5 – Alimentazione della resistenza
- 6 – Termocoppia
- 7 – Alimentazione della QCM
- 8 – Treccia di raffreddamento



**Figura 3.11 – Montaggio di una QCM**

Per le misure di erosione l'asta è montata verso l'alto al fine di sfruttare il passaggio girevole superiore della camera a vuoto. Per testare le QCM invece è stato concepito un altro tipo di supporto (figura 3.12): in questo caso l'asta viene montata verso il basso e fissata ad un piccolo piedistallo di alluminio.

#### 3.3.1.CONTROLLO IN TEMPERATURA DELLE QCMs

Il controllo in temperatura delle QCMs è effettuato per mezzo di una resistenza riscaldatrice comandata da un regolatore PID integrato nella scatola di comando della termocoppia. La resistenza è in serie con un relais comandato dal regolatore PID. La saldatura della termocoppia è posizionata al di sotto della resistenza per ridurre al minimo la capacità termica tra sensore ed attuatore. Il calore è evacuato dalla QCM per irraggiamento e per conduzione grazie alla treccia di rame.

Visto che era disponibile una sola scatola di comando per termocoppia, poteva essere regolata in temperatura una sola QCM per volta. La treccia di rame che osserviamo legare le due QCM nella figura 3.12 rappresenta un tentativo di creare un ponte termico per stabilizzare la temperatura della seconda QCM.



Questo espediente si è però rivelato poco efficace: la treccia sembra avere delle difficoltà a trasmettere il calore. Questo fatto è dovuto probabilmente alla resistenza termica che si crea a livello delle fissazioni, resistenza che resta non trascurabile anche stringendo a fondo i dadi. In ogni caso questo tipo di inconveniente non si verifica durante i test di contaminazione visto che in questi ultimi si usa una sola QCM per volta.

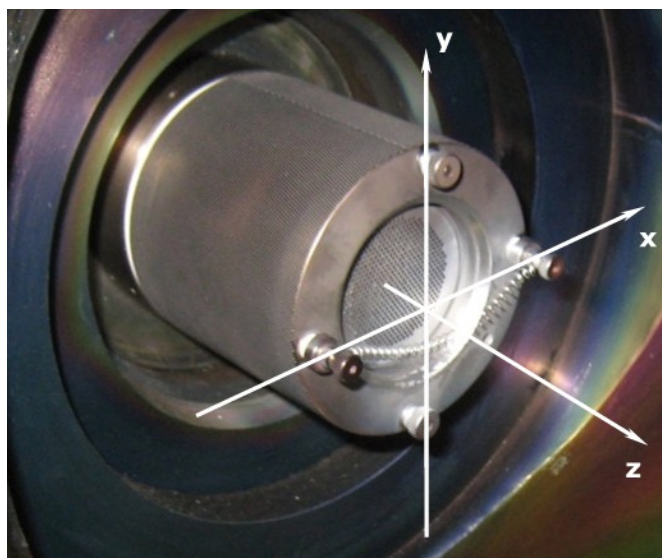


**Figura 3.12 – Montaggio delle QCMs (test)**



## 4.ESPLORAZIONE DEL GETTO

La sorgente di ioni è una componente fondamentale dell'installazione sperimentale. I dettagli del suo funzionamento sono stati descritti nella sezione 2.2. In questa parte cercheremo di definire le caratteristiche del getto di ioni generato, in particolare il suo profilo e le sue variazioni nel tempo. La figura 4.1 mostra gli assi di riferimento che saranno utilizzati nei paragrafi seguenti e che chiameremo assi sorgente.



**Figura 4.1 – Gli assi sorgente**

Prima di proseguire è necessario fare un'osservazione di carattere generale. Nel corso delle numerose campagne di misure effettuate si è potuto constatare come la sorgente di ioni, a fronte di identiche regolazioni, non produca sempre un getto con le stesse caratteristiche. Questo significa che le proprietà della corrente di ioni si modificano nel tempo e soprattutto variano tra un utilizzo e l'altro. Si può affermare che ad ogni accensione della sorgente il getto presenta proprietà diverse dalle volte precedenti.

### 4.1.MONITORAGGIO TEMPORALE

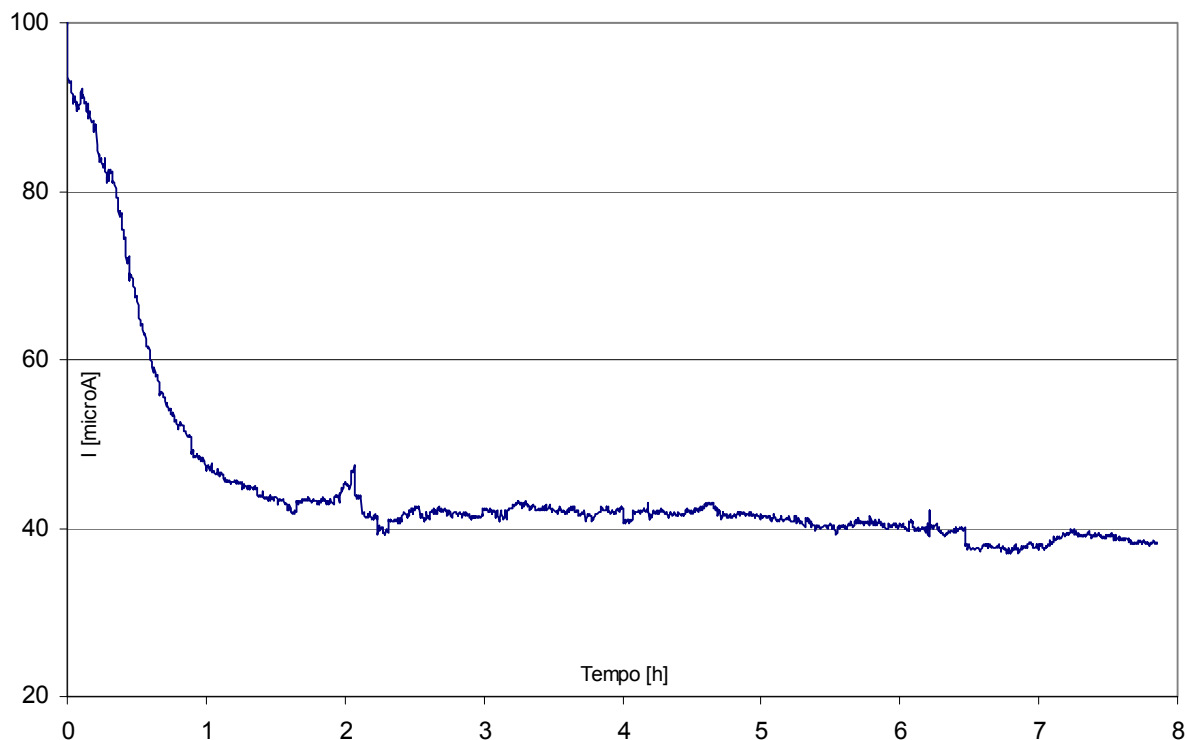
Il protocollo delle misure di erosione prevede l'esposizione prolungata dei campioni al getto. Come è già stato spiegato nella sezione 1.3 l'intensità della corrente di ioni non può essere misurata in modo continuo visto che per effettuare la lettura i campioni devono essere spostati per mettere al loro posto le sonde. L'approccio che ci si propone è di misurare l'intensità del getto a intervalli più o meno regolari durante l'erosione e di effettuare una media ponderata sui valori acquisiti. Questo procedimento è possibile solamente sotto l'ipotesi che l'andamento temporale dell'intensità del getto sia relativamente stabile. Per questa ragione è stato effettuato un monitoraggio temporale del centro del getto (sonda 5) durante un periodo di tempo nell'ordine della durata delle erosioni, iniziando l'acquisizione con l'accensione della sorgente.

Il monitoraggio è stato effettuato con la sorgente regolata nel seguente modo:

Cathode fil. current 3,67 A	Discharge current 0,53 A	Beam current 4 mA	Accelerator current 0 mA	Neut. em. current 6 mA
	Discharge voltage 30 V	Beam voltage 500 V	Accelerator voltage 100 V	Filament current 2,84 A

Flusso di gas 6	Pression $5,5 \cdot 10^{-5}$ mbar	a/b 2%
--------------------	--------------------------------------	-----------

Il risultato di questo monitoraggio temporale è mostrato nel diagramma 4.1.

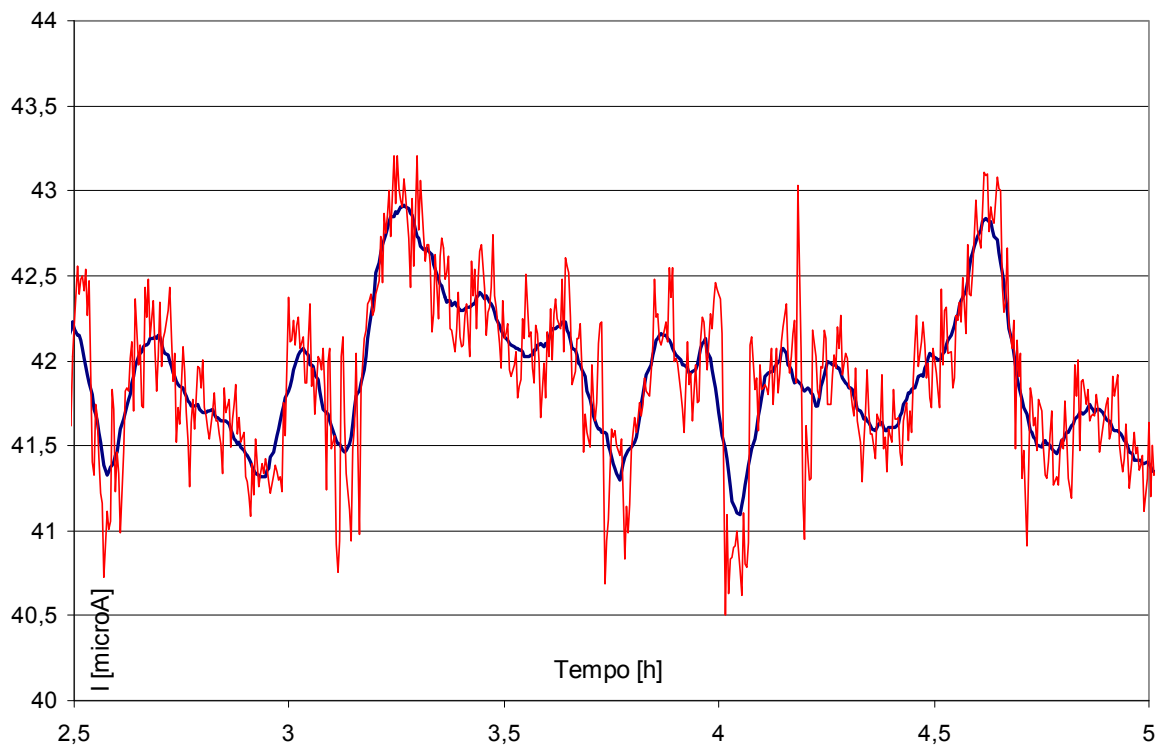


**Diagramma 4.1 – Variazioni dell'intensità del getto di ioni nel tempo**

Comparando questo risultato con altri dati, ci si è resi conto che in effetti questa misura non è veramente rappresentativa del normale comportamento della sorgente. Con queste regolazioni la corrente a regime dovrebbe essere intorno ai  $100\mu\text{A}$ . La ragione di questa anomalia può essere il fatto che il monitoraggio sia stato effettuato subito dopo aver installato delle nuove griglie. Osserviamo nel diagramma un tempo di stabilizzazione iniziale che normalmente dovrebbe corrispondere alla fase di riscaldamento del corpo metallico della sorgente e della camera a vuoto. In questo caso però la durata di transitorio misurata (circa 80 minuti) sembra essere un po' eccessiva e soprattutto la variazione di corrente è sicuramente troppo elevata.

In seguito a questo transitorio iniziale l'intensità di corrente diventa più o meno stabile. Questa seconda fase può essere considerata indipendente dal transitorio iniziale almeno nell'ottica delle analisi statistiche che ci apprestiamo a compiere. Anche se il valore a regime non è quello che ci si attendeva, possiamo immaginare che il comportamento della sorgente a regime sia indipendente dal valore di corrente su cui ci si stabilizza. Un monitoraggio temporale che non presenti questo tipo di errore costituirebbe però sicuramente un migliore punto di partenza.

Nella fase a regime possiamo distinguere due differenti tipi di oscillazioni. Il primo è caratterizzato da un'elevata frequenza e un'ampiezza mediamente ridotta: queste oscillazioni sono dovute all'imprecisione di misura delle sonde. L'incertezza nella lettura dei valori è chiaramente una grandezza di interesse che sarebbe bene quantificare; sfortunatamente queste piccole oscillazioni si sovrappongono ad altre variazioni di periodo e ampiezza maggiori. Il diagramma 4.2 illustra un tentativo di separare i due tipi di oscillazioni effettuando una lisciatura della curva (media su sequenze di valori).



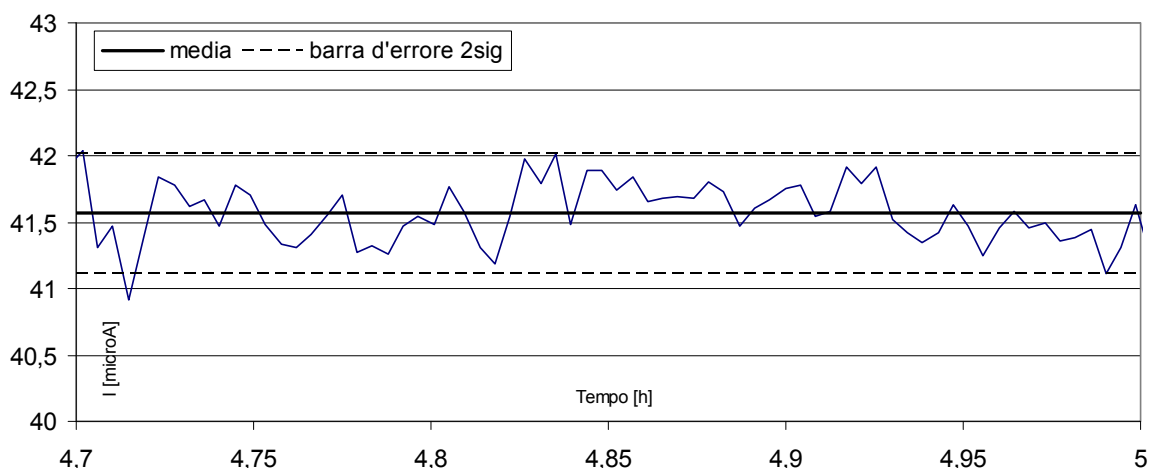
**Diagramma 4.2 – Oscillazioni nell'intensità del getto**

Le variazioni di frequenza più bassa sono legate al funzionamento della sorgente e in particolare a variazioni nei parametri di controllo quali le correnti nei filamenti, l'usura dei filamenti stessi, il flusso di gas iniettato, la tensione delle griglie ecc. La causa esatta di queste ultime fluttuazioni è in effetti impossibile da determinare, possiamo solamente limitarci ad osservarne l'esistenza e studiarne le caratteristiche.

Una stima della precisione di misura delle sonde può essere effettuata calcolando la deviazione standard su una serie di dati non affetti dal secondo tipo di oscillazioni descritte. Con riferimento al diagramma 4.1, sceglieremo l'intervallo tra 4.7 e 5 ore (diagramma 4.3).

Numero di misure: 70  
Media: 41,56  $\mu\text{A}$

Deviazione standard: 0,225  $\mu\text{A}$   
Errore a  $2\sigma$ : 1,08%



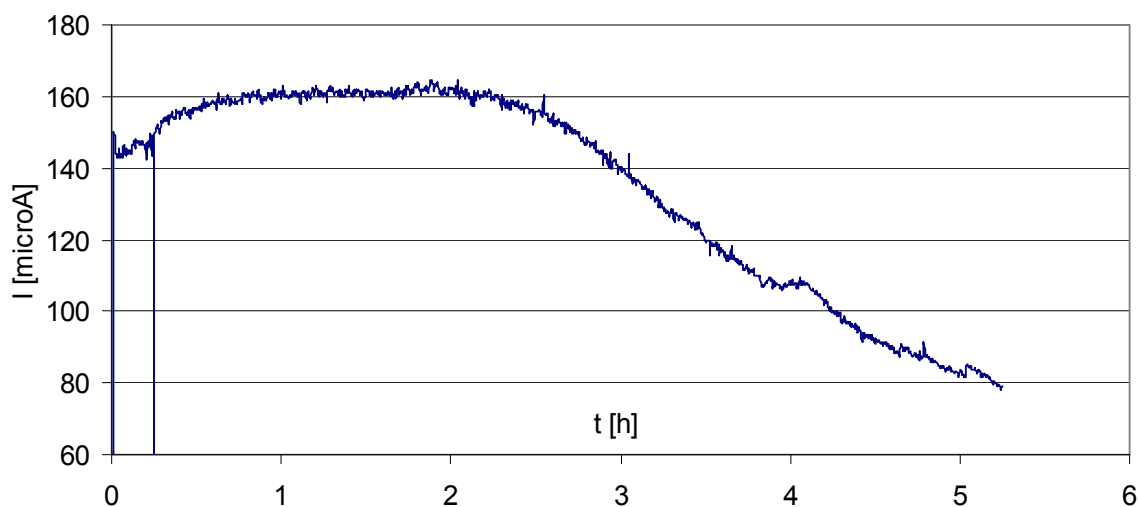
**Diagramma 4.3 – Oscillazioni causate dall'imprecisione della sonda**

L'imprecisione delle sonde introduce dunque un errore molto piccolo. Cercheremo ora di valutare la deviazione standard tra una media ponderata calcolata con un numero ridotto di misure e l'integrale completo del diagramma intensità-tempo. Chiaramente non ci interesseremo alla fase di riscaldamento ma solo all'intervallo  $t > 80$  min. La tabella seguente mostra gli errori dovuti all'approssimazione.

Media vera [ $\mu\text{A}$ ]	40,98
------------------------------	-------

N° di misure	2	3	4	5	6
Media approssimata [ $\mu\text{A}$ ]	41,49	42,12	41,51	41,51	40,85
Errore	1,2%	2,8%	1,3%	1,3%	0,3%

Si suppone che le misure siano distribuite una all'inizio e una alla fine della prova di erosione e le altre ad intervalli di tempo costanti. Come si può osservare l'errore è molto piccolo anche supponendo di misurare la corrente una volta prima e una volta dopo l'esposizione dei campioni. In realtà la curva considerata è particolarmente liscia: spesso le condizioni sono molto meno buone, per esempio quando la ceramica isolante tra le griglie si contamina e la corrente di accelerazione inizia a crescere. In questo caso l'intensità del getto evolve in maniera ben più marcata, come nell'esempio riportato nel diagramma 4.4.



**Diagramma 4.4 – Evoluzione dell'intensità all'aumentare della corrente di accelerazione**

## 4.2.STUDIO DEL PROFILO DEL GETTO

Il valore di corrente fornito da una sonda è relativo alla porzione di getto intercettato dalla superficie della sonda stessa. Visto che la superficie del campione non coincide con quella della sonda è necessario operare un qualche tipo di estrapolazione. Il calcolo più semplice al quale si può pensare è una moltiplicazione per il rapporto tra le aree: doppia superficie uguale doppia corrente. Questa approssimazione nasconde in realtà una serie di ipotesi sul profilo del getto che devono essere verificate. Ci occuperemo dunque in questa sezione di indagare a fondo questi aspetti.

### 4.2.1.VARIAZIONE DI INTENSITÀ CON LA DISTANZA DALLA SORGENTE

Una prima analisi è stata quella relativa alla variazione di intensità del getto con l'allontanamento o avvicinamento alla sorgente di ioni. Il diagramma 4.5 mostra l'andamento per il centro del getto (sonda n°5); l'intensità è stata normalizzata sul valore più elevato.

Per approssimare la curva si è dunque cercato di trovare una legge nella forma:

$$I_{norm} = \frac{a}{(z + z_0)^2} \quad \text{Equazione 4.1}$$

Dove  $z$  è la distanza dalla sorgente in centimetri e  $a$  e  $z_0$  delle costanti da determinare. Con l'aiuto del solver di Microsoft Excel sono stati ricavati i valori seguenti:

$$a = 120 \\ z_0 = 2,9 \text{ cm}$$

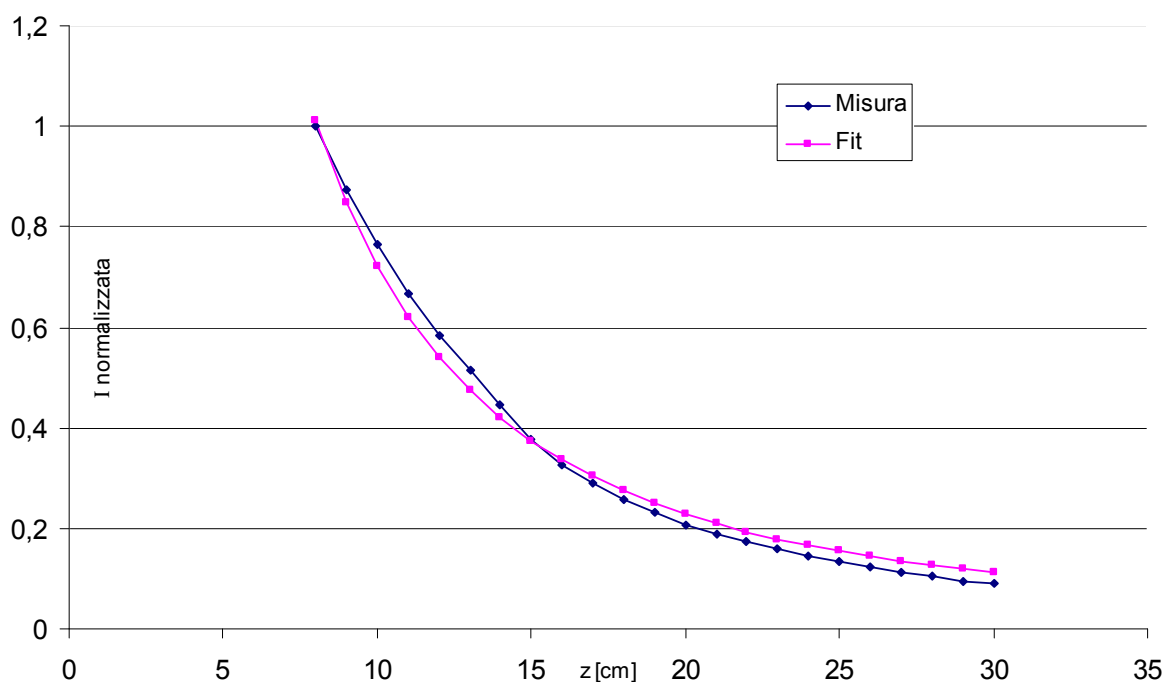


Diagramma 4.5 – Diminuzione dell'intensità con la distanza

Il diagramma 4.5 confronta la curva sperimentale con quella del modello matematico. Nonostante la sovrapposizione non sia eccellente possiamo comunque dichiararci soddisfatti.

Queste costanti chiaramente non hanno alcuna validità assoluta anche volendosi accontentare dell'approssimazione introdotta. Come si è già ricordato all'inizio del capitolo, la sorgente presenta scarse caratteristiche di riproducibilità e ad ogni accensione si stabilizzerà facilmente su una curva leggermente diversa. L'attenuazione del getto con la distanza dalla sorgente torna in gioco nelle misure di erosione in configurazione inclinata. Bisogna però osservare che in questi casi la porzione in profondità del getto che ci interessa è al massimo di 5-6 cm circa. Per questa ragione l'approccio migliore è quello di studiare una legge di approssimazione locale ad-hoc per la zona in questione.

#### 4.2.2.PROFILO NEL PIANO XY

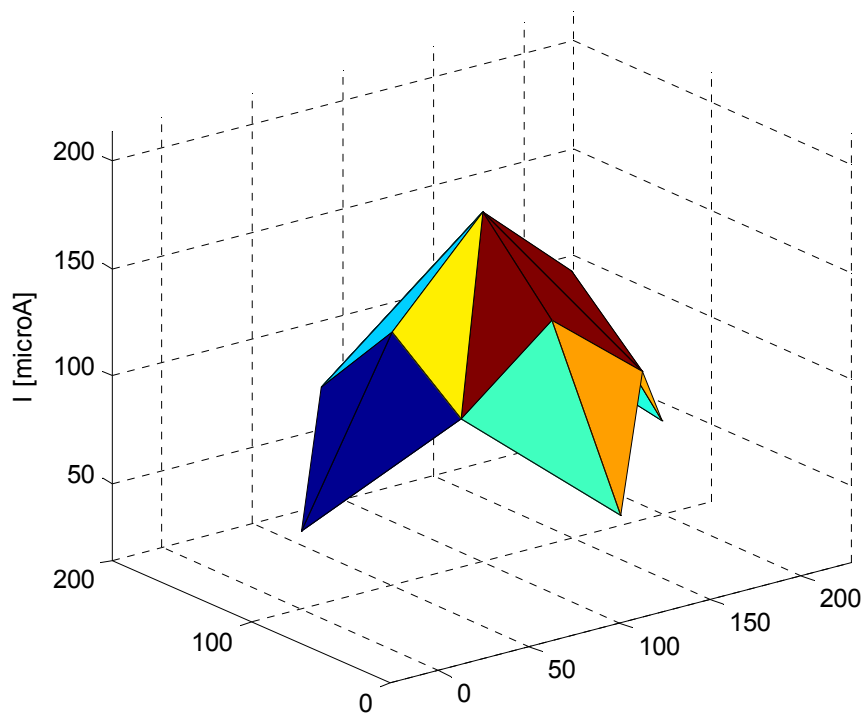
Inizieremo l'analisi del profilo nel piano semplicemente riportando in un grafico i valori forniti dalle sonde. I diagrammi 4.6-4.9 sono un esempio di ciò che si ottiene con questa operazione (i valori di x e y sono stati dilatati per essere nell'ordine di grandezza della corrente e facilitare la visualizzazione dei grafici). Le condizioni della sorgente all'inizio delle misure erano le seguenti:

Cathode fil. current 4,56 A	Discharge current 1,6 A	Beam current 5 mA	Accelerator current 0 mA	Neut. em. current 6 mA
	Discharge voltage 30 V	Beam voltage 500 V	Accelerator voltage 100 V	Filament current 2,22 A

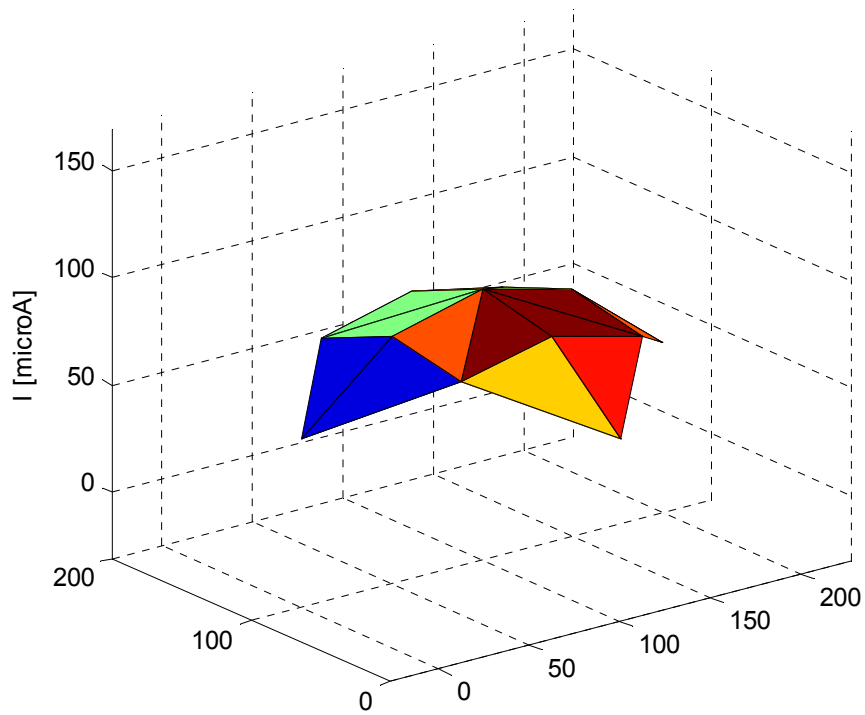
  

Flusso di gas 5,9	Pression $5,5 \cdot 10^{-5}$ mbar	a/b 3%
----------------------	--------------------------------------	-----------

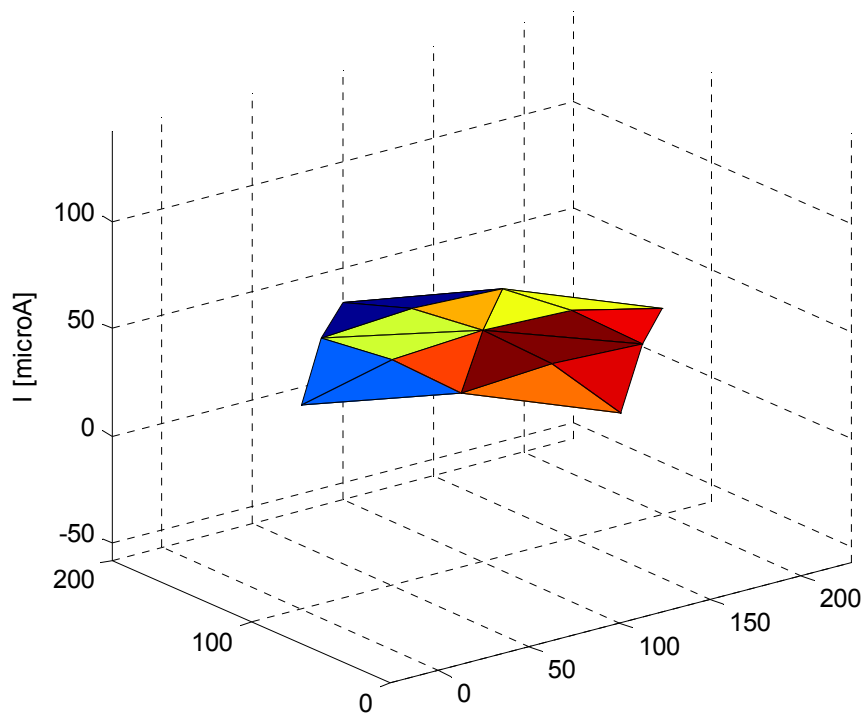
Per ora ci limiteremo ad osservare la forma gaussiana del profilo di densità di corrente che si appiattisce allontanandosi della sorgente. Il problema è che ogni sonda non fornisce un valore puntuale di corrente ma un integrale sulla porzione di getto che illumina la sonda stessa. Il nostro obiettivo sarà quindi di modellizzare un profilo di corrente per unità di superficie che, integrato sulle aree corrispondenti alle sonde, ci restituisca i valori misurati. Faremo dunque l'ipotesi che il profilo di densità di corrente per unità di superficie abbia la stessa forma del profilo di corrente.



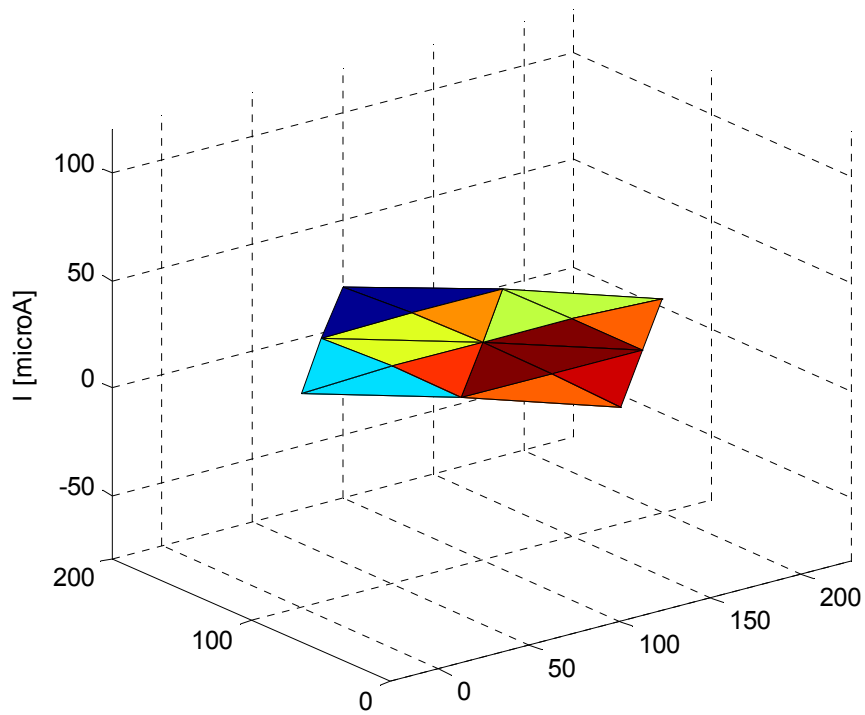
**Diagramma 4.6 – Profilo di corrente nel piano  $xy$  a 10cm dalla sorgente**



**Diagramma 4.7 – Profilo di corrente nel piano  $xy$  a 15cm dalla sorgente**



**Diagramma 4.8 – Profilo di corrente nel piano  $xy$  a 20cm dalla sorgente**



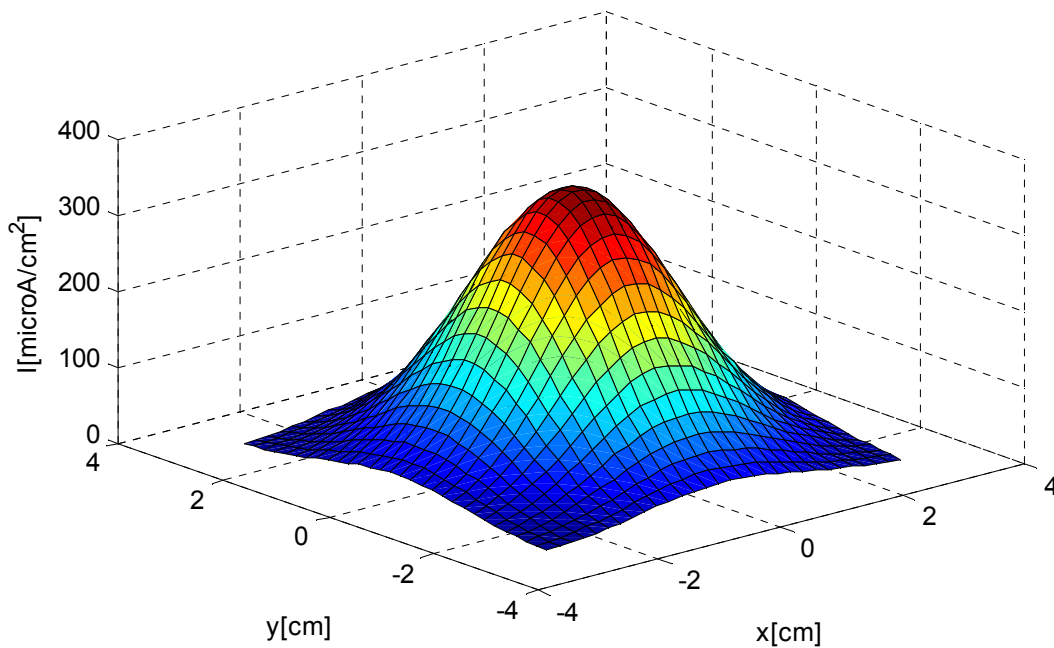
**Diagramma 4.9 – Profilo di corrente nel piano  $xy$  a 30cm dalla sorgente**



La legge che fornisce i migliori risultati è quindi una legge esponenziale di tipo gaussiano. La sua forma generale è la seguente (in  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ ):

$$I = A e^{-c_x(x-x_0)^2 - c_y(y-y_0)^2} \quad \text{Equazione 4.2}$$

O senza la costante A per la forma normalizzata.



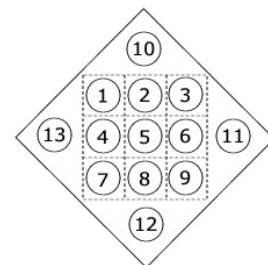
**Diagramma 4.10 – Modello del profilo di corrente per unità di superficie nel piano xy**

Potremmo in effetti semplificare leggermente il modello ponendo  $c_x = c_y = c$ . In effetti, come si vedrà di seguito, i valori delle due costanti sono spesso quasi identici.

Prendiamo a titolo di esempio la distribuzione seguente di corrente tratta da una serie di misure ad incidenza nulla in cui il getto è abbastanza ben centrato rispetto al cluster di sensori:

		[0°]		
			51,63	
		92,38	127,04	101,10
51,06	131,88	177,68	138,30	57,96
		106,35	141,64	106,12
			64,76	

[ $\mu\text{A}$ ]



Prendendo come costanti:

$$\begin{aligned} x_0 &= 0,04 \text{ cm} & c_x &= 0,28 \\ y_0 &= -0,09 \text{ cm} & c_y &= 0,28 \\ A &= 350 \mu\text{A}/\text{cm}^2 \end{aligned}$$

Ed integrando numericamente l'equazione 4.2 sulle aree corrispondenti alla superficie delle sonde, si ottengono i seguenti valori :

		[0°]			
			53,8		
		95,58	128,44	99,86	
56,83		132	177,38	137,91	62,03
		105,48	141,74	110,2	
			65,52		
					[μA]

Il risultato è abbastanza soddisfacente considerato che nessun metodo numerico specifico è stato utilizzato: i valori delle costanti sono stati ricercati con l'aiuto del solver di Excel e di uno script Matlab. Sebbene in effetti non possiamo dire di aver veramente trovato la migliore, la qualità dei risultati ottenuti è comunque soddisfacente e ci permette di proseguire con le nostre considerazioni.

Si può ugualmente calcolare il rapporto tra gli integrali calcolati sulle aree dei campioni e quelli calcolati sulle aree delle sonde.

		[0°]			
			1,931		
		1,906	1,893	1,904	
1,929		1,892	1,879	1,89	1,925
		1,902	1,889	1,9	
			1,923		

Questi valori sono da confrontare con l'ipotesi avanzata inizialmente, ovvero di un fattore 2 tra la corrente sulla sonda e quella sul campione. Per tutte e 13 le posizioni la nostra ipotesi iniziale è grosso modo confermata da questo modello. In particolare per le nove sonde/campioni centrali la nostra ipotesi diverge solo del 5% circa dai dati forniti dal modello matematico.

#### 4.2.3. PROFILO IN UN PIANO QUALUNQUE

Quello che si è appena analizzato è in realtà un caso particolare: il getto è spesso decentrato in maniera non trascurabile e nel caso di misure con incidenza questo modello sarebbe da integrare con quello dell'attenuazione in funzione della distanza. Quest'ultima è in effetti di primaria importanza visto che le nostre misure hanno luogo in una posizione molto vicina alla sorgente (circa 13 cm) e dunque in una zona di forte gradiente (vedere figura 4.2).

Passeremo dunque ora a esaminare l'effetto dell'incidenza. Per integrarla nel modello si è utilizzata l'equazione 4.1 con le costanti calcolate nel paragrafo 4.2.1.

$$I = A e^{-c_x(x-x_0)^2 - c_y(y-y_0)^2} \frac{a}{(z+z_0)^2} \quad \text{Equazione 4.3}$$

Prendiamo per esempio dei valori relativi ad una incidenza di 70°(i campioni a sinistra sono più vicini alla sorgente):

		[70°]			
			13,74		
			42,25	37,35	33,04
60,5	63,74	54,16	42,6	31,7	
		54,58	42,82	41,1	
			21,44		
					[μA]

Prendendo come costanti

$$\begin{aligned}
 x_0 &= -0,1 \text{ cm} & c_x &= 0,35 & a &= 120 \\
 y_0 &= -0,15 \text{ cm} & c_y &= 0,28 & z_0 &= 2,9 \text{ cm} \\
 A &= 420 \text{ μA/cm}^2
 \end{aligned}$$

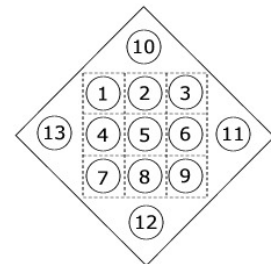
Ed integrando numericamente, si ottengono i seguenti valori:

		[70°]			
			15,44		
			43,66	38,09	30,97
66,66	62,31	54,36	44,2	33,43	
		51,45	44,89	36,49	
			21,44		
					[μA]

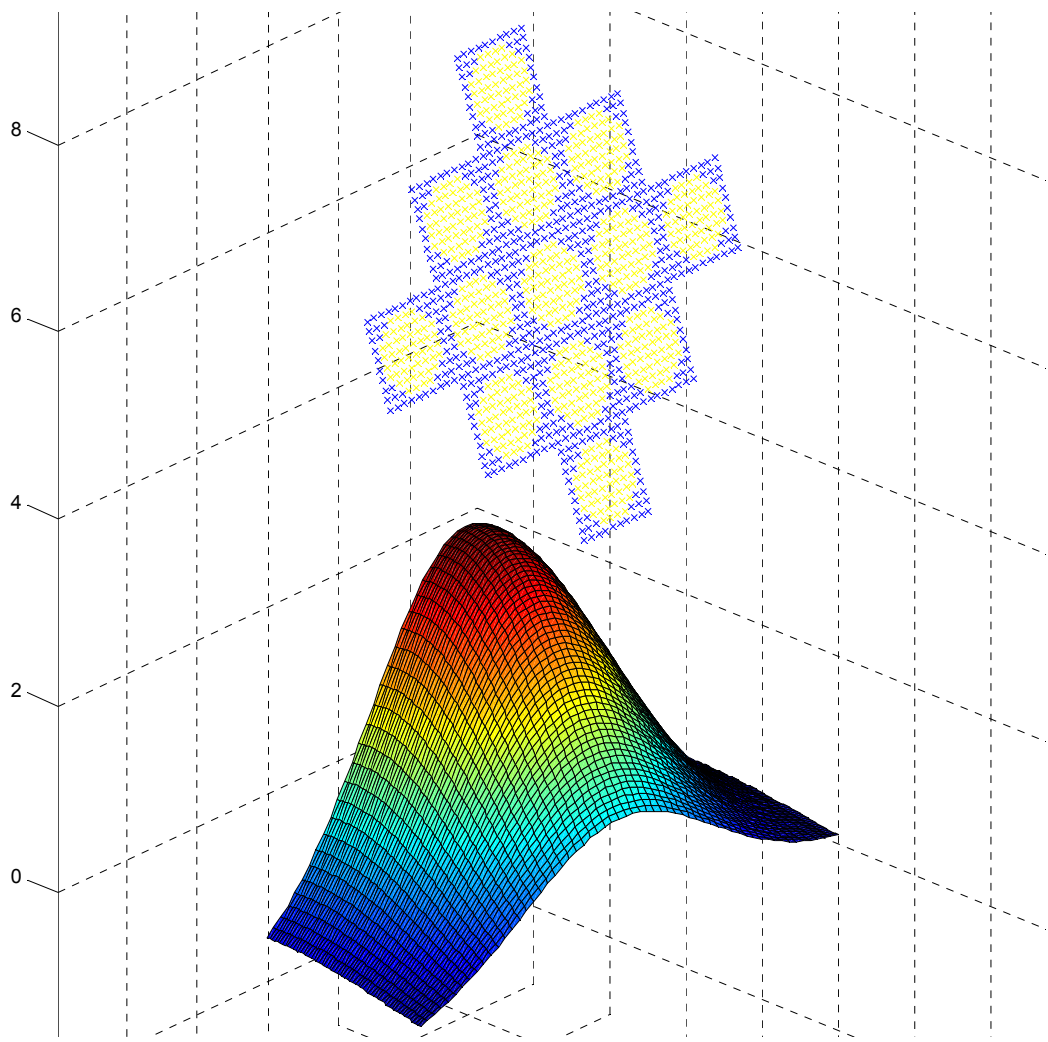
Che rappresentano una buona approssimazione dei dati sperimentali.

Questi valori conducono ai seguenti rapporti tra gli integrali:

		[70°]			
			1,95		
			1,91	1,91	1,91
1,9	1,9	1,9	1,9	1,9	1,9
		1,9	1,9	1,9	
			1,94		



L'ipotesi di un fattore 2 si allontana dunque di poco dal modello matematico anche per un'incidenza abbastanza elevata.



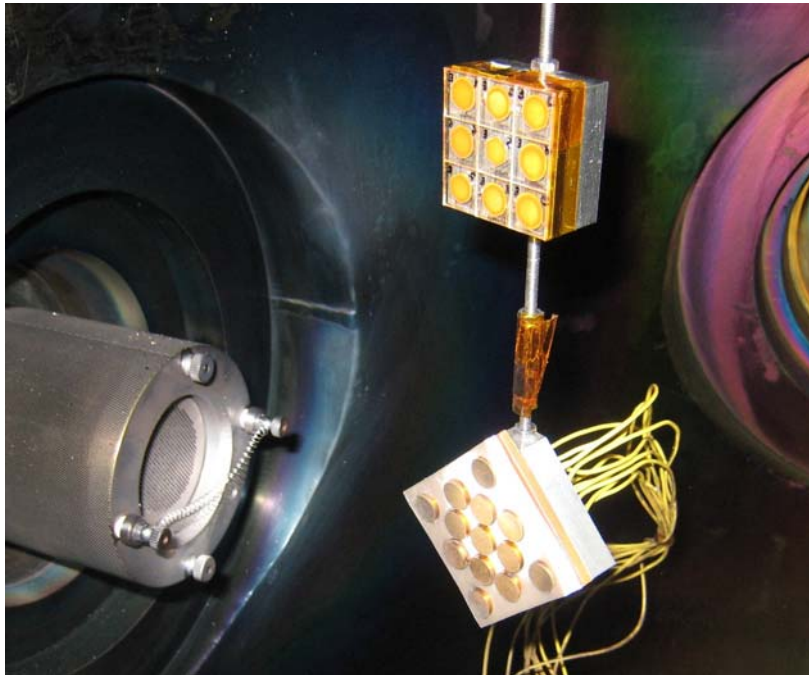
**Figura 4.2 – Modello dell'intensità del getto sulla superficie delle sonde con incidenza**

## 5. MISURE DI EROSIONE

### 5.1. MONTAGGIO E PROCEDURA

Tutte le diverse configurazioni di montaggio per le sonde e per i campioni descritte nella sezione 3 sono state testate al fine aumentare la precisione delle misure. Nel corso della messa a punto dei mezzi sperimentali si è dovuta rigettare una notevole quantità di dati: i risultati che esponiamo qui rappresentano solo una parte della totalità dei dati raccolti. I dati rigettati sono però stati indispensabili per poter migliorare il montaggio dei campioni e delle sonde e produrre finalmente misure di buona qualità.

La configurazione di montaggio più efficace a cui si è giunti è quella in cui i campioni e le sonde sono fissati ad un'asta filettata verticale montata sul passaggio di parete del coperchio della camera a vuoto. Con uno spostamento verticale si può in questo modo estrarre i campioni dal getto ed far entrare al loro posto le sonde: la superficie delle sonde si ritroverà dunque esattamente nella stessa posizione della superficie dei campioni.



**Figura 5.1 – Montaggio di sonde e campioni**

Questo tipo di montaggio si è rivelato particolarmente soddisfacente, proprio in funzione della qualità dei risultati finali delle misure. Alcuni aspetti andrebbero però migliorati. L'asta filettata è un po' troppo flessibile ( $\varnothing$  3mm) rispetto ai cavi delle sonde: un'eventuale tensione in questi ultimi può facilmente piegare l'asta e modificare l'allineamento verticale tra campioni e sonde. Sarebbe inoltre consigliabile mettere a punto un sistema affidabile per la regolazione a zero dell'angolo tra l'asse della sorgente e la normale al piano che contiene le superfici di sonde e campioni. Nel corso delle prove si è cercato di aumentare la precisione di questa regolazione ma il posizionamento vero e proprio è sempre stato fatto praticamente in modo empirico.

La procedura per la regolazione dello zero è la seguente: a camera a vuoto aperta si centra il coperchio sul corpo della camera facendo passare delle aste nei fori presenti nel coperchio e nel corpo stesso della camera (figura 6.2). Si procede quindi ad allineare i campioni in modo che la loro superficie sia perpendicolare all'asse del getto, senza però l'ausilio di alcuna strumentazione.

Il tempo d'esposizione è di circa 6-7 ore. I valori di corrente vengono misurati una volta prima di iniziare il processo di esposizione, una volta ad esposizione terminata e due o tre volte durante l'erosione. Questi valori vengono semplicemente moltiplicati per 2 per passare dalla corrente sulla superficie della sonda alla corrente sulla superficie del campione. Una media ponderata viene in seguito calcolata a partire da questi valori: questa media viene quindi utilizzata per calcolare la resa di sputtering. Dopo l'erosione i campioni vengono estratti dalla camera a vuoto, smontati dalla basetta e rimessi sotto vuoto in una campana. La campana viene in seguito inserita nella scatola a guanti dove si trova la bilancia e l'insieme viene messo sotto azoto. Una volta che la teca è ben satura di azoto, si apre la campana e si procede alla pesatura. Ogni campione viene pesato tre volte aspettando almeno un'ora tra una pesatura e la successiva: la media dei tre valori misurati è in seguito utilizzata nel calcolo di Y.

Una volta terminata la pesatura, è assolutamente indispensabile un'attenta ispezione di ogni campione al fine di identificare ed annotare eventuali difetti non presenti prima dell'erosione. Una causa frequente di misure falsate è, come è già stato spiegato nella sezione 3.1.3, la rottura dei campioni.

## 5.2.ESEMPIO DI UNA MISURA

Seguiremo qui nei dettagli una misura al fine di mostrare come, a partire dai dati grezzi, si arrivi a dei valori di resa di sputtering. La misura in questione è quella a 60° di incidenza che corrisponde al primo utilizzo del lotto F di campioni. La pesatura precedente all'erosione fornisce i seguenti risultati:

n° camp.	1 <sup>a</sup> pesata [g]	2 <sup>a</sup> pesata [g]	3 <sup>a</sup> pesata [g]	media [g]
1	0,86348	0,86353	0,86351	0,863507
2	0,86783	0,86785	0,86783	0,867837
3	0,86329	0,8633	0,8633	0,863297
4	0,86993	0,86998	0,86994	0,86995
5	0,86385	0,86389	0,86386	0,863867
6	0,86579	0,86582	0,86578	0,865797
7	0,86758	0,86763	0,8676	0,867604
8	0,86368	0,86371	0,86368	0,86369
9	0,86316	0,86317	0,8632	0,863177

**Tabella 5.1 – Serie F : pesatura prima dell'erosione a 60°**

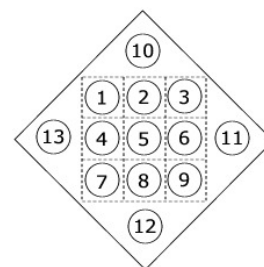
Dopo essersi scaldata la sorgente si stabilizza sui parametri seguenti:

Cathode fil. current 3,82 A	Discharge current 0,87 A	Beam current 4 mA	Accelerator current 0 mA	Neut. em. current 5 mA
	Discharge voltage 30 V	Beam voltage 500 V	Accelerator voltage 100 V	Filament current 2,27 A

Flusso di gas 6	Pression 5,5·10 <sup>-5</sup> mbar	a/b 2%
--------------------	---------------------------------------	-----------

Procediamo dunque ad una prima misura di corrente :

	I [ $\mu$ A]		$t_{in} = 0min$
--	38,89	28,28	
74,13	64,59	48,86	
73,8	69,64	49,14	



Ci rendiamo conto che c'è un problema con la sonda 1 (un corto circuito): in questo ciclo non potremo quindi calcolare lo sputtering yield per la posizione 1. Dopo la misura di corrente i campioni vengono esposti al getto e il processo di erosione ha inizio. La corrente è stata misurata due volte durante l'erosione ed una volta alla fine. Il tempo utilizzato per le misurazioni di corrente è anch'esso cronometrato e verrà considerato nel calcolo del tempo totale di esposizione.

$t_{out}=131min$	I [ $\mu$ A]	$t_{in}=137min$
--	41,57	30,92
77,65	67,21	52,01
76,31	70,75	53,45

$t_{out}=280min$	I [ $\mu$ A]	$t_{in}=285min$
--	42,54	31,64
78,83	67,99	52,56
78,17	75,56	55,84

$t_{out}=402min$	I [ $\mu$ A]	
--	43,34	32,32
81,08	70,1	54,37
79,76	79,43	57,75

Rileviamo come la corrente sia leggermente aumentata durante le 6 ore di esposizione. I valori misurati vengono quindi moltiplicati per 2 e una media ponderata sul tempo viene in seguito calcolata. L'incertezza è ottenuta utilizzando la deviazione standard calcolata nella sezione 4.1 ( $\sigma = 0,225 \mu$ A).

	I [ $\mu$ A]	
-	83,42	61,86
155,93	134,93	104,04
154,05	146,92	108,33

	Incertezza <sub>2<math>\sigma</math></sub>	
--	2,16%	2,91%
1,15%	1,33%	1,73%
1,17%	1,23%	1,66%

**Tabella 5.2 – Serie F, erosione a 60°: media delle correnti ed incertezze**

La pesatura dopo l'erosione fornisce i valori riassunti nella tabella 5.3 e ci permette di calcolare la perdita di massa per ogni campione. Calcoliamo anche l'incertezza sulla perdita di massa a partire dalla deviazione standard calcolata per la bilancia nella sezione 2.5 divisa per la radice di 3, visto che abbiamo a disposizione 3 valori ( $\sigma = 0,013 / 3^{0.5} = 0,0078$  mg).

n° camp.	1 <sup>a</sup> pesata [g]	2 <sup>a</sup> pesata [g]	3 <sup>a</sup> pesata [g]	Media [g]	$\Delta M$ [g]	Incertezza <sub>2<math>\sigma</math></sub>
1	0,86239	0,86237	0,86235	0,86237	0,001137	1,37%
2	0,86675	0,86673	0,86676	0,866747	0,00109	1,43%
3	0,86226	0,86228	0,86227	0,86227	0,001027	1,52%
4	0,86786	0,86787	0,86787	0,867867	0,002084	0,75%
5	0,86204	0,86207	0,86204	0,86205	0,001817	0,86%
6	0,86432	0,86435	0,86433	0,864334	0,001464	1,07%
7	0,86551	0,86555	0,86548	0,865514	0,00209	0,75%
8	0,8618	0,86182	0,86182	0,861814	0,001877	0,83%
9	0,86162	0,86166	0,86167	0,86165	0,001527	1,02%

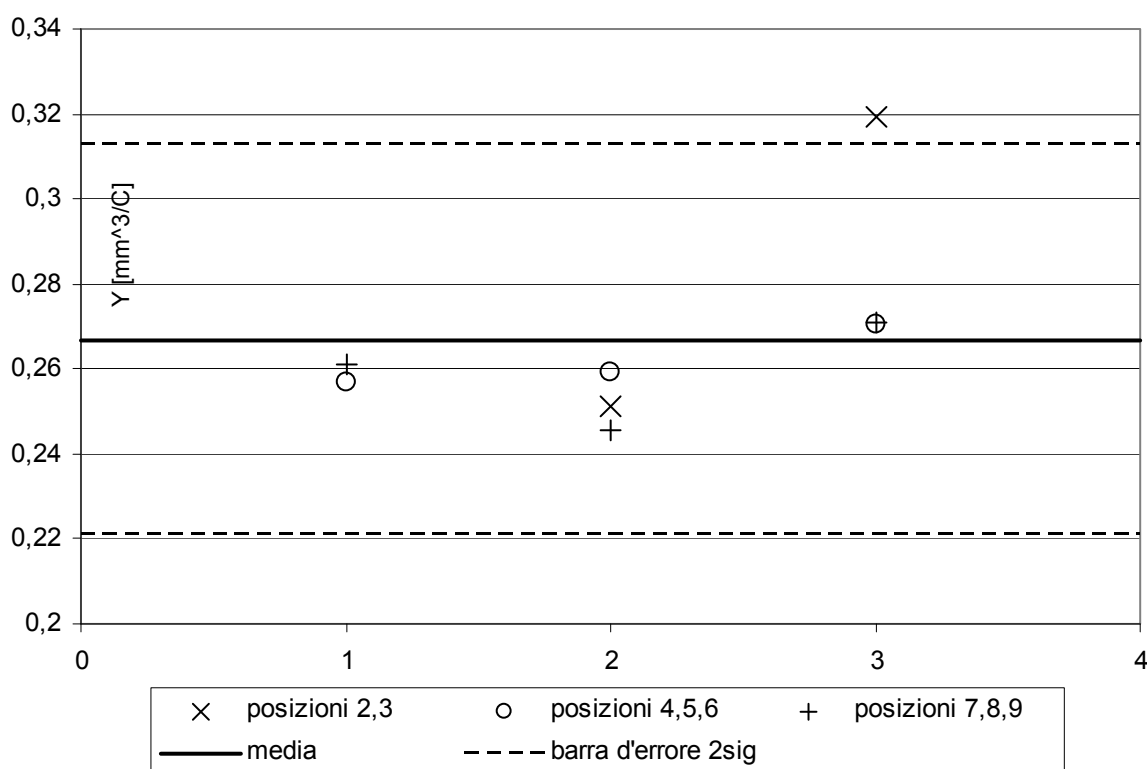
**Tabella 5.3 – Serie F : pesatura dopo l'erosione a 60°, perdite di massa ed incertezze**

Essendo il tempo di erosione di 23520 s, possiamo infine calcolare la resa di sputtering :

Y [mm <sup>3</sup> /C]				
--	0,251382	0,319319	Media	0,266902
0,257034	0,259029	0,270596	Dev. std.	0,022872
0,26101	0,245736	0,271112	Errore <sub>2σ</sub>	17,14%

**Tabella 5.4 – Serie F, erosione a 60° : resa di sputtering**

Un metodo efficace per analizzare i risultati ed identificare eventuali misure aberranti è di studiare i grafici che riassumono i valori degli Y, delle correnti e delle perdite di massa. Il diagramma 5.1 riassume la statistica delle rese di sputtering.



**Diagramma 5.1 – Statistica dei risultati della prova a 60° d'incidenza**

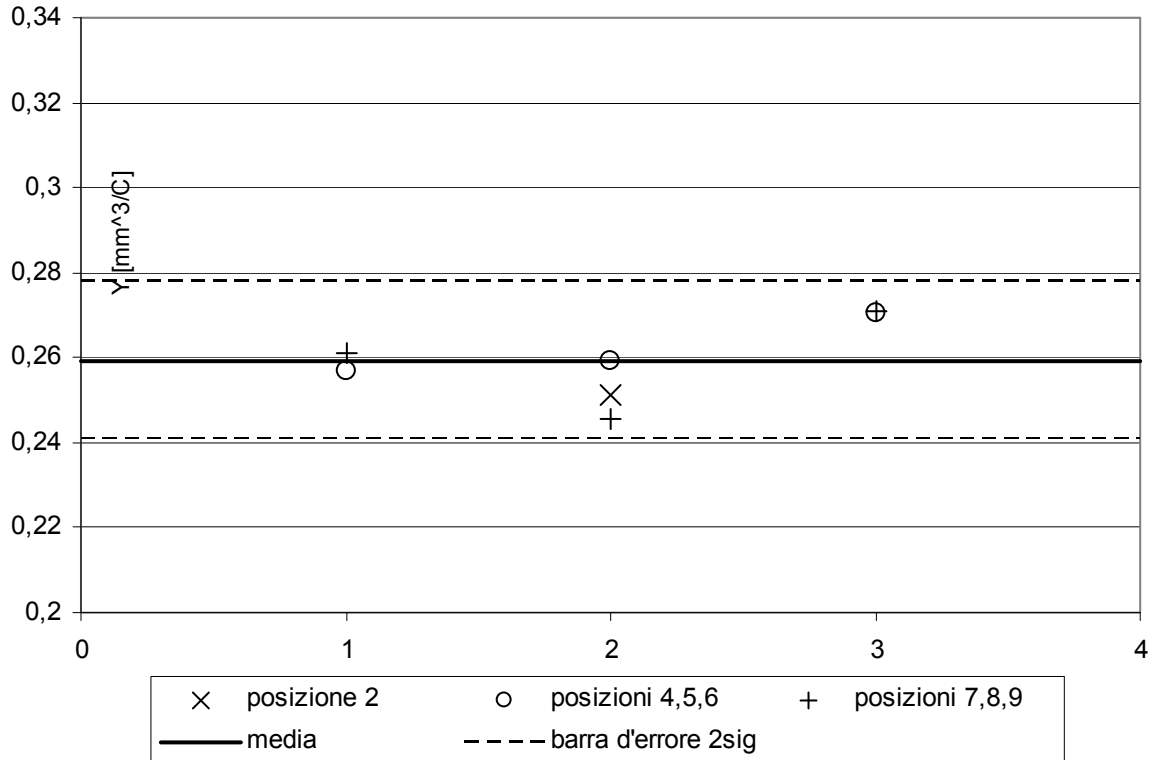
Osservando il diagramma si nota immediatamente come il valore corrispondente alla posizione 3 sia di parecchio fuori media rispetto agli altri. Una resa di sputtering troppo alta può significare o una sottostima della perdita di massa o una sovrastima della corrente di ioni. Visto che il campione non presenta alcun danno saremmo portati a propendere per la seconda ipotesi. In effetti il valore di 61,86  $\mu\text{A}$  è inferiore a tutte le altre misure ma, osservando la progressione verticale, ci si rende anche conto di come il centro del getto sia abbastanza spostato verso il basso. Dunque il fatto che nelle posizioni 2 e 3 la corrente sia più debole è assolutamente normale. Sarebbe a questo punto necessario decidere se il valore di 61,86  $\mu\text{A}$  sia in effetti troppo basso: il valore nella posizione 1 avrebbe aiutato nella decisione ma sfortunatamente non è a disposizione. Il valore 0.319 è stato infine eliminato considerando principalmente il fatto che esso cade al di fuori della barra di errore al 95,5% calcolata prendendolo in considerazione.



La nuova statistica sulle rese di erosione è mostrata nel diagramma 5.2.

Media [mm <sup>3</sup> /C]	0,259414
Dev. Std. [mm <sup>3</sup> /C]	0,009326
Errore <sub>2σ</sub>	7,19%

Osserviamo come la barra di errore, pur riducendosi a meno della metà, contiene questa volta tutte le misure al suo interno.



**Diagramma 5.2 – Statistica dei risultati della prova a 60° d'incidenza**

Passiamo ora alla valutazione delle diverse incertezze. Per i valori di corrente esse sono state riassunte nella tabella 5.2. A proposito dell'errore introdotto con la media ponderata, lo studio effettuato nella sezione 4.1 ci indica un errore del 1,3% per una media calcolata con 4 misure. Vi è anche la questione del fattore di adattamento tra la corrente sulla sonda e sul campione. Il modello matematico illustrato nella sezione 4.2.2 ci indica dei fattori più vicini a 1,9 che a 2: si aggiungerebbe quindi un 5% di errore dovuto a questa approssimazione. Osservando l'entità degli errori sulle pesate (tabella 5.3) ci si rende conto che la maggiore fonte di errore rischia davvero di essere il fattore di adattamento della corrente.

Bisogna al tempo stesso far notare che in effetti una modifica del fattore di corrente si applicherebbe con la stessa entità a tutte le rese di erosione. Ciò modificherebbe media e deviazione standard di Y ma non il suo errore e quindi non la dispersione dei valori. Nel 7,19% che è stato calcolato, se il nostro modello matematico è valido (ovvero il fattore è circa lo stesso per ogni posizione), non sarebbe dunque contenuto l'errore dovuto all'adattamento di corrente. Lo stesso discorso vale all'incirca per l'errore introdotto con la media ponderata visto che esso sarà più o meno il medesimo per ogni posizione.

La nostra statistica contiene dunque, tra gli errori studiati, solamente quello sulla pesatura (1,5%) e quello introdotto dall'imprecisione delle sonde (2,9%). Confrontando questi due valori con il 7,9% di dispersione tra le Y ci si rende conto dell'esistenza di altre fonti di incertezza che non sono state prese in conto. E' possibile in effetti che l'errore introdotto con la media ponderata delle misure di corrente abbia un'influenza sulla dispersione della resa di sputtering. Ciò più verificarsi facilmente se il profilo del getto si modifica nel tempo, ovvero se l'intensità di corrente non cambia in maniera proporzionale nelle differenti parti del getto. Tra le altre possibili fonti di errore ricordiamo l'eventuale presenza di neutri energetici o la presenza di ioni ad energia diversa da quella imposta con le regolazioni della sorgente.

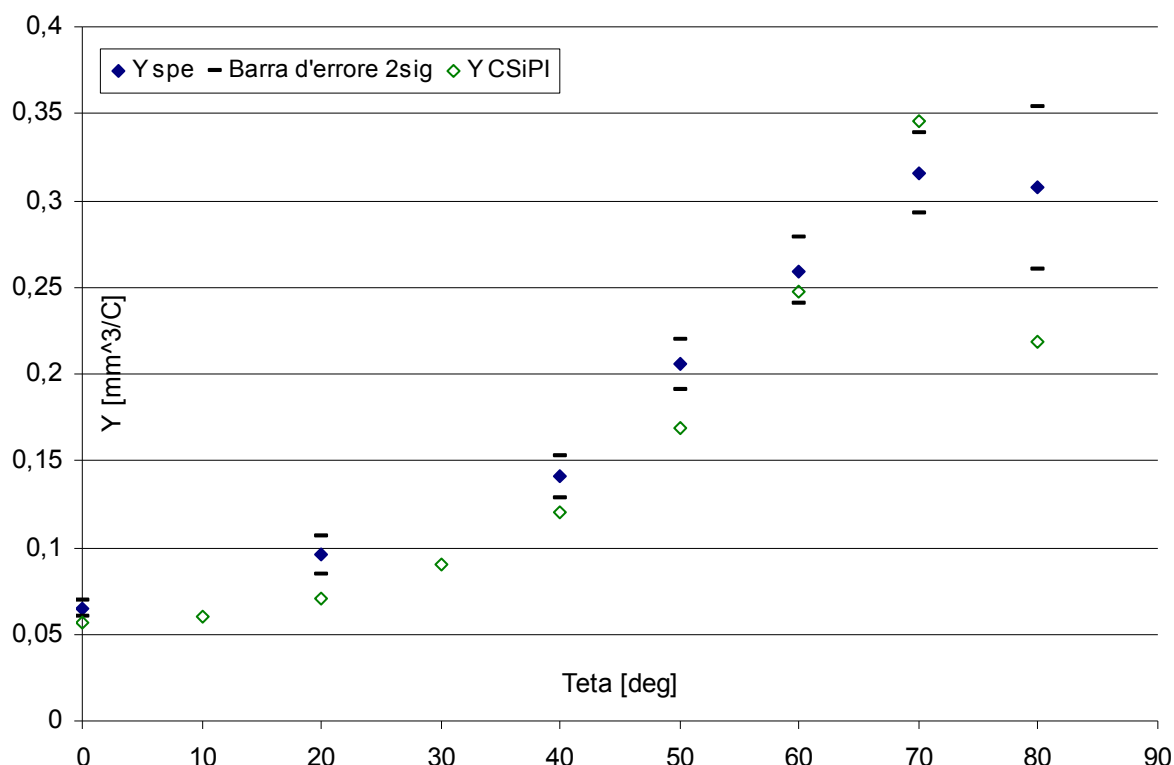
### 5.3.RISULTATI

La tabella 5.5 riassume i risultati delle misure. Media e deviazione standard sono calcolati su 9 campioni (o meno di nove se l'analisi dei dati ha rivelato delle misure da rigettare). L'errore è sempre calcolato al 95,5%, ovvero a due volte la deviazione standard. Per ogni incidenza è indicato il lotto di campioni utilizzato e il numero di volte che è stato utilizzato (contando la prova in questione). Tutte le erosioni sono state effettuate con un'energia di 500 eV.

Angolo	Y [mm <sup>3</sup> /C]	Errore	Barra d'errore		Y CSiPI	Serie	Prova
0°	0,065	7,20%	0,06	0,069	0,057	E	3
10°					0,06		
20°	0,095	11,13%	0,085	0,106	0,071	F	3
30°					0,09		
40°	0,141	8,61%	0,129	0,153	0,12	F	2
50°	0,205	7,13%	0,191	0,22	0,169	H	1
60°	0,259	7,19%	0,241	0,278	0,247	F	1
70°	0,315	7,43%	0,292	0,339	0,346	G	1
80°	0,307	15,17%	0,261	0,359	0,218	F	4

**Tabella 5.5 – Risultati delle misure di erosione**

Il diagramma 5.3 illustra graficamente i dati della tabella. I risultati della campagna di sperimentazione sono molto soddisfacenti. I valori misurati sono abbastanza vicini ai risultati delle simulazioni: osserviamo che i valori sperimentali sono in generale più grandi di quelli previsti da CSiPI. La causa di questo scostamento potrebbe essere un errore nel codice ma anche un'imprecisione sistematica nelle misure. Notiamo anche che applicando per le correnti un fattore di 1.9 piuttosto che di 2, allontaneremmo ancora di più verso l'alto i punti sperimentali.



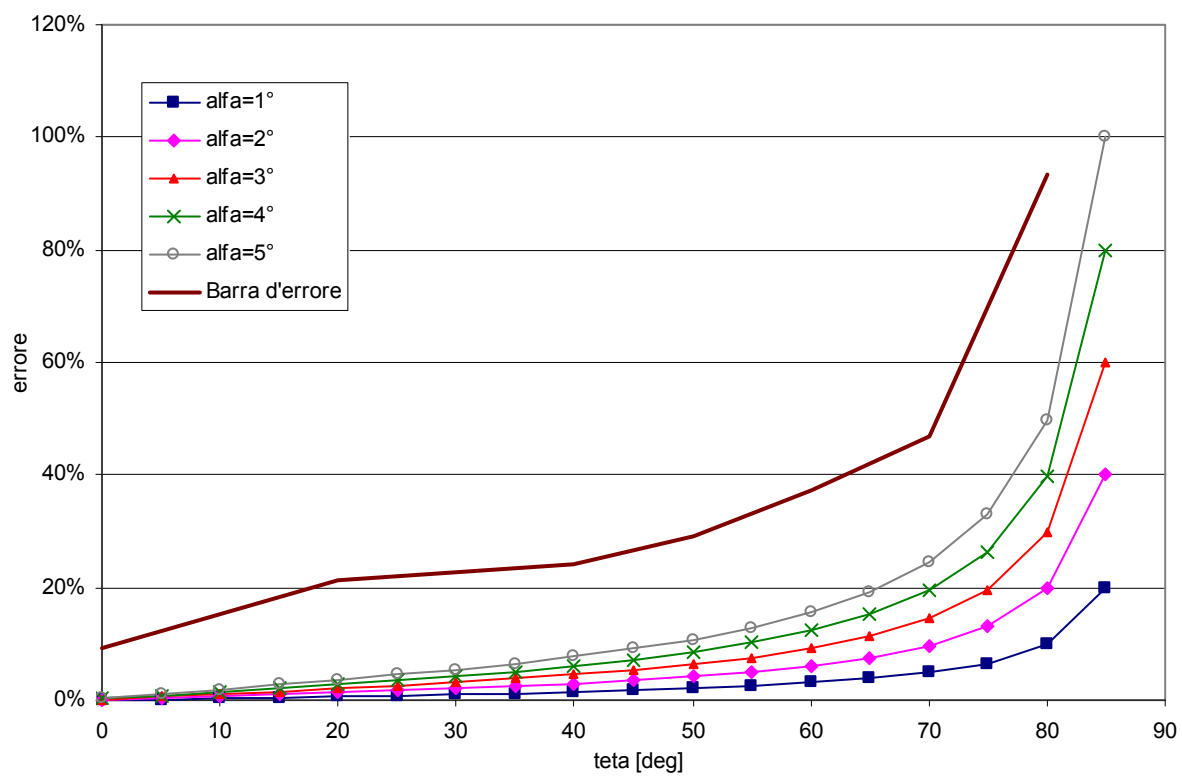
**Diagramma 5.3 – Risultati delle prove di erosione**

La barra d'errore si ingrandisce progressivamente con l'incidenza. La causa di questo è da ricercare nell'imprecisione dell'orientamento di sonde e campioni. L'illuminazione di una superficie da parte di un getto di ioni è governata da un fattore di vista uguale al coseno dell'angolo compreso tra la direzione del getto e la normale alla superficie in questione. Un'imprecisione di un grado su un'incidenza perpendicolare causa un errore molto minore rispetto alla stessa imprecisione ma ad un'incidenza, per esempio, di 60°. Questo effetto è illustrato nel diagramma 5.2 che mostra quale errore può generare una maggiorazione di ampiezza  $\alpha$  sul calcolo del coseno di un angolo  $\theta$ .

$$err = 1 - \frac{\cos(\theta + \alpha)}{\cos(\theta)}$$

**Equazione 5.1**

L'andamento dell'ampiezza della barra d'errore è in effetti simile alle curve d'errore di  $\cos(\theta)$ , il che conferma la nostra ipotesi sulla fonte d'errore. La regolazione a zero è in effetti, come è già stato ricordato all'inizio di questo capitolo, uno dei punti deboli della nostra procedura. In più questo aumento di entità dell'errore sugli angoli di vista va a coincidere con dei valori di corrente ed erosione più piccoli, da cui una maggiore imprecisione.



**Diagramma 5.2 – Errore su  $\cos(\theta)$**

## 6. MISURE DI CONTAMINAZIONE

### 6.1. MONTAGGIO E PROCEDURA

Il montaggio inizialmente previsto per le misure di erosione prevedeva l'utilizzo di un passaggio di parete formato da due anelli concentrici. Questo pezzo è indispensabile per creare un sistema in cui i campioni e la QCM possono ruotare indipendentemente l'una attorno agli altri (figura 6.1). La fabbricazione di questo pezzo ha però richiesto un tempo molto lungo: per questa ragione è stato possibile effettuare solo un ridotto numero di misure di contaminazione. Nell'attesa che il pezzo fosse ultimato le QCM sono state testate durante le prove di erosione con il montaggio illustrato nella figura 3.11.

Il montaggio della QCM è realizzato tramite un braccio in asta filettata: la figura 6.1 mostra i diversi elementi.

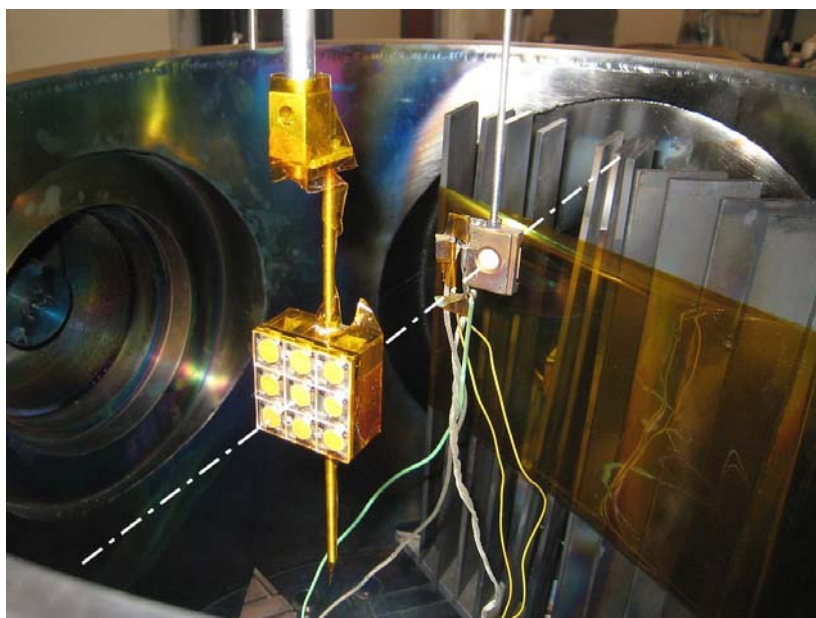


**Figura 6.1 – Montaggio per le misure di contaminazione**

Questo montaggio presenta all'incirca gli stessi difetti di quello messo a punto per le misure di erosione: flessibilità delle aste che sostengono la microbilancia e imprecisione nella regolazione a zero degli angoli. In particolare la regolazione dello zero presenta difficoltà ancora maggiori rispetto al caso dell'erosione visto che stavolta è necessario allineare in maniera sufficientemente precisa sull'asse della sorgente sia i campioni che la QCM. La figura 6.2 mostra la configurazione utilizzata nella regolazione dello zero. Sul fondo della camera viene anche posizionata, inclinata rispetto al getto, una barriera di grafite e kapton (visibile sempre nella figura 6.2) per limitare il più possibile la contaminazione della QCM al materiale emesso dal bersaglio di silice.

È necessario, come per le misure di erosione, un periodo di riscaldamento della strumentazione al fine di stabilizzare le proprietà del getto. Un nuovo aspetto invece è il controllo in temperatura della QCM. Come è stato spiegato nella sezione 2.4 la condizione ottimale sarebbe di stabilizzarsi su un valore di 70°C, sfortunatamente ciò non è sempre fattibile. Il controllo attivo si traduce in

un'azione di riscaldamento della resistenza; al contrario il raffreddamento è realizzato in modo puramente passivo per conduzione attraverso la treccia di rame e l'asta e per irraggiamento. Ciò si traduce in una sostanziale impossibilità di impedire alla temperatura della microbilancia di salire al di sopra di 70°C quando ci si avvicina troppo al filamento neutralizzatore. Per questa ragione, spostandosi verso la sorgente, è necessario impostare il controllore su temperature sempre più alte sulle quali stabilizzarsi (fino a 120°C per le posizioni più vicine al filamento).

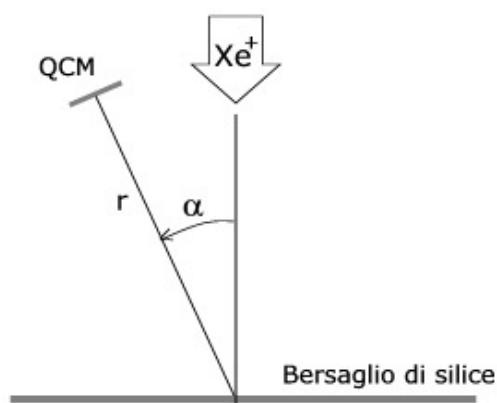


**Figura 6.2 – Montaggio per le misure di contaminazione, regolazione dello zero**

I valori di spessore e velocità di deposito sono mostrati allo schermo del computer in tempo reale. Una volta che la temperatura si è stabilizzata, venti minuti circa sono sufficienti per fissare la curva di velocità su un valore più o meno costante.

## 6.2.STIME

Si è reso necessario un metodo di stima per avere un'idea dell'ordine di grandezza della velocità di deposito che si intende misurare. Il lobo di emissione utilizzato nella nostra approssimazione è una lambertiana.



**Figura 6.3 – Modello semplificato per la stima della velocità di deposito**

Con riferimento allo schema in figura 6.3, l'espressione di velocità di deposito è la seguente:

$$\dot{e}(\alpha) = \frac{YI}{\pi r^2} \cos(\alpha) \quad \text{Equazione 6.1}$$

Dove I è la corrente sul bersaglio. Questo modello semplificato dà come risultati, con dei valori di r, I ed Y rappresentativi delle condizioni di misura, delle velocità nell'ordine di qualche Å/min.

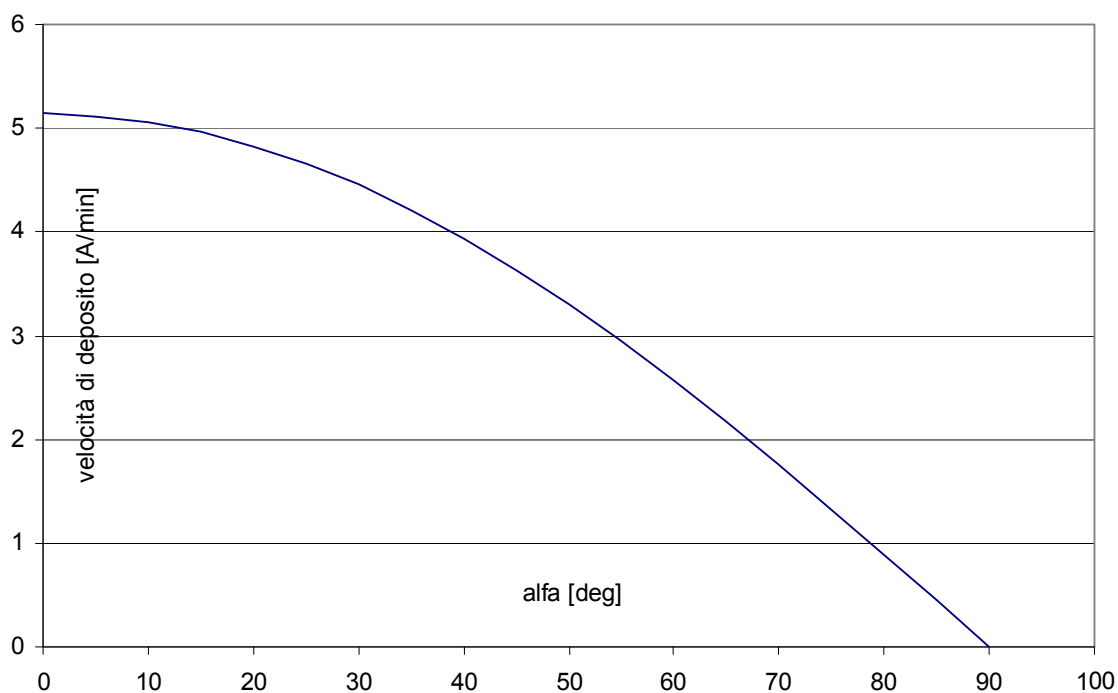


Diagramma 6.1 – Simulazione di velocità di deposito con I=1,08 mA Y=0,25 mm<sup>3</sup>/C r=10 cm

### 6.3. ELABORAZIONE DEI DATI

Lo schema in figura 6.4 riassume le convenzioni sugli angoli.

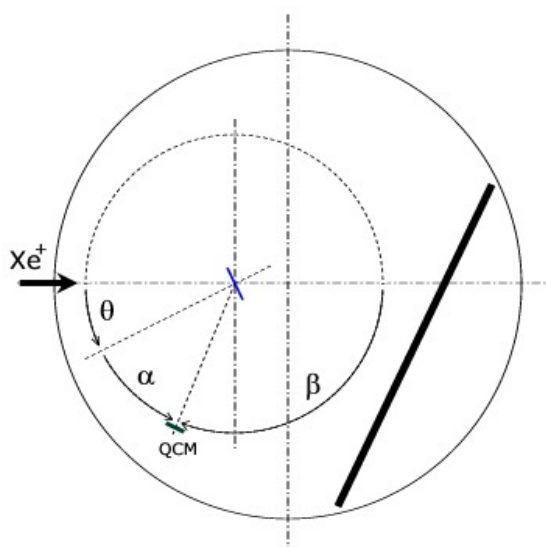
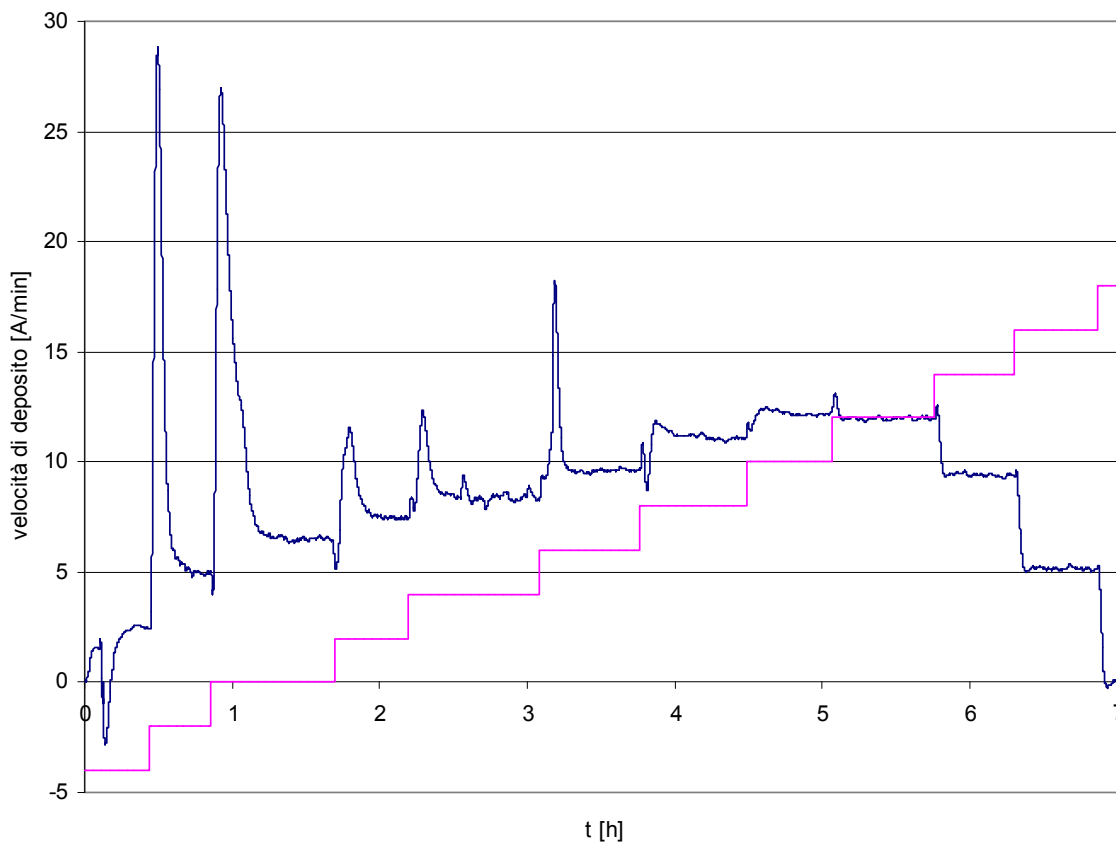


Figura 6.4 – Convenzioni sugli angoli

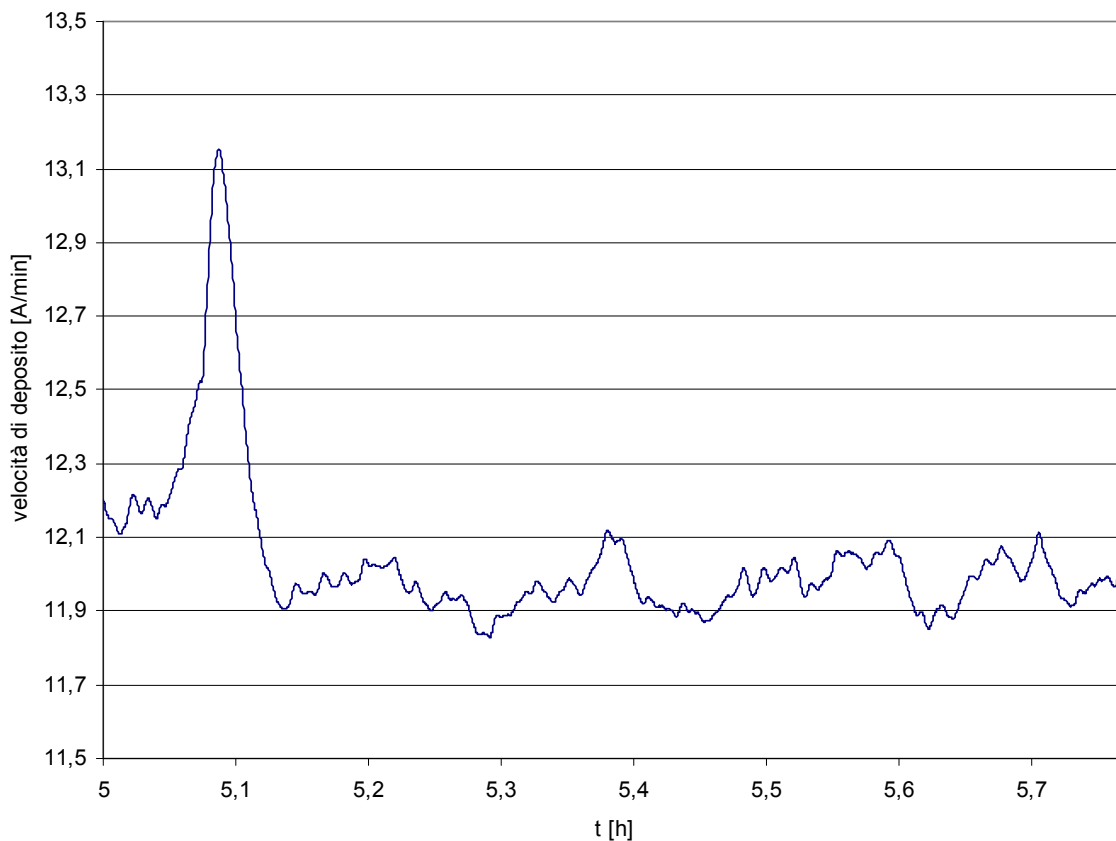
Il diagramma 6.2 mostra i dati acquisiti nella prova a  $40^\circ$  d'incidenza. La linea a scalini rappresenta le rotazioni della QCM attorno al bersaglio. Il punto di partenza è  $\alpha = -20^\circ$  ed ogni scalino corrisponde ad un incremento di  $10^\circ$ . In questo diagramma possiamo facilmente osservare gli effetti del cambiamento di temperatura che si traduce in grandi variazioni nel valore di velocità di deposito.



**Diagramma 6.2 – Velocità di contaminazione  $\theta = 40^\circ$**

Il diagramma 6.3 è uno zoom sulla zona con  $\alpha = 60^\circ$ . In seguito ad un picco iniziale di stabilizzazione della temperatura osserviamo delle oscillazioni dovute alle variazioni nell'intensità del getto, all'imprecisione della microbilancia e soprattutto alla qualità della regolazione della temperatura. Una media sull'intervallo ci restituisce un valore di  $11,97 \text{ \AA}/\text{min}$ . Una procedura simile applicata a tutti gli altri intervalli di  $\alpha$  ci permette di costruire il lobi di emissione.





**Diagramma 6.3 – Velocità di contaminazione  $\theta=60^\circ$   $\alpha=60^\circ$**

## 6.4.RISULTATI

Nonostante il ritardo nella consegna del passaggio di parete si è comunque riusciti ad effettuare un numero significativo di misure: è stata fatta un'acquisizione di dati per 3 diverse incidenze ( $\theta = 40^\circ, 50^\circ, 60^\circ$ ). Visto il poco tempo a disposizione si è preferito optare per un montaggio senza sonde. Per questa ragione il valore di corrente sul bersaglio è sconosciuta. Le comparazioni saranno pertanto effettuate sui lobi relativi, ovvero con tutti i valori di velocità di deposito normalizzati rispetto al valore maggiore del lobo. Il diagramma 6.4 illustra le misure, il diagramma 6.5 i lobi di emissione relativi.

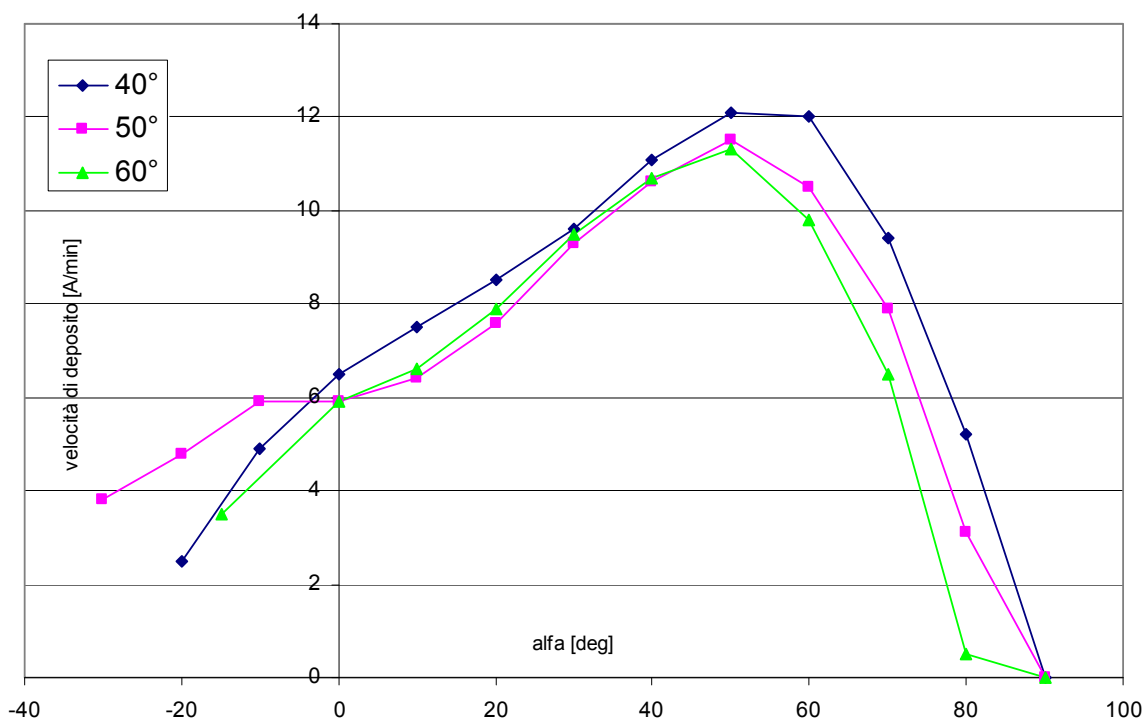


Diagramma 6.4 - Velocità di contaminazione

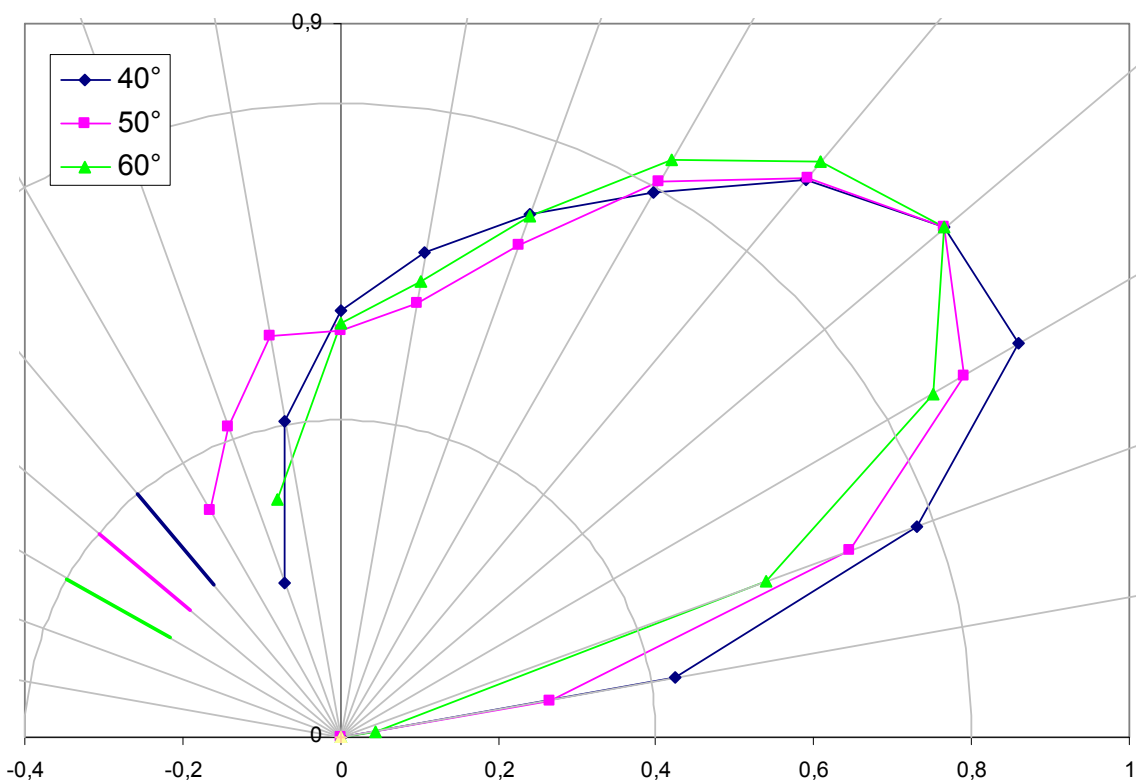
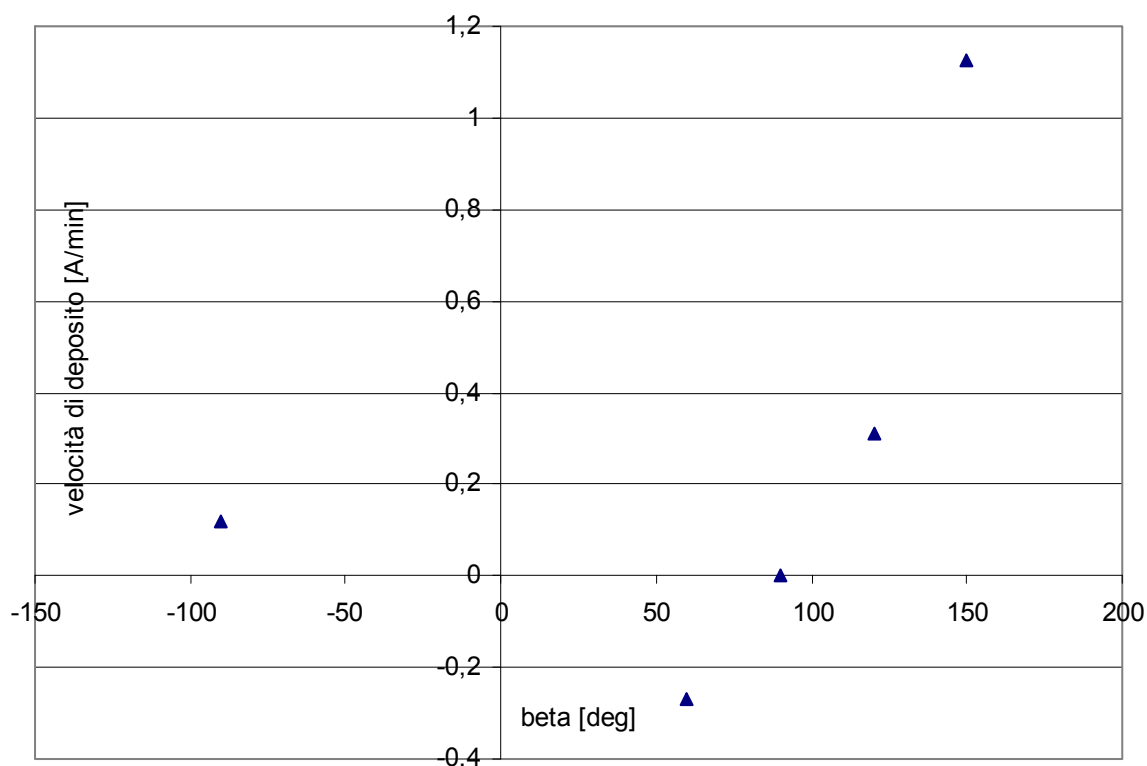


Diagramma 6.5 - Lobi di emissione normalizzati

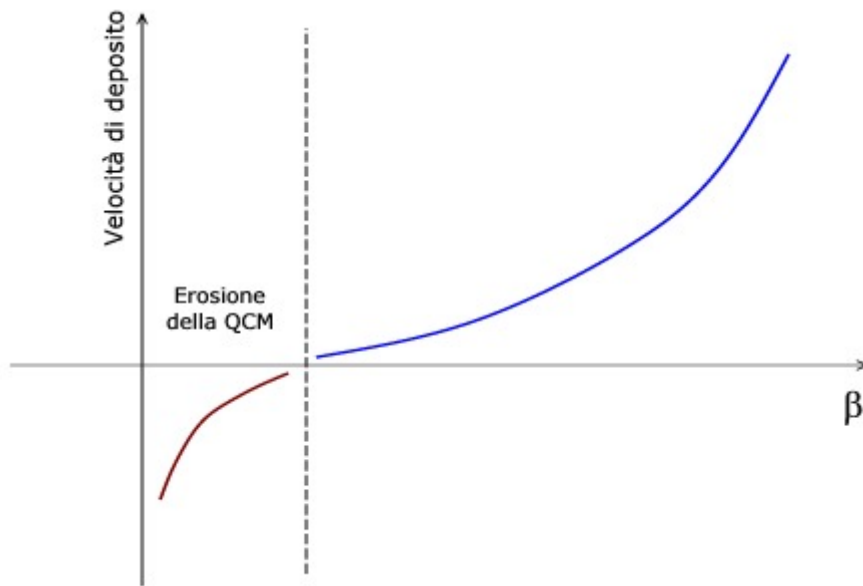
## 6.5. ANALISI DEI RISULTATI

La comparazione tra i risultati e le nostre stime ci rassicura sull'ordine di grandezza delle velocità misurate. Un'importante fonte di errore per le misure è rappresentata dalle emissioni del fondo camera. Andiamo pertanto a confrontare le velocità di deposito utilizzate per la costruzione dei lobi con dei valori misurati a camera vuota (ovviamente con la presenza della barriera di grafite e kapton). Il diagramma 6.6 illustra le misure di contaminazione a camera vuota.

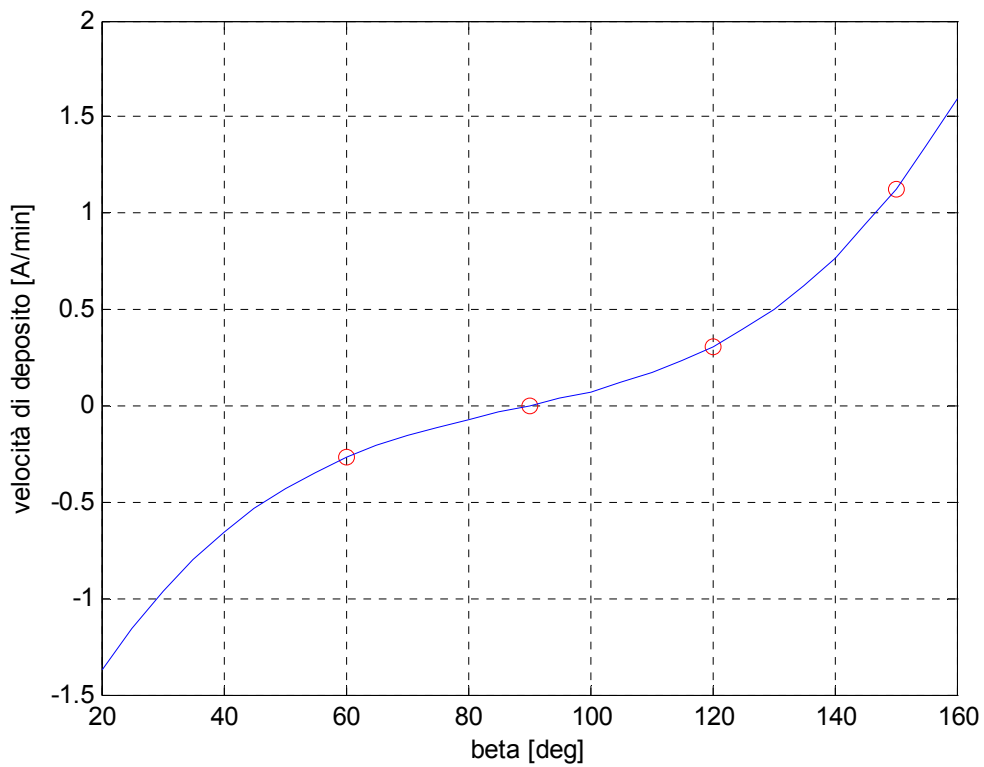


**Diagramma 6.6 – Contaminazione a camera vuota**

Lo studio effettuato ci rivela la presenza di una velocità negativa per  $\beta=60^\circ$ . Ciò significa che in quella posizione si è all'interno di una zona in cui l'effetto del getto si fa già sentire, sotto forma di erosione della superficie della QCM. I valori di contaminazione a vuoto mancanti sono stati approssimati con una interpolazione per splines sui valori sperimentali con  $\beta>0$ . Questo perché utilizzando anche il punto a  $-90^\circ$  si otterrebbe una curva del tipo "parabola con minimo in zero" non rappresentativa della fisica del fenomeno.



**Figura 6.5 – Contaminazione a camera vuota, andamento atteso**



**Diagramma 6.7 – Contaminazione a camera vuota: interpolazione per splines**

Questi valori di velocità di deposito, integrati con i risultati precedenti, apportano delle variazioni alla forma dei lobi di emissione (diagrammi 6.8-6.10).

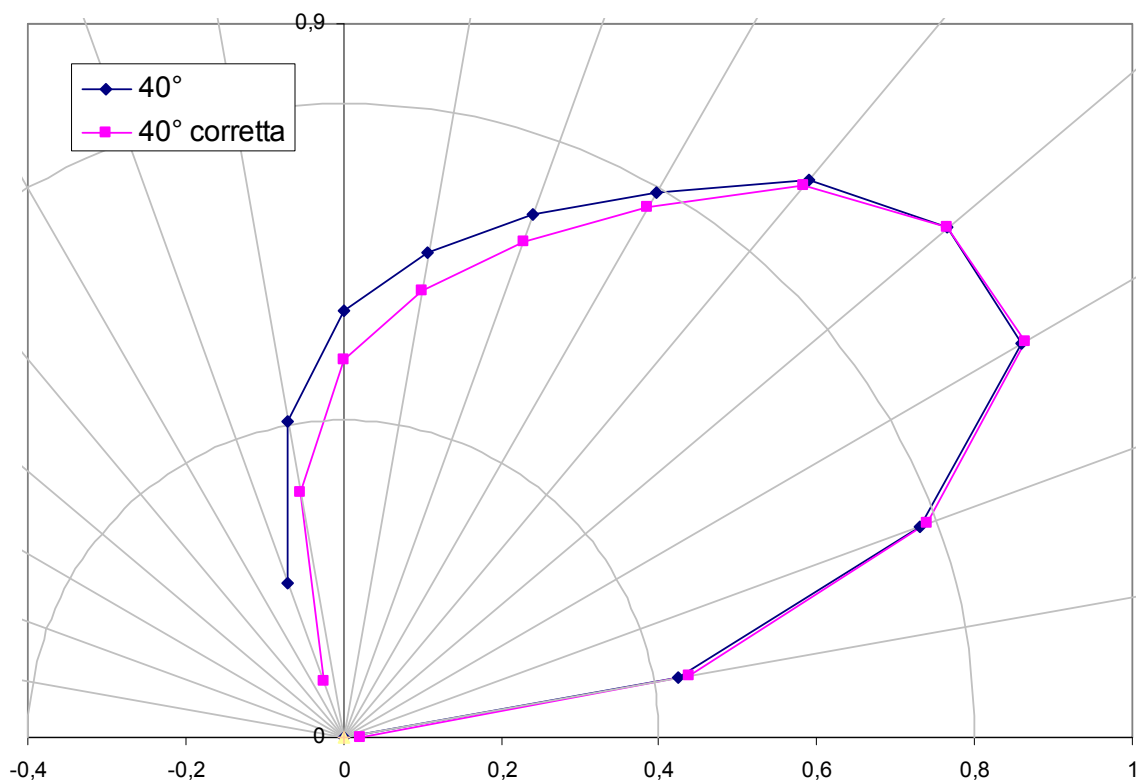


Diagramma 6.8 – Correzione del lobo di emissione a 40°

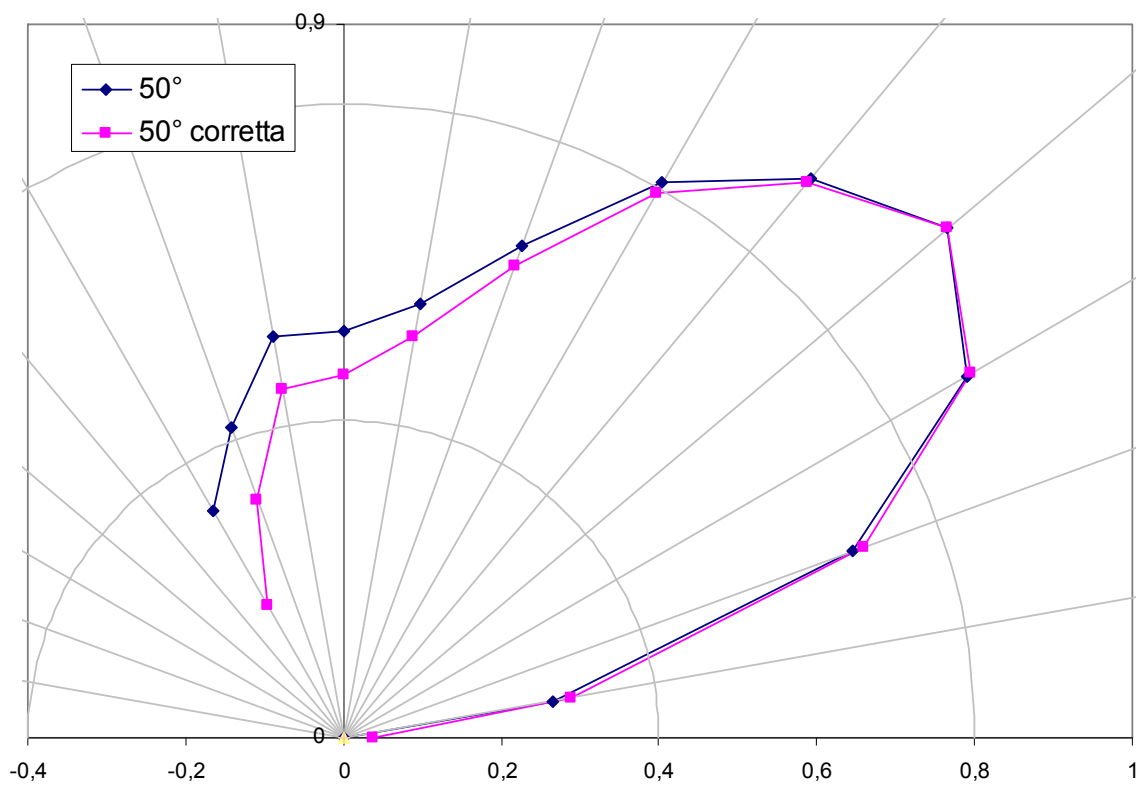
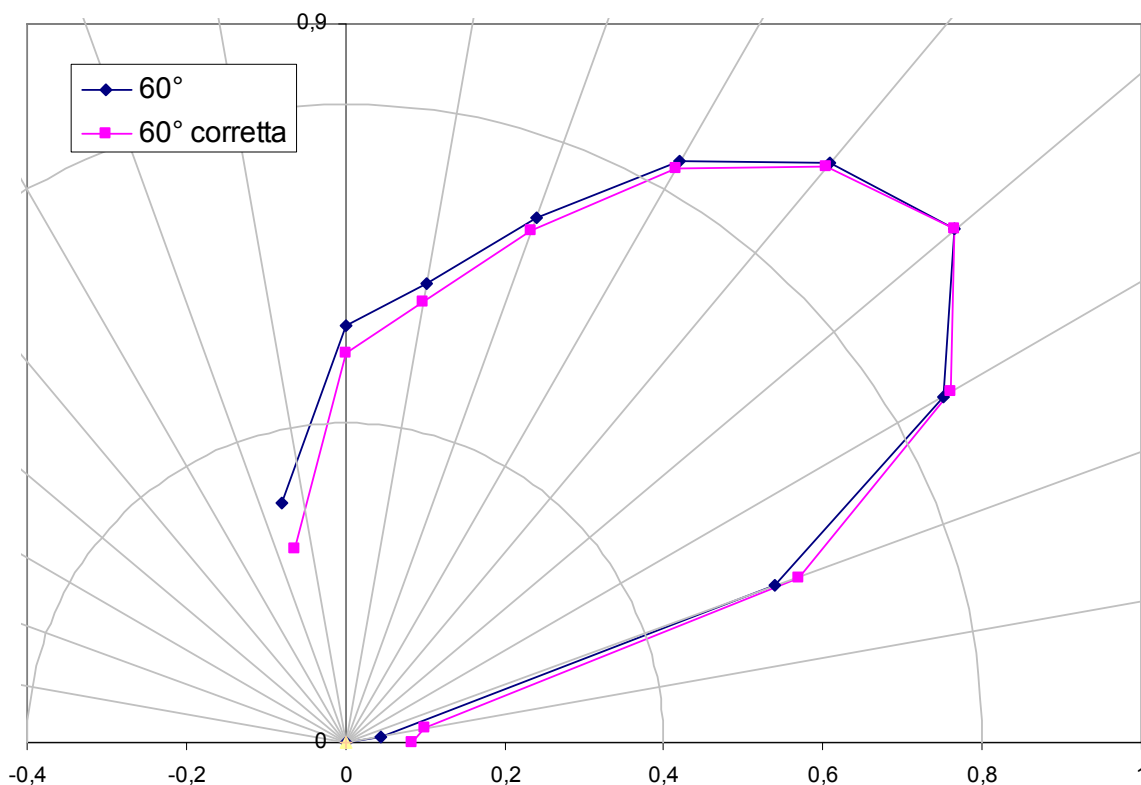


Diagramma 6.9 – Correzione del lobo di emissione a 50°

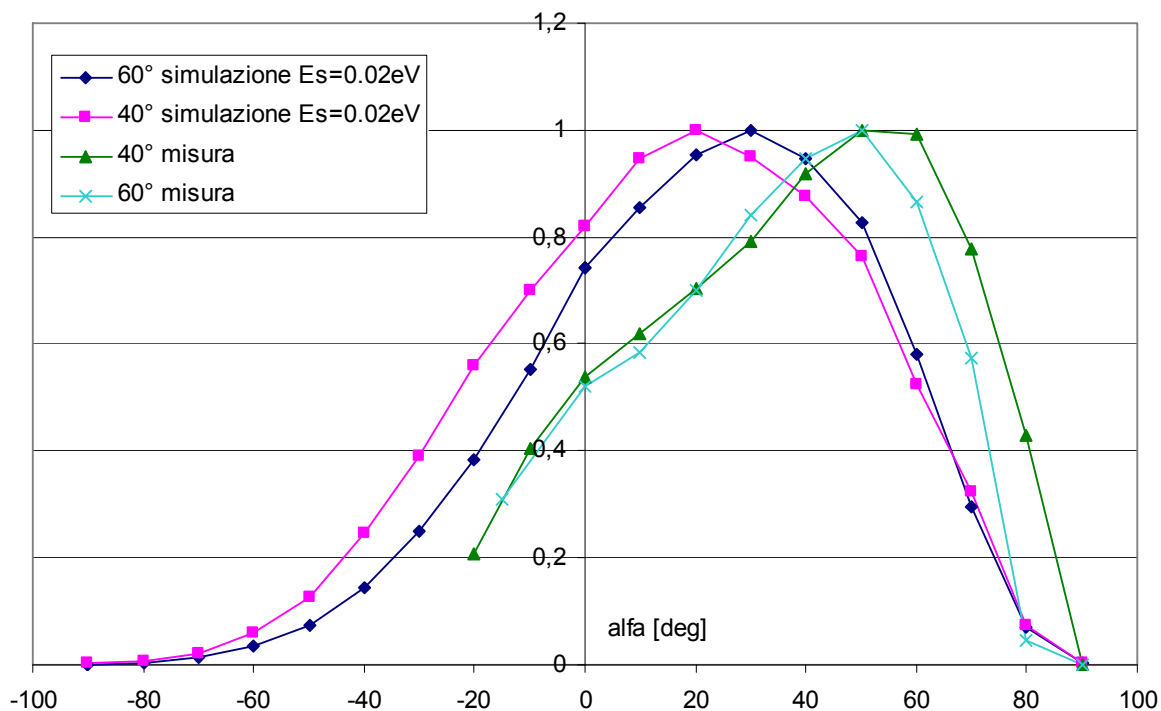


**Diagramma 6.10 – Correzione del lobo di emissione a 50°**

I cambiamenti più significativi appaiono giustamente per i valori di  $\alpha$  più piccoli, ovvero nelle posizioni in cui la QCM è più esposta alle emissioni di fondo camera. Nel trattamento appena svolto, l'effetto della contaminazione a camera vuota è stato introdotto senza introdurre nessun fattore di correzione. Bisogna però considerare che quando i campioni sono in posizione essi intercettano una parte del fascio di ioni: la comparazione con le misure a camera vuota rischia dunque di essere poco realistica. Oltretutto i campioni intercettano proprio il centro del getto, ovvero la sua parte più energetica. È quindi probabile che l'entità delle emissioni di fondo camera sia inferiore a quanto si è stimato a camera vuota. Le correzioni appena mostrate non sono dunque quantitativamente rappresentative della realtà. È assolutamente probabile che la modifica dei lobi sia inferiore a quanto mostrato o addirittura trascurabile.

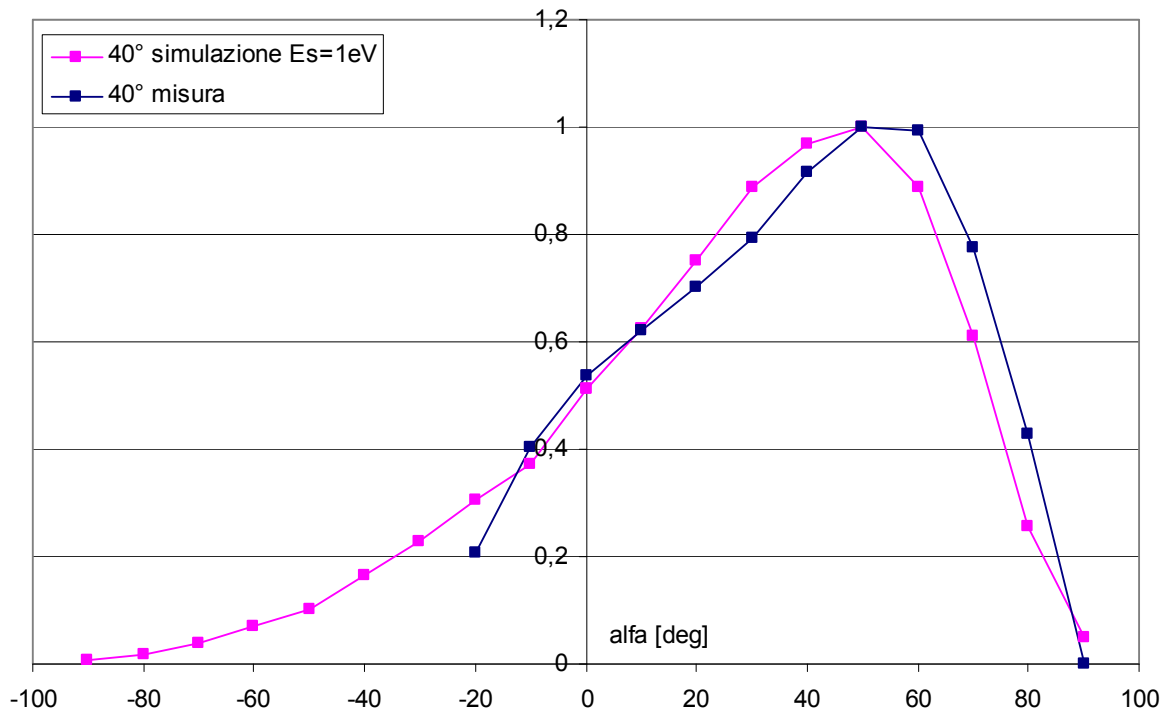
Passiamo ora a discutere dell'orientamento dei lobi. Osservando il diagramma 6.5 si può notare come i tre lobi siano praticamente sovrapposti. In effetti la tendenza è quasi opposta a quella che la logica suggerirebbe: aumentando l'angolo d'incidenza il lobo di emissione ruota leggermente verso la verticale. Confrontando questo risultato con la bibliografia ci si è resi conto che questo comportamento è normale ed è già stato osservato e studiato. In particolare la rugosità della superficie bombardata sembra avere un grande importanza sull'andamento dell'emissione in funzione dell'angolo d'incidenza. Ricordiamo ancora una volta l'importanza della precisione nella regolazione a zero degli angoli che deve essere senza dubbio migliorata rispetto a quanto è stato possibile realizzare in questa serie di misurazioni.

Il diagramma 6.11 compara le misure a 40° e 60° d'incidenza con una simulazione di CSiPI. Il calcolo è stato effettuato assumendo come energia di superficie della silice un valore di 0.02 eV.

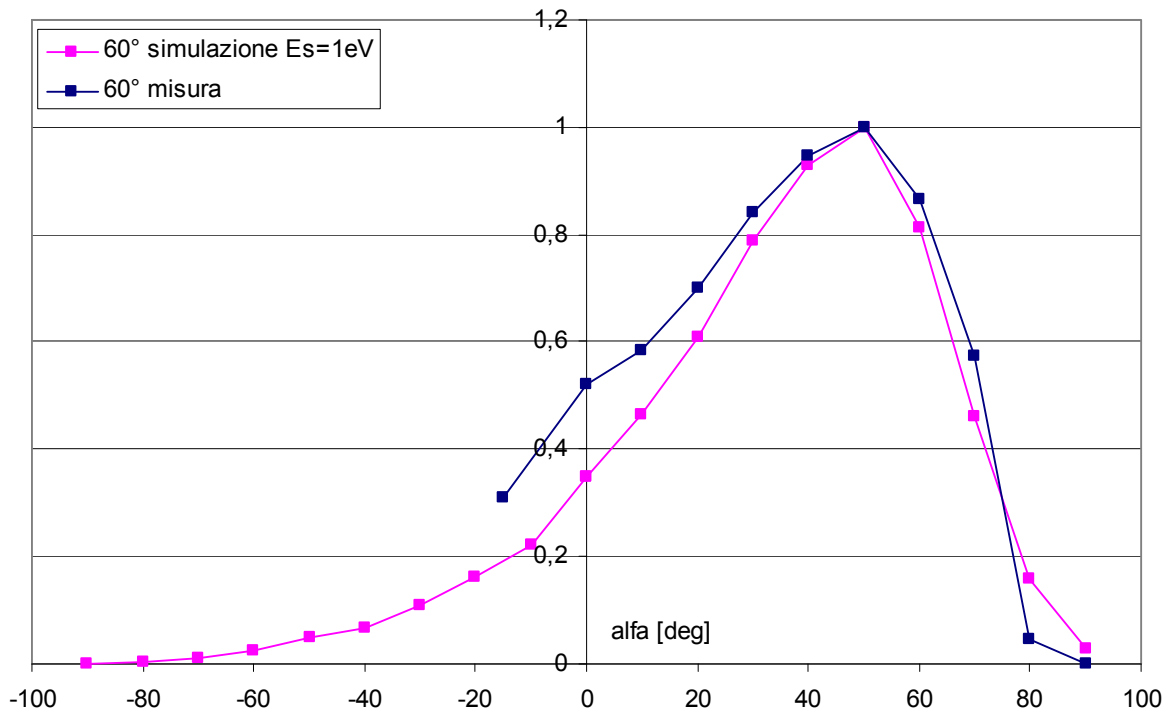


**Diagramma 6.11 – Comparazione tra misure e simulazione di CSiPI, Es=0,02 eV**

Osserviamo uno spostamento di circa 20° tra i massimi dei lobi. Questo scarto può essere annullato aumentando l'energia di superficie a 1 eV (diagrammi 6.12 e 6.13).



**Diagramma 6.12 – Comparazione tra misure e simulazione di CSiPI, Es=1eV**



**Diagramma 6.13 – Comparazione tra misure e simulazione di CSiPI, Es=1eV**

Il problema è che un'energia di superficie di 1 eV corrisponde a rese di sputtering inferiori a quelle misurate. Ciò mette senza dubbio in evidenza la presenza di un qualche difetto del codice di simulazione CSiPI.



## 7. CONCLUSIONI

L'ONERA ha sviluppato il codice di simulazione numerica CSiPI, che permette di elaborare previsioni sul fenomeno dello sputtering ionico. Una prima comparazione dei risultati delle simulazioni numeriche con dati della letteratura ha confermato il potenziale del codice. A fronte però della dispersione dei dati in letteratura e delle incertezze indotte dalla mancanza di informazioni sullo stato di superficie dei materiali testati è apparso indispensabile effettuare in prima persona delle misure per la validazione di CSiPI. L'ONERA ha una buona esperienza nella misura della resa di sputtering, in particolare nell'ambito della propulsione elettrica. Nonostante questo, considerata la notevole precisione richiesta, la metodologia di misura ha dovuto essere totalmente ripensata.

Il lavoro di stage è consistito principalmente nel mettere a punto un nuovo protocollo di misura della resa di sputtering. Per fare ciò sono stati perfezionati dei mezzi sperimentali esistenti e ne sono stati sviluppati di nuovi. Essendo i trattamenti statistici uno degli aspetti principali dell'elaborazione di dati raccolti, una parte importante del lavoro ha riguardato lo sviluppo di strumenti statistici di trattamento dei dati. Il fatto che i risultati ottenuti siano prossimi alle simulazioni numeriche (scarto inferiore al 10% nei casi migliori) ci rassicura sulla consistenza delle procedure messe a punto. Ciononostante dei miglioramenti sono senza dubbio possibili o, per certi aspetti, necessari.

Il montaggio dei campioni introduce degli sforzi troppo grandi nei pezzi di silice: bisognerebbe quindi mettere a punto un diverso sistema di fissazione. La sostituzione dei dadi con un altro tipo di elementi bloccanti dovrebbe essere sufficiente a risolvere il problema. Sarebbe inoltre necessario trovare una colla ceramica con prestazioni meccaniche soddisfacenti in previsioni di prove ad alte temperature. C'è da osservare però che una volta risolto il problema degli sforzi di montaggio la colla che abbiamo dovuto scartare potrebbe rivelarsi invece adeguata all'utilizzo.

Il metodo più efficace per misurare la corrente sulla superficie dei campioni senza dover introdurre fattori correttivi sarebbe montare delle sonde con la stessa dimensione dei campioni. Questo implica però una completa revisione del sistema di montaggio. Immaginando di conservare per i campioni la configurazione attuale, ciò significherebbe avere delle sonde quadrate separate le une dalle altre solamente da un fine strato di isolante. Inutile dire che in simili condizioni il verificarsi di cortocircuiti durante l'esposizione al getto di ioni è certo. Sarebbe dunque necessario montare i campioni mantenendo un minimo di distanza tra i bordi degli stessi. Questo spazio tra i campioni deve chiaramente essere riempito, possibilmente con un materiale con una resa di sputtering molto bassa.

Un ulteriore miglioramento potrebbe essere l'aggiunta di una sonda a lato dei campioni per poter svolgere un monitoraggio continuo dell'intensità del getto durante il processo di erosione. Ciò permetterebbe anche di intervenire in tempo reale qualora si dovessero riscontrare forti variazioni di intensità. Un altro punto critico è la regolazione degli angoli. Come è stato possibile constatare, un errore di questo tipo ha delle considerevoli conseguenze sull'incertezza nei risultati. In particolare sarebbe da mettere a punto una procedura efficace di regolazione a zero. Il protocollo di pesatura sotto azoto che è stato messo a punto invece si è rivelato affidabile e può ritenersi validato.

Per quanto riguarda le misure dei lobi di emissione i risultati ottenuti sono anch'essi soddisfacenti. I lobi hanno una forma liscia senza punti aberranti con un massimo intorno ai  $50^\circ$ . In questo caso il confronto con le simulazioni di CSiPI ha messo in evidenza una difficoltà del codice a riprodurre le nostre misure. Per la misura dei lobi di emissione sarebbe da realizzare, in futuro, un montaggio comprensivo delle sonde.

## **BIBLIOGRAFIA**

Yvan Garnier, Thèse de SUPAERO, Toulouse (1999)

Thomas Tondu, Thèse de SUPAERO, Toulouse (2005)

Sputtering by particle bombardment I, Springer (1981)