

POLITECNICO DI MILANO

Facoltà di Ingegneria dei Processi Industriali

Corso di Laurea Specialistica in Ingegneria Nucleare



**Sviluppo di film nanostrutturati di Rodio
per la fabbricazione di specchi diagnostici
per sistemi a fusione nucleare**

Relatore: Dott. Matteo PASSONI

Correlatore: Dott. David DELLASEGA

Laureando:

Gabriele MERLO

matr. 730439

Anno Accademico 2009-2010

Indice

Indice	i
Elenco delle figure	iv
Sommario	viii
Premessa	ix
1 La fusione nucleare	1
1.1 Caratteristiche fondamentali	1
1.2 Le reazioni di fusione	3
1.3 Bilancio energetico	6
1.3.1 La condizione di ignizione e il criterio di Lawson	6
1.3.2 Il fattore di guadagno Q	8
1.3.3 Il fattore di guadagno ingegneristico Q_E	11
1.4 Il confinamento del plasma	12
2 Sistemi a confinamento magnetico	15
2.1 Il modello MHD	16
2.2 Equilibrio	18
2.2.1 Caratteristiche generali	18
2.2.2 Equilibri 1-D	21
2.2.3 Sistemi toroidali	23

2.3	Il plasma periferico	29
2.4	Tokamak	35
3	Le diagnostiche per il plasma	39
3.1	Introduzione	39
3.2	Le diagnostiche	40
3.3	Specchi per diagnostica	41
3.3.1	Problematiche	44
3.4	Obiettivi specifici della tesi	47
4	Produzione di specchi in rodio mediante PLD	49
4.1	Introduzione	49
4.2	Deposizioni PLD	51
4.2.1	Influenza del gas in camera sulla struttura del film	53
4.3	Deposizione di film spessi	56
4.3.1	Deposizioni su molibdeno	62
4.3.2	Film multilayer	64
4.4	Modificazioni indotte dalla temperatura	66
4.4.1	Annealing a 200°C	67
4.4.2	Annealing a 200°C + 400°C	70
4.4.3	Deposizioni a caldo	72
4.5	Il problema dei droplets	77
4.6	Deposizioni su grande area	81
4.7	Caratterizzazione di spessori mediante EDXS	86
4.8	Discussione dei risultati	90
5	Conclusioni e sviluppi futuri	92
A	Apparato sperimentale	98
A.1	PLD - Deposizione a laser pulsato	98
A.2	Microscopio elettronico a scansione (SEM)	116

A.3 Diffrazione di raggi X (XRD) 118

Bibliografia **120**

Elenco delle figure

1.1	Andamento dell'energia di legame in funzione del numero di massa.	1
1.2	Andamento dei tassi di reazione $\langle \sigma v \rangle$ in funzione della temperatura T	4
1.3	Schema di principio per un reattore a fusione.	5
1.4	Andamento della potenza alle alfa e di quella persa per Bremstrahlung al variare della temperatura.	7
1.5	Rappresentazione schematica dei flussi di energia in un plasma termonucleare confinato.	10
1.6	Andamento dei fattori di guadagno Q e Q_E in funzione del rapporto $(n\tau)/(n\tau_I)$	12
1.7	Possibili strategie di confinamento magnetico di un plasma termonucleare. . . .	14
2.1	Linee di campo e di corrente su una superficie di flusso.	19
2.2	Influenza della trasformata rotazionale sul moto delle particelle del plasma. . .	21
2.3	Modalità di confinamento magnetico 1-D.	22
2.4	Profili caratteristici per un <i>Z-pinch</i>	23
2.5	Geometria di riferimento per una plasma toroidale.	24
2.6	Forze radiali agenti sul plasma contro l'equilibrio.	26
2.7	Adimensionalizzazione della geometria del plasma.	28
2.8	Contorno delle superfici di flusso fornite dagli equilibri di Soloviev.	29
2.9	Esempi di limiters in geometrie toroidali	30
2.10	Rappresentazione schematica di un divertore.	31
2.11	La regione di plasma in corrispondenza del divertore.	32
2.12	<i>SOL</i> e <i>LCFS</i> in una sezione poloidale.	32

2.13	Schematizzazione 1-D per lo SOL.	33
2.14	Schema dei principali campi magnetici in un tokamak	36
3.1	Posizione di alcuni FMs prevista per ITER.	42
3.2	Evoluzione della riflettività in funzione dello spessore eroso.	45
3.3	Riflettività dei principali materiali di possibile impiego per FMs.	46
4.1	Immagini della piuma di ablazione in vuoto e in atmosfera di He a 30 Pa.	54
4.2	Spettri XRD di campioni di Rh depositi su silicio al variare della pressione. Deposizioni in PLD II da 20 min).	55
4.3	Esempi di delaminazione e buckling in film depositi su Si.	57
4.4	Esempio di struttura colonnare in film depositato in vuoto nella PLD II.	59
4.5	Immagini SEM di film prodotti a diversa pressione con la PLD I.	60
4.6	Fenomeni di buckling nelle deposizioni con laser Nd:YAG e a eccimeri.	61
4.7	Analisi dei picchi XRD al variare della pressione.	63
4.8	Immagini SEM di cross section di film multistrato.	65
4.9	Immagini SEM di film prima e dopo il processo di annealing.	68
4.10	Analisi XRD su campioni depositati in vuoto e in atmosfera di elio 30 Pa prima e dopo annealing a 200°C.	68
4.11	Analisi XRD su un campione depositato a 15 Pa per 20 minuti, prima e dopo annealing a 200°C.	69
4.12	Immagine SEM della superficie di film depositato a 15 Pa dopo annealing a 200°C per 4 ore.	69
4.13	Fenomeni di buckling indotti nel film depositato a 15 Pa e successivamente sottoposto ad un ciclo di annealing 4h a 200°C più 4h a 400°C.	70
4.14	Immagini SEM del campione depositato a 15 °C e sottoposto al ciclo di annealing.	71
4.15	Analisi XRD di film di rodio depositi in vuoto e con temperatura substrato pari a 200°C.	73
4.16	Immagini SEM di film di rodio depositi in vuoto a diversa temperatura del substrato (0-200°C).	73

4.17	Analisi XRD di film di rodio depositi in atmosfera di He a 15 Pa e con temperatura substrato pari a 200°C.	74
4.18	Immagini SEM di film di rodio depositi in atmosfera di He a 15 Pa a diversa temperatura del substrato (0-200°C).	74
4.19	Analisi XRD di film di rodio depositi in atmosfera di He a 30 Pa e con temperatura substrato pari a 200°C.	75
4.20	Immagini SEM di film di rodio depositi in atmosfera di He a 30 Pa a diversa temperatura del substrato (0-200°C)	75
4.21	Dimensioni medie dei grani al variare della pressione di deposizione per campioni depositati a temperatura ambiente e a 200°C.	76
4.22	Droplet prodotti durante una deposizione da 45 minuti con laser a eccimeri in vuoto.	77
4.23	Esempi di impurezze prodotte durante il processo di deposizione.	78
4.24	Numero di droplet per impulso laser valutati su diversi campioni.	79
4.25	Distribuzione di droplet registrata in un campione depositato a 15 Pa.	80
4.26	Schematizzazione del principio a base della movimentazione.	82
4.27	Immagine della piuma in una deposizione in vuoto.	83
4.28	Sovrapposizione di gaussiane al variare del disassamento.	84
4.29	Andamento dello spessore al variare del disassamento. Velocità di rotazione del substrato 1 rps.	85
4.30	Spettri EDXS raccolti da film con diverso spessore.	87
4.31	Simulazione MC delle traiettorie di 300 elettroni a 300 keV in un film di 700 nm di Rh su Si e Mo.	87
4.32	Curve di taratura EDXS per deposizione Rh su Mo.	88
4.33	Confronto tra spessore misurato mediante immagini SEM di cross section e calcolato mediante fitting degli spettri EDXS.	89
A.1	Apparati PLD impiegati per le deposizioni.	99
A.2	Rappresentazione schematica del sistema di deposizione.	99
A.3	Camera di deposizione.	115

A.4	Microscopio a scansione elettronica (SEM) del Laboratorio.	116
A.5	Schema di funzionamento dell'apparato XRD.	118

Sommario

In questa tesi viene studiata la deposizione a laser pulsato (PLD) quale tecnica di produzione per superfici nanostrutturate in rodio con la funzione di specchi per diagnostica del plasma in sistemi a fusione nucleare. Il principale vantaggio è la possibilità offerta da questa tecnica nel controllare finemente struttura, morfologia e quindi le proprietà fisiche di interesse dei film prodotti. La particolare funzione di queste superfici si traduce nella necessità di depositare film spessi (1-5 μm) e ad elevata planarità su superfici nell'ordine di almeno alcuni centimetri quadri. È stato studiato in maniera dettagliata l'effetto della pressione sulla struttura e sull'adesione del film, dapprima su Si a carattere esplorativo, poi su Mo, substrato di reale impiego per specchi. L'analisi svolta ha permesso di identificare possibili strategie con cui depositare film spessi ($> 1 \mu\text{m}$). La necessità di produrre film con la planarità e l'estensione richieste, è stata affrontata identificando nella movimentazione del substrato una possibile soluzione. Le deposizioni svolte su Mo, data la difficoltà a caratterizzare i film prodotti, hanno richiesto lo sviluppo di una tecnica di misura degli spessori e valutazione della planarità mediante EDXS. Sono stati inoltre indagati gli effetti indotti dalla temperatura nel film, fondamentali dal momento che durante il suo funzionamento uno specchio raggiunge temperature nettamente superiori rispetto a quella ambiente. Lo studio di questi effetti è stato svolto mediante annealing a 200°C (4 ore) dei campioni prodotti e loro successiva caratterizzazione. La deposizione su un substrato scaldato può essere vantaggiosa nel controllare i mutamenti indotti dal riscaldamento del film; per questo motivo sono state eseguite e caratterizzate una serie di deposizioni con il substrato scaldato a 200°C. Alcuni campioni sono stati sottoposti ad un annealing ulteriore, alla temperatura di 400°C, per valutare le conseguenze dei processi di ricristallizzazione. Da ultimo è stata anche studiata la presenza sul film di droplets, problematica tipica della PLD e potenzialmente molto dannosa per la riflettività.

Premessa

Questo lavoro di tesi ha come obiettivo la produzione di superfici nanostrutturate di rodio da utilizzare in specchi per diagnostiche di plasmi termonucleari per la fusione a confinamento magnetico di tipo "tokamak".

Le diagnostiche del plasma all'interno di un sistema così complesso rivestono un ruolo cruciale; i parametri da conoscere sono molti e spesso difficilmente misurabili. L'impossibilità di entrare direttamente a contatto con il plasma termonucleare per estrarne le informazioni necessarie al controllo del sistema (come ad esempio profili di temperatura e densità delle varie specie) ha portato allo sviluppo di tecniche di indagine basate sull'utilizzo di radiazione elettromagnetica. Questa viene inviata dall'esterno verso la camera toroidale; a seguito dell'interazione con il plasma il segnale in uscita viene raccolto e analizzato. L'elevato campo di radiazione presente (radiazione elettromagnetica, particelle cariche, atomi neutri e neutroni) rende necessario l'impiego di specchi per la trasmissione del segnale, noti come First Mirrors, posti all'interno della camera toroidale sulla cosiddetta *prima parete* o comunque molto vicini al plasma caldo. Questi componenti sono pertanto soggetti ad interazione con tutti i tipi di radiazione e particelle emesse dal plasma, le cui conseguenze possono essere potenzialmente drammatiche per lo specchio, dal momento che ne causano una riduzione della riflettività e quindi dell'efficienza. I processi fisici più rilevanti sono l'erosione, indotta principalmente dal bombardamento ionico, e la rideposizione di impurezze provenienti da altre parti della camera. Entrambi, in modo diverso, possono indurre pesanti modificazioni della superficie e quindi delle sue proprietà di riflettività, che deve essere invece massimizzata e garantita su un ampio range di lunghezze d'onda (300 - 800 nm). La centralità di queste problematiche per un sistema a fusione è confermata anche dall'esistenza all'interno dell'ITPA (International Tokamak

Physics Activity) di un gruppo di lavoro specifico dedicato esclusivamente al coordinamento della ricerca internazionale sui First Mirrors.

In questo contesto, i possibili materiali in grado di resistere ad un numero elevato di scariche mantenendo intatte le loro proprietà meccaniche e ottiche non sono molti. Tra questi, per una serie specifica di applicazioni il più promettente è il rodio.

Il rodio è molto riflettente (riflettività pari a 0.7 - 0.8 nel range di lunghezze d'onda richiesto), esposto all'aria si ossida lentamente, ha un punto di fusione elevato (1966°C) ed esposto al plasma mostra bassi tassi di erosione. Tuttavia è il metallo di gran lunga più prezioso al mondo, per cui l'unico impiego percorribile è quello di realizzare film sottili su substrato.

In questo lavoro viene studiata in particolare la produzione di specchi mediante Pulsed Laser Deposition (PLD), con l'obiettivo specifico di investigare le peculiarità di questa tecnica in relazione alla possibilità di realizzare superfici di spessore e area adatte per la produzione di First Mirrors. La PLD è molto promettente per la possibilità di controllare struttura e morfologia dei film prodotti. I numerosi parametri di processo consentono infatti un controllo molto fine della struttura, e quindi delle proprietà fisiche di interesse dei film depositati. Sono stati impiegati due differenti tipi di substrato, il silicio, per la facilità con cui può essere caratterizzato il film depositato, e il molibdeno, materiale effettivamente di interesse per impiego in un reattore a fusione. La realizzazione di uno specchio che possa poi essere testato all'interno di tokamak esistenti (in questo senso il lavoro si inserisce in una collaborazione attivata con l'Istituto di Fisica del Plasma (CNR) e con il Centro Ricerche Frascati dell'ENEA per futuri test presso il tokamak FTU (Frascati Tokamak Upgrade), porta alla necessità di affrontare alcune problematiche legate all'impiego di questa particolare tecnica di deposizione. È noto infatti che film spessi possono mostrare problemi di adesione, e che la PLD è meno adatta rispetto ad altre tecniche a ricoprire in maniera uniforme aree elevate (anche fino a decine di centimetri quadrati) come quelle necessarie per uno specchio di diagnostica. Questo lavoro di tesi è pertanto incentrato sulla valutazione dei principali aspetti critici legati all'utilizzo della PLD e a possibili soluzioni con cui minimizzare i maggiori drawbacks di questa tecnica e ottenere i risultati richiesti.

In questa tesi sono state svolte in prima persona le deposizioni mediante PLD e la caratteriz-

zazione mediante microscopio elettronico a scansione (SEM - Scanning Electron Microscope) e e EDS - Monte Carlo dei film prodotti. Sono state inoltre condotte analisi e interpretazione dei dati ottenuti da misure di diffrazione di raggi X (XRD - X-Ray Diffraction), effettuate presso l'Istituto per la Conservazione e la Valorizzazione dei Beni Culturali.

Dopo aver introdotto nei primi due capitoli la fusione nucleare e il confinamento magnetico di plasmi termonucleari, nel capitolo 3 verrà descritto nel dettaglio il problema delle diagnostiche in un reattore a fusione e in particolare le problematiche caratteristiche degli specchi. Il capitolo 4 è dedicato alla presentazione e alla discussione dei risultati ottenuti nelle deposizioni svolte, riassunti nel capitolo 5 con l'indicazione delle prospettive future per questo lavoro.

Capitolo 1

La fusione nucleare

1.1 Caratteristiche fondamentali

L'energia da reazioni nucleari può essere ottenuta con due differenti processi, la fusione e la fissione. Osservando l'andamento dell'energia di legame per singolo nucleone al variare del

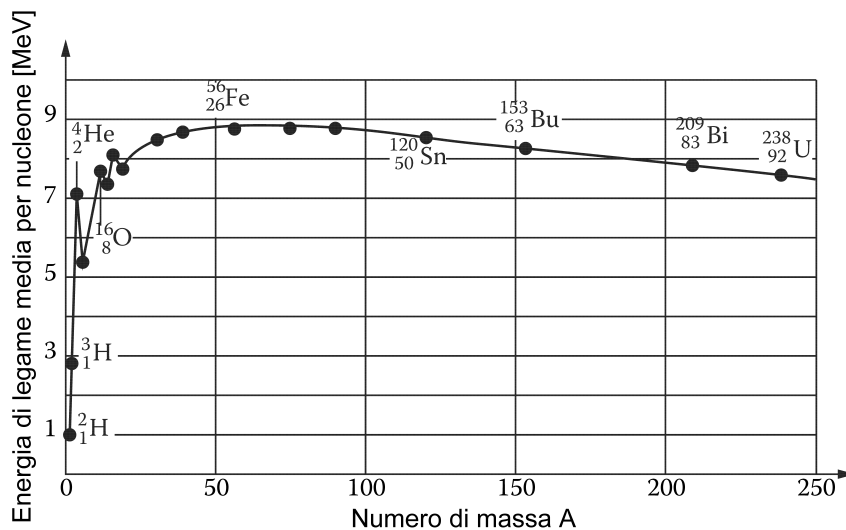


Figura 1.1: Andamento dell'energia di legame in funzione del numero di massa.

numero di massa, figura 1.1, si nota come questa abbia un andamento relativamente piatto, con un massimo per i nuclei vicini al ferro ($A=56$), i nuclei maggiormente stabili. Per nuclei

molto più leggeri o più pesanti del ferro l'energia di legame è invece sensibilmente più piccola, e questa differenza giustifica i due diversi processi. Se due nuclei molto leggeri vengono fusi producono un nucleo maggiormente legato con conseguente rilascio di energia; lo stesso accade se un nucleo pesante viene scisso in nuclei più leggeri, la fissione. L'energia rilasciata dalla reazione può essere valutata in base alla differenza tra le masse a riposo di prodotti e reagenti:

$$\Delta E = \sum \Delta mc^2$$

Nell'ottica di uno suo sfruttamento in un sistema per la produzione di energia, la fusione presenta importanti vantaggi rispetto alla fissione: i nuclei leggeri sono abbondanti e facilmente reperibili in natura, l'energia liberata per nucleone è superiore di un fattore circa due rispetto alla fissione ed inoltre i prodotti sono normalmente nuclei leggeri, stabili e non radioattivi. Comune alla fissione vi è la problematica dell'attivazione dei materiali che, a seconda di quale reazione venga impiegata, può essere per un impianto a fusione anche peggiore. Il principale svantaggio sta però nella necessità di dover superare la barriera di repulsione coulombiana, causata dalla carica positiva dei nuclei, avvicinando i nuclei reagenti a distanze dell'ordine dei 10^{-15} m (con energie di repulsione valutabili in almeno alcuni keV) per innescare il processo di fusione [1]. Nel caso della fissione indotta da neutroni il problema non si pone, essendo il neutrone privo di carica; in aggiunta le sezioni d'urto per fissione risultano essere crescenti al decrescere dell'energia del neutrone, mentre nel caso della fusione sono generalmente crescenti al crescere dell'energia. Reazioni di fusione possono essere ottenute accelerando opportunamente un fascio di particelle su un target bersaglio, ma in questo caso risulta estremamente più probabile il processo di ionizzazione rispetto alla fusione, per cui nel complesso il processo non è energeticamente vantaggioso. Una seconda possibilità consiste nel portare il combustibile allo stato di plasma; in questo modo l'energia cinetica sufficiente a vincere la repulsione coulombiana è fornita sotto forma di energia termica del plasma. Ciò si verifica a temperature estremamente elevate, nell'ordine di diversi milioni di gradi (sfruttando la relazione $E = \frac{3}{2}kT$, ad un'energia termica media di 1 keV corrispondono circa 8 milioni di gradi Kelvin). Questi plasmi vengono normalmente indicati come plasmi termonucleari.

Le ricerche sulla fusione ebbero un grosso sviluppo subito dopo la fine della seconda guerra mondiale, soprattutto per le possibili applicazioni in campo militare che portarono allo

sviluppo della bomba ad idrogeno (1952), ma ben presto ci si rese conto delle notevoli difficoltà scientifiche e tecnologiche per la realizzazione di un reattore capace di sfruttare in modo controllato la fusione [2].

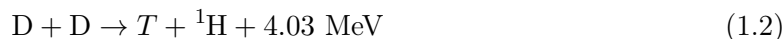
1.2 Le reazioni di fusione

Sono conosciute oltre un centinaio di reazioni di fusione, delle quali tuttavia solo un numero limitato sono potenzialmente utilizzabili in un reattore per la produzione di energia. La stessa reazione di fusione che avviene nel sole



non è di fatto utilizzabile in un impianto a fusione; nella fasi intermedie della reazione è necessaria la trasformazione di due protoni in un deutone con la produzione di un positrone e di un neutrino, un processo mediato dalla forza debole e pertanto caratterizzato da sezioni d'urto estremamente basse.

Le reazioni di maggior interesse sono quelle basate sugli isotopi dell'idrogeno:



È interessante un'ulteriore reazione



che presenta il notevole vantaggio di non produrre neutroni ma solamente nuclei di ^4He , fortemente stabili.

Per le reazioni citate si possono delineare le principali caratteristiche positive e negative:

reazioni D – D: i due branching ratio sono sostanzialmente identici e, coinvolgendo il solo deuterio, impiegano un elemento non radioattivo e abbondante in natura, estraibile mediante

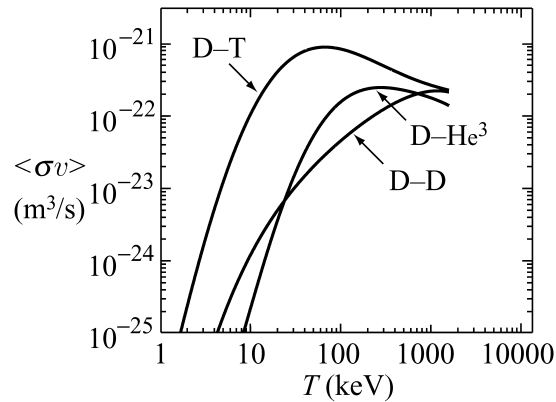


Figura 1.2: Andamento dei tassi di reazione $\langle \sigma v \rangle$ in funzione della temperatura T [3].

semplici processi di separazione isotopica dall'acqua (la concentrazione di deuterio è di circa 1 g per ogni 30 litri di acqua). Tuttavia i tassi di reazione (figura 1.2) e l'energia rilasciata sono relativamente bassi se confrontati con altre reazioni.

reazione D – ^3He : è interessante grazie all'elevata energia liberata e poiché non ha neutroni tra i prodotti del processo, per cui l'attivazione e i danni da irraggiamento sono sicuramente più limitati. Anche in questo caso però i tassi di reazione sono bassi (fig. 1.2), ma soprattutto l' ^3He è un materiale molto raro in natura (abbondanza isotopica 0,000137%).

reazione D – T: è la reazione che appare la più promettente visto l'alto tasso di reazione e la significativa energia rilasciata dal singolo evento di fusione. Oltre al problema di lavorare con il trizio, elemento radioattivo ($T_{1/2}=12.33$ anni) con notevoli problemi radioprotezionistici, un'altro aspetto problematico di questa reazione sta nella produzione di un neutrone, che vista la minore massa rispetto al nucleo di ^4He riceve la quasi totalità dell'energia rilasciata all'atto della fusione (circa 14.1 MeV). Questo pone dei seri vincoli tecnologici all'intero sistema: oltre all'attivazione indotta nei materiali, neutroni con energia così elevate (7 volte l'energia media di un neutrone da fissione) inducono forti danni nei materiali impiegati, rendendone cruciale la disponibilità e la gestione.

reazione $^{11}\text{B} - ^1\text{H}$: in aggiunta al già menzionato vantaggio di produrre solamente nuclei stabili, per questo processo i reagenti sono disponibili in grosse quantità in natura. Si tratta tuttavia di una reazione molto svantaggiata dai bassi ratei, per cui può essere vista come

l'obiettivo finale degli studi sulla fusione nucleare: dimostrata l'efficacia e la fattibilità di un reattore a fusione con miscele D-D e D-T, si potrà poi pensare di sviluppare impianti in grado di impiegare questa reazione.

La presenza di neutroni come prodotto delle reazioni di fusione non costituisce esclusivamente un problema, dal momento che questi possono essere impiegati per la produzione del trizio sfruttando reazioni di assorbimento su litio:



Entrambe le reazioni sono possibili, anche la seconda, endotermica, in quanto i neutroni possiedono energia sufficiente ad innescare il processo.

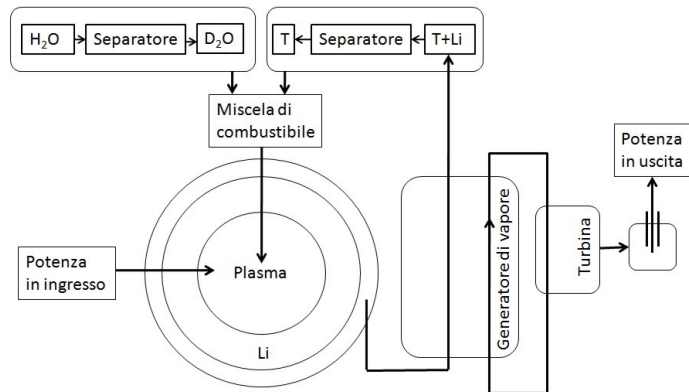


Figura 1.3: Schema di principio per un reattore a fusione: il plasma viene scaldato e alimentato con una miscela D-T; il Li costituisce la sorgente di calore nella generazione di potenza elettrica e contemporaneamente subisce reazioni di breeding.

È pertanto teoricamente possibile pensare di accoppiare le reazioni di fusione con le reazioni di breeding per il trizio, utilizzando nel contempo il litio come fluido termovettore del calore prodotto. Sulla base di ciò, un possibile schema di principio di un reattore a fusione è rappresentato in figura 1.3.

1.3 Bilancio energetico

1.3.1 La condizione di ignizione e il criterio di Lawson

Considerando un bilancio tra le varie forme di energia presenti in un plasma è possibile ricavare le condizioni per cui si ha una produzione di energia dal plasma maggiore rispetto a quella fornita dall'esterno. Queste si traducono in legami e vincoli tra pressione, densità, temperatura e tempo di confinamento del plasma.

Il rateo di reazioni di fusione R , per unità di tempo e di volume, considerate due specie reagenti n_1 ed n_2 può essere scritto come:

$$R = n_1 n_2 \langle \sigma_{12} v \rangle \quad (1.9)$$

dove σ_{12} indica la sezione d'urto per il processo di interazione tra le specie 1 e 2, v la velocità relativa tra i due nuclei mentre l'operazione di media $\langle \rangle$ viene svolta sulla distribuzione di velocità e sui possibili parametri d'urto. Usualmente vengono considerate distribuzioni di tipo Maxwelliano. Nel caso in cui si ipotizzi una miscela tra i reagenti del tipo 1:1, si può introdurre la densità totale di plasma $n = n_1 + n_2$ e la relazione 1.9 diventa:

$$R = \frac{1}{4} n^2 \langle \sigma_{12} v \rangle \quad (1.10)$$

mentre per plasmi ad un'unica specie ionica

$$R = \frac{1}{2} n^2 \langle \sigma_{12} v \rangle \quad (1.11)$$

In un plasma termonucleare gli scambi di energia possono essere classificati in tre categorie fondamentali: l'energia prodotta dalle reazioni di fusione, l'energia iniettata dall'esterno e le perdite.

La potenza prodotta dalle reazioni di fusioni P_f è proporzionale al quadrato della densità di plasma n , al valor medio delle sezioni d'urto e all'energia rilasciata per evento di fusione w [4].

$$P_f = n^2 \langle \sigma v \rangle w \quad (1.12)$$

Per le reazioni precedentemente viste (1.2-1.5), la densità di potenza (in W/cm^3) rilasciata nei prodotti carichi delle reazioni può essere calcolata come:

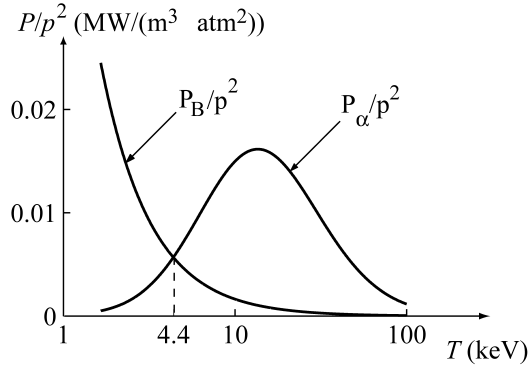


Figura 1.4: Andamento della potenza alle alfa e di quella persa per Bremsstrahlung al variare della temperatura. L'intersezione delle due curve definisce la temperatura di ignizione ideale (da [3]).

$$P_{DD} = 3.3 \cdot 10^{-13} n_D^2 \langle \sigma v \rangle_{DD} \quad (1.13)$$

$$P_{DT} = 5.6 \cdot 10^{-13} n_D n_T \langle \sigma v \rangle_{DT} \quad (1.14)$$

$$P_{DD} = 2.9 \cdot 10^{-12} n_D n_{3He} \langle \sigma v \rangle_{D^3He} \quad (1.15)$$

Per quanto riguarda le perdite di energia di un plasma, un limite inferiore è costituito dalla radiazione di Bremsstrahlung che viene persa dal plasma. Alle temperature caratteristiche di un plasma termonucleare infatti questa radiazione è costituita prevalentemente da raggi X che non vengono riassorbiti dal plasma in frazioni apprezzabili. Questa potenza emessa è proporzionale ad n^2 e a $T^{1/2}$:

$$P_B = a n^2 T^{1/2} \quad (1.16)$$

Considerando un plasma stazionario, che si suppone mantenga le condizioni di fusione senza l'ausilio di alcuna sorgente esterna, l'energia resa disponibile alle specie cariche prodotte e assorbita dal plasma stesso dovrà essere almeno in grado di bilanciare l'energia persa per la Bremsstrahlung. Considerando esclusivamente queste due forme energia, si definisce *temperatura di ignizione ideale* quella temperatura a cui deve essere portato il plasma affinché la potenza fornita alle alfa sia uguale alla potenza persa per Bremsstrahlung (4.4 keV per un plasma D-T, figura 1.4). Questo valore fornisce un limite inferiore alla temperatura a

cui operare per garantire produzione di energia; in un plasma reale le perdite presenti (confinamento imperfetto, impurezze nel plasma, e principalmente conduzione termica) portano questa temperatura a valori più elevati.

Le perdite di energia dovute alla conduzione termica e alla diffusione di particelle possono essere scritte come:

$$P_k = \frac{3nT}{\tau_E} \quad (1.17)$$

dove si è introdotto il parametro τ_E detto tempo confinamento dell'energia.

La condizione di *ignizione* viene raggiunta quando tutte le perdite di energia del plasma vengono compensate dall'energia ceduta dalle particelle alfa:

$$P_\alpha = P_B + P_k \quad (1.18)$$

Realizzare questa condizione rappresenta di fatto la possibilità di produrre energia senza la necessità di immettere ulteriore energia dall'esterno.

Esplicitando il bilancio di energia, risulta naturale introdurre la pressione del plasma $p(n, T)$ ed esprimere le condizioni a cui portare il plasma attraverso un vincolo sul valore del prodotto $p\tau_E$. Storicamente una descrizione di questo tipo venne introdotta da Lawson; la trattazione originale era riferita alla quantità $n\tau_E$ ($p\tau_E = 2nT\tau_E$), nota in letteratura come *parametro di Lawson* [4].

L'aver considerato le perdite per conduzione del plasma porta come già anticipato le temperature operative a valori sensibilmente più elevati rispetto alla temperatura di ignizione ideale. Considerando la reazione D-T, il minimo della curva ($p\tau_E - T$) è alla temperatura di 15 keV, a cui corrisponde un valore di $p\tau_E$ pari a 8.3 atm s [3]. Con semplici passaggi si possono ricavare le condizioni del plasma in termini di pressione (7.2 atm), densità ($1.5 \cdot 10^{23}$ atomi/cm³) e tempo di confinamento dell'energia (1.2 s).

1.3.2 Il fattore di guadagno Q

Nei reattori futuri di più larga taglia le sorgenti esterne di potenza giocheranno un ruolo determinante: il mantenimento della corrente toroidale in condizioni stazionarie, il controllo delle instabilità, la variazione di potenza o delle condizioni operative costituiscono tutti esempi

di situazioni in cui l'ausilio di sorgenti di potenza esterna è necessario.

Per determinare il bilancio energetico complessivo di un sistema a fusione si introduce di conseguenza come parametro di merito il fattore di guadagno Q , definito come il rapporto tra la potenza immessa nel plasma e la potenza estratta.

$$Q = \frac{\text{potenza termica netta prodotta}}{\text{potenza termica immessa nel plasma}} = \frac{P_{out} - P_{in}}{P_{in}} \quad (1.19)$$

L'introduzione di questo fattore adimensionale consente proprio di tenere in considerazione l'immissione di energia nel plasma, che sarà in ultima analisi una frazione della stessa energia prodotta dal plasma. Nel caso limite in cui non vi siano reazioni di fusione e che tutta l'energia immessa venga persa per Bremstrahlung e conduzione, si avrà che $P_{in} = P_{out}$, da cui $Q = 0$. Nel caso di completa ignizione del plasma, non è invece necessario l'apporto di energia esterna, da cui $P_{in} = 0$ e $Q = \infty$. Il regime di interesse in cui operano i sistemi a fusione è pertanto descritto da $0 < Q < \infty$.

È conveniente esprimere la potenza derivante dalle particelle cariche come una frazione dell'energia totale di riscaldamento:

$$f_{\alpha} = \frac{P_{\alpha}}{P_{\alpha} + P_h} \quad (1.20)$$

dove nel caso di $f_{\alpha} = 1$ ($P_h=0$) si ha la condizione di ignizione, con $f_{\alpha} < 1$ il plasma è in condizioni di sotto-ignizione mentre se $f_{\alpha} = 0$ il plasma è alimentato dal solo riscaldamento esterno.

Per ricavare delle espressioni per le quantità desiderate è sufficiente sostituire gli opportuni termini nella (1.19). Detta P_{in} la potenza in ingresso dall'esterno, la potenza in uscita sarà data dalla somma di tre differenti contributi: la radiazione di Bremstrahlung che sfugge dal plasma ma viene convertita in calore utile nella prima parete del sistema, la conduzione di calore dal plasma verso la prima parete e l'energia dei neutroni che si deposita nel blanket (figura 1.5). Si suppone che la radiazione alfa non sia in grado di fornire una quantità di calore sensibile all'ambiente esterno ma venga completamente assorbita dal plasma stesso. Tenendo presente che la potenza data ai neutroni, per la conservazione dell'energia e della quantità di moto, può essere scritta come $P_n = (E_n/E_{\alpha})P_{\alpha} = 4P_{\alpha}$ si ha:

$$Q = \frac{4P_{\alpha} + P_B + P_t - P_h}{P_h} \quad (1.21)$$

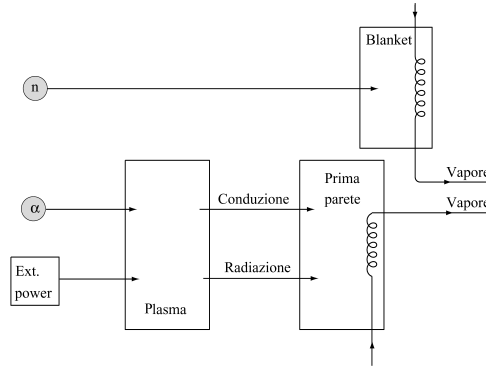


Figura 1.5: Rappresentazione schematica dei flussi di energia in un plasma termonucleare confinato [3].

Considerando lo stato stazionario, $P_\alpha + P_h = P_B + P_k$ da cui

$$Q = \frac{P_f}{P_h} \quad (1.22)$$

La relazione tra Q e $p\tau_E$ può a questo punto essere ricavata eliminando P_h e i vari contributi:

$$Q = 5 \frac{p\tau_E}{(p\tau_E)_I - p\tau_E} \quad (1.23)$$

dove $(p\tau)_I$ indica il valore richiesto per la condizione di ignizione a cui corrisponde $Q = \infty$.

Confrontando le equazioni (1.21) e (1.23) si ricava il legame tra la potenza delle alfa e il Q :

$$f_\alpha = \frac{Q}{Q + 5} \quad (1.24)$$

Questa relazione è molto interessante perchè lega il fattore di guadagno Q con la frazione f_α di energia fornita al plasma dalle sole particelle alfa. La condizione per cui la potenza delle particelle alfa eguaglia quella fornita dall'esterno corrisponde sia a $f_\alpha = \frac{1}{2}$ che a $Q = 5$ (in queste condizioni il plasma viene comunemente detto *burning plasma*). Si osserva inoltre che quando tutte le perdite di energia vengono compensate dalla sola energia ceduta dalle particelle alfa, $Q = \infty$, $f_\alpha = 1$. Ad oggi il Q maggiore sfruttando la reazione D-T è stato raggiunto al JET (*Joint European Torus*, la più grande macchina per la fusione magnetica ad oggi esistente, costruita in Gran Bretagna) ed è circa pari a 0,7. Il progetto internazionale ITER (*International Thermonuclear Experimental Reactor*), che rappresenta l'esperimento di

confinamento magnetico più avanzato attualmente in costruzione [5] ha come obiettivo un fattore di guadagno Q pari a 10 in regime pulsato e pari a 5 in regime stazionario.

1.3.3 Il fattore di guadagno ingegneristico Q_E

Accanto al citato fattore Q , che tiene essenzialmente conto della fisica alla base del sistema, è molto utile introdurre un ulteriore parametro, il fattore di guadagno ingegneristico Q_E , con lo scopo di costruire un bilancio che consenta di prevedere condizioni reali per ottenere un dato guadagno nella produzione di energia elettrica. Il grosso limite nella definizione di Q è il non distinguere tra le diverse forme di energia in gioco, ad esempio P_n è una densità di potenza termica, mentre il riscaldamento può essere ottenuto sfruttando l'accoppiamento risonante del plasma con radiazione elettromagnetica a differenti lunghezze d'onda. Per omogenizzare le quantità presenti nella definizione di Q , queste vengono trasformate in potenze elettriche mediante opportuni rendimenti di conversione. L'espressione del coefficiente Q_E diviene:

$$Q_E = \frac{\text{potenza elettrica netta in uscita}}{\text{potenza elettrica in ingresso}} = \frac{P_{out}^E - P_{in}^E}{P_{in}^E} \quad (1.25)$$

Si introduce innanzitutto l'efficienza di conversione dell'energia elettrica η_E in una forma adatta ad interagire con il plasma (ad es. microonde) e un'efficienza di assorbimento del plasma η_A (valori significativi per sistemi a confinamento magnetico sono $\eta_E=0.7$ e $\eta_A=0.7$). Con un grado di dettaglio superiore consideriamo anche l'energia estratta dalla reazione di breeding sul litio per produrre trizio (reazione 1.8) e l'assorbimento da parte della prima parete dell'energia di riscaldamento non assorbita dal plasma ($(1 - \eta_a)\eta_E P_{in}^E$). Assumendo che l'energia venga convertita con un ciclo ad efficienza $\eta_c = 0.4$, la potenza elettrica prodotta può esser scritta come:

$$P_{out}^E = \eta_c [(P_n + P_{Li} + P_B + P_k) + (1 - \eta_a)\eta_E P_{in}^E] \quad (1.26)$$

sostituendo la seguente espressione per $P_n + P_{Li}$

$$P_n + P_{Li} = [(E_n + E_{Li})/E_{alpha}] S_\alpha = 5.4S_\alpha \quad (1.27)$$

si ricava l'espressione desiderata per Q_E :

$$Q_E = \frac{\eta_c \eta_e \eta_a (5.4S_\alpha + P_B + P_k) - [1 - (1 - \eta_a)\eta_t \eta_e P_h]}{P_h} \quad (1.28)$$

Sostituendo e trascurando per semplicità il termine di Bremstrahlung, si ottiene

$$Q_E = \frac{(6.4\eta_c\eta_e\eta_a + 1 - \eta_c\eta_e)n\tau - (1 - \eta_c\eta_e)(n\tau)_I}{(n\tau)_I - n\tau} \approx 2.0 \frac{n\tau - 0.37(n\tau)_I}{(n\tau)_I - n\tau} \quad (1.29)$$

I due parametri Q e Q_E sono ovviamente legati fra loro, con semplici passaggi si ricava infatti che

$$Q = \frac{E_n + E_\alpha}{E_n + E_\alpha + E_{Li}} \frac{Q_E + 1 - \eta_c\eta_e}{\eta_c\eta_e\eta_a} = 4.0(Q_E + 0.72) \quad (1.30)$$

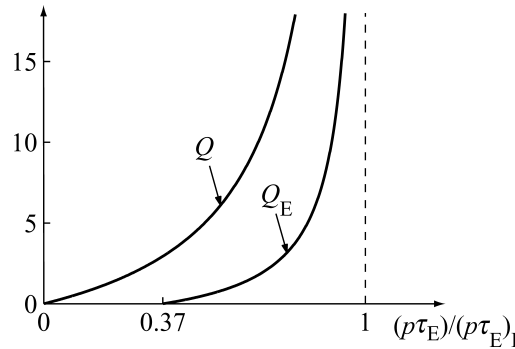


Figura 1.6: Andamento dei fattori di guadagno Q e Q_E in funzione del rapporto $(n\tau)/(n\tau)_I$

Dalla figura 1.6 si osserva che, come Q , Q_E tende ad ∞ per $n\tau \rightarrow (n\tau)_I$, mentre altrove vi è sempre una significativa differenza tra i valori assunti da Q e Q_E . Ad esempio in corrispondenza di un fattore di guadagno $Q=10$ (previsto ad esempio per ITER) si ha un fattore di guadagno ingegneristico Q_E pari a 1.8. L'ottenimento di un fattore $Q_E=10$ richiede il raggiungimento di un parametro di Lawson molto elevato, $n\tau/(n\tau)_I = 0.9$, cui corrisponde un Q circa a pari 43. Valori di questo genere si prevede però debbano essere dei valori effettivamente caratteristici di un reattori a fusione che riesca a produrre energia elettrica in maniera economicamente concorrenziale ad altri sistemi.

1.4 Il confinamento del plasma

Uno dei principali ostacoli con cui ci si è scontrati fin dall'inizio delle ricerche sulla fusione termonucleare controllata è rappresentato dal come creare e mantenere un plasma nelle condizioni necessarie per estrarre energia. Innanzitutto bisogna riuscire a fornire l'energia sufficiente

per portare il plasma alle temperature richieste ed occorre poi *confinare* il plasma in queste condizioni per un tempo sufficiente al raggiungimento del τ_E necessario, evitando che esso si espanda sotto l'azione della propria energia termica, dissipandola troppo rapidamente. Nelle stelle questo confinamento viene realizzato dalla forza associata all'enorme campo gravitazionale presente, ma in ambito terrestre una strada di questo tipo non è ovviamente percorribile e altri meccanismi di confinamento si rendono necessari. Il problema del confinamento è reso ancora più complesso dal fatto che il plasma è un mezzo nel quale possono svilupparsi numerose instabilità (idrodinamiche e cinetiche), a causa dell'interazione elettromagnetica tra le particelle costituenti, che possono portare alla sua distruzione ancor prima che le condizioni di fusione vengano raggiunte. Il confinamento del plasma non può essere ottenuto con pareti materiali a causa dell'elevata temperatura; non solo in caso di contatto forte con il plasma le superfici verrebbero irreparabilmente danneggiate, ma il plasma verrebbe rapidamente raffreddato da fenomeni di perdita di energia arrestando immediatamente il processo di fusione. Le ricerche sulla fusione, alla luce anche del vincolo imposto dal parametro di Lawson hanno portato all'identificazione di due differenti strategie di confinamento del plasma: il *confinamento inerziale* e il *confinamento magnetico*.

Nel caso del confinamento inerziale l'obiettivo è comprimere un plasma fino a densità molto elevate (dell'ordine di 10^{24} nuclei/cm³) in modo che il tempo di confinamento necessario sia dell'ordine del tempo caratteristico di espansione associato alla sola inerzia delle particelle (nanosecondi). In questo modo le reazioni di fusione cominciano ancor prima che il plasma si espanda. L'estremo di questo approccio è la bomba a fusione; nel caso di esperimenti di laboratorio il plasma viene creato focalizzando sul combustibile fasci laser ad alta potenza o impiegando fasci altamente energetici di particelle [6]. Proprio a causa della stretta connessione con le tecnologie militari, la ricerca sul confinamento inerziale è stata ed è tuttora in buona parte segreta.

Completamente differente è il caso del confinamento magnetico, che non ha implicazioni militari dirette. Il confinamento del plasma è ottenuto sfruttando l'interazione delle particelle cariche con opportuni campi magnetici. I tempi di confinamento dell'energia previsti sono maggiori di quelli per la strategia inerziale, almeno nell'ordine dei secondi, per cui in

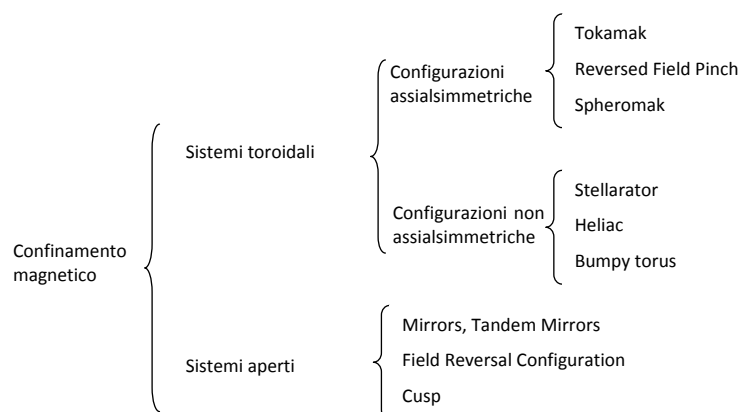


Figura 1.7: Possibili strategie di confinamento magnetico di un plasma termonucleare.

accordo con il criterio di Lawson il plasma può avere densità molto più basse, dell'ordine di 10^{14} nuclei/ cm^3 . Le possibili configurazioni di campi ammissibili per il confinamento sono numerose, ma riconducibili a due categorie fondamentali: sistemi chiusi a geometria toroidale e sistemi aperti. Le principali soluzioni costruttive sono schematizzate in figura 1.7.

Capitolo 2

Sistemi a confinamento magnetico

Il comportamento di un plasma può essere descritto con differenti modelli: magnetofluidodinamica, descrizione a più fluidi, descrizione cinetica. Questi approcci hanno un grado crescente di complessità che, se da una parte consente di predire e spiegare fenomeni fondamentali per la fisica del plasma, dall'altra rende la trattazione sempre più complessa e tale da richiedere generalmente l'impiego di opportuni codici numerici per simulare e studiare quantitativamente il comportamento dei plasmi.

Per studiare una vasta classe di problemi, come equilibrio e stabilità di un plasma termonucleare, il più semplice modello impiegabile è la magnetofluidodinamica, o MHD (*MagnetoHydroDynamics*). In questo caso il plasma viene descritto come un fluido conduttore interagente con i campi magnetici in cui è posto. Per modellizzarlo occorre quindi accoppiare le equazioni di Maxwell per i campi alle equazioni della fluidodinamica.

Dopo aver presentato le equazioni che reggono questo modello, verranno introdotti i concetti fondamentali legati all'analisi delle configurazioni di equilibrio di un plasma e descritto nel dettaglio le caratteristiche di un *tokamak*, il modello di reattore su cui si sono concentrati maggiormente gli sforzi per ottenere la fusione controllata.

2.1 Il modello MHD

La magnetofluidodinamica è un modello nel quale il plasma è trattato come un fluido quasi neutro e ad alta conducibilità. Affinchè una descrizione di questo tipo sia valida occorre che le scale spaziali e temporali dei fenomeni di interesse non siano né troppo piccole né troppo veloci da determinare un diverso comportamento delle varie specie che compongono il plasma a causa della loro diversa inerzia. In particolare la scala spaziale di interesse L è data dall'estensione lineare del plasma ($L \sim a$), mentre quella temporale τ dal tempo di transito degli ioni ($\tau \sim a/v_{MHD}$), dove v_{MHD} indica la velocità caratteristica dei fenomeni di trasporto fluido in presenza di campi magnetici, dell'ordine della velocità di Alfvén ($v_a = (B^2/\mu_0\rho)^{1/2}$). La definizione delle scale caratteristiche consente di confrontare fra di loro i vari termini nelle equazioni del modello a singolo fluido, e di fare delle importanti semplificazioni legate alla massa dell'elettrone, alla descrizione non relativistica del plasma e alla lunghezza di Debye ¹.

La prima semplificazione deriva dall'applicazione a fenomeni non relativistici: dal momento che $v_{MHD} \ll c$ di svariati ordini di grandezza, la corrente di spostamento di Maxwell può essere trascurata. In aggiunta le scale MHD soddisfano anche $a \gg \lambda_D$, per cui il termine di Poisson $\nabla \cdot \mathbf{E}$ può essere trascurato portando alla relazione di quasi neutralità del plasma ($n_e \approx n_i$ per un plasma di ioni ed elettroni). Queste semplificazioni riducono di fatto l'equazione di Maxwell dalla sua formulazione relativistica a una forma valida per basse frequenze. Formalmente il risultato deriva dal porre il limite $\epsilon_0 \rightarrow 0$, il che non equivale a porre $\nabla \cdot \mathbf{E} = 0$ ma semplicemente $\epsilon_0 \nabla \cdot \mathbf{E}/en \ll 1$.

La seconda fondamentale semplificazione risulta dal fatto che le scale di interesse per la MHD sono dell'ordine di τ , o, in maniera equivalente, riferendosi alle frequenze $\omega_{MHD} \sim 1/\tau \sim v_{MHD}/a$. Questa è una frequenza molto bassa se confrontata con le frequenze caratteristiche del sistema: $\omega_{MD} \ll \Omega_{ce} < \omega_{pe}$ (Ω_c e ω_p indicano la rispettivamente la frequenza di ciclotrone e la frequenza di plasma) per svariati ordini di grandezza. Ciò significa che l'inerzia elettronica

¹La lunghezza di Debye $\lambda_D = \left(\frac{\epsilon_0 k_B T}{n_0 e^2}\right)^{1/2}$ rappresenta la scala spaziale entro cui il plasma, seppur globalmente neutro, può manifestare localmente uno squilibrio di carica dovuto all'effetto combinato di campi elettromagnetici e dell'energia termica. A seconda delle caratteristiche del plasma può assumere valori variabili su diversi ordini di grandezza (dal nanometro al metro).

può essere trascurata in quanto la risposta degli elettroni è sostanzialmente istantanea rispetto al comportamento degli ioni. Formalmente si può porre il limite $m_e \rightarrow 0$.

Da ultimo si considera il plasma caratterizzato da un elevato numero di collisioni, così da poterlo ritenere un mezzo isotropo e trattare la pressione come una quantità scalare.

In conclusione il regime di validità del modello MHD è riassumibile nelle seguenti relazioni:

$$\begin{aligned}
 L_{MHD} &\gg \rho_{l,i} \gg \rho_{l,e} \sim \lambda_D \\
 \omega_{MHD} &\ll \Omega_{c,i} \ll \Omega_{c,e} < \omega_{pe} \\
 v_{MHD} &\sim v_a \ll c \\
 n_e &\approx n_i \\
 p &\text{ isotropa}
 \end{aligned} \tag{2.1}$$

Con le ipotesi fatte le equazioni che governano la magnetofluidodinamica possono essere ricavate partendo ad esempio dalle equazioni per l' α -esima specie nella descrizione a più fluidi [7],[8]. Le variabili del modello sono: la densità in massa ρ , la velocità macroscopica \mathbf{v} e la pressione p , a cui si aggiunge la densità di corrente \mathbf{J} che nell'MHD diventa un'incognita ulteriore.

L'accoppiamento con le equazioni di Maxwell consente di ricavare un sistema chiuso di equazioni che definiscono completamente il modello MHD:

$$\begin{aligned}
 \frac{d\rho}{dt} + \rho \nabla \cdot \mathbf{u} &= 0 \\
 \rho \frac{d\mathbf{v}}{dt} &= \mathbf{J} \times \mathbf{B} - \nabla p \\
 \mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B} &= 0 \quad (\text{MHD ideale}) \\
 \mathbf{E} + \mathbf{v} \times \mathbf{B} &= \eta \mathbf{J} \quad (\text{MHD resistiva}) \\
 \frac{d}{dt} \frac{p}{\rho^\gamma} &= 0 \\
 \nabla \times \mathbf{E} &= -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} \\
 \nabla \times \mathbf{B} &= \mu_0 \mathbf{J} \\
 \nabla \cdot \mathbf{B} &= 0
 \end{aligned} \tag{2.2}$$

La terza e la quarta delle (2.2) corrispondono due differenti descrizioni del plasma, la *MHD ideale* e la *MHD resistiva*, a seconda che si trascuri o meno la resistività del plasma. Nel seguito ci si riferirà esclusivamente al modello ideale.

2.2 Equilibrio

2.2.1 Caratteristiche generali

Una fondamentale applicazione del modello MHD è la ricerca di configurazioni di equilibrio per un plasma termonucleare. Questo studio ha lo scopo di capire quali sono le configurazioni stazionarie di equilibrio accettabili del plasma e quali i campi esterni affinché il plasma resti confinato. Per tutte queste configurazioni è poi necessario studiarne la stabilità [7].

Un plasma all'equilibrio è un plasma le cui grandezze caratteristiche non dipendono dal tempo ($\partial/\partial t = 0$) e statico ($\mathbf{v} = 0$). Si possono identificare delle soluzioni di equilibrio anche per plasmi non statici, ma queste sono di minor interesse per i plasmi termonucleari.

Consideriamo il modello MHD non resistivo; imposte le condizioni per l'equilibrio nelle (2.2), si ottiene

$$\begin{aligned}\mathbf{J} \times \mathbf{B} &= \nabla p \\ \nabla \times \mathbf{B} &= \mu_0 \mathbf{J} \\ \nabla \cdot \mathbf{B} &= 0\end{aligned}\tag{2.3}$$

in quanto le relazioni di conservazione di massa ed energia sono banalmente soddisfatte, la legge di Ohm implica che $\mathbf{E}=0$ per cui anche la legge di Faraday risulta automaticamente soddisfatta.

Prima di descrivere le possibili configurazioni di equilibrio derivanti dalla (2.3) si possono ricavare alcune proprietà generali dei plasmi all'equilibrio:

- **superfici di flusso:** considerando la prima delle (2.3) si ricava immediatamente che

$$\mathbf{B} \cdot \nabla p = 0\tag{2.4}$$

per cui le superfici a pressione costante (perpendicolari a ∇p) sono superfici in cui giacciono le linee di forza del campo magnetico \mathbf{B} , che pertanto non avrà componenti

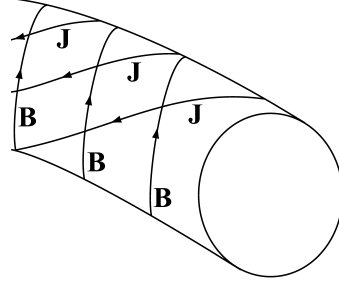


Figura 2.1: Comportamento generale del campo \mathbf{B} e della densità di corrente \mathbf{J} lungo una superficie di flusso, da [3].

perpendicolari a queste superfici. Per questo motivo le superfici isobariche vengono anche definite superfici di flusso.

- **superfici di corrente:** sempre considerando la prima delle (2.3) e moltiplicando scalarmente per \mathbf{J} si ha

$$\mathbf{J} \cdot \nabla p = 0 \quad (2.5)$$

per cui le superfici a pressione costante sono anche superfici su cui giacciono le linee di corrente. La corrente scorrerà lungo le superfici di flusso e non attraverso esse. Il fatto che le superfici isobariche siano superfici in cui giacciono tanto le linee di campo quanto le linee di corrente, non implica comunque che queste siano parallele fra loro; sono fisicamente ammissibili tutte orientazioni reciproche tra \mathbf{J} e \mathbf{B} (figura 2.1).

- **teorema del viriale:** l'equazione di equilibrio può essere riscritta introducendo il tensore degli sforzi magnetici:

$$\int_V \left(3p + \frac{B^2}{2\mu_0} \right) dV = \int_S \left(\left(p + \frac{B^2}{2\mu_0} \right) (\mathbf{r} \cdot \mathbf{n}) - \frac{(\mathbf{B} \cdot \mathbf{r})(\mathbf{B} \cdot \mathbf{n})}{\mu_0} \right) dS \quad (2.6)$$

Questa relazione conduce al teorema del viriale [9]: in qualsiasi equilibrio MHD devono essere presenti delle correnti esterne, non si può garantire l'equilibrio del plasma con i soli campi interni al plasma. Se infatti un plasma è posto in una regione in cui vi è il vuoto ($p = 0$ al di fuori del plasma), il campo magnetico \mathbf{B} decresce con la posizione almeno come $1/r^3$, per cui l'integrale di superficie a destra dell'uguale della (2.6) tende

a zero per $r \rightarrow \infty$. Ciò è in contrasto con l'integrale di volume che invece resta finito. Nel caso in cui invece il plasma sia circondato da conduttori la (2.6) non è violata poiché l'integrale su S deve essere valutato sulla superficie dei conduttori stessi.

Studiare il confinamento di un plasma non significa solamente identificare la geometria e la configurazione dei campi tali da garantire l'equilibrio del plasma, ma anche capire quali siano i vantaggi e gli svantaggi associati ad ogni soluzione. Si devono poter confrontare scelte differenti, con particolare attenzione al problema della stabilità [7].

Un primo aspetto significativo riguarda l'efficacia di confinamento: l'equilibrio è definito sostanzialmente dall'effetto contrastante della pressione del plasma e della pressione magnetica $B^2/2\mu_0$, per cui si adotta come misura della bontà del confinamento il fattore

$$\beta = \frac{p}{B^2/2\mu_0} = \frac{2\mu_0 \langle p \rangle}{\langle B_\theta^2 + B_\phi^2 \rangle} \quad (2.7)$$

dove la seconda definizione è relativa a geometrie toroidali in cui B_ϕ è il campo toroidale e B_θ quello poloidale. Le operazioni di media sul volume presenti vengono normalmente ridotte a quantità sperimentalmente più facilmente misurabili. β può assumere valori compresi tra 0 (assenza di confinamento) ed 1 (oltre questo valore la pressione magnetica è incapace di bilanciare la pressione termica del plasma non confinandolo). Una elevata efficacia di confinamento coincide con valori più elevati possibile per β ma è difficile da ottenere a causa delle instabilità del plasma.

Considerando un sistema toroidale, la combinazione dei campi magnetici rende necessario introdurre il concetto di trasformata rotazionale per comprendere l'equilibrio. In queste geometrie la combinazione dei campi fa sì che le linee di forza siano avvolte attorno al plasma stesso; considerando il moto di una particella del plasma, questa subirà uno spostamento in direzione poloidale $\Delta\theta$ ad ogni giro toroidale (figura 2.2). La trasformata rotazionale viene definita come valor medio di questo spostamento per un numero elevato di giri:

$$\iota = \langle \Delta\theta \rangle \quad (2.8)$$

Normalmente in luogo di ι si utilizza il fattore di sicurezza q definito come:

$$q = \frac{\iota}{2\pi} = \frac{1}{2\pi} \oint \frac{B_\phi}{RB_\theta} dl \quad (2.9)$$

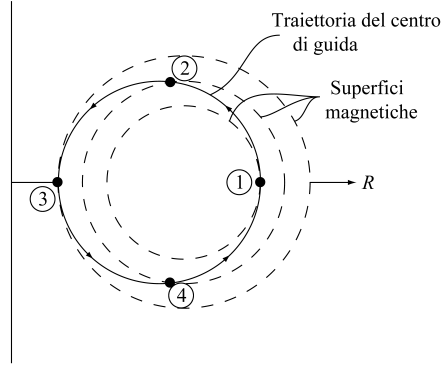


Figura 2.2: Effetto della trasformata rotazionale sul moto delle particelle del plasma: ad ogni giro toroidale la particella si sposta anche in direzione poloidale (da 1 a 4), annullando in questo caso l'effetto della deriva ∇B .

Schematizzando il toro come un cilindro di lunghezza $L = 2\pi R_0$, il valore di q in corrispondenza del contorno del plasma è una misura della corrente toroidale circolante,

$$q(a) = \frac{aB_Z(a)}{R_0 B_\theta(a)} = \frac{2\pi a^2 B_Z(a)}{R_0 I_z} \quad (2.10)$$

ed entra in gioco direttamente per valutare la stabilità [10].

2.2.2 Equilibri 1-D

Sebbene la quasi totalità delle configurazioni di equilibrio studiate siano configurazioni toroidali, risulta conveniente studiare dapprima sistemi 1-D (in direzione assiale si suppone il plasma abbia estensione infinita). Queste geometrie monodimensionali sono molto interessanti in quanto permettono di mettere in evidenza come il diverso accoppiamento di campi e correnti abbia una grossa influenza sull'equilibrio e sulla stabilità del sistema, e consentono di capire i motivi che stanno alla base delle scelte dei campi per un sistema toroidale reale.

Consideriamo dapprima una colonna di plasma immersa in un campo esterno assiale (che costituirebbe il campo toroidale nella corrispondente una geometria chiusa) $\mathbf{B} = B_z(r)\mathbf{e}_z$; questo induce una corrente 'poloidale' nel plasma $\mathbf{J} = J_\theta r \mathbf{e}_\theta$ orientata in modo opposto al campo esterno (la direzione della densità di corrente fa sì che questa configurazione sia nota come θ -pinch, figura 2.3(a)). L'incognita del problema è stabilire l'andamento della pressione

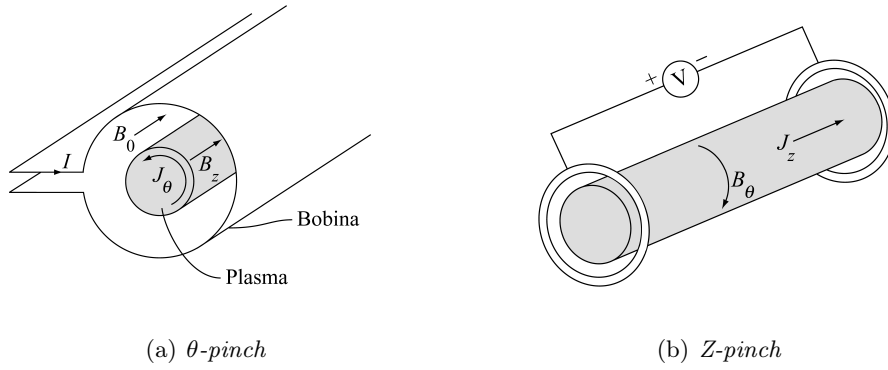


Figura 2.3: Le più semplici modalità di confinamento 1-D da [7].

del plasma $p(r)$.

In virtù della simmetria del sistema la condizione $\nabla \cdot \mathbf{B} = 0$ è identicamente soddisfatta; sostituendo la legge di Ampere nell'equazione del momento si ricava:

$$\frac{d}{dr} \left(p + \frac{B_z^2}{2\mu_0} \right) = 0 \quad (2.11)$$

che può essere facilmente integrata

$$p(r) + \frac{B_z^2(r)}{2\mu_0} = \frac{B_0^2}{2\mu_0} \quad (2.12)$$

dove $B_0^2/2\mu_0$ è la pressione magnetica applicata esternamente. La (2.12) rappresenta la relazione fondamentale per l'equilibrio di un θ -pinch: la pressione magnetica contrasta l'azione espansiva della pressione del plasma. Per quanto riguarda i parametri di merito, si tratta di una situazione estrema, in quanto non è presente una corrente in direzione Z , il che porta i parametri β , ι e q ad assumere valori limite: $q = \infty$ (le linee di campo sono longitudinali e parallele fra di loro per cui $\iota=0$) indica un comportamento favorevole contro le instabilità indotte da corrente, comunque inutile data l'assenza di correnti longitudinali.

La situazione duale è rappresentata dallo Z -pinch: una corrente scorre lungo la colonna di plasma producendo un campo puramente 'poloidale' (figura 2.3(b)). Anche in questo caso $\nabla \cdot \mathbf{B} = 0$ per simmetria, e, procedendo come per il θ -pinch, si ottiene

$$\frac{d}{dr} \left(p + \frac{B_\theta^2}{2\mu_0} \right) + \frac{B_\theta^2}{2\mu_0} = 0 \quad (2.13)$$

I tre termini nell'ordine rappresentano la pressione del plasma, la pressione magnetica e la tensione magnetica associata alla curvatura delle linee di campo. In questo caso occorre conoscere il profilo di corrente per potere integrare la (2.13); profili tipici sono i profili di Bennet (Bennet, 1934). Osservando la figura 2.4 si notano le differenti forze di confinamento agenti

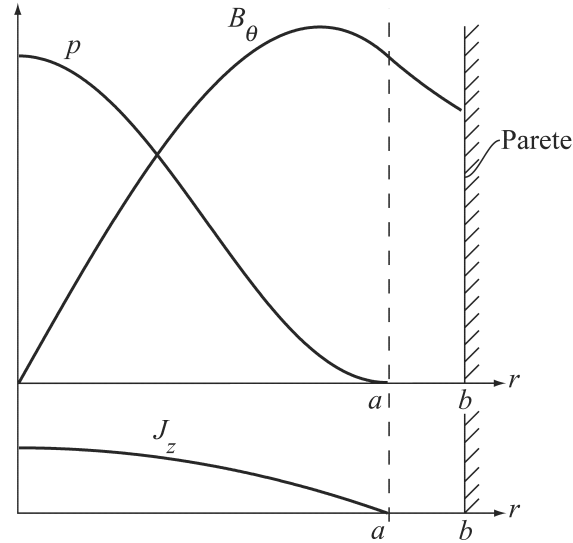


Figura 2.4: Profili caratteristici per un *Z-pinch*

sul plasma: mentre nella parte interna sia la pressione che la tensione magnetica hanno un'azione di confinamento, nella parte periferica del plasma solamente la tensione magnetica ha un'azione confinante.

2.2.3 Sistemi toroidali

Il limite intrinseco di tutte le configurazioni monodimensionali sono le perdite alle estremità. Per ovviare a questo inconveniente la soluzione più semplice consiste nel chiudere la colonna di plasma su se stessa, eliminando completamente il problema. Il θ -pinch e lo Z-pinch non sono però adatti a questo scopo: un θ -pinch chiuso su se stesso non garantisce l'equilibrio a causa dell'instaurarsi dei moti di deriva[11], mentre lo Z pinch pur consentendo invece

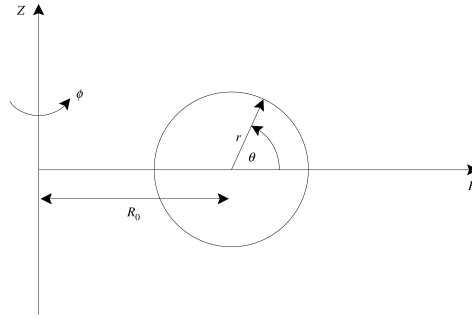


Figura 2.5: Sezione poloidale di un sistema toroidale, sono evidenziati il raggio maggiore del toro, R , ed il raggio minore r .

l'equilibrio, ha una stabilità di fatto nulla [7].

La geometria tipica di un sistema toroidale è rappresentata in figura 2.5. Ragionando sull'equilibrio, oltre al bilancio in direzione radiale lungo il raggio minore del toro r , comune ai sistemi 1-D, nasce la necessità di garantire l'equilibrio anche lungo la direzione del raggio maggiore del toro R . Qui le forze agenti sono:

1. la *hoop force*
2. la *tyre tube force*
3. la forza $1/R$

L'origine della prima di queste tre forze è evidente se si considera la generica sezione poloidale e la si divide in due parti con un piano verticale passante per il centro R_0 (con il pedice 1 si indicano le quantità riferite alla metà interna, 2 quelle riferite alla metà esterna); la superfici di contorno che si generano hanno aree S_1 ed S_2 , con $S_1 < S_2$, mentre il campo \mathbf{B} , a causa della curvatura finita del toro, sarà $\mathbf{B}_2 < \mathbf{B}_1$. La forza netta agente sul plasma

$$\mathbf{F} = \mathbf{e}_R (B_1^2 S_1 - B_2^2 S_2) / 2\mu_0 \quad (2.14)$$

è dominata dalla dipendenza quadratica dal campo magnetico, e il risultato è quindi una forza agente in direzione esterna.

La *tyre tube force* deriva dall'azione della pressione del plasma: la forza di espansione del plasma sarà

$$\mathbf{F} = \mathbf{e}_R p(S_2 - S_1) \quad (2.15)$$

e anche in questo caso, dato che $S_2 > S_1$ il risultato è una forza che tende ad espandere verso l'esterno l'anello di plasma.

L'ultimo contributo, la forza $1/R$, deriva dalla dipendenza da R del campo toroidale. Considerando una situazione semplificata, supponiamo che il plasma sia circondato da una bobina in cui scorra una corrente I_c , mentre la corrente di plasma I_p supponiamo sia una corrente superficiale. Dalla legge di Ampere, integrando su un qualsiasi percorso chiuso compreso tra il plasma e la bobina si ha :

$$\oint \mathbf{B} \cdot d\mathbf{l} = \mu_0 I_c = 2\pi R B_{\Phi e} \quad (2.16)$$

all'interno del plasma la relazione vale ancora, tenendo presente che il diamagnetismo del plasma fa sì che la corrente I_p produca un campo che si oppone a quello esterno.

$$B_{\Phi i} = \frac{\mu_0(I_c - I_p)}{2\pi R}$$

Scrivendo l'equilibrio delle forze sulle due sezioni del plasma si ha in questo caso:

$$\begin{aligned} \mathbf{F}_1 &= \mathbf{e}_R (\mathbf{B}_{\Phi i}^2(R_1) - \mathbf{B}_{\Phi e}^2(R_1)) S_1 / 2\mu_0 \\ \mathbf{F}_2 &= -\mathbf{e}_R (\mathbf{B}_{\Phi i}^2(R_2) - \mathbf{B}_{\Phi e}^2(R_2)) S_2 / 2\mu_0 \end{aligned} \quad (2.17)$$

La dipendenza delle forze dal quadrato dei campi e l'andamento stesso del campo decrescente con R fa sì che il risultato netto sia una forza ancora una volta in direzione esterna. Il risultato ottenuto è dovuto al diamagnetismo del plasma; un comportamento paramagnetico avrebbe portato al risultato opposto.

In conclusione, lavorare con strutture chiuse toroidali fa sì che il plasma subisca due tipi di forze, una espansiva lungo il raggio minore del plasma r dovuta al gradiente di temperatura, e una lungo R , dovuta alla toroidicità del sistema, che tende ad allargare il toro. Chiaramente una situazione di questo tipo non è accettabile per confinamento: occorre imporre una forza esterna con direzione opposta e stabilizzare il sistema altrimenti il plasma toccherebbe la parete autodistruggendosi. Questo risultato può essere ottenuto sovrapponendo un ulteriore campo

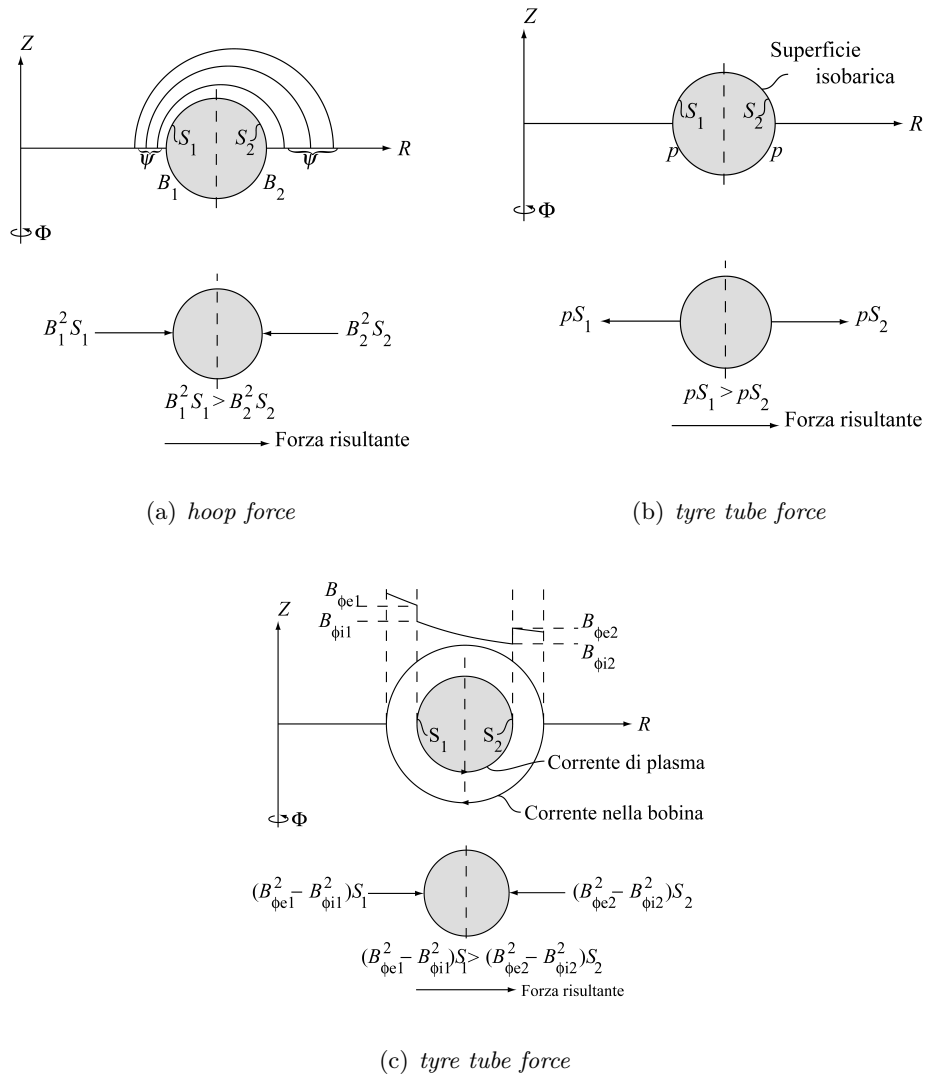


Figura 2.6: Le forze che agiscono lungo il raggio maggiore del toro e tendono a rompere l'equilibrio. Da [3].

magnetico verticale. Un campo diretto lungo l'asse del toro andrebbe infatti a sommarsi al campo poloidale all'esterno del plasma e a sottrarsi nella regione interna. Modulando opportunamente il valore di questo campo è possibile soddisfare l'equilibrio.

Si potrebbe pensare di ottenere lo stesso effetto anche utilizzando per la camera a vuoto materiali conduttori perfetti, in modo che si generi un effetto compressivo sulle linee del campo magnetico nella regione esterna del toro (il che equivale ad avere un campo esterno maggiore

di quello all'interno). Una soluzione di questo tipo è difficilmente applicabile, dal momento che richiederebbe di impiegare per confinare il plasma materiali superconduttori che, qualora disponibili per operare nelle condizioni estreme di un reattore a fusione, non permetterebbero tuttavia l'impiego di un campo verticale per una regolazione fine della posizione del plasma.

Nel caso di sistemi toroidali assialsimmetrici, come i tokamak, è possibile formulare l'equazione di *Grad-Shafranov*, la cui soluzione fornisce tutti gli elementi necessari per caratterizzare completamente le configurazioni di equilibrio della MHD ideale. Questa equazione è scritta per la variabile ψ che rappresenta il flusso associato al campo poloidale:

$$\Delta^* \psi = -\mu_0 R^2 \frac{dp}{d\psi} - F \frac{dF}{d\psi} \quad (2.18)$$

$$\psi = \int \mathbf{B}_\theta \cdot d\mathbf{A}$$

dove $p(\psi)$ e $F(\psi)$ sono due funzioni libere che descrivono il particolare plasma in esame, mentre

$$\mathbf{B} = \frac{1}{R} \nabla \psi \times \mathbf{e}_\phi + \frac{F}{R} \mathbf{e}_\phi \quad (2.19)$$

$$\mu_0 \mathbf{J} = \frac{1}{R} \frac{dF}{d\psi} \times \mathbf{e}_\phi - \frac{1}{R} \Delta^* \psi \mathbf{e}_\phi \quad (2.20)$$

e Δ^* è un operatore ellittico definito come

$$\Delta^* \equiv R^2 \nabla \cdot \left(\frac{1}{R^2} \nabla \right) = R \frac{\partial}{\partial R} \left(\frac{1}{R} \frac{\partial}{\partial R} \right) + \frac{\partial^2}{\partial Z^2} \quad (2.21)$$

La condizione al contorno che deve essere soddisfatta è $\psi = \text{const}$ sul contorno del plasma. La scelta della forma delle due funzioni libere e delle condizioni al contorno distingue i diversi equilibri.

Una prima via per risolvere la (2.18) è lo sviluppo asintotico: definendo gli ordini relativi delle quantità in gioco è possibile sviluppare conseguentemente i campi e le incognite. A seconda di quali termini vengono mantenuti si avranno chiaramente diverse modalità di confinamento [3].

La soluzione esatta è ottenibile per via numerica; è conveniente adimensionalizzare l'equazione di Grad-Shafranov introducendo dei parametri che racchiudano sinteticamente le

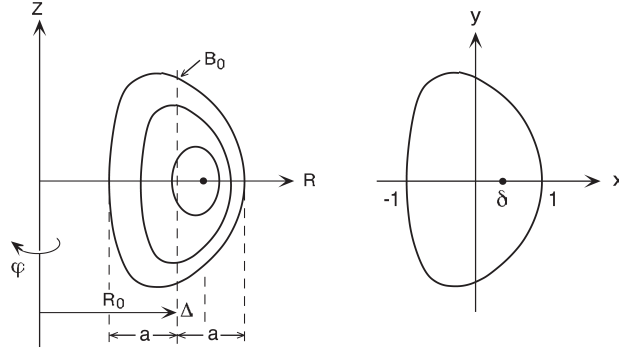


Figura 2.7: Adimensionalizzazione della geometria del plasma.

principali caratteristiche del confinamento in esame:

$$\text{inverso del fattore d'aspetto} \quad \epsilon = \frac{a}{R_0}$$

$$\text{triangolarità} \quad \tau = \Delta/a$$

$$\text{elongazione} \quad \sigma = b/a$$

$$\text{coordinate adimensionali} \quad x = \frac{R - R_0}{a} \quad y = \frac{Z}{a} \quad (2.22)$$

$$\text{flusso poloidale adimensionale} \quad \Psi = \frac{\psi_0}{a^2 B_0}$$

$$\text{inverso del flusso poloidale} \quad \alpha = \frac{a^2 B_0}{\psi_1} = \frac{1}{\Psi_1} \sim q$$

$$\text{coordinata normalizzata per il flusso} \quad \Psi/\Psi_1 \rightarrow \psi \quad (0 \leq \psi \leq 1)$$

Introducendo queste quantità la (2.18) può essere riscritta come

$$\psi_{xx} + \psi_{yy} - \frac{\epsilon}{1 + \epsilon x} \psi_x = A\Gamma(\psi) + Bx(1 + \frac{1}{2}\epsilon x)\Pi(\psi) \quad (2.23)$$

con condizioni al contorno

$$\psi = 1 \quad \text{sul contorno del plasma}$$

$$\psi = \psi_x = \psi_y = 0 \quad \text{in corrispondenza dell'asse magnetico (x=\delta)}$$

La due funzioni $\Gamma(\psi)$ e $\Pi(\psi)$ contengono l'arbitrarietà del confinamento. Scritta in questa forma l'equazione può essere risolta indipendentemente dal valore di α che rappresenta quindi il parametro necessario per passare dai risultati adimensionali alla soluzione reale dell'equazione.

Particolari forme per i termini $\Gamma(\psi)$ e $\Pi(\psi)$ consentono di ricavare delle soluzioni analitiche. Il caso più semplice sono gli equilibri di Soloviev [12], adottando dei termini lineari nel flusso (figura 2.8), ma possono essere impiegati anche termini di ordine superiore [13],[14].

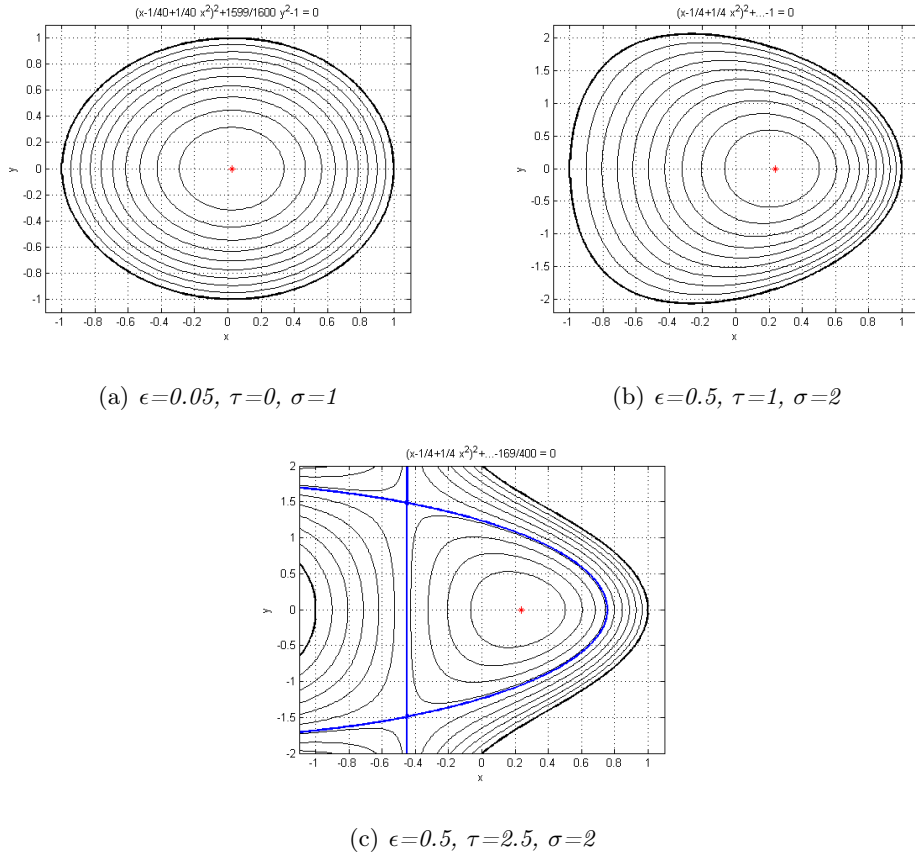


Figura 2.8: Contorno delle superfici di flusso fornite dagli equilibri di Soloviev. In nero è rappresentato contorno del plasma, in rosso la posizione dell'asse magnetico δ , mentre in blu le eventuali separatrici .

2.3 Il plasma periferico

Il plasma termonucleare è come noto confinato all'interno di superfici magnetiche chiuse, la cui forma è determinata principalmente dalla combinazione dei campi magnetici impiegati per il confinamento. L'ultima di queste superfici prende il nome di *Last Closed Flux Surface*,

o LCFS, ed assume un ruolo fondamentale anche per lo studio dei fenomeni di interazione tra il plasma e i materiali impiegati per il confinamento. La LCFS permette di distinguere due regioni all'interno del plasma, il core caldo dove avvengono le reazioni di fusione, ed il plasma periferico, più freddo e meno denso. Una descrizione completa del sistema e una modellizzazione del comportamento del plasma periferico va necessariamente oltre lo scopo di questa tesi e pertanto se ne presenteranno solamente gli aspetti basilari. Una trattazione organica può essere trovata su [15].

La forma e la posizione della LCFS possono essere controllate anche adottando accorgimenti specifici durante il design della camera in cui è contenuto il plasma, impiegando limiters e divertori. Questi oltre che influire sulle prestazioni globali del confinamento, permettono di tenere sotto controllo i problemi derivanti dall'interazione del plasma con i materiali impiegati.

Il limiter rappresenta la modalità più semplice ed intuitiva per proteggere la camera a vuoto dall'interazione con il plasma: un anello di materiale inserito a diretto contatto con il plasma. In questo modo l'interazione è concentrata su un ben preciso elemento, progettato per questo scopo e che può essere cambiato quando necessario. Si può avere il cosiddetto *limiter*

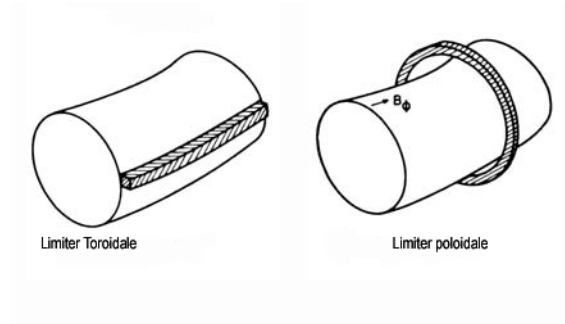


Figura 2.9: Esempi di geometrie toroidali con limiter, [15].

poloidale costituito da una guarnizione anulare che avvolge il plasma proteggendo la parete interna della camera, oppure il *limiter toroidale* costituito da un anello toroidale che da metà altezza della parete si sporge verso l'interno della camera; una rappresentazione schematica è visibile in figura 2.9.

Per limitare ulteriormente i problemi di prima parete e migliorare le prestazioni ottenibili con i limiters, è stato introdotto un sistema denominato *divertore*, capace anche di rimuovere le

impurezze e controllare la produzione di elio causato dalle reazioni D-T. Il divertore (figura

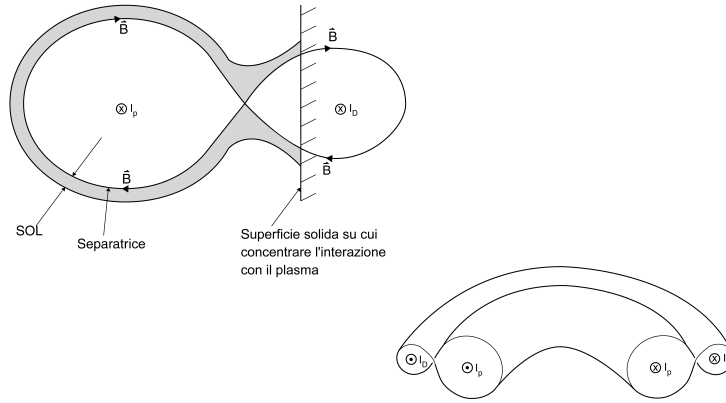


Figura 2.10: Rappresentazione schematica di un divertore. I_P indica la corrente di plasma mentre I_D l'ulteriore corrente necessaria per configurare opportunamente il campo.

2.10) si basa sulla creazione, usualmente nella parte inferiore occupata dal plasma (anche se è possibile come per i limiters impiegare geometrie differenti) di una regione dove le linee di forza del campo magnetico sono dirette su una parte ben precisa della prima parete, le cosiddette piastre del divertore. La parte periferica del plasma, contenente le particelle meno energetiche e la frazione maggiore delle impurezze, viene così separata dal core e guidata verso le piastre dove si possono introdurre sistemi di estrazione.

La configurazione di campo necessaria può essere realizzata impiegando delle bobine esterne, per cui il sistema è assimilabile a due fili percorsi da corrente circolante nello stesso verso.

Il punto in cui il campo poloidale è nullo viene detto *X-point*, mentre la regione sottostante e all'interno della separatrice (presente a causa del trasporto trasversale nel plasma periferico) viene detta *private plasma* (si veda la figura 2.11). La superficie magnetica passante per X, che costituisce la LCFS, è detta separatrice in quanto separa il plasma caldo da quello periferico.

Tanto considerando la presenza di divertore quanto di limiters, la regione del plasma oltre la LCFS viene definita *scrape-off layer* (SOL) (figura 2.12).

Per stimare alcune caratteristiche fondamentali del SOL, si osserva innanzitutto che la velocità delle particelle in direzione perpendicolare al campo magnetico toroidale può essere

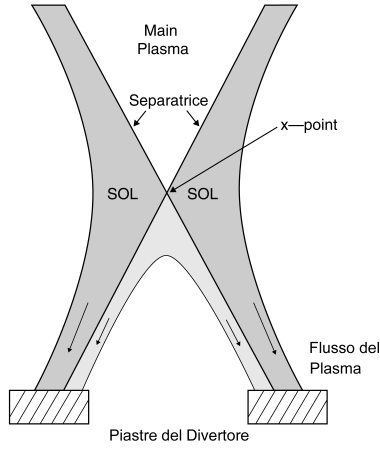


Figura 2.11: La regione di plasma in corrispondenza del divertore [15].

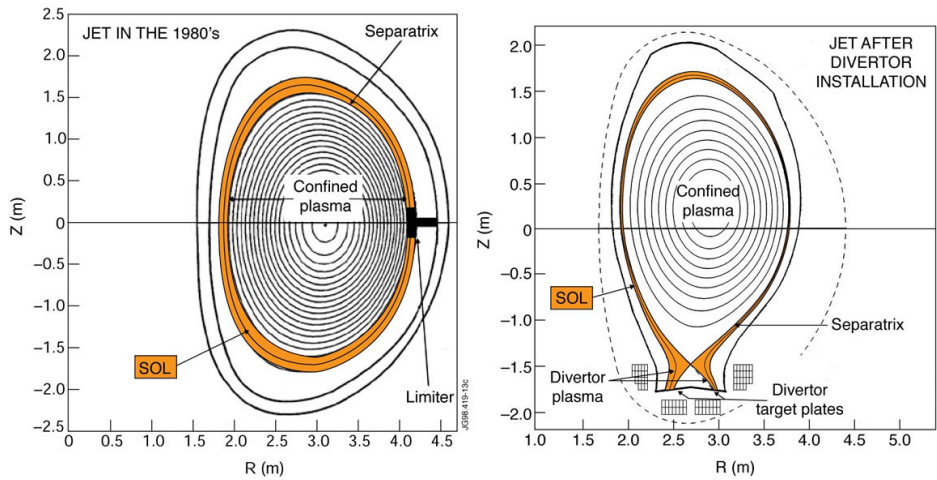


Figura 2.12: SOL e LCFS in una sezione poloidale con limiter poloidale e divertore. La geometria è riferita a JET.

stimata assumendo un modello diffusivo per il moto delle particelle [15]:

$$v_{\perp} \simeq \frac{D_{\perp}}{l_{\perp}}, \quad (2.24)$$

dove D_{\perp} è il coefficiente di diffusione in direzione perpendicolare al campo magnetico e l_{\perp} è la scala caratteristica dell'andamento radiale della densità del plasma. Questa relazione si ricava molto facilmente considerando la legge della diffusione di Fick $\Gamma = -D_{\perp} dn/dx$, introducendo la lunghezza caratteristica l_{\perp} per approssimare la derivata e scrivendo il flusso Γ come il

prodotto di densità e velocità (nv_{\perp}). La stima del valore di D_{\perp} , che assume valori anomali rispetto ai valori tipici della diffusione microscopica, viene fatta empiricamente; si ottengono valori intorno a $1 \text{ m}^2/\text{s}$. l_{\perp} può essere stimato nell'ordine del raggio minore per geometrie toroidali, facendo l'ipotesi che la ri-ionizzazione avvenga in corrispondenza del centro. Più facilmente si considera il libero cammino medio di ionizzazione dei neutri. Questo porta ad avere $v_{\perp} \simeq 1 \text{ m/s}$, mentre per la velocità delle particelle parallela al campo v_{\parallel} si può considerare la *velocità ionico-acustica* del plasma c_s , superiore a v_{\perp} di diversi ordini di grandezza ($c_s = \left(\frac{k_B(T_e+T_i)}{m_e+m_i}\right)^{1/2}$). Questa grande differenza tra le due velocità rende lo scrape-off layer molto sottile in senso radiale rispetto alla sua estensione toroidale. Per stimare lo spessore dello SOL occorre determinarne il tempo caratteristico, cioè quel tempo per cui una particella del plasma si muove all'interno di questa regione. Considerando una schematizzazione monodimensionale,

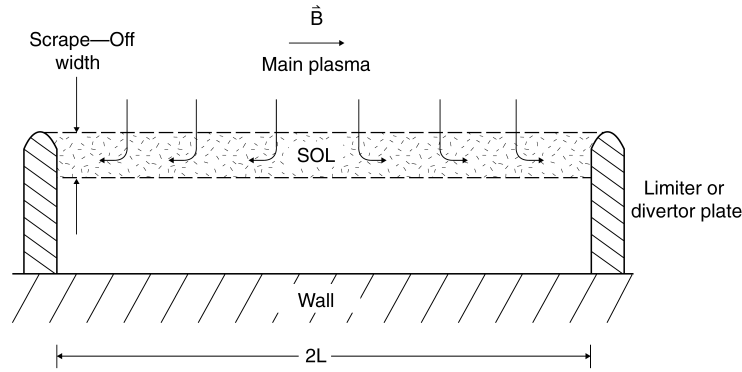


Figura 2.13: Schematizzazione 1-D per lo SOL[15].

figura 2.13, la lunghezza percorsa da una particella in direzione parallela al campo B prima di incontrare una superficie solida è $L \sim \pi Rq$, per cui il tempo caratteristico τ_{SOL} sarà $\tau_{SOL} = L/c_s$. Si può quindi stimare lo spessore dello SOL, inteso come lunghezza caratteristica della densità radiale del plasma.

$$\begin{aligned}
 \lambda_{SOL} &\sim v_{\perp} \tau_{SOL} \sim (D_{\perp}/\lambda_{SOL}) \tau_{SOL} \\
 \lambda_{SOL} &= (D_{\perp}/\lambda_{SOL})^{1/2}
 \end{aligned} \tag{2.25}$$

Valori tipici per un tokamak sono $D_{\perp} = 1 \text{ m}^2/\text{s}$, $L = 50 \text{ m}$, $T_{SOL} = 25 \text{ eV}$, da cui λ_{SOL} è nell'ordine di qualche centimetro, nettamente più piccola sia rispetto ad L che rispetto alle dimensioni

della macchina. Il tempo di confinamento τ_{SOL} è molto piccolo, $1\mu s$, se confrontato con i tempi di confinamento dell'energia (nell'ordine dei secondi, sez.1.3.1).

Limiters e divertore hanno vantaggi e svantaggi. La scelta tra queste due strategie non è né banale né univoca, proprio a causa dei molteplici fenomeni che interessano il plasma periferico. In generale si può dire che un limiter deve per definizione essere posto a contatto con il plasma caldo, il che implica che una frazione significativa dei CXA riemessi dalla superficie solida rientrano nel plasma caldo contaminandolo. Le piastre del divertore possono invece essere in linea di principio poste ad una distanza qualsiasi dal main plasma riducendo contemporaneamente la contaminazione del plasma e le sollecitazioni termiche. Questo comportamento è tuttavia molto semplificato, in quanto occorre considerare la profondità a cui le specie vengono nuovamente ionizzate e il loro trasporto nel plasma; la SOL nel caso di limiters è molto più densa e calda rispetto al caso dei divertori, per i quali è però più difficile garantire che effettivamente tutta l'interazione venga concentrata sulle piastre e non su altri elementi. Occorre poi precisare che, dal momento che l'intera struttura del divertore è posta all'interno degli avvolgimenti del campo toroidale, per contenere i volumi (e conseguentemente i costi [3]) si cerca di creare una struttura il più possibile compatta, favorendo i limiters.

Contrariamente alle impurezze, che in linea di principio possono essere ridotte a quantità molto piccole, la produzione di elio è intrinseca all'utilizzo di reazioni D-T, e la sua concentrazione deve essere continuamente monitorata per evitare problemi di eccessiva diluizione del plasma. Vengono pertanto adottati sistemi attivi di pompaggio. I divertori sono da questo punto di vista migliori in quanto offrono una maggior versatilità nella progettazione, limitando le sollecitazioni termiche e garantendo una buona efficienza di rimozione. Nel caso si impieghino limiters, una configurazione integrata è possibile ma genera delle sollecitazioni termiche molto elevate. La piccola area esposta al plasma da un singolo limiter può essere incrementata usando più limiters, al limite usando l'intera prima parete. In questo caso si paga con una minor flessibilità nello scegliere e variare la forma del plasma confinato oltre che con un'estensione ad una superficie maggiore dei fenomeni di PWI.

Nei sistemi con divertore, grazie alla netta separazione tra la zona di interazione con la

parete e il plasma caldo, si riesce inoltre ad ottenere molto più facilmente un alto tempo di confinamento τ_E dell'energia (in questo caso si parla di *H-Mode*, ottenuto per la prima volta in ASDEX), pari a circa due volte a quello ottenuto con altre configurazioni (indicato con *L-Mode*) [16]. Nel caso di limiters, sebbene possibile, è molto più difficile ottenere H-mode ed alti tempi di confinamento dell'energia.

Sebbene da questa breve analisi i divertori appaiano nettamente superiori (almeno per la rimozione di elio e per il miglior confinamento), non è ancora del tutto dimostrata la netta superiorità di una scelta rispetto all'altra, ed entrambi le soluzioni vengono attualmente impiegate.

2.4 Tokamak

La configurazione di gran lunga più studiata per confinare il plasma è il *tokamak*, dal russo ток(corrente), камера (camera), магнит (magnete) e катушка(bobina). Si tratta di una macchina toroidale assialsimetrica, in cui la corrente di plasma genera il campo poloidale necessario all'equilibrio mentre il campo toroidale è sufficientemente elevato per garantire stabilità [11].

La struttura generale comprende innanzitutto la camera a vuoto nella quale viene immessa la miscela di combustibile. La parete interna del toro direttamente affacciata al plasma termoneucleare, chiamata *prima parete*, è uno dei componenti più critici: essa è infatti soggetta a un intenso flusso di radiazione proveniente dal plasma, costituita da radiazione elettromagnetica, particelle che sfuggono dal plasma e a flussi neutronici elevati e ad alta energia (fino a 14,4 MeV). Il flusso di calore e gli sforzi termici indotti determinano un limite superiore alla densità di potenza di fusione e quindi alla massima densità del plasma. Il criterio di Lawson pone di fatto anche un limite inferiore al tempo di confinamento dell'energia τ_E .

Il problema fondamentale per la prima parete e per tutti i sistemi che si affacciano direttamente al plasma, è la scelta dei materiali: l'eventuale interazione tra il plasma e i materiali impiegati (si veda per un maggior dettaglio sui processi fisici la sezione 3.3) può introdurre nel plasma stesso nuclei di impurezze, specialmente ad elevato numero atomico, che aumenterebbero in modo inaccettabile la potenza persa per emissione di radiazione di Bremstrahlung.

È quindi necessario selezionare materiali preferibilmente a basso numero atomico, in grado di resistere a questo intenso campo di radiazione ed al flusso neutronico indotto, in modo da ridurre al minimo la sostituzione degli elementi, operazione che deve essere comunque effettuata in modo remoto da mezzi robotizzati a causa dell'attivazione indotta. Esempi di materiali utilizzati come rivestimento di prima parete sono il berillio e la grafite [5].

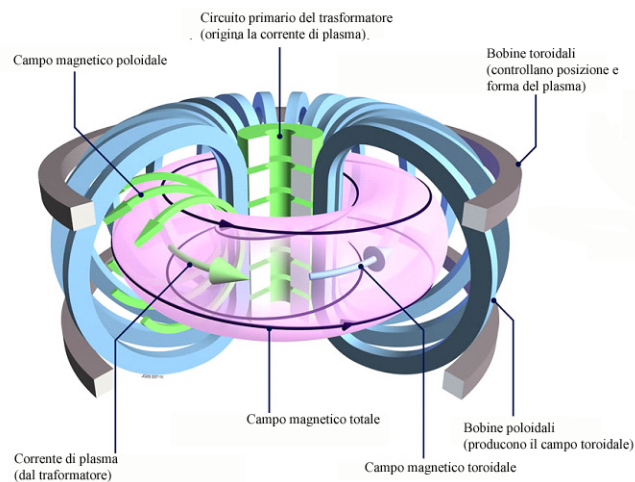


Figura 2.14: Schema dei principali campi magnetici in un tokamak, da www.jet.efda.org.

Per ottenere il confinamento vengono impiegati campi poloidali, toroidali e verticali (figura 2.14). Per la produzione del campo toroidale vengono utilizzate bobine poloidali. I campi richiesti sono enormi: a seconda delle differenti soluzioni studiate, il campo magnetico toroidale varia da pochi fino a svariati tesla. Le correnti necessarie per la produzione di questi campi sono di diversi megampere: per evitare una eccessiva dissipazione energetica per effetto Joule, che influirebbe in modo non accettabile sul bilancio complessivo, è necessario ricorrere a materiali superconduttori raffreddati con elio liquido. In un reattore vero è essenziale proteggere tali bobine dal bombardamento neutronico attraverso l'utilizzo di opportuni schermi per evitarne sia il danneggiamento sia il riscaldamento al di sopra della temperatura critica. Esiste poi un sistema di trasformatori, usualmente con nucleo in ferro, per generare nel plasma la corrente per il campo magnetico poloidale. Il principio è semplice: il plasma viene concatenato con il flusso prodotto da un avvolgimento primario sul trasformatore. La variazione di tale

flusso induce una corrente nel plasma, che pertanto costituisce l'avvolgimento secondario del trasformatore. Per questo motivo il funzionamento di un tokamak è necessariamente impulsato, uno dei principali svantaggi di questo sistema e che invece non è presente nel caso di sistemi tipo *stellarator*, dove non è necessaria una corrente toroidale per il confinamento.

L'analisi di della stabilità magnetoidrodinamica di un tokamak mostra che ad un basso β ($\sim 10^{-2}$) corrispondono configurazioni di equilibrio più stabili. Analisi teoriche hanno tuttavia condotto all'identificazione di regimi stabili ad alto β ($\sim 0,2$) che possono essere ottenuti se la sezione poloidale del plasma, invece che circolare, possiede un'eccentricità e una triangolarità; la sezione in questi casi diventa dunque ellittica o a forma di D (come ad esempio quella in figura 2.8(c)). Occorrono quindi ulteriori sistemi di bobine, necessari per realizzare queste configurazioni di confinamento ed effettuare un controllo dell'equilibrio e della stabilità magnetoidrodinamica del plasma.

Oltre che per la generazione del campo poloidale, la corrente di plasma nei tokamak è anche responsabile del suo riscaldamento, che avviene per effetto Joule. Esiste però una limitazione intrinseca al processo di riscaldamento ohmico poiché la resistività elettrica del plasma decresce all'aumentare della temperatura: a seguito del riscaldamento, il plasma tende a diventare un conduttore ideale. Per portare il plasma in condizioni termonucleari si rende dunque necessario l'utilizzo di meccanismi addizionali di riscaldamento. Due sono i metodi sviluppati. Nel primo il riscaldamento viene ottenuto attraverso l'assorbimento non collisionale di onde elettromagnetiche a radiofrequenza prodotte da opportuni generatori. Poiché il plasma è un mezzo fortemente dispersivo, esso è in grado di accoppiarsi in modo risonante con onde elettromagnetiche a diverse frequenze caratteristiche: sono state così ideate diverse soluzioni come l'ECRH (*Electron Cyclotron Radiofrequency Heating*, alla frequenza di ciclotrone elettronica), l'ICRH (*Ion Cyclotron Radiofrequency Heating*, frequenza di ciclotrone ionica), il LHRH (*Lower Hybrid Radiofrequency Heating*, che sfrutta la cosiddetta frequenza ibrida inferiore). Un secondo metodo consiste nell'iniezione nel plasma di atomi non ionizzati, detti *neutri* (NBI *Neutral Beam Injection*), degli stessi elementi costituenti il plasma stesso, di elevata energia. I neutri veloci vengono generati a partire da un fascio che viene ionizzato, accelerato in una camera da vuoto e nuovamente neutralizzato. Immessi nel plasma, i neutri effettuano reazioni

di scambio di carica con i nuclei presenti, con l'effetto di introdurre nel sistema ioni veloci rimuovendo ioni meno energetici (che essendo neutralizzati non sono più trattenuti all'interno del sistema).

Capitolo 3

Le diagnostiche per il plasma

3.1 Introduzione

Le condizioni di funzionamento per qualsiasi componente che si affacci direttamente al plasma sono estreme e potenzialmente distruttive, a causa proprio dell'interazione con il plasma (spesso indicata come *Plasma Wall Interaction* o PWI). Questo è uno degli ambiti di studio più complessi ed importanti per il confinamento magnetico a causa dei rilevanti effetti sia sul plasma che sui materiali impiegati, richiedendo una accurata scelta e caratterizzazione dei materiali da impiegare alla luce dei requisiti funzionali [17].

In maniera molto schematica si può dire che quando particelle del plasma colpiscono una parete solida si ha emissione di atomi dalla superficie, il processo di sputtering (per una descrizione con maggior dettaglio si rimanda alla sezione 3.3). Questo si traduce nell'immissione nel plasma atomi di specie differenti rispetto ai componenti della miscela termonucleare (i materiali tipicamente impiegati per confinare il plasma sono C, Be, W, Mo o acciai); queste lo contaminano con un forte impatto sulla dissipazione di energia per Bremstrahlung (sez. 1.3) e ne causano la diluizione, mentre la parete subisce un processo erosivo e potenzialmente distruttivo.

La medesima complessa situazione interessa chiaramente tutti quei sistemi che, come le diagnostiche, devono essere direttamente esposte al plasma condizionandone le caratteristiche e i processi produttivi.

3.2 Le diagnostiche

Le diagnostiche sono un elemento chiave per qualsiasi reattore a fusione: nelle macchine di ricerca occorrono per caratterizzare il plasma, studiarne le proprietà e il comportamento; in un futuro reattore per la produzione di energia elettrica saranno necessarie anche per il controllo della potenza prodotta [18].

Per un sistema a fusione le diagnostiche possono essere classificate in almeno cinque categorie corrispondenti alle seguenti finalità:

- controllo di stabilità e instabilità magnetofluidodinamiche;
- determinazione dell'energia, della densità, della temperatura e del tempo di confinamento del plasma;
- studio e ottimizzazione del riscaldamento del plasma;
- controllo delle impurezze presenti nel plasma;
- studio delle proprietà e dei coefficienti di trasporto.

Nel caso di ITER queste informazioni si ottengono adottando circa 40 diversi sistemi di misura (magnetici, ottici, spettroscopici, a microonde e bolometrici) [19]. L'esperienza maturata su tutte le macchine già costruite [20] è sicuramente un ottimo punto di partenza, anche se i sistemi di diagnostica per reattori futuri saranno maggiormente sollecitati e di più difficile definizione, soprattutto a causa dei tempi di confinamento più elevati e alla necessità di una maggior durata, ma anche per aspetti legati all'ingegnerizzazione dei reattori (ad esempio i componenti devono poter essere sostituiti senza difficoltà in maniera remotizzata) [21].

Tra tutte le diagnostiche per una macchina a fusione, un elevato numero è costituito da diagnostiche ottiche, cioè sistemi che si basano sull'uso di radiazione elettromagnetica e sull'interazione che questa ha con il plasma. Su questo principio sono state sviluppate diverse modalità di diagnostica; le principali impiegano lo scattering Thomson[22], a cui si aggiungono interferometri/polarimetri toroidali e polarimetri per misure lungo il piano poloidale.

Un primo problema per questo tipo di sistemi, cruciale nel determinare dove e come posizionarli nella camera toroidale, è la presenza di un elevato campo di radiazione, in particolare

neutronica, per cui occorre garantire la capacità di ‘vedere’ bene il plasma e contemporaneamente schermare nella maniera più efficace possibile il flusso neutronico. Il sistema di misura deve poi integrarsi nella maniera ottimale con la prima parete e con i sistemi di asportazione del calore, per garantire l’operabilità di tutto il reattore.

La medesima situazione si presenta anche per tutti quei sistemi che, pur non essendo delle diagnostiche ottiche in senso stretto, si basano su tecniche spettroscopiche applicate all’emissione di radiazione a ben precise lunghezze d’onda da parte del plasma, come ad esempio l’emissione di ciclotrone elettronica (ECE) o l’emissione da parte degli isotopi idrogeno (spettroscopia H_α [23]) e delle impurezze [24]. La strumentazione d’analisi non può essere posizionata all’interno della camera toroidale, per cui si deve ricorrere ad opportuni percorsi ottici con cui estrarre il fascio dalla camera e portarlo alla zona di elaborazione.

3.3 Specchi per diagnostica

Con riferimento alla prima parete di ITER è previsto un flusso neutronico veloce di $3 \cdot 10^{13} \text{ m}^{-2}\text{s}^{-1}$, un campo di radiazione di intensità pari a 104 Gy s^{-1} e flussi termici fino a 500 kW m^{-2} [25]. Questi valori sono inaccettabili in quanto materiali rifrangenti come possono essere le finestre sono sensibili a fenomeni di assorbimento indotto da radiazione, che ne riducono sensibilmente la trasmittanza. Alte fluenze di radiazione γ possono poi causare fenomeni di luminescenza. Per ridurre queste problematiche e i loro effetti sulle prestazioni dei sistemi di diagnostica i sistemi di misura nei moderni tokamaks non vedono direttamente il plasma attraverso finestre o fibra ottica, ma è stato proposto di trasmettere il segnale mediante un sistema di specchi metallici attraverso labirinti nelle schermature.

Questi specchi, detti *Plasma Facing Mirrors* (PFMs), sono posizionati a distanze molto piccole dal plasma ($<1 \text{ m}$) per cui sono soggetti a tutto il flusso di radiazione da parte del plasma (ioni energetici, neutri, neutroni, gamma e radiazione elettromagnetica).

In figura 3.1 è riportata la collocazione di alcuni specchi per diagnostica prevista per ITER. Per definire le caratteristiche ottimali di ogni specchio è necessario considerare il range di lunghezze d’onda a cui opera, la distanza e l’orientazione rispetto al plasma, lo specifico livello di radiazione presente e i flussi di particelle (da cui dipendono i carichi termici) per

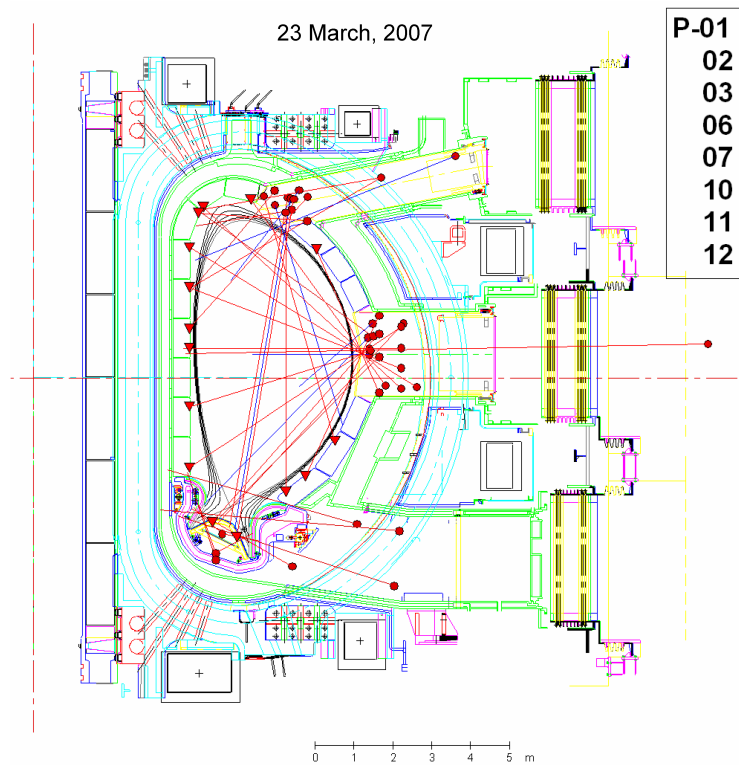


Figura 3.1: Posizione di alcuni FMs prevista per ITER. Da T.Sugie ITPA12 (2007).

poter decidere come realizzarlo; l'interazione con il plasma si traduce in fenomeni erosivi e/o rideposizioni, a seconda di dove siano collocati [26].

Lo studio dei processi di interazione tra il plasma e i materiali ad esso affacciati (*Plasma Wall interaction*) è un problema molto complesso e costituisce tutt'ora uno dei principali ambiti di ricerca nell'ambito dello sviluppo di sistemi a confinamento magnetico. Occorre affrontare numerosi fenomeni e coniugare diversi ambiti, fisica dei plasmi, fisica atomica, chimica, ingegneria; la complessità e la vastità di questi fenomeni è tale da richiedere indagini tanto a livello teorico quanto sperimentali con campagne apposite. Una trattazione completa di queste problematiche è inevitabilmente oltre lo scopo di questo lavoro; una descrizione dettagliata può essere trovata ad esempio su [16]. Tuttavia, per chiarire i motivi alla base della progettazione di PFM si devono considerare almeno i fenomeni di erosione e rideposizione.

Il processo di *erosione* da sputtering è uno dei processi meglio conosciuti e studiati di PWI e consiste nell'emissione di atomi da parte della superficie di un solido quando questa viene colpita da ioni o atomi sufficientemente energetici. A seguito di un impatto tra la particella incidente ed il solido si produce all'interno del materiale una cascata collisionale; se gli atomi ricevono abbastanza energia a seguito dell'urto possono venire scalzati dalle loro posizioni nominali nella struttura reticolare del materiale. Si tratta di un processo a soglia, il cui yield Y (numero di atomi sputterati per particella incidente) è proporzionale all'energia depositata a seguito di collisioni nello strato superficiale del materiale [27].

Il rate di sputtering è poi legato anche all'angolo di incidenza (più l'angolo di incidenza rispetto alla superficie è elevato, maggiore è il trasferimento di energia a seguito dell'urto), alla rugosità del materiale (più la superficie è rugosa, minore è Y) e alla struttura cristallografica (grani con la stessa orientazione cristallina hanno rate superiore anche di un fattore 2 rispetto a grani orientati in maniera totalmente indipendente).

Il processo di sputtering può essere favorito anche dalla presenza di *charge exchange atoms* (CXA). Un neutro a bassa energia (prodotto ad esempio dall'interazione del plasma con la parete) può acquisire una notevole energia a seguito di collisione con ioni del plasma e penetrare in profondità nel plasma prima di essere nuovamente ionizzato e sentire l'azione di confinamento del campo magnetico. Dal momento che il rate di ionizzazione è inferiore al rate per reazioni di scambio di carica, il processo complessivo può considerarsi equivalente alla produzione di particelle cariche ad elevata energia.

I processi di erosione liberano nel plasma specie che normalmente non dovrebbero essere presenti che, oltre alle conseguenze per il comportamento del plasma e per il bilancio energetico (in primis l'aumento della potenza persa per Bremstrahlung e la diluizione del plasma), migrano e possono *ridepositarsi* altrove. Il trasporto di specie all'interno del plasma può avvenire su scale differenti, per cui il materiale eroso potrà ridepositarsi tanto vicino alla zona di erosione (normalmente la maggior parte), quanto su superfici differenti. I parametri che influenzano questo aspetto sono numerosi (temperatura, specie presenti, configurazione dei campi, materiali impiegati, geometrie) ed il comportamento del sistema viene molto spesso simulato mediante codici Monte Carlo. Operativamente la complessità del trasporto si traduce

nella necessità di differenziare scelta, morfologia e composizione dei materiali impiegati tanto per la prima parete (Be,W, CFC) quanto per le diagnostiche. Nel caso di FMs il range di lunghezze d'onda a cui operano è imposto dal sistema di misura, per cui la scelta del materiale deve essere basata proprio sulla sua resistenza ai fenomeni di PWI.

3.3.1 Problematiche

La collocazione dello specchio e la distanza dal plasma sono fondamentali in quanto determinano se l'interazione con il plasma conduce a processi erosivi o a rideposizione, portando a scelte progettuali differenti[28]. In entrambi i casi l'effetto sulla riflettività è potenzialmente drammatico.

Il processo erosivo da sputtering produce un aumento della rugosità superficiale e una conseguente riduzione della riflettività. Una semplice valutazione della riflettività di una superficie può essere ottenuta mediante la formula di Bennet [29], secondo cui la riflettività R_s speculare è

$$R_s = R_0 e^{-\frac{(4\pi R_{RMS})^2}{\lambda^2}} \quad (3.1)$$

dove R_0 è la riflettività di una superficie liscia ideale, R_{RMS} è la rugosità della superficie in esame e λ la lunghezza d'onda a cui interessa misurare la riflettività. Affinchè la perdita di riflettività non superi il 5% del suo valore iniziale una condizione necessaria è che R_{RMS} non superi $\lambda/50$, un limite che in accordo alla 3.1 è più stringente nel campo UV e nel visibile rispetto all'infrarosso.

Diverse campagne sperimentali sono state dedicate allo studio dell'erosione di vari materiali esposti al plasma [31], [32]. Quello che si nota (fig. 3.2) è che la degradazione della riflettività sembra essere una funzione lineare dello spessore eroso, con una forte dipendenza dalla struttura cristallografica (oltre che chiaramente dal tipo di materiale preso in considerazione). Specchi policristallini mostrano un deciso calo di riflettività sotto bombardamento ionico. La differente orientazione dei grani aggrava la situazione: la superficie originariamente planare diventa una struttura discontinua, rivelando l'orientazione dei grani. Materiali monocristallini subiscono invece un processo di sputtering molto più omogeneo sulla superficie.

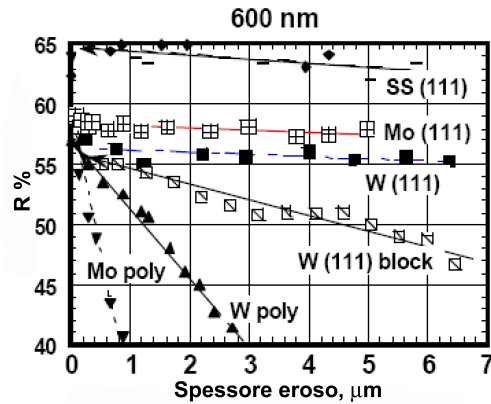


Figura 3.2: Evoluzione della riflettività in funzione dello spessore eroso, da [30].

Anche per il problema della rideposizione sono state seguite indagini sperimentali, che mostrano come superato un certo spessore (20 nm nel caso di berillio [33]), di fatto la riflettività coincide con quella del materiale depositato, indipendentemente da quello sottostante. Questo problema è fondamentale ad esempio nella zona del divertore dove non sono presenti alti flussi di ioni energetici che possono rimuovere parzialmente lo strato depositato, ma anche per alcune zone della prima parete e per tutte quelle diagnostiche collocate in condotti e non direttamente esposte al plasma. Per questo problema sono stati ipotizzati e studiati differenti metodi per la pulizia degli specchi, come ablazione laser localizzata o scariche in prossimità dello specchio. Si tratta di processi che sicuramente consentono di recuperare parte della riflettività originaria, ma la cui reale bontà ed efficacia non è stata ancora completamente dimostrata [34].

In base a queste considerazioni si possono identificare una serie di requisiti comuni a tutti i materiali di possibile impiego per la realizzazione di FMs:

- alta riflettività
- stabilità chimica e neutronica nelle condizioni operative
- basso rate di sputtering
- elevata conducibilità termica

Queste caratteristiche sono di fatto contemporaneamente presenti in pochi materiali: acciai inossidabili, rame, tungsteno, molibdeno e rodio. La riflettività di questi materiali è rappre-

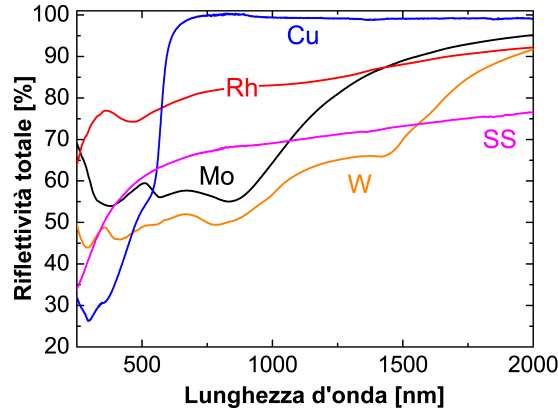


Figura 3.3: Riflettività dei principali materiali di possibile impiego per FMs.

sentata in figura 3.3; gli acciai hanno buone proprietà chimiche e neutroniche, sono facili da lavorare e a basso costo ma hanno una riflettività inferiore se confrontata con quella di altri materiali. Il rame è molto riflettente al di sopra dei 500 nm, ma molto meno al di sotto; inoltre è molto sensibile a fenomeni erosivi. Molibdeno e tungsteno hanno yield di sputtering bassi, ma anche la riflettività non è molto elevata. Per questi ultimi materiali sono state sperimentate anche configurazioni a singolo cristallo ottenendo buoni risultati, ma l'effettiva capacità di crescere un singolo cristallo con le dimensioni sufficienti a tutte le diagnostiche (oltre 40 cm per le diagnostiche LIDAR) non è garantita. Il rodio è tra tutti i materiali quello più promettente: alta riflettività, alto Z e basso sputtering rate[25]. Un problema non trascurabile è però il costo elevato di questo materiale, tale da renderne praticabile l'utilizzo solo come coating metallico di un opportuno substrato. Questa strategia impone di fatto la necessità di individuare la tecnologia di ricopertura migliore, capace di garantire un film che mantenga effettivamente le buone proprietà ottiche del materiale bulk e che garantisca anche un buon comportamento termomeccanico.

Film di rodio possono essere realizzati mediante tecniche differenti: evaporazione, sputtering ed elettrodeposizione [35], [36], [37]. In questa tesi verranno descritti i risultati ottenibili mediante l'impiego della *Pulsed Laser Deposition* (PLD), tecnica che grazie ai numerosi pa-

rametri che entrano in gioco nel processo di deposizione (lunghezza d'onda, energia e durata dell'impulso laser, focalizzazione del fascio, distanza target-substrato, pressione in camera) consente di modificare morfologia, tipo e direzione preferenziale di crescita e avere anche un controllo sulla dimensione media dei grani cristallini.

3.4 Obiettivi specifici della tesi

L'obiettivo specifico di questo lavoro di tesi è la produzione di specchi per diagnostiche di plasma depositando film sottili di rodio su substrati opportunamente preparati e funzionali mediante PLD.

I risultati precedentemente ottenuti [38] sono incoraggianti: le peculiarità della PLD (appendice A) consentono anche nel caso del rodio di controllare molto finemente la struttura del film e conseguentemente le sue proprietà fisiche di interesse.

Tuttavia, volendo impiegare la PLD per la realizzazione di uno specchio reale, tale cioè da poter essere testato in un tokamak esistente, si presentano alcune necessità legate alla sua funzionalità che richiedono di essere affrontate in maniera sistematica:

- **planarità:** uno specchio per diagnostica deve essere per definizione planare, proprietà che non caratterizza la forma e l'estensione spaziale generata da un singolo deposito PLD. Per poter ovviare a questo problema è necessario individuare e realizzare un'opportuna movimentazione del sistema.
- **estensione:** le dimensioni di uno specchio per diagnostica sono variabili a seconda del particolare sistema, ma nell'ordine della decina di centimetri quadri. L'estensione del singolo deposito PLD è invece nettamente inferiore. La movimentazione deve quindi garantire non solo la planarità, ma anche la capacità di coprire una grande estensione superficiale.
- **spessore:** l'erosione è come noto uno dei principali processi di degradazione per un FM. Per questo motivo occorre depositare per un tempo sufficiente a garantire il raggiungimento di uno spessore utile per fronteggiare le conseguenze derivanti dai fenomeni

erosivi. Si pone conseguentemente anche il problema di come caratterizzare gli spessori depositati e verificarne conseguentemente la planarità.

- **struttura:** la PLD, come detto, consente di controllare molto finemente la struttura e la cristallinità del film prodotto, questa deve essere quindi scelta in modo da massimizzare la riflettività e le altre proprietà di interesse del film. In particolare si devono identificare le condizioni di deposizione necessarie per creare una struttura efficace al fine di "mitigare" i problemi derivanti dal processo di erosione.
- **adesione:** l'adesione del film al substrato, e più in generale le sue proprietà meccaniche, sono essenziali. È noto in letteratura come film spessi cresciuti con la PLD possano mostrare problemi di adesione e di instabilità (buckling e/o delaminazione), senza dubbio non tollerabili. È quindi necessario studiare questo comportamento e individuare quali parametri di deposizione permettano di limitarlo o controllarlo.
- **cicli termici:** uno specchio funziona ad una temperatura superiore di quella ambiente (anche fino a 400°C); l'esperienza maturata sul comportamento di film in temperatura [38] ha mostrato come questa possa indurre dei grossi cambiamenti strutturali e morfologici, con conseguenze sulla riflettività e sulle altre proprietà di interesse. Anche in questo caso è necessario verificare l'entità di queste trasformazioni, nonché studiare strategie con cui minimizzarle.

Nel prossimo capitolo, dopo aver presentato le modalità di deposizione impiegate, verranno descritte nel dettaglio queste problematiche ed altre incontrate, nonché le soluzioni adottate.

Capitolo 4

Produzione di specchi in rodio mediante PLD

4.1 Introduzione

Come anticipato nella sezione 3.4, uno specchio per diagnostica in un sistema a fusione deve avere delle ben precise caratteristiche, a causa delle modificazioni che subirà durante la sua vita per l'interazione con il plasma. La prima richiesta fondamentale è sullo spessore del film: l'esposizione di rodio in un plasma di deuterio a 300 eV per 13 ore causa un'erosione di circa 375 nm [35], per cui questo valore costituisce sicuramente un limite inferiore. Con l'obiettivo di poter garantire la funzionalità dello specchio per un tempo superiore si ritiene che un film debba avere uno spessore più elevato, compreso almeno tra 1 e 5 μm .

La necessità di massimizzare la riflettività richiede di prestare particolare attenzione alla struttura del film: film compatti, con struttura colonnare o nanocristallina, hanno ottime proprietà di riflettività nel range 300 -800 nm, poco influenzata anche dai fenomeni di sputtering (vedi paragrafo 3.3.1). Film a struttura porosa o con grani cristallini di dimensioni troppo grandi non sono adatti: i primi perchè non sufficientemente riflettenti, i secondi poichè a seguito dei processi di sputtering tipici dell'esposizione al plasma assumono una superficie irregolare con una bassa riflettività speculare.

Per quanto riguarda le dimensioni dello specchio, le diagnostiche hanno come detto dimensioni

variabili a seconda di dove siano collocate e di quale strumento facciano parte. Tali dimensioni sono comunque nell'ordine della decina di centimetri quadri (sono richieste in generale anche superfici maggiori: ad esempio nel caso di ITER le diagnostiche per il LIDAR hanno dimensioni previste pari a 430 x 270 mm).

Altrettanto importante è studiare i cambiamenti subiti dallo specchio quando questo viene portato in temperatura, dal momento che all'interno di un reattore a fusione le sollecitazioni termiche non sono trascurabili e possono portare a profondi cambiamenti nella struttura del film, con ripercussioni sulla riflettività e quindi sull'efficacia dello strumento di misura. Si ricorda infatti come i fenomeni di ricristallizzazione causano un aumento delle dimensioni medie dei grani che a seguito anche dei processi erosivi conducono ad una superficie molto irregolare e rugosa.

Da ultimo occorre non dimenticare che un parametro fondamentale per valutare l'effettiva fattibilità delle deposizioni è il tempo macchina necessario: avere tempi ridotti (e comunque realistici) è sicuramente un vantaggio in quanto è più facile garantire la stabilità dell'intero sistema di deposizione.

In questo capitolo verranno presentati i risultati sperimentali ottenuti nelle deposizioni PLD. Dopo una breve introduzione sulla tecnica di deposizione impiegata (sezione 4.2), verranno presentati dapprima gli aspetti generali legati alla produzione di film con le caratteristiche necessarie per uno specchio con particolare riferimento ai problemi incontrati nella deposizione di film con elevato spessore ed il loro comportamento in temperatura (sezioni 4.3, 4.4). A seguire, nella sezione 4.5 verrà poi illustrata la questione della produzione di droplets, tipica della PLD, e potenzialmente critica per la produzione di film riflettenti. Da ultimo verranno poi descritti gli aspetti più specificatamente legati all'ingegnerizzazione del processo produttivo: la possibilità di depositare le aree richieste e con una elevata planarità (sezione 4.6).

4.2 Deposizioni PLD

La deposizione a laser pulsato, o PLD, è una tecnica che negli ultimi anni si è sempre più largamente diffusa nel campo della crescita di film sottili e di film nanostrutturati. Il meccanismo di deposizione è semplice: un fascio di impulsi laser (in genere nell'ultravioletto) viene diretto su un bersaglio (il target) posto in una camera a vuoto. L'interazione del laser con il target produce un'emissione fortemente direzionata di materiale (chiamata piuma), che si deposita su un substrato opportunamente posizionato all'interno della camera, formando il film. I numerosi parametri di controllo del processo, lunghezza d'onda, energia e durata dell'impulso laser, focalizzazione del fascio, distanza target-substrato, tipo di gas in camera e sua pressione, temperatura del substrato, consentono un fine controllo di struttura, morfologia e cristallinità del film prodotto. Per una descrizione maggiormente dettagliata del processo fisico e dei parametri controllabili durante il processo di ablazione si rimanda all'appendice A.

I campioni prodotti sono stati realizzati con due diversi apparati PLD, differenti essenzialmente per il laser impiegato. La prima camera, nel seguito indicata come PLD I, impiega un laser a eccimeri con gas KrF, mentre la seconda camera (PLD II) adotta invece un laser Nd:YAG.

Il laser a stato solido è già stato impiegato per la produzione di film di rodio in un precedente lavoro di tesi [39], mentre quello a eccimeri non è mai stato utilizzato per l'ablazione di questo materiale. Questo apparato PLD, ha però come vantaggio la possibilità di poter funzionare fino a frequenze del laser di 100 Hz, con una conseguente riduzione dei tempi necessari a deporre un dato spessore, e presenta profonde differenze nelle caratteristiche dell'impulso (forma, durata, lunghezza d'onda). Ciò ha richiesto di eseguire una serie di prove per definire le condizioni operative migliori per la deposizione. Sperimentalmente si è registrata una profonda differenza tra le prestazioni e il comportamento dei due sistemi, dovuto almeno in parte alla diversa forma spaziale dell'impulso laser. L'impulso del laser a eccimeri ha una forma rettangolare, con dimensioni del fascio all'uscita della macchina pari a 9 x 23 mm. Il rapporto quasi 1:3 causa una disuniformità nelle due dimensioni trasversali della piuma, molto più di quanto accada nell'altra camera dove il fascio di partenza è invece circolare (diametro 9 mm).

Per minimizzare le differenze tra i due sistemi di deposizione e poter confrontare criticamente le prestazioni delle due PLD, il laser è stato impostato in modo da avere la stessa energia nell'impulso (informazione nota dal precedente lavoro di tesi), mentre per ridurre il più possibile i tempi di deposizione le frequenze sono state impostate al valore massimo consentito. A questo proposito, l'attuale sistema di movimentazione del target, per garantire un'ablazione uniforme, consente una frequenza massima sulla PLD I pari a 20 Hz. Mentre il valore di fluensa per la PLD II è noto dal precedente lavoro di tesi [39], per la PLD I è stato necessario focalizzare molto il laser per garantire dei rate di ablazione significativi (confrontabili con quello della PLD II). La maggior disomogeneità spaziale del fascio del laser a eccimeri consente di ottenere rate di ablazione confrontabili con quelli della PLD II (tra 5 e i 10 nm/min per deposizioni statiche in vuoto) con una fluensa oltre dieci volte superiore. I parametri caratteristici dei due sistemi possono essere quindi riassunti in:

	PLD I	PLD II
laser	eccimeri	Nd:YAG
lunghezza d'onda del laser λ	248 nm	266 nm
energia del singolo impulso E	150 mJ	150 mJ
frequenza di ripetizione degli impulsi	20 Hz	10 Hz
fluensa sul target	16.25 J/cm ²	1.25 J/cm ²

Si è svolta un'approfondita indagine del ruolo svolto della pressione del gas in camera, come descritto nel paragrafo 4.2.1, e degli altri principali parametri di deposizione (in primis distanza target - substrato, temperatura del substrato) come riportato nelle sezioni 4.3 e 4.4. I substrati utilizzati sono due, silicio e molibdeno. Il silicio viene comunemente impiegato come substrato per deposizioni PLD essenzialmente grazie alla facilità con cui si riesce a caratterizzare il film: si impiega un wafer monocristallino Si (100) di spessore pari a 500 μm ad alta rigidità, per cui è molto facile la rottura del campione per immagini SEM di cross section. È inoltre estremamente liscio e non presenta picchi XRD vicini o sovrapposti a quelli del rodio. Data però la funzione dei film, non si può pensare di impiegare il silicio come substrato costruttivo di FMs; la scelta è ricaduta sul molibdeno, materiale molto più

compatibile termo - meccanicamente con il rodio, ma più problematico nella caratterizzazione (il substrato è policristallino, non si può spezzare facilmente e presenta picchi XRD molto vicini a quelli del Rh).

4.2.1 Influenza del gas in camera sulla struttura del film

Prima di affrontare nel dettaglio i problemi specifici riscontrati nella deposizione di film di rodio, verrà brevemente discusso il ruolo del gas in camera, che si è sperimentalmente verificato essere il parametro fondamentale con cui controllare non solo la struttura del film, ma anche il suo tasso di crescita.

La presenza di un gas in camera di deposizione provoca un rallentamento delle specie ablate; questo consente di controllare il grado di compattezza e il tipo di crescita del film. Mentre specie fortemente energetiche consentono molto facilmente la nucleazione di cristalli, gli atomi rallentati non possiedono un'energia sufficiente per poter diffondere sul substrato e creare una struttura compatta e omogenea; il film risultante diviene pertanto nanocristallino e mostra tipicamente una struttura amorfa [40, 41]. L'efficacia del rallentamento è data da due differenti parametri del gas in camera:

- **specie impiegata:** la perdita di energia a seguito di urti tra atomi è tanto più marcata quanto più gli atomi della specie ablata e del gas hanno numeri di massa simili. Gas leggeri hanno un effetto modesto sulla perdita di energia.
- **pressione:** l'effetto di rallentamento è tanto più marcato quanto maggiore è la pressione del gas in camera, a causa del maggior numero di urti che si verificano.

Oltre alla variazione dell'energia delle specie ablate, la presenza del gas svolge un ruolo di confinamento della piuma che di conseguenza ha una minor divergenza e consente tassi di deposizione più elevati ma su aree più ristrette, come evidente in figura 4.1. La presenza di gas in camera permette anche la creazione di aggregati di atomi in piuma, un ulteriore parametro di controllo della struttura.

Nella produzione di specchi è fondamentale che il film sia compatto: film rugosi causano infatti uno scadimento delle proprietà di riflettività. A basse pressioni la struttura dei film depositati

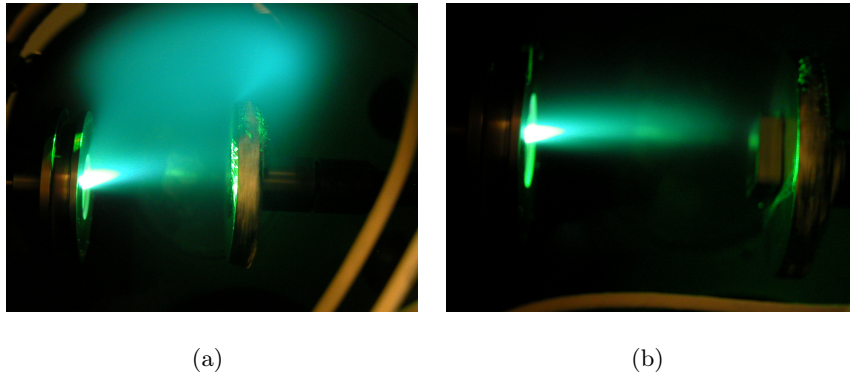


Figura 4.1: Immagini della piuma di ablazione in vuoto (a) e in atmosfera di He a 30 Pa (PLD I). Si nota il marcato effetto di confinamento e lo spostamento della piuma in direzione del laser.

è, come si vedrà, effettivamente colonnare e compatta, ma come descritto nel paragrafo 4.3 potrebbe mostrare problemi di adesione. Pressioni elevate non consentono la deposizione di film funzionali per specchi in quanto si entra in un regime di crescita poroso non adatto a crescere film riflettenti. Il regime intermedio di pressioni è potenzialmente molto interessante, in quanto come mostrato in [39], consente la crescita di film nanocristallini amorfi, caratterizzati da ottime proprietà di riflettività e contemporaneamente minori sforzi interni. Una struttura di questo genere può inoltre essere molto interessante anche contro le trasformazioni indotte dalla temperatura, come descritto nella sezione 4.4. Alla luce dell'efficacia di rallentamento al variare del numero di massa della specie impiegata, si è scelto di impiegare come gas in camera elio, dal momento che il rapporto tra le masse molecolari, pari a 22,5, consente di ottenere un ridotto rallentamento, sufficiente alla produzione di strutture amorfe, a pressioni facilmente controllabili in camera di deposizione (5 - 30 Pa).

La modalità più semplice per indagare la struttura e la crescita di film è mediante misure di diffrazione di raggi X (XRD). Questa tecnica, descritta con maggior dettaglio nell'appendice A, si basa sulla raccolta dell'intensità del fascio X diffratto dal materiale al variare dell'angolo di incidenza. L'interpretazione dello spettro prodotto consente di individuare la cristallinità del film, le orientazioni di crescita dei cristalli e le dimensioni medie del grano. Confrontando i picchi di diffrazione alle diverse pressioni, si può vedere se vi è una qualche variazione nel

grado di cristallinità dei film prodotti e nella dimensione dei grani eventualmente presenti. Come esemplificazione delle informazioni ottenibili da questa tecnica di misura, e come riferimento per le deposizioni svolte, consideriamo il comportamento di film prodotti nella PLD II su silicio (deposizioni a temperatura ambiente per 20 minuti). Osservando il grafico di figura

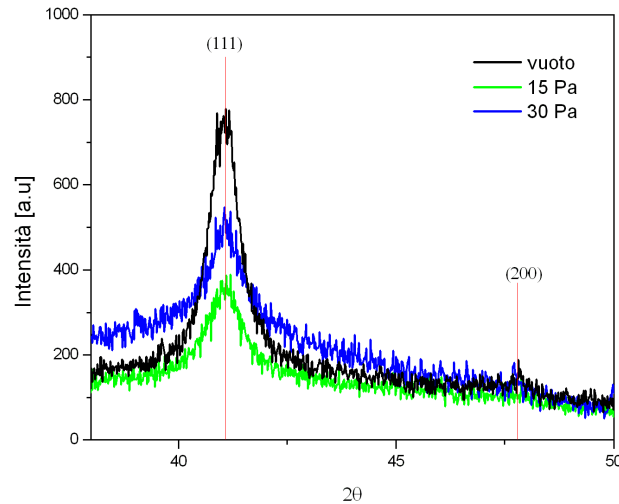


Figura 4.2: Spettri XRD di campioni di Rh depositi su silicio al variare della pressione. Deposizioni in PLD II da 20 min).

4.2 si nota la presenza di due picchi, quello in corrispondenza della direzione (111) e quello meno marcato nella direzione (200). Come è lecito aspettarsi la cristallinità è nettamente maggiore per le deposizioni in vuoto e a bassa pressione, cioè dove l'energia delle specie incidenti sul substrato è massima. Impiegando la relazione di Debye-Scherrer, è possibile ottenere una stima delle dimensioni dei grani:

$$D = \frac{0.9\lambda}{\beta \cos\theta} \quad (4.1)$$

dove D rappresenta la dimensione del grano, λ la lunghezza d'onda dei raggi X impiegati, θ l'angolo di diffrazione e β la FWHM del picco corrispondente. Lo specifico valore che si ricava dalla formula è comunque una stima, dipendente dall'eventuale presenza di dislocazioni e da effetti legati allo strumento. Il fitting dei picchi è stato eseguito con funzioni lorentziane.

Applicando la relazione (4.1) si ha un'ulteriore conferma del ruolo svolto dalla pressione in camera: come riportato in tabella 4.1 i grani diminuiscono di dimensione al crescere della pressione in camera.

Pressione	Dimensione del grano	Spessore film
vuoto	22 nm	180 nm
15 Pa	15 nm	190 nm
30 Pa	9 nm	210 nm

Tabella 4.1: Dimensioni medie dei grani per film depositi su Si al variare della pressione.

4.3 Deposizione di film spessi

Alla luce della necessità di raggiungere spessori micrometrici su aree di almeno alcuni centimetri quadrati, come indicato nel paragrafo 4.1, nascono almeno tre aspetti critici: la struttura del film prodotto, la sua adesione al substrato e i tempi macchina necessari. I primi due sono strettamente connessi fra di loro e verranno trattati all'interno di questo paragrafo, mentre per il terzo si rimanda alla sezione 4.6, dal momento che, come si vedrà, è una quantità che dipende dalla movimentazione del substrato. Per quanto riguarda la struttura e l'adesione del film, questi sono fortemente dipendenti dal substrato impiegato. È stata svolta un'indagine estensiva depositando su silicio; come anticipato la scelta di questo materiale si giustifica con diversi vantaggi per quanto concerne le caratterizzazioni (la rigidità assicura una facile rottura del campione per le immagini SEM della cross section; è estremamente liscio e non presenta picchi XRD vicini o sovrapposti a quelli del rodio). Uno studio su silicio è comunque molto interessante, poiché, a causa delle differenti proprietà meccaniche ed elastiche rispetto al rodio, permette di studiare dettagliatamente problematiche come l'adesione, che sono sensibilmente ridotte con l'utilizzo di molibdeno, materiale molto più affine al Rh.

In generale, il regime di crescita colonnare, tipico di deposizioni in vuoto e a bassa pressione, determina inevitabilmente la nascita di sforzi compressivi nel film, che il materiale non sempre riesce a rilassare. Se non si presta particolare attenzione a questo aspetto durante la crescita,

il film può anche perdere completamente adesione e delaminare, staccandosi completamente dal substrato. È noto come in realtà sia molto più probabile un rilassamento degli sforzi internamente al film mediante un processo di buckling superficiale, che porta alla formazione di corrugazioni con andamento sinusoidale. Il film in questo caso non delamina, ma chiaramente non è comunque funzionale in quanto la morfologia superficiale è tale per cui la riflettività decade a valori non accettabili.

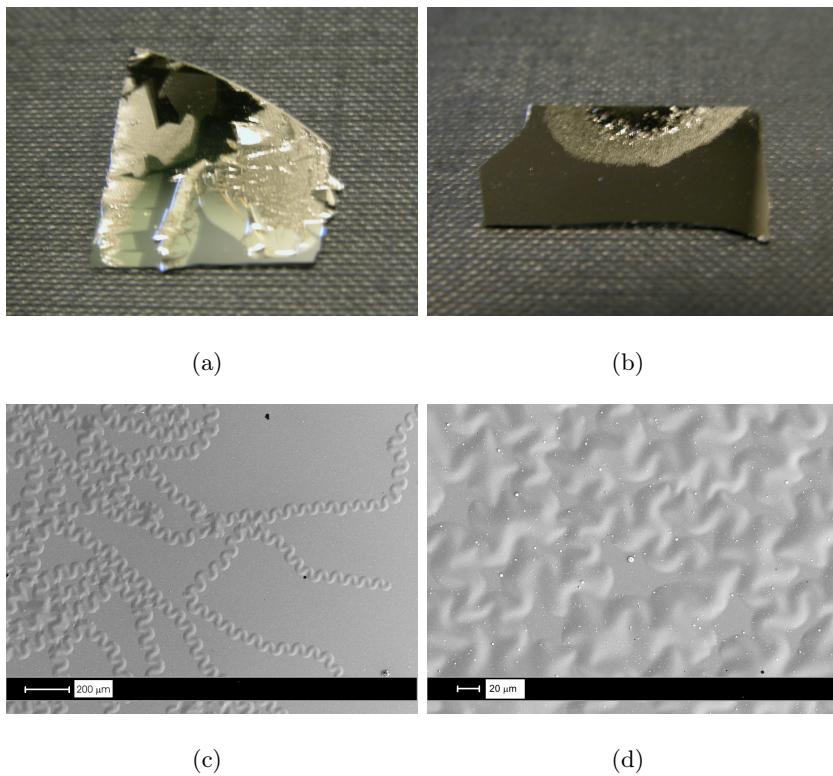


Figura 4.3: Esempi di delaminazione (a) e buckling (b) in film di rodio su Si. In entrambi i casi il film non è funzionale. Corrugazioni superficiali prodotte da fenomeni di buckling (c) (d) in film prodotti nella PLDII a 5 Pa.

La fenomenologia che sta alla base di questo comportamento è complessa e molto studiata [42, 43]; una prima causa risiede nell'accoppiamento substrato-film: oltre alle differenti proprietà elastiche dei due materiali, si aggiunge anche il fatto che il substrato di silicio presenta una rugosità molto bassa che pregiudica l'adesione del film. Inoltre diverse condizioni di deposizione (distanza target-substrato, pressione, movimentazione) hanno un grosso impatto.

Ciò consente di definire un insieme di configurazioni in cui su Si non è possibile operare, dal momento che si producono solamente spessori ridotti (inferiori nel caso del rodio ai 200 nm). Si ritiene che su molibdeno questo vincolo, seppur presente sia molto meno stringente

Prendiamo ora in considerazione singolarmente i parametri che possono influenzare l'adesione del film, con riferimento inizialmente all'impiego di silicio come substrato.

DISTANZA TARGET-SUBSTRATO

Avvicinando il target al substrato il film cresce con sforzi maggiori poichè si aumenta il rate di deposizione, l'energia e la distribuzione spaziale delle specie. Ci si aspetta conseguentemente che cambino forma ed estensione della superficie interessata da problematiche di buckling.

Questo comportamento è stato verificato su entrambi i laser, con differenze dettate dalla forma della piuma. Nella PLD I sono state eseguite deposizioni in vuoto a distanza decrescente, da 7 a 4 cm. 4 cm rappresentano la distanza critica, in quanto con questo set up i campioni mostrano fenomeni di buckling anche per deposizioni in vuoto e spessori inferiori ai 100 nm.

Nel caso di deposizioni nella PLD II la distanza target substrato è stata inizialmente posta pari a quella impiegata per le deposizioni del precedente lavoro di tesi, pari a 6 cm. La riduzione di un centimetro ($d_{t-s}=5$ cm) al pari di tutte le altre condizioni di deposizione non consente di deporre a temperatura ambiente, in quanto innesca fenomeni di buckling per tutte le pressioni impiegate (15 e 30 Pa).

PRESSIONE DEL GAS IN CAMERA

La presenza del gas in camera è come visto fondamentale per il controllo della struttura del film. Questo parametro influenza anche l'adesione con due modalità contrastanti: confinando la piuma si ha un effetto simile all'avvicinamento di target e substrato con un aumento del rate di deposizione, ma riducendo l'energia con cui le specie impattano sul substrato si ha la possibilità di controllare la struttura del film, con una diversa distribuzione degli sforzi. Volendo depositare un dato spessore, si può quindi intuire come esista un intervallo di pressioni proibito che causa buckling e/o problemi di adesione. In vuoto o a basse pressioni (<5 Pa nella PLD II) il film cresce tipicamente con una struttura colonnare (figura 4.4), in quanto l'effetto

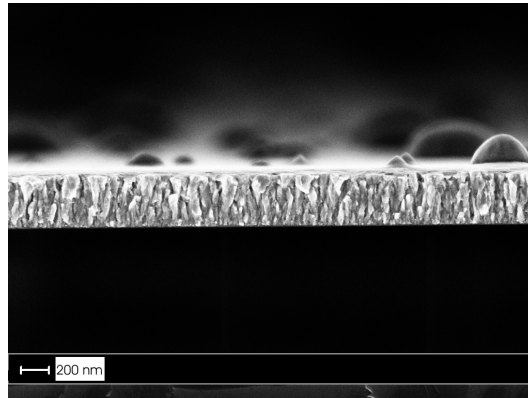


Figura 4.4: Esempio di struttura colonnare in film depositato in vuoto nella PLD II.

della pressione è molto modesto. Gli sforzi compressivi interni al film sono significativi e non permettono nella PLD I la deposizione di spessori superiori a 400 nm su silicio. Superato un certo valore di pressione del gas in camera, l'effetto di rallentamento è sempre più importante e con esso anche l'effetto di concentrazione della piuma. La struttura è nanocristallina ed amorfa, con minori sforzi interni e molto interessante in quanto consente il controllo della riflettività, ma l'effetto combinato di rate ed energia delle specie non permette di depositare film su Si con uno spessore micrometrico. Superato un limite superiore per il valore della pressione il film può crescere per uno spessore maggiore, senza problemi di buckling ma con una struttura completamente differente, porosa, che riduce notevolmente gli sforzi interni. Per film a spessore micrometrico come quelli di interesse per specchi, per deposizioni su silicio, il regime di pressioni necessario per la produzione di film nanocristallini può non essere ammissibile per crescere tutto lo spessore. Nel caso di Mo, lo stesso tipo di fenomeni si presenta in maniera meno marcata, dal momento che, come si vedrà nel paragrafo 4.3.1 si riescono a crescere film con 500 nm di spessore, senza problemi di buckling.

La diversa forma dell'impulso laser influenza pesantemente questo aspetto. Nel laser a eccimeri (PLD I), vista la particolare forma della piuma (molto ampia e fortemente asimmetrica) l'effetto confinante del gas è molto marcato già a pressioni molto basse (1 Pa), per cui, con riferimento a deposizioni di 20 minuti a 20 Hz, si entra immediatamente nel regime di buckling, mentre a pressioni più elevate (>15 Pa) questo fenomeno non si manifesta più in quanto il film manifesta già una struttura porosa, come si vede in figura 4.5. Avere un limite

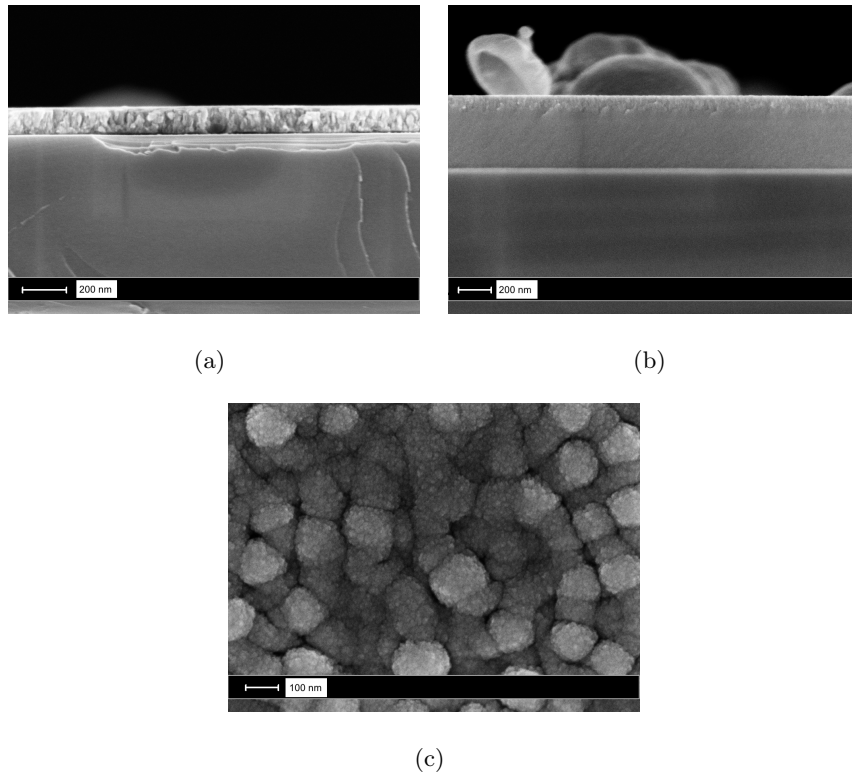


Figura 4.5: Immagini SEM di film prodotti a diversa pressione con la PLD I: cross section in vuoto (a), cross section a 15 Pa(b), porosità del film a 15 Pa (c). Deposizioni a 20 Hz per 20 minuti.

inferiore a valori così piccoli, rende di fatto impossibile lavorare a basse pressioni, per l'impossibilità di un controllo così spinto e stabile sulla pressione del gas in camera di deposizione. Lo stesso problema, con limiti diversi nei valori delle pressioni, è stato riscontrato anche nella PLD II: pressioni comprese tra i 5 e 15 Pa non possono essere impiegate per deposizioni superiori ai 200 nm.

TIPO DI LASER

I due laser impiegati hanno lunghezze d'onda vicine e sono gestiti in modo da avere la stessa energia nell'impulso, ci si attende quindi che le uniche differenze siano date dalla diversa forma dell'impulso, e quindi dalla fluenza del laser. Questo influenza la forma e l'estensione superficiale della zona interessata da buckling. Dalla figura 4.6 si vede come nel caso del

laser Nd:Yag la zona interessata dal buckling sia di forma circolare ed si trovi nel centro del substrato; nel caso del laser a eccimeri il buckling interessa invece una regione anulare. In

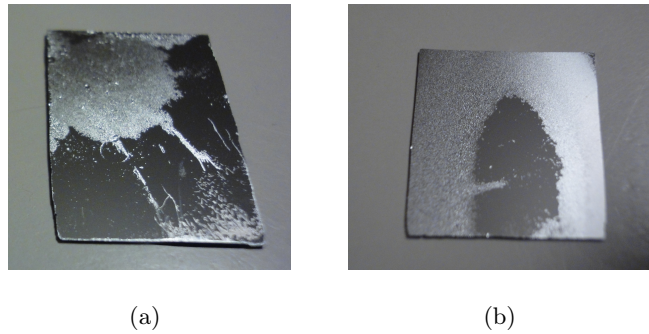


Figura 4.6: Area interessata da fenomeni di buckling nelle deposizioni con laser Nd:YAG (a) e a eccimeri (b).

entrambi i casi la forma della regione interessata dal buckling ricalca la distribuzione delle specie nella piuma di ablazione. Il motivo di questo comportamento non è completamente chiaro, ma verosimilmente è dovuto ad una maggiore disomogeneità spaziale e all'elevata focalizzazione impiegata nel laser a eccimeri rispetto al Nd:YAG.

MOVIMENTAZIONE

La movimentazione del substrato può influenzare notevolmente le proprietà di adesione del film in quanto, rispetto ad una deposizione statica, viene istantaneamente variato il rate di deposizione in ogni punto e le specie che arrivano sul substrato hanno energie diverse nel tempo, per cui anche il regime di crescita è differente. Questo comportamento è stato verificato sulla PLD II, dove sono state provate diverse movimentazioni (variando disassamento e velocità di rotazione, come descritto nella sezione 4.6) del sistema target - substrato. Con questo laser deposizioni statiche da 20 minuti non mostrano problemi di adesione solo se effettuate in vuoto o a pressioni superiori ai 30 Pa. Le conseguenze della movimentazione sono state verificate per la pressione di 15 Pa, inizialmente ipotizzata come una soluzione interessante grazie alla struttura del film e alla risposta a cicli termici [38]. Come è lecito aspettarsi, aumentare molto il disassamento a pari velocità di rotazione e tempo di deposizione, riduce i problemi di adesione, essenzialmente perchè questo determina un minor tasso di crescita del film.

TEMPERATURA DEL SUBSTRATO

La possibilità di depositare scaldando il substrato è sicuramente una modalità con cui controllare l'adesione del film, dal momento che scaldando si fornisce maggiore mobilità agli atomi che si depositano, favorendo il rilassamento degli sforzi. La temperatura a cui scaldare il substrato, 200 °C, è stata scelta in funzione delle problematiche di annealing (descritte nella sezione 4.4) e non esclusivamente per il problema dell'adesione.

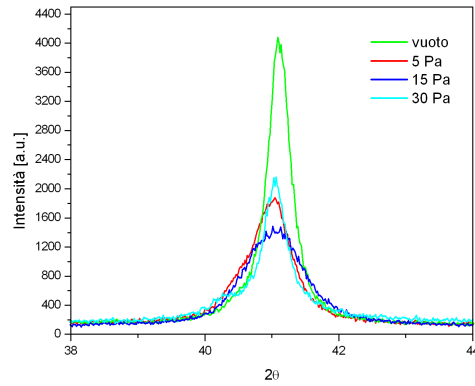
Questa temperatura è sufficientemente elevata da permettere la crescita di film che a temperatura ambiente non potrebbero essere prodotti: a 15 Pa, impiegando la PLD II, si riesce a crescere un film con una deposizione da 20 minuti (150 nm di spessore) senza problemi di adesione, contrariamente a quanto accade per deposizioni senza scaldare il substrato.

4.3.1 Deposizioni su molibdeno

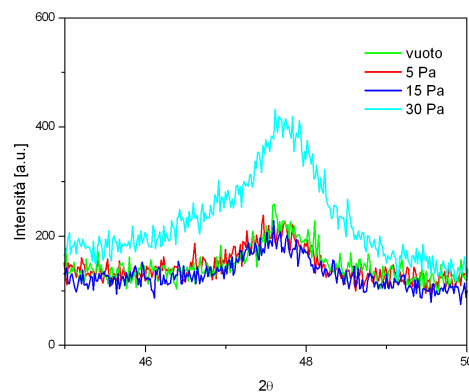
Come anticipato, le proprietà meccaniche dei materiali impiegati per substrato e film sono fondamentali nel determinare le proprietà di adesione del film. Il silicio viene spesso impiegato come substrato grazie alla facilità con cui può essere caratterizzato il film, mentre un possibile substrato di reale impiego in un tokamak è il molibdeno. Il problema dell'adesione è stato indagato anche per questo secondo materiale, che come ci si attendeva mostra una minor sensibilità a fenomeni di buckling in virtù delle proprietà meccaniche più simili al rodio. I substrati di Mo sono tuttavia maggiormente critici per la caratterizzazione, in quanto non possono essere facilmente spezzati, e per la loro produzione. Sono infatti stati preparati per la deposizione in laboratorio: per garantire la massima planarità del substrato prodotto, questi sono stati ricavati da una lamina di materiale mediante taglio laser e poi sottoposti ad un processo di lucidatura (dapprima con carta abrasiva e infine con una sospensione diamantata). Sono state svolte deposizioni di durata molto più elevata, 160 minuti, corrispondenti ad uno spessore massimo di circa 500 nm (i substrati sono stati movimentati) su un'area di circa 4 cm² (per maggiori dettagli, anche sulla planarità, si veda la sezione 4.6) senza che il film mostrasse problemi di adesione per qualsiasi pressione.

Un ulteriore aspetto potenzialmente molto differente rispetto all'utilizzo di silicio è la cristallinità dei film prodotti al variare della pressione, indagata mediante XRD.

I grafici in figura 4.7 mostrano i picchi XRD per deposizioni con laser Nd:YAG (PLD II) della



(a)



(b)

Figura 4.7: Analisi dei picchi XRD di Rh (111) (a) e Rh (200) (b) al variare della pressione.

durata di 160 minuti. Per tutti i campioni è possibile impiegare la relazione di Scherrer per risalire alle dimensioni dei grani, prestando attenzione nell'interpolazione dei dati al fatto che molto vicino al picco (111) del rodio è presente anche un picco del substrato (per Mo (110) $2\theta = 40.562$, mentre per Rh (111) $2\theta = 41.076$). Considerando il picco in direzione (111) si nota come i campioni depositati in atmosfera di elio abbiano una cristallinità confrontabile fra loro e inferiore rispetto a quella del campione depositato in vuoto. In corrispondenza del

picco (200) il film depositato a 30 Pa mostra una cristallinità molto più elevata rispetto a tutte le altre pressioni. Le dimensioni medie dei grani valutati per il picco (111) confermano quanto visto in generale sull'influenza della pressione sulla crescita dal film, con l'eccezione del campione depositato ad una pressione di 30 Pa (vedi tabella 4.2). Questo campione mostra una

Pressione	Dimensione del grano
vuoto	26 nm
5 Pa	18 nm
15 Pa	16 nm
30 Pa	24 nm

Tabella 4.2: Dimensioni medie dei grani cristallini nelle deposizioni su molibdeno.

dimensione media dei grani piuttosto grande, 24 nm, confrontabile con quella del campione depositato in vuoto. Il comportamento anomalo per le dimensioni dei grani di questo film non è ben chiaro; potrebbe essere in parte attribuito alla preparazione del substrato (pur se con la stessa procedura di produzione, i substrati non sono stati caratterizzati per quanto riguarda la loro rugosità superficiale), ma una così elevata diversità non è totalmente giustificata.

Circa le proprietà di adesione del film, come già anticipato, non si sono riscontrati fenomeni di buckling o delaminazione su campioni depositati su molibdeno, sebbene siano stati depositati film con spessori 3-4 volte superiori. Ciò conferma la grande importanza dell'accoppiamento tra film substrato per la stabilità del sistema.

4.3.2 Film multilayer

Alla luce delle problematiche di adesione e della complessità nel controllarle, una possibile interessante alternativa è la realizzazione di un film multistrato, in cui si accoppiano strati di materiale compatto e colonnare, a strati nanocristallini e amorfi, al limite porosi, aventi uno spessore sufficiente a garantire la stabilità dell'intero film. Se nel caso di deposizioni su Si una soluzione di questo genere è necessaria per il raggiungimento di spessori micrometrici, nel caso del Mo questa strategia può comunque essere interessante, in quanto consente di gestire al meglio le proprietà meccaniche del film prodotto. Controllando attentamente la struttura degli

interlayer, si riesce comunque a garantire una buona riflettività dell'intero film, a vantaggio dei fenomeni erosivi tipici dell'esposizione al plasma. Per gli stessi motivi precedentemente illustrati, anche queste deposizioni sono state svolte impiegando silicio come substrato.

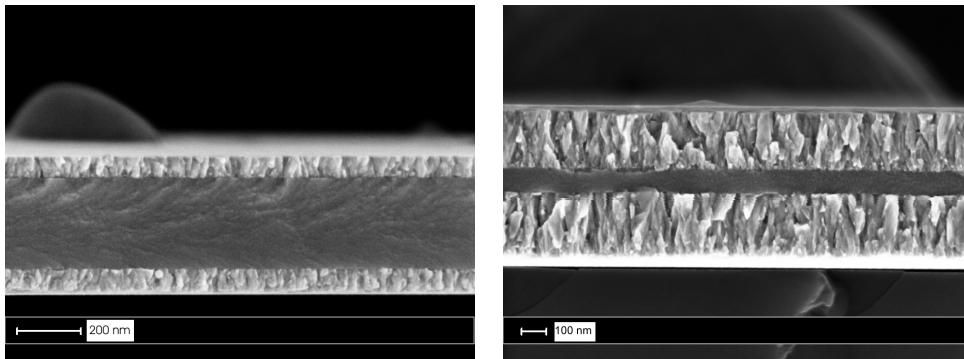


Figura 4.8: Immagini SEM di cross section di film multistrato. Strati compatti depositati in vuoto, interlayer prodotto in atmosfera di elio a 15 Pa. Si nota come lo strato a 15Pa, in questo caso poroso, possa crescere senza problemi di buckling per spessori molto più elevati rispetto agli strati colonnari.

La produzione di film con questa strategia è stata realizzata nella PLD I. Il primo strato viene depositato in vuoto per garantire un'adesione ottimale al substrato per uno spessore di circa 370 nm, successivamente si deposita l'interlayer (in questo caso l'ampia divergenza della piuma fa sì che il film sia poroso) in atmosfera di elio alla pressione di 15 Pa con uno spessore di 100 nm. Questo spessore si è verificato essere sufficiente a rilassare gli sforzi, per cui è possibile depositare nuovamente un ulteriore strato compatto senza che questo scateni fenomeni di buckling. Fatto molto importante, la porosità dell'interlayer non influenza lo strato compatto che, come mostrano le immagini SEM in figura 4.8, cresce in maniera indipendente senza influenzare le proprietà di riflettività del film. Con il setup scelto, ad una frequenza del laser di 20 Hz, si riesce a depositare in 45 minuti uno spessore complessivo di circa $1\mu\text{m}$ su un'area di 3 cm^2 (i campioni non sono stati movimentati).

Gli spessori adottati per la deposizione di questo film sono preliminari, valutati esclusivamente in base all'esperienza sulla macchina di deposizione; si può e si deve ovviamente valutare quale sia il rapporto ottimale tra lo spessore dello strato amorfo e di quello compatto

soprattutto alla luce delle proprietà meccaniche complessive dell'intero film, eseguendo delle opportune prove meccaniche, come scratch test o indentazioni.

4.4 Modificazioni indotte dalla temperatura

La dipendenza delle caratteristiche dello specchio dalla temperatura è una tematica di fondamentale importanza. Da test effettuati all'interno di tokamak e riportati in letteratura, si è osservato che gli specchi possono raggiungere temperature comprese tra 200 e 500°C [37]. Queste temperature, anche se sensibilmente inferiori rispetto alla temperatura di fusione del rodio, pari a 1966°C, possono comunque influire in maniera significativa sulla morfologia del film. Sono infatti sufficienti ad innescare processi di ricristallizzazione che potenzialmente possono trasformare profondamente la struttura originaria del film, aumentando la rugosità e riducendone la riflettività. Si tratta di fenomeni a soglia, in cui il parametro critico è rappresentato dalla temperatura normalizzata, cioè il rapporto tra la temperatura di interesse e quella di fusione, espresse in gradi kelvin.

Questa eventualità è già stata evidenziata sia in film prodotti mediante PLD [38] sia impiegando altre tecniche [44], registrando oltre che un aumento delle dimensioni medie dei grani cristallini, fenomeno spiegabile con il processo di coalescenza dei grani che porta un maggiore ordine cristallino, anche profonde trasformazioni nella morfologia del film (comparsa di nanofori con pesanti conseguenze sulla riflettività [38]). Questa tematica è di cruciale importanza e pertanto è stata approfondita in questo lavoro di tesi.

Lo studio delle modificazioni prodotte nel film a causa della temperatura è stato investigato dapprima simulandone sperimentalmente l'effetto mediante annealing dei campioni a temperature significative per il funzionamento degli specchi. Sono state poi eseguite una serie di deposizioni a caldo per valutare quali fossero i cambiamenti che la temperatura del substrato induce nella crescita del film. Questa strategia di deposizione potrebbe infatti essere una via con cui limitare, o comunque controllare, le problematiche legate ad un funzionamento del film a temperatura maggiore di quella ambiente.

L'annealing è stato realizzato sia portando i campioni alla temperatura di 200°C per 4 ore sia sottoponendoli ad un annealing combinato: 200°C per 4 ore seguite da altre quattro

ore a 400°C (temperatura rappresentativa del baking della camera di ITER [35]). Questi trattamenti sono stati eseguiti su campioni depositati su silicio mediante il laser Nd:YAG (PLD I) per 30 minuti (in vuoto) e 20 minuti (in atmosfera di elio). Il forno Lenton impiegato per i trattamenti termici è dotato di una pompa scroll e di una pompa turbomolecolare per annealing in vuoto; il forno è tubolare e il campione viene posto al centro della camera per avere massima uniformità nel riscaldamento; la rampa di riscaldamento è fissata in 4°C/min.

Le deposizioni a caldo sono state eseguite con lo stesso sistema PLD, depositando su silicio per un tempo di 20 minuti in vuoto e alla pressione di 15 e 30 Pa. La temperatura del substrato viene controllata mediante una termocoppia direttamente collegata al manipolatore. Una volta depositato il campione il raffreddamento viene eseguito in atmosfera a pressione controllata di elio per evitare shock termici al film.

4.4.1 Annealing a 200°C

Le prime prove di annealing sono state eseguite portando il campione a 200 °C per 4 ore, con l'obiettivo di verificare quanto noto in letteratura [38]: alle pressioni di deposizione usate (0, 15 e 30 Pa) ci si attende un aumento delle dimensioni medie dei grani cristallini. I valori ottenuti dall'analisi XRD sono riportati in tabella 4.3.

Pressione	Dimensione medie <i>grani as deposited</i>	Dimensione medie grani <i>post annealing</i>
vuoto	22 nm	22 nm
15 Pa	15 nm	16 nm
30 Pa	9 nm	11 nm

Tabella 4.3: Confronto tra le dimensioni medie dei grani cristallini dei campioni as deposited e sottoposti a processo di annealing.

Le immagini SEM dei campioni depositati in vuoto e a 30 Pa (figura 4.9) mostrano come atteso un aumento delle dimensioni medie dei grani (maggiore e più evidente nel caso deposizioni a 30 Pa), come confermato anche dall'analisi XRD (grafici in figura 4.10).

Il campione prodotto a 15 Pa non registra una sensibile variazione strutturale: come mostra il grafico di figura 4.11 le dimensioni medie dei grani cristallini non cambiano in

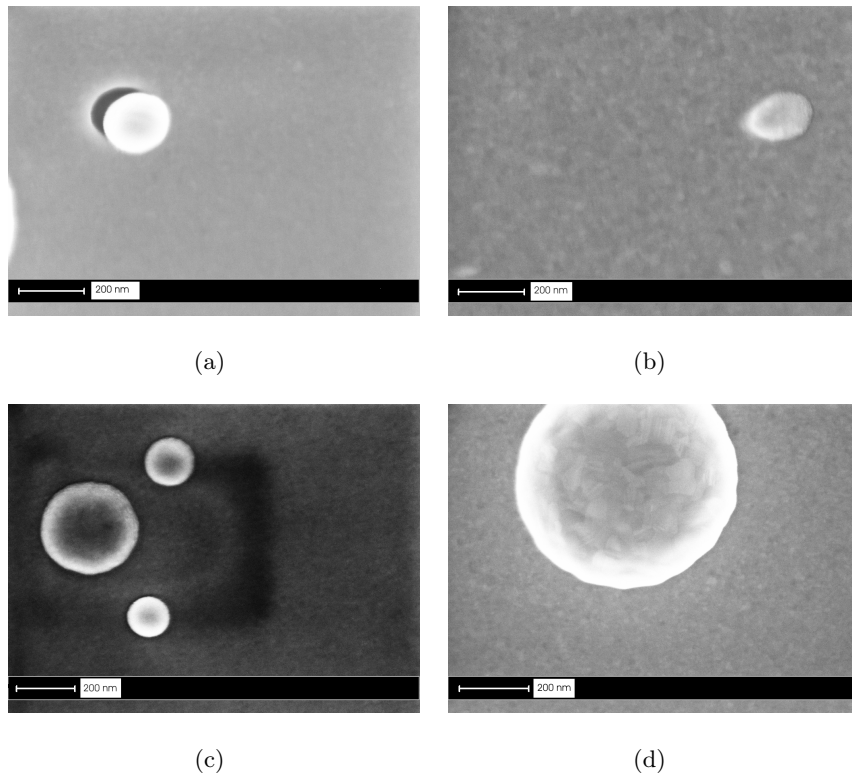


Figura 4.9: Immagini SEM di film prima e dopo il processo di annealing. Campione depositato in vuoto, (a) e (b), e depositato in atmosfera di He a 30 Pa, (c) e (d). Deposizioni PLDII.

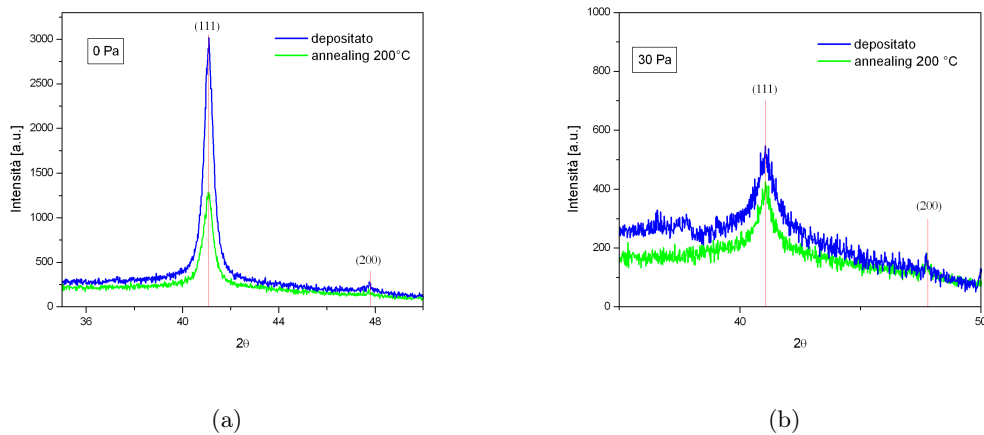


Figura 4.10: Analisi XRD su un campione depositato in vuoto (a) e in atmosfera di elio 30 Pa (b) per 20 minuti, prima e dopo annealing a 200°C.

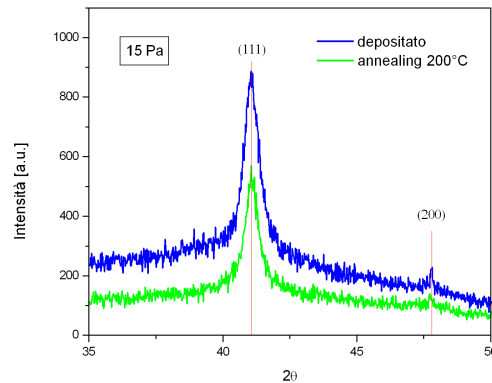


Figura 4.11: Analisi XRD su un campione depositato a 15 Pa per 20 minuti, prima e dopo annealing a 200°C.

maniera significativa rispetto al film non scaldato, ma la morfologia superficiale cambia invece pesantemente. Sulla superficie si formano dei rigonfiamenti, ben visibili nell'immagine SEM di figura 4.12, imputabili a fenomeni di buckling. Le dimensioni di questi rigonfiamenti sono

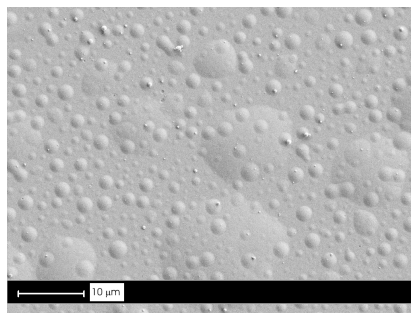


Figura 4.12: Immagine SEM della superficie di film deposto a 15 Pa dopo annealing a 200°C per 4 ore.

variabili, ma comunque micrometriche, potenzialmente dannose per le proprietà di riflettività e di adesione del film. Il medesimo fenomeno è stato riscontrato anche nei campioni depositi a 15 Pa e poi sottoposti ad annealing a 200+400°C, come evidente nelle immagini SEM in figura 4.13. Si ritiene che questo comportamento sia strettamente connesso con l'uso di Si come substrato.

Lo stesso comportamento era già stato verificato nel precedente lavoro di tesi, applicando la

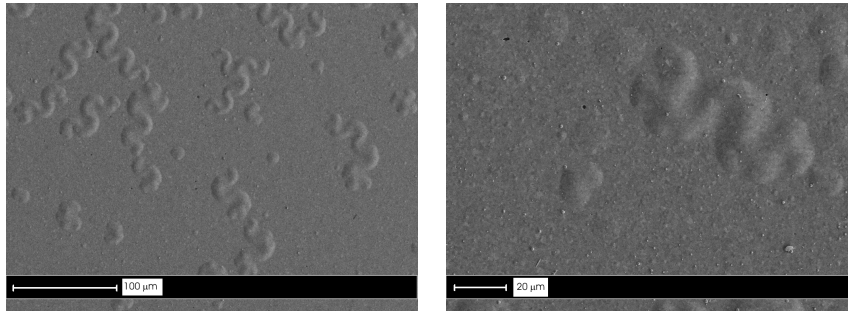


Figura 4.13: Fenomeni di buckling indotti nel film depositato a 15 Pa e successivamente sottoposto ad un ciclo di annealing 4h a 200°C più 4h a 400°C.

stessa modalità di annealing dei campioni, prodotti nello stesso sistema PLD ma depositati ad una pressione di elio di 5 Pa. Questo pone due distinte questioni: la prima riguardante le cause che stanno alla base del processo, la seconda le ragioni per cui lo stesso fenomeno è presente in film deposti in condizioni differenti. Riguardo all'origine di queste trasformazioni, occorre ricordare che, come riportato in sezione 4.3, i campioni depositati nella PLD I su silicio alla pressione di 15 Pa sono sensibili a problematiche di buckling, come era accaduto anche per i campioni a 5 Pa presentati in [39]. Questo fatto indica come gli sforzi presenti nel film, anche se non sono sufficienti ad innescare a temperatura ambiente processi macroscopici di buckling possono farlo quando il film viene portato in temperatura. Per quanto riguarda le ragioni per cui gli stessi problemi si sono presentati in condizioni di deposizione differenti, la motivazione è molto probabilmente da imputare al laser, che ha mostrato una scarsa stabilità nell'energia dell'impulso.

4.4.2 Annealing a 200°C + 400°C

La temperatura di 400 °C rappresenta una condizione sicuramente più stringente per i possibili cambiamenti indotti nel film; è infatti un valore che può considerarsi significativo nell'innescare processi di ricristallizzazione. La temperatura di ricristallizzazione si colloca a circa 470°C (temperatura normalizzata pari a 1/3); la particolare struttura del film e la durata dei processi di annealing possono implicare un valore anche inferiore. Prove di annealing a questa temperatura sono state eseguite su film depositati a 15 Pa (circa 200 nm di spessore),

scaldandolo dapprima a 200°C per 4 ore per poi portarli alla temperatura di 400°C per lo stesso intervallo di tempo. Il campione e la modalità di annealing sono stati scelti essenzialmente per due motivi: innanzitutto la strategia di annealing consente di verificare l'entità delle trasformazioni descritte nel paragrafo precedente e la loro evoluzione a temperature superiori, ma soprattutto perchè le importanti trasformazioni indotte da un annealing direttamente a 400°C [38] possono essere potenzialmente mitigate da un 'pre-riscaldamento' a 200°C.

Per quanto riguarda il processo di ricristallizzazione, questo è effettivamente molto importante, e porta alla formazione di cristalli di dimensioni variabili ma molto grandi, i maggiori nell'ordine delle centinaia di nanometri.

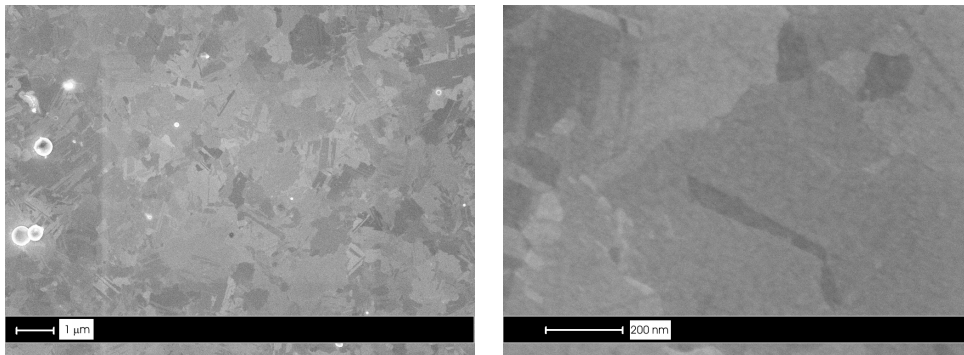


Figura 4.14: Immagini SEM del campione depositato a 15 °C e sottoposto al ciclo di annealing, evidente il fenomeno di ricristallizzazione.

Un'ulteriore fondamentale informazione ricavata da questa scelta per il ciclo di annealing è legata alla formazione di vuoti nel film. È stato mostrato [38] che il processo di ricristallizzazione eseguito direttamente alla temperatura di 400°C causa, oltre ai cambiamenti morfologici già citati, anche la comparsa di fori nanometrici nel film che ne pregiudicano la riflettività. L'origine di questi buchi non è completamente chiara, ma potrebbe essere attribuita al processo di coalescenza degli atomi indotto dalla ricristallizzazione. Nel nostro caso la superficie non mostra alcun vuoto, verosimilmente grazie al mantenimento del film a 200°C per 4 ore, un tempo sufficiente ad innescare un primo processo di riassetto del film tale da rendere poi meno drammatico l'effetto del successivo riscaldamento a 400°C.

4.4.3 Deposizioni a caldo

Accanto allo studio degli effetti della temperatura mediante riscaldamento dei film prodotti a temperatura ambiente, è stata eseguita una serie di deposizioni a "caldo", cioè scaldando il substrato alla temperatura di 200°C. Il risultato ultimo del depositare ad una temperatura superiore a quella ambiente è la cessione di energia agli atomi che si depositano, influenzando la mobilità delle specie e quindi il processo di crescita del film [45] e le sue proprietà strutturali [46]. In particolare depositando ad una temperatura di 200°C si può pensare di produrre un film maggiormente resistente alle modificazioni che il successivo riscaldamento induce, in particolare all'annealing a 400°C. Un ulteriore vantaggio di questa strategia di deposizione è il miglioramento dell'adesione del film, dal momento che la temperatura consente una sorta di processo di ricottura rilassando almeno una parte degli sforzi.

La caratterizzazione mediante XRD mostra come effettivamente la temperatura del substrato influenza in maniera significativa la cristallinità e le dimensioni medie del grano. In particolare si è notata la presenza netta del picco corrispondente all'orientazione (200) indipendentemente dalla pressione di deposizione.

Nelle figure seguenti viene mostrata l'analisi XRD e SEM dei campioni prodotti al variare della pressione: nelle figure 4.15 e 4.16 le deposizioni in vuoto, nelle figure 4.17 e 4.18 15 Pa, mentre nelle figure 4.19 e 4.20 il comportamento dei film prodotti a 30 Pa.

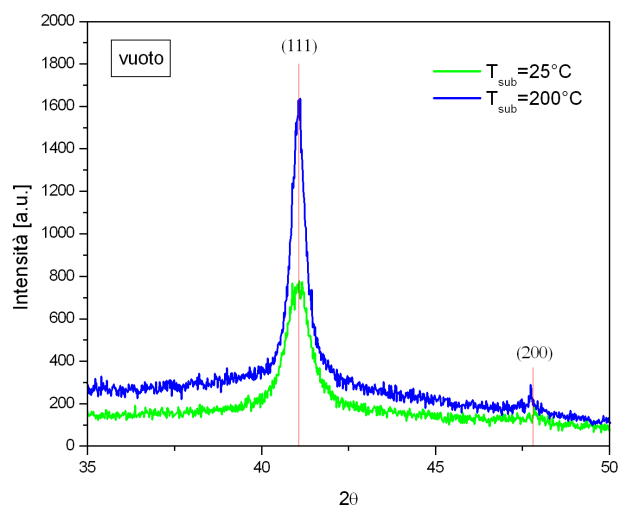


Figura 4.15: Analisi XRD di film di rodio depositi in vuoto.

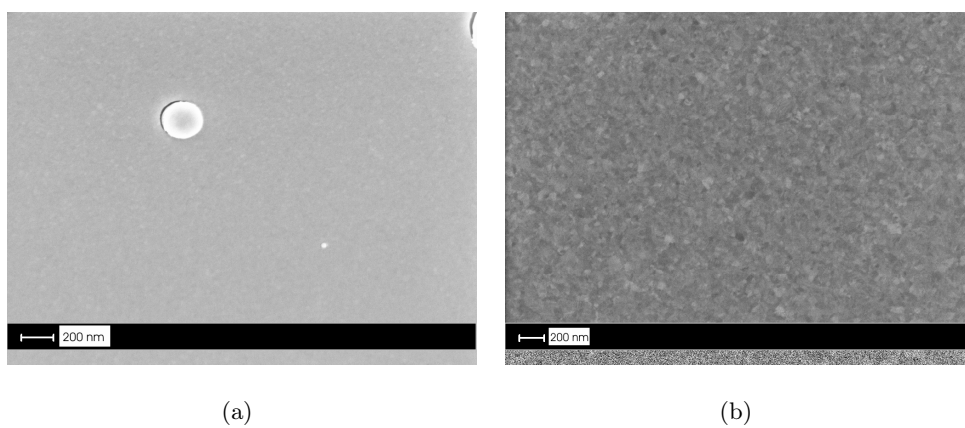


Figura 4.16: Immagini SEM di film di rodio depositi in vuoto a diversa temperatura del substrato: a temperatura ambiente (a) e a 200°C (b).

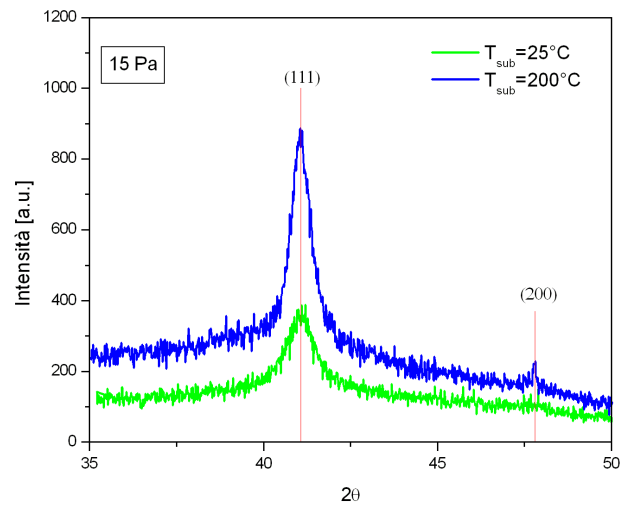


Figura 4.17: Analisi XRD di film di rodio depositi in atmosfera di He a 15 Pa.

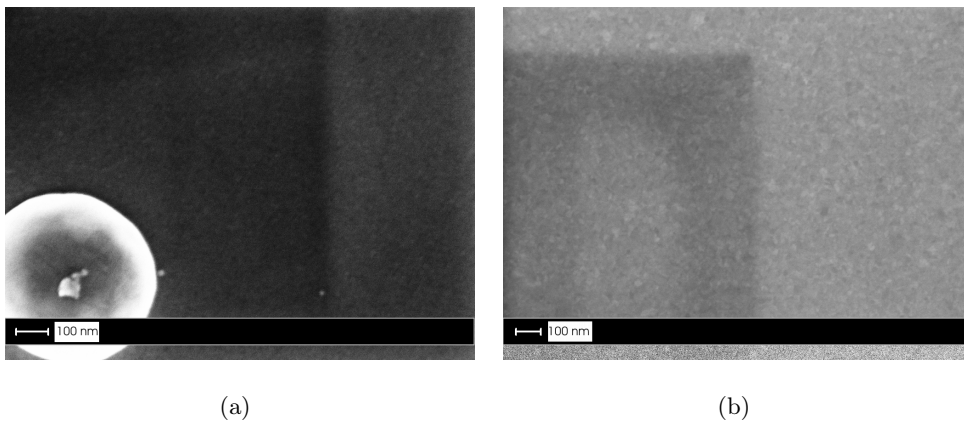


Figura 4.18: Immagini SEM di film di rodio depositi in atmosfera di He a 15 Pa a diversa temperatura del substrato, a temperatura ambiente (a) e a 200°C (b).

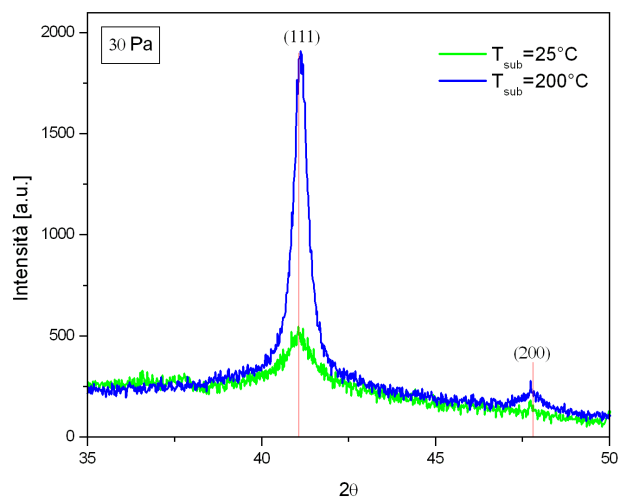


Figura 4.19: Analisi XRD di film di rodio depositi in atmosfera di He a 30 Pa.

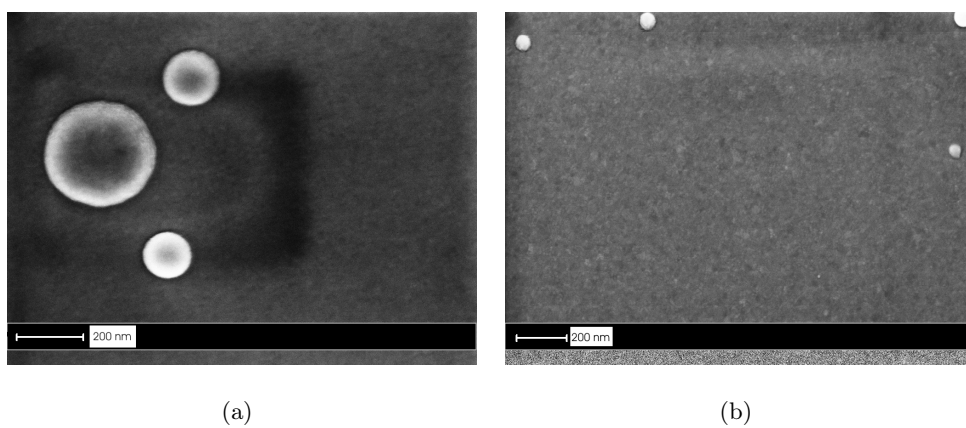


Figura 4.20: Immagini SEM di film di rodio depositi in atmosfera di He a 30 Pa a diversa temperatura del substrato, a temperatura ambiente (a) e a 200°C (b).

Confrontando le deposizioni a T ambiente e quelle con substrato scaldato a 200°C , si può osservare come la temperatura abbia effetti limitati sulla struttura dei film depositati in vuoto e a 15 Pa, come mostrano tanto le misure XRD quanto le immagini SEM. In entrambi i casi si registra un aumento della cristallinità del film e la comparsa del picco corrispondente alla direzione (200). Le dimensioni dei grani tuttavia non subiscono delle grosse variazioni rispetto alle deposizioni a temperatura ambiente.

Nel film deposto a 30 Pa gli effetti della temperatura sono più evidenti: rispetto alla deposizione a temperatura ambiente, la temperatura del substrato è sufficientemente elevata da consentire tanto una maggior cristallinità quanto maggiori dimensioni dei grani. Sul campione è stata eseguita un'unica misura XRD, che se interpretata mediante la relazione di Scherrer porta ad identificare una dimensione media dei grani di 25 nm. Questo specifico

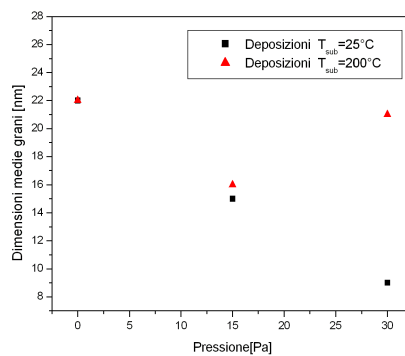


Figura 4.21: Dimensioni medie dei grani al variare della pressione di deposizione per campioni depositati a temperatura ambiente e con il substrato scaldato a 200°C .

valore è anomalo: osservando il grafico in figura 4.21, si nota infatti non solo come sia in controtendenza rispetto al comportamento del campione depositato a 15 Pa (l'interpretazione della misura XRD porta a grani nettamente più piccoli), ma anche con l'andamento generale delle dimensioni rispetto alla pressione (decrescente). Le immagini SEM di cross section non sono chiarificatrici, in quanto i film depositati alle tre differenti pressioni hanno spessori molto ridotti, compresi tra 100 e 150 nm, e non permettono di verificare diverse strutture del film. Tuttavia, se si confrontano le immagini SEM delle superfici, sembra che i grani del film

depositato a 30 Pa abbiano dimensioni inferiori rispetto a quelli prodotti a pressioni inferiori.

Visto il limitato effetto della temperatura sulla struttura del film, a questo punto dello studio è necessario svolgere delle prove di annealing a 400°C, con cui confrontare l'influenza del processo di ricristallizzazione della temperatura del substrato.

4.5 Il problema dei droplets

Uno dei problemi fondamentali dell'impiego della PLD nella realizzazione di film, ed in particolare per la produzione di film con la funzione di specchi, è la produzione di impurezze sotto forma di particolato durante il processo di deposizione. Il processo di formazione è molto complesso e legato a vari parametri nel processo di ablazione: elevata rugosità e/o presenza di disuniformità sulla superficie del target, fenomeni di ebollizione superficiali, l'azione di rinculo delle specie ablate, sono alcuni dei fenomeni che portano alla produzione di impurezze. Queste possono essere emesse tanto allo stato liquido quanto a quello solido, riconoscibili per la diversa forma. Particolato solido ha forma irregolare, mentre quello liquido (droplets) è di forma sferica e pertanto facilmente riconoscibile mediante immagini SEM.

Nel caso specifico dell'ablazione di rodio si è riscontrata una grande presenza di droplet sui film. Le conseguenze possono essere significative soprattutto per le proprietà di riflettività, dal momento che queste gocce creano dei centri diffusivi sulla superficie e aumentano la rugosità del film causando una diminuzione della riflettività speculare in accordo anche alla formula di Bennet, equazione 3.1. Campioni con una densità di droplet per unità di superficie molto

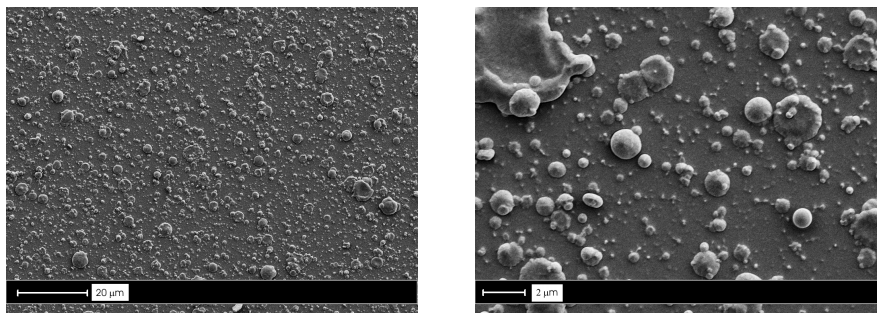


Figura 4.22: Droplet prodotti durante una deposizione da 45 minuti con laser a eccimeri in vuoto.

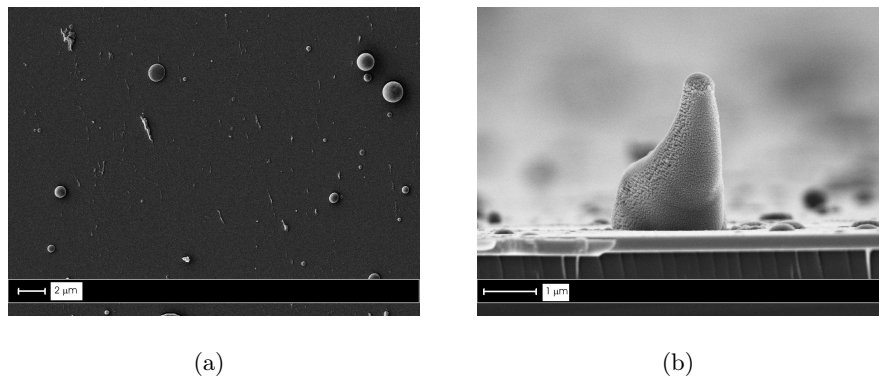


Figura 4.23: Esempi di impurezze prodotte durante il processo di deposizione a causa di movimentazione non corretta e mal posizionamento del substrato.

elevata (come quelli di figura 4.22) sono di fatto opalescenti, annullando l'ottima riflettività potenziale di una superficie ideale di rodio.

Nel caso di una non corretta movimentazione o di parametri di deposizione non ottimizzati diventa molto significativa anche la presenza di impurezze di altro genere, come presente in figura 4.23.

Come per gli altri aspetti caratteristici della PLD anche la formazione di droplet è influenzata dai parametri di deposizione; tra questi, quello che viene anche in letteratura citato come il principale responsabile è la rugosità del target: se superiore ad un certo valore porta inevitabilmente ad una importante emissione di particolato, soprattutto lungo la direzione di incidenza del laser [47]. Una lucidatura preventiva del target può aiutare a ridurre queste problematiche, ma nel caso del rodio questa soluzione si è rivelata inefficace in quanto il target subisce dopo pochi minuti di ablazione un marcato danneggiamento superficiale, visibile anche ad occhio nudo, indice della difficoltà ad ablatare questo materiale a causa della sua elevata riflettività. Presa conoscenza dell'impossibilità di eliminare completamente la presenza di droplet sul film, si è comunque cercato di monitorare il problema cercando di capire quali potessero essere altri parametri di deposizione di possibile influenza sul fenomeno, con lo scopo di identificare le condizioni di deposizione migliori per ottenere un film il più pulito possibile. In particolare si è riscontrato come una troppo elevata focalizzazione (elevato rapporto perimetro/superficie dell'area ablata), una distanza target - substrato eccessivamente ridotta (concentrazione del

materiale su un'area minore), il disassamento eccessivo del campione in direzione del laser, sono fattori che concorrono alla produzione di un elevato numero di droplet. Questo pone dei vincoli nella scelta di questi parametri, che come visto nei paragrafi precedenti sono invece importanti per ottenere una data deposizione con certe caratteristiche.

Lo studio di questa problematica è stato svolto processando mediante un software dedicato, SPIP, le immagini SEM dei film prodotti. In questo modo, sfruttando il contrasto nell'immagine tra droplet e superficie, è possibile risalire al numero, alla forma e alla dimensione dei droplet presenti.

Occorre distinguere tra il comportamento dei due sistemi PLD. Nella PLD I la produzione di droplets è molto significativa, principalmente a causa dell'elevata focalizzazione necessaria per avere rate di deposizione significative. Questa porta ad avere un alto rapporto superficie/area della zona ablata e conseguentemente una significativa emissione di gocce liquide.

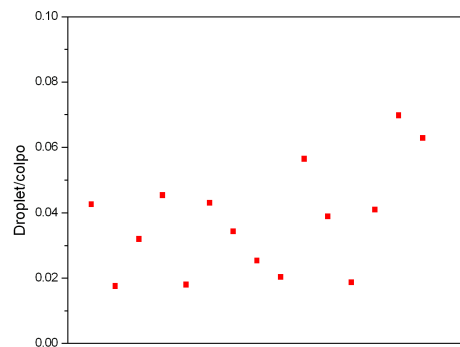


Figura 4.24: Numero di droplet per impulso laser valutati su diversi campioni.

Nel caso della PLD II il numero e le dimensioni dei droplet prodotti sono fortemente variabili da campione a campione, rivelando molto probabilmente una instabilità nell'energia dell'impulso laser. Se infatti si considera il numero di droplet prodotti per impulso laser, la più significativa quantità con cui caratterizzare il fenomeno, questa dovrebbe essere una quantità abbastanza costante. Osservando invece il grafico di figura 4.24, dove è rappresentato il valor

medio di droplet misurati in diverse posizioni sui campioni, si nota come questa quantità sia estremamente variabile.

Per quanto riguarda le dimensioni di queste gocce, si nota che la distribuzione copre un intervallo molto grande, da gocce molto piccole, con dimensione di alcune decine di nanometri, fino a dimensioni micrometriche, molto più grandi di quanto sia spesso il film stesso.

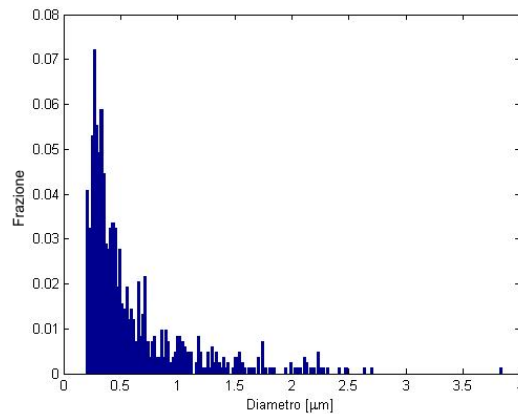


Figura 4.25: Distribuzione di droplet registrata in un campione depositato a 15 Pa.

Allo stato attuale dello studio non è possibile identificare chiaramente il ruolo svolto da ogni singolo parametro variabile nelle deposizioni. Nella PLD I l'elevata focalizzazione richiesta per avere un rate di ablazione significativo causa la produzione di un numero molto elevato di droplets, che per deposizioni a 20 Hz della durata superiore a 45 minuti rendono il film opalescente. Nel caso della PLD II non è possibile formulare un giudizio quantitativo in quanto la scarsa stabilità dell'energia nell'impulso del laser determina delle grosse variazioni tra deposizioni eseguite in momenti differenti, anche se nessuno dei campioni prodotti è opalescente. Si può quindi ritenere che la presenza di droplets sia un problema serio, ma per il quale si può gestire la deposizione in modo da renderlo non determinante, non eliminandolo completamente, ma riducendo la presenza di gocce a valori con una piccola influenza sulla riflettività dei campioni. Dal momento che la frazione più significativa di droplets di grosse dimensioni viene emessa in direzione del laser, dove è anche maggiore il rate di deposizione, questo richiede di spostare il substrato in direzione opposta al laser aumentando i tempi necessari per ottenere un dato spessore. Aumentare la frequenza degli impulsi laser potrebbe

contribuire ad ovviare a questo inconveniente.

Per identificare le condizioni migliori di ablazione occorrerà eseguire delle prove specifiche con cui monitorare la distribuzione spaziale dei droplet presenti, e verificare con delle misure di ellissometria il loro effetto sulla riflettività del film.

4.6 Deposizioni su grande area

Uno specchio deve, per massimizzare la sue proprietà di riflettività, essere il maggiormente planare possibile. Ciò è in netta contrapposizione con la distribuzione spaziale delle specie ablate all'interno della piuma, che invece non è omogenea (appendice A). Una forma spaziale del deposito è ottenibile dal modello di Anisimov [48], che tuttavia per i nostri scopi è eccessivamente complesso; nel seguito si considererà semplicemente un'approssimazione gaussiana del profilo spaziale (qualora fosse necessario si può anche pensare di adottare una combinazione lineare di gaussiane per migliorare il fitting dei dati sperimentali alla forma teorica). I soli parametri ignoti risultano pertanto la FWHM (o equivalentemente σ), l'eccentricità ϵ e lo spessore del deposito in corrispondenza del massimo m ; la posizione del centro della gaussiana viene assunta a priori pari a zero, essendo un parametro che può essere molto semplicemente regolato durante le deposizioni. Lo spessore z del deposito in una data posizione (x, y) sarà quindi:

$$z(x, y) = me^{-\frac{x^2}{2\sigma_x^2} - \frac{y^2}{2\sigma_y^2}} \quad (4.2)$$

$$\epsilon = \sigma_y / \sigma_x \quad (\epsilon > 1)$$

$$z(x, y) = me^{-4\ln(2) \frac{x^2 \epsilon^2 + y^2}{FWHM_x^2 \epsilon^2}} \quad (4.3)$$

Le camere di deposizione impiegate consentono la movimentazione del substrato; sfruttando la sovrapposizione dei singoli depositi, si potrebbe in linea teorica ottenere una forma finale del film qualsiasi su un'area grande a piacere, risolvendo i problemi di planarità ed estensione dello specchio. Questo aspetto è di fondamentale importanza soprattutto per l'ingegnerizzazione del componente e della sua realizzazione mediante PLD, tecnica che rispetto ad altre (come ad esempio plasma spray o elettrodeposizione) non è ancora sfruttata industrialmente

per ricoprire grandi superfici. Per la produzione di specchi una scelta ragionevole è il realizzare film la cui planarità sia superiore a $\lambda/2$ nel campo di interesse per lo specchio (300-800 nm).

Lo svantaggio nel movimentare il substrato è la riduzione del rate di deposizione e il fatto che una buona parte del materiale ablatato non si deposita sul substrato nel momento in cui si ricerca la planarità anche al bordo.

Le prove di movimentazione sono state svolte in maniera sistematica sulla PLD II, dove i principali parametri delle deposizioni erano già noti. La movimentazione a disposizione consente la rotazione del substrato e il suo disassamento rispetto al centro del target in entrambe le direzioni, pertanto una prima possibile movimentazione consiste nella sovrapposizione di una serie di anelli concentrici, facendo semplicemente ruotare il substrato e disassandolo opportunamente ad istanti precisi durante la deposizione.

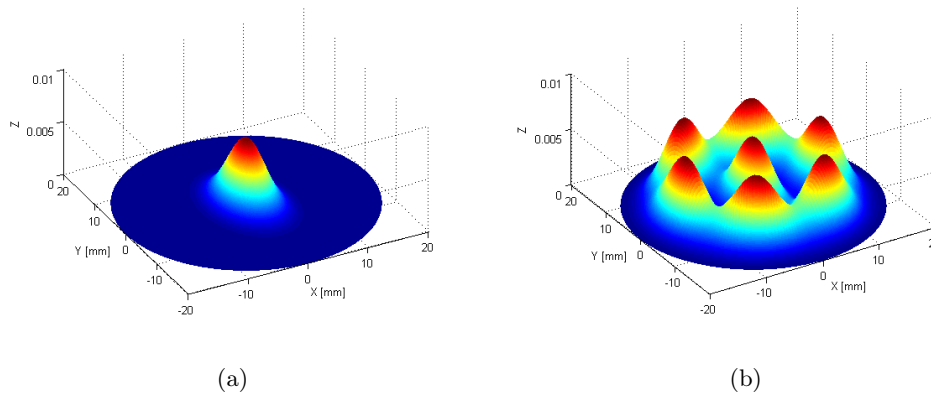


Figura 4.26: Schematizzazione del principio della movimentazione: la sovrapposizione delle code consente di estendere l'area depositata e di controllare la planarità (parametri simulati $m=6.2 \cdot 10^{-5}$ nm/shot, FWHM=6, $\epsilon=1.5$).

Il principio, illustrato in figura 4.26, è teoricamente molto semplice: la sovrapposizione delle code delle gaussiane consente di controllare la planarità del deposito. Scegliendo il disassamento del substrato rispetto al target si controlla il comportamento in direzione radiale, scegliendo la velocità di rotazione lo si controlla in direzione tangenziale.

La realizzazione pratica di questa strategia pone però una serie di problemi non banali. In

primis i parametri dimensionali della piuma sono quantità misurate sperimentalmente (sulla FWHM si ha un errore non inferiore ai 10 nanometri) e sono dipendenti da altre quantità variabili da deposizione a deposizione (come visto principalmente la pressione del gas in camera e la distanza target-substrato), nonché dal sistema PLD impiegato. In aggiunta la forma della piuma è paradossalmente eccessivamente piatta; il materiale viene effettivamente distribuito su una buona area, ma la disomogeneità del deposito è comunque tale per cui la sovrapposizione delle code delle deposizioni è estremamente rilevante per la planarità finale del film.

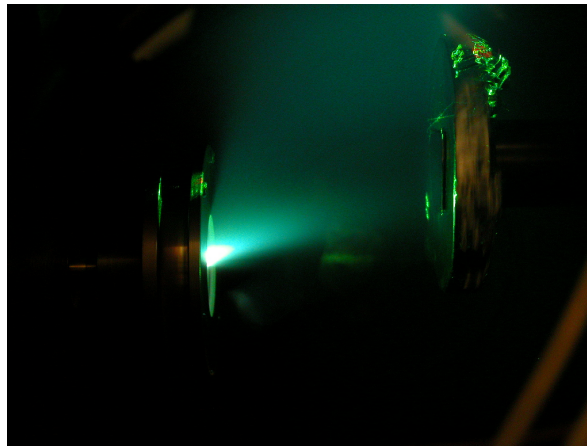


Figura 4.27: Immagine della piuma in una deposizione in vuoto. Evidente la deviazione della piuma rispetto alla direzione normale al target.

La stessa piuma è emessa con una sensibile deviazione rispetto alla normale del target (si veda la figura 4.27) il che rende la forma adottata (4.3) non completamente corretta. Questo comportamento è tipico della PLD: a causa del processo di ablazione la piuma si sposta in direzione del laser poichè aumenta l'area di target normale alla direzione di incidenza del laser [49]. Un'opportuna lucidatura del target prima dell'ablazione può ridurre o limitare questo effetto indesiderato; si è tuttavia verificato come questa soluzione non sia applicabile al target di rodio impiegato in quanto dopo pochi minuti di ablazione la piuma si sposta nuovamente. Si è quindi deciso di non correggere questo problema, anche perchè la deviazione della piuma è comunque un processo che si stabilizza ad una certa inclinazione, mentre la velocità con questo si verifica non è costante ne prevedibile.

Occorre poi precisare che una data movimentazione corrisponde ad un ben preciso spessore

finale, volendo mantenere la stessa planarità su spessori differenti la movimentazione e i tempi caratteristici devono essere corrispondentemente aumentati.

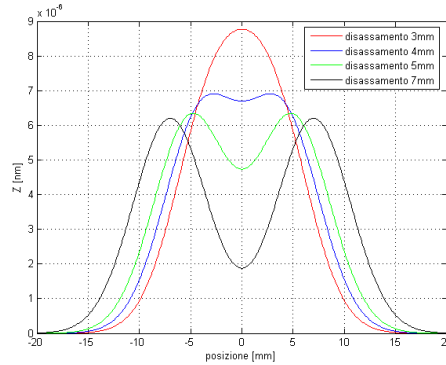


Figura 4.28: Sovrapposizione di gaussiane al variare del disassamento. Stessi parametri di figura 4.26

Nella PLD I questo problema non è stato esplorato dando la precedenza ad altri aspetti. Tuttavia la particolare forma della piuma suggerisce una movimentazione differente e più semplice rispetto a quella ipotizzata. Nelle deposizioni in vuoto la planarità del deposito è molto buona lungo la direzione di maggior espansione della piuma, anche senza una specifica movimentazione. Occorre controllare il comportamento lungo l'altra direzione, e questo può essere fatto accostando due deposizioni statiche decentrate simmetricamente oppure impiegando una movimentazione opportuna, ma molto più semplice in quanto costituita da un moto lineare in un'unica direzione (figura 4.28).

Uno studio dettagliato della movimentazione è stato svolto nella PLD II, dove sono stati depositati una serie di film con disassamenti del substrato differenti. I campioni sono stati tutti realizzati depositando per 15 minuti in atmosfera di elio a 15 Pa e successivamente il loro spessore misurato mediante immagini di cross section SEM. Il disassamento a 14 mm (figura 4.29) è paragonabile in termini di planarità a quello a 10 mm, ma si nota come la forma del deposito sia caratterizzata dalla presenza di due massimi, dovuti all'eccessiva distanza tra i centri delle gaussiane.

La possibilità di movimentare il substrato rappresenta una valida strategia per ottenere film con le estensioni desiderate. Al momento non è stato ancora provata l'efficacia della movimentazione su aree superiori a qualche centimetro quadro, come invece si è visto necessario

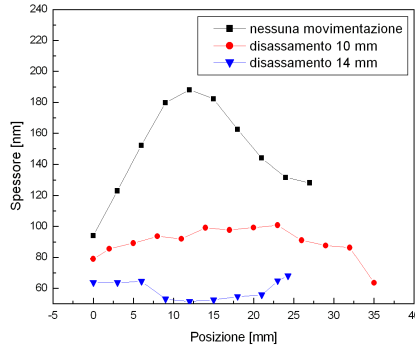


Figura 4.29: Andamento dello spessore al variare del disassamento. Velocità di rotazione del substrato 1 rps.

	spessore massimo [nm]	Δs_{max}	planarità
nessuna movimentazione	190	100	0.715
disassamento 10 mm	110	30	0.316
disassamento 14 mm	70	20	0.166

Tabella 4.4: Spessori e planarità di alcuni depositi. La planarità viene calcolata come $\frac{s_{max}-s_{min}}{s_{med}}$

per la produzione di specchi da impiegare su un sistema reale come ITER. Le prove svolte su superfici minori confermano tuttavia come questa sia la strada da seguire, in quanto semplicemente con un disassamento si è ottenuto un film planare su una regione circolare di diametro di 20 mm. La planarità ottenuta è molto buona, la variazione dello spessore su quest'area è pari a soli 20 nanometri (per uno spessore massimo pari a 110 nm ottenuto con 20 minuti di deposizione). La stima preliminare della planarità delle deposizioni fatte su molibdeno conferma la validità della movimentazione, dal momento che si è riusciti ad ottenere film con una variazione stimata in 100 nm su un'area di 4 cm² (spessore massimo circa 500 nm). L'unico inconveniente che potrebbe presentarsi è legato all'aumento dei tempi necessario a coprire le aree richieste (oltre che al raggiungimento dello spessore desiderato), ma questo può essere eliminato adottando un laser e un sistema di movimentazione che consenta di operare a frequenze più elevata di quelle impiegate in questo lavoro.

4.7 Caratterizzazione di spessori mediante EDXS

L'ultimo problema affrontato è legato alla caratterizzazione dello spessore dei film. Se infatti nel caso di depositi su silicio si può ricavare lo spessore mediante immagini SEM di cross section, nel caso del molibdeno e in generale di altri materiali. Nel caso più generale possibile il substrato non può essere sezionato tanto a causa delle sue proprietà meccaniche quanto perchè il campione stesso verrebbe distrutto. Occorre quindi sviluppare una tecnica non distruttiva che possa essere impiegata anche per controllare il risultato di un deposito qualsiasi su un substrato con caratteristiche qualunque.

Una tecnica interessante con cui misurare lo spessore di film, già nota in letteratura [50], è la *Energy Dispersive X-ray Spectrometry* (EDXS): l'attenuazione dei raggi X caratteristici prodotti nel campione a seguito di bombardamento elettronico può essere utilizzata per determinarne lo spessore.

La base teorica di questa tecnica è semplice: gli elettroni cedono energia al materiale eccitandolo; il processo di diseccitazione avviene in parte emettendo radiazione X ad energie caratteristiche del materiale in esame, per cui nello spettro fotonico raccolto saranno presenti picchi in corrispondenza di questi valori. Nel caso in cui venga analizzato un film depositato su un substrato, se il film è sufficientemente sottile da non schermare la radiazione X e gli elettroni sono sufficientemente energetici da avere una capacità di penetrazione superiore allo spessore del film stesso, saranno raccolti picchi corrispondenti al substrato e al film, con intensità legate allo spessore del film stesso. In figura 4.30 è ben visibile questo fenomeno nel caso di film di rodio depositati su molibdeno: il picco del materiale bulk viene infatti attenuato e compaiono sempre più intensi i picchi del film.

Rispetto all'utilizzo di altre tecniche, l'EDXS non è distruttiva e non dipende dalla morfologia della superficie del substrato impiegato (come ad esempio accade invece nel caso dei profilometri). Inoltre si tratta di una procedura sperimentalmente semplice in quanto si può impiegare il detector già presente nel microscopio elettronico a scansione del laboratorio, e una volta raccolti gli spettri, elaborarli per ricavare le informazioni desiderate.

L'informazione contenuta negli spettri può essere ricavata in diversi modi, si può considerare il rapporto tra diverse righe di emissione del materiale del film, l'attenuazione del picco del sub-

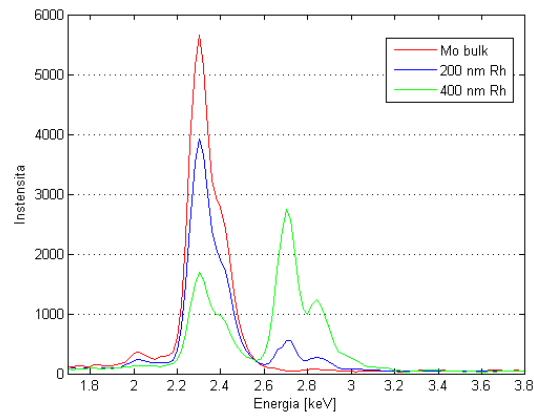


Figura 4.30: Spettri EDXS raccolti da film con diverso spessore.

strato rispetto all'emissione bulk o il rapporto tra picchi del film e del substrato. Quest'ultima appare la soluzione migliore in quanto non richiede di disporre di un campione di confronto (potrebbe essere problematico mantenere le caratteristiche operative del SEM costanti tra le diverse misure) e consente di applicare il metodo ad una situazione qualsiasi adottando una curva di taratura. Questa può essere ricavata ad esempio mediante metodo Monte Carlo, (MC), simulando il percorso e le interazioni degli elettroni nel mezzo (figura 4.31).

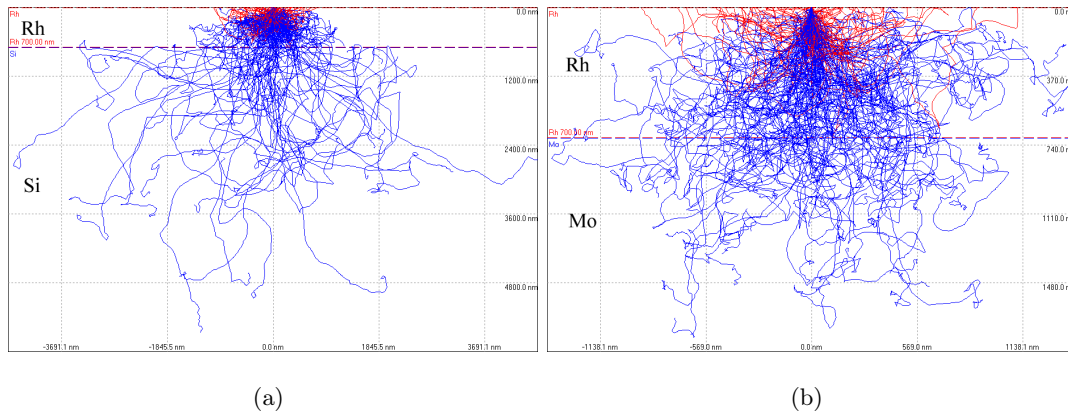


Figura 4.31: Simulazione MC delle traiettorie di 300 elettroni a 300 keV in un film di 700 nm di Rh su Si (a) e Mo(b). In rosso sono indicati gli elettroni che subiscono backscattering.

Rispetto ad esempio ad una taratura per confronto con dati sperimentali, il metodo MC è vantaggioso in quanto più semplice ed immediato. In questo lavoro è stato impiegato il

codice CASINO [51] che, note le caratteristiche del campione (composizione e spessore) e del rivelatore (energia e dimensioni del fascio, orientazione del rivelatore), permette di calcolare l'intensità degli spettri fotonici emessi. L'impiego di questo codice consente innanzitutto di ricavare delle informazioni quantitative (lo spessore minimo del film, corrispondente alla massima energia del fascio per cui non si vede il picco del substrato), ma soprattutto permette di calcolare la curva di taratura e risalire al valore puntuale dello spessore. Simulando il comportamento di film con diversi spessore si riesce a risalire alla relazione per la conversione area picco - spessore film. L'impiego di questa curva non è tuttavia banale, soprattutto se,

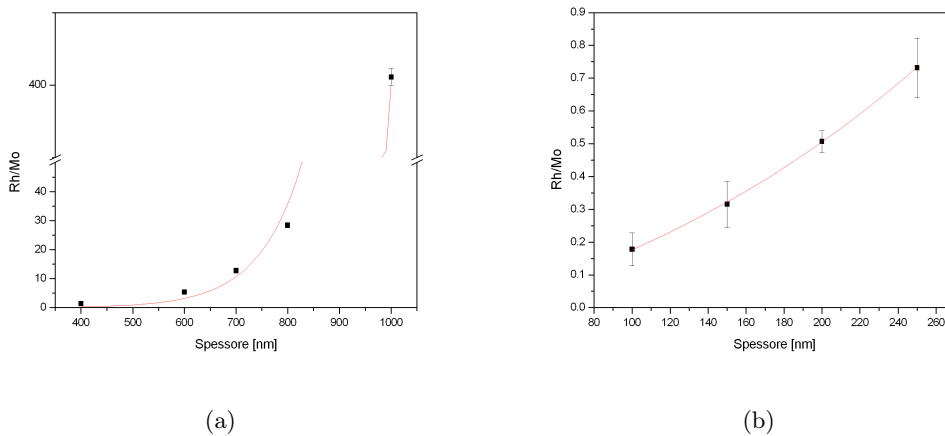


Figura 4.32: Curva di taratura per deposizione Rh su Mo (a), dettaglio della curva nell'intervallo 150-300 nm (b). Elettroni da 30 keV. I punti sono calcolati con 3 simulazioni da 7000 elettroni ciascuna.

come nel nostro caso, si vogliono caratterizzare spessori micrometrici e le energie del fascio sono limitate: la curva è quasi a tangente verticale, il che rende difficile avere una buona precisione nei risultati (figura 4.32). Per piccoli spessori (< 200 nm) invece il problema è opposto essendo la retta di taratura molto piatta. Il problema può essere risolto stimando a priori un valore significativo per lo spessore basandosi su tempo e rate di deposizione, e adottando poi una curva di taratura fine nell'intorno di quel punto.

Il limite intrinseco di questa metodologia di misura è l'energia degli elettroni: se il materiale da analizzare ha un elevato potere frenante ed è particolarmente spesso, occorre fornire energie

molto elevate agli elettroni per poter esplorare l'intero campione.

Vista la necessità di dover realizzare film a spessore elevato ($>1 \mu\text{m}$) si è deciso di utilizzare il rivelatore con la massima tensione di estrazione (30 kV) e la massima risoluzione nell'analisi dell'impulso (il numero di eventi registrato è comunque significativo). La bontà di questa tecnica è stata verificata confrontando due deposizioni con gli stessi parametri, una su silicio (poi caratterizzato con misure SEM di cross section) ed una su molibdeno. Il buon accordo tra i due valori è mostrato in figura 4.33.

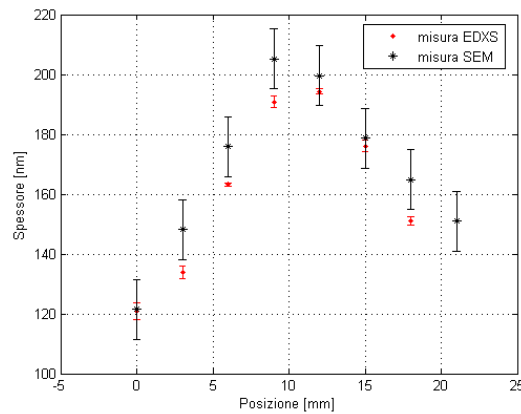


Figura 4.33: Confronto tra spessore misurato mediante immagini SEM di cross section e calcolato mediante fitting degli spettri EDXS. Errore su misura SEM stimato in $\pm 10 \text{ nm}$.

In conclusione si può sicuramente dire che le misure EDXS rappresentano una valida modalità con cui valutare lo spessore dei film. È infatti possibile impiegarle per risalire allo spessore con un ottimo accordo con i valori reali. L'unico limite evidenziato, lo spessore massimo misurabile a causa della limitata energia del fascio elettronico, è una problematica relativa al particolare strumento impiegato: nel nostro caso non è possibile superare i 30 keV come energia di estrazione, ma con valori più elevati si possono esplorare spessori superiori senza alcuna difficoltà.

4.8 Discussione dei risultati

Le deposizioni sono state svolte su due sistemi PLD differenti; per chiarezza si riportano schematicamente quali problemi sono stati affrontati su una data PLD:

Rispetto alle necessità identificate nel paragrafo 4.1 per la realizzazione di uno specchio

Buckling	PLD I, PLD II
Film Spessi (>300 nm)	PLD I, PLD II
Deposizioni a caldo e annealing	PLD II
Movimentazione	PLD II
Droplets	PLD I, PLD II

utilizzando la PLD come tecnica di deposizione, si possono fare alcune importanti considerazioni, distinguendo tra i due substrati impiegati: Si (substrato esplorativo) e il Mo (definitivo).

Per quanto riguarda gli spessori, l'esplorazione dei principali fenomeni critici in film spessi su silicio ha mostrato come per questo tipo di substrato non è possibile depositare un film compatto, e quindi con le migliori proprietà di riflettività, avente lo spessore necessario, in quanto l'adesione diviene una criticità per spessori superiori ai 300 nm . Lo studio del comportamento su molibdeno ha invece confermato l'importanza dell'affinità delle proprietà meccaniche tra substrato e film. Con questo materiale la situazione è differente e migliore: le prime deposizioni svolte hanno consentito di depositare uno spessore massimo di 500 nm su un area di circa 4 cm², senza causare buckling per pressioni comprese tra 0 e 30 Pa.

Per quanto riguarda l'estensione e la planarità dei film prodotti, la scelta di movimentare il substrato è vincente, dal momento che si riescono a produrre film con le caratteristiche necessarie per un reale impiego. La miglior movimentazione individuata consente infatti di produrre film in deposizioni da 20 minuti (in cui si stima un rate di crescita del film di 5 nm/minuto) con una variazione di soli 20 nm su un area di circa 4 cm². L'unico problema che comporta una deposizione su aree superiori a qualche centimetro quadro è l'allungamento dei tempi necessari: lavorare a 10 Hz, richiederebbe almeno 3 ore di deposizione per raggiungere

uno spessore di $1\mu\text{m}$, tempo probabilmente troppo lungo per garantire la stabilità del sistema di deposizione. Occorre quindi adottare le soluzioni necessarie per risolvere questo inconveniente, come ad esempio una frequenza nella ripetizione degli impulsi laser maggiore.

Si è mostrato come le conseguenze della temperatura sono molto importanti, dal momento che le prove di annealing svolte hanno evidenziato fenomeni di ricristallizzazione, soprattutto alla temperatura di 400°C . L'annealing a 200°C si è rivelato particolarmente critico per film depositati su silicio a 15 Pa , dove innesca fenomeni di buckling. Il mantenimento del film alla temperatura di 200°C è stato però importante nel ridurre gli effetti del successivo riscaldamento a 400°C : non si sono infatti manifestati grossi cambiamenti morfologici che erano invece stati messi in evidenza in [38]. Le deposizioni su substrato scaldato a 200°C hanno mostrato dimensioni dei grani prodotti superiori rispetto a deposizioni a temperatura ambiente, ma comunque di dimensioni limitate, mentre la maggior mobilità degli atomi sul substrato è tale da non produrre fenomeni di buckling. Rispetto ai cicli di annealing a 200°C non si registrano sensibili variazioni nella struttura del film, come confermato anche dal confronto dalle immagini SEM. È tuttavia necessario un approfondimento ulteriore di queste deposizioni, sottoponendo questi tipi di campioni a cicli di annealing ad alta temperatura (400°C) per confermare i risultati ottenuti e concludere il confronto con l'annealing di campioni depositati a temperatura ambiente.

La produzione di droplet, effetto negativo non eliminabile in deposizioni mediante PLD, causa una riduzione della riflettività speculare nel potenziale specchio. È tuttavia sufficiente una corretta scelta dei parametri di deposizione per ridurre le conseguenze a valori accettabili per la funzionalità degli specchi.

Capitolo 5

Conclusioni e sviluppi futuri

Il lavoro di tesi ha avuto come obiettivo lo studio dell'ablazione laser pulsata come tecnica per la produzione di specchi per diagnostiche del plasma in un sistema nucleare per la fusione a confinamento magnetico.

Le difficoltà che caratterizzano la realizzazione un impianto di questo genere sono numerose, e saranno necessari ancora molti anni di ricerca per stabilire se e come sarà possibile sfruttare efficacemente le reazioni di fusione nucleare per la produzione di energia (capitolo 1). Una delle soluzioni che è stata seguita fin dai primi studi sulla fusione (e alla base di macchine come il tokamak), è rappresentata dal tentativo di confinare, con un'opportuna configurazione di campo magnetico, una miscela di deuterio e trizio portata allo stato di plasma termonucleare. La geometria più adatta per tale sistema si è rivelata essere quella toroidale (capitolo 2). Le temperature (nell'ordine di 10^8K), i campi magnetici nell'ordine di qualche tesla, i potenti sistemi esterni di riscaldamento del plasma e un rilevante numero di sistemi ausiliari danno un'idea della complessità di questa macchina.

All'interno di un sistema così complesso, un ruolo chiave è svolto dai sistemi di diagnostica, uno degli apparati più complessi e variegati presenti (capitolo 3). Per il controllo di una macchina così sofisticata è infatti necessario avere una precisa indicazione sulle caratteristiche del plasma. I parametri da conoscere sono numerosi e non facilmente misurabili. L'impossibilità di entrare direttamente a contatto con il plasma ha portato allo sviluppo di una serie di diagnostiche ottiche, basate cioè sullo studio dell'interazione di radiazione elettromagnetica con il

plasma. Per questi sistemi di diagnostica è necessario l'impiego di specchi metallici, che, posti all'interno della camera da vuoto, consentono la trasmissione del segnale fino alla strumentazione di analisi. Il design e le problematiche associate allo sviluppo di questi componenti si inserisce negli studi che sull'interazione plasma - parete (PWI-Plasma Wall Interaction), in quanto gli specchi sono soggetti ad interazione con tutti i tipi di radiazione e particelle emesse dal plasma caldo e questo può causarne un progressivo deterioramento delle proprietà ottiche e strutturali.

In questo lavoro è stata impiegata la pulsed laser deposition (PLD) per la produzione di superfici nanostrutturate in rodio, materiale molto promettente, funzionali per la fabbricazione specchi. Rispetto ad altre tecniche la PLD è infatti vantaggiosa grazie alla possibilità di controllare molto finemente la struttura e la morfologia del film prodotto, con la possibilità di ottimizzare le proprietà fisiche di interesse. Le caratteristiche necessarie per uno specchio sono numerose: spessore (i fenomeni erosivi hanno rate molto elevati; per cercare quindi di produrre specchi che abbiano un tempo di vita accettabile è necessario produrre film che abbiano spessori compresi almeno tra 1 e 5 μm), planarità (si ritengono accettabili film che abbiano una planarità superiore a $\lambda/2$ nel range di lunghezze d'onda di interesse) ed estensione del deposito (almeno nell'ordine di qualche centimetro quadrato). Altrettanto importanti sono le trasformazioni indotte dalla temperature tipiche del funzionamento in un tokamak. In questo lavoro è stata prestata particolare attenzione a come coniugare queste richieste alle caratteristiche delle deposizioni con PLD.

Sono stati impiegati due diversi apparati di deposizione, differenti per il laser impiegato. Il substrato individuato per lo specchio è il molibdeno; tuttavia, una buona parte delle deposizioni svolte hanno impiegato inizialmente il silicio come substrato, materiale che consente una più facile caratterizzazione. Le deposizioni su Si, in virtù della scarsa similitudine delle proprietà termo - meccaniche con il Rh, sono state fondamentali in quanto hanno permesso di evidenziare ed esplorare in maniera estensiva una serie di fenomeni che possono essere problematici anche per deposizioni su molibdeno.

Per quanto riguarda la **struttura** e lo **spessore** dei film depositati, la caratterizzazione

SEM e XRD ha mostrato che nelle deposizioni in vuoto i film prodotti hanno una tipica struttura colonnare compatta, con dimensioni medie dei grani cristallini valutabili in circa 25 nm (dimensioni stimate con la formula di Debye - Scherrer) e direzione preferenziale di crescita (111). Volendo controllare la cristallinità del film, nonché le sue proprietà di adesione, sono state eseguite delle deposizioni con elio in camera. Aumentandone la pressione, le dimensioni del grano decrescono (a 30 Pa, su Si, 9 nm) e la struttura diviene quasi amorfa, mantenendo al contempo buone proprietà ottiche. A pressioni molto elevate il film diviene invece poroso, con scarse proprietà di riflettività. Lo studio del comportamento dei film depositati su silicio ha mostrato come spessori omogenei e micrometrici non possano essere depositati su questo materiale in quanto la struttura colonnare causa la nascita di sforzi compressivi all'interno del film che portano a fenomeni di buckling e delaminazione per spessori superiori a 300 - 400 nm. Nel caso del molibdeno questi problemi vengono sensibilmente ridotti, grazie alla maggior somiglianza tra le proprietà meccaniche dei due materiali e alla maggior rugosità del substrato, come dimostrato dalle deposizioni svolte, che hanno permesso di ottenere uno spessore massimo di 500 nm in 160 minuti. Sono stati prodotti campioni depositando su Mo a diverse pressioni di elio: in vuoto, a 5, 15 e 30 Pa, senza che il film mostrasse problemi di adesione. Anche in questi casi l'analisi XRD ha permesso di confermare come una maggior pressione del gas in camera consenta di ridurre le dimensioni medie dei grani e conseguentemente anche gli sforzi. È necessario consolidare questi risultati con ulteriori deposizioni, per tempi superiori, sufficienti a garantire spessori micrometrici.

Un'alternativa per la deposizione di film spessi è la realizzazione di multilayer, che nel caso di silicio è stata fondamentale per raggiungere spessori micrometrici, mentre sul molibdeno rappresentano invece una prospettiva interessante con cui controllare al meglio le proprietà meccaniche del film e la sua adesione. Per stabilire se e come questa strategia possa rivelarsi effettivamente significativa, nonché quale debba essere lo spessore ottimale di ciascun strato, occorrerà eseguire una ulteriore serie di deposizioni su Mo da caratterizzare poi con test meccanici quali indentazioni e scratch test.

Una ulteriore interessante prospettiva per la realizzazione di film spessi è data dall'utilizzo di una diversa lunghezza d'onda del laser. In questo lavoro le deposizioni sono state svolte

impiegando le minime lunghezze d'onda disponibili (248 e 266 nm), con l'obiettivo di ridurre il più possibile la formazione di droplets. Tuttavia dal momento che questo fenomeno tipico della PLD è risultato comunque molto importante nei film prodotti, il maggior rate di deposizione ottenibile con una lunghezza d'onda più elevata (grazie alla maggior energia contenuta nell'impulso) appare molto promettente. Si pensa infatti di poter realizzare lo stesso spessore in tempi ridotti, e quindi anche con un minor numero di droplets sul film.

La tematica della riduzione di droplets rimane cruciale, a causa dell'effetto dannoso che questi possono avere sulla riflettività del film; occorrerà quindi eseguire una serie di deposizioni in diverse condizioni da caratterizzare poi mediante misure di ellissometria per valutare l'effettiva influenza dei droplets sulla riflettività del film.

Accanto al problema dello spessore, è stata investigata anche la modalità con cui produrre film con **estensione** e **planarità** conformi ai requisiti del componente, individuando nella movimentazione del substrato una possibile soluzione. Le prime prove svolte, anche in questo caso su Si, hanno consentito di raggiungere una elevata planarità: 20 nm massimi di deviazione su una superficie di circa 4 cm² (20 minuti di deposizione). Le deposizioni svolte su molibdeno hanno confermato la bontà di questa strategia di deposizione; per la caratterizzazione di film depositi su Mo è stata inoltre implementata con risultati soddisfacenti la misura di spessore mediante EDXS, grazie alla quale è stato possibile valutare una planarità di 100 nm per le deposizioni da 160 minuti (area circa 3 cm² e spessore massimo di 500 nm). Occorrerà estendere questa strategia di movimentazione a superfici maggiori, in modo da riuscire a ricoprire efficacemente le aree necessarie per produrre specchi.

Le trasformazioni che il film subisce a seguito di **riscaldamento a temperature** simili a quelle caratteristiche del suo funzionamento sono rilevanti, e richiedono di prestarvi particolare attenzione nel processo produttivo. I processi di annealing svolti hanno confermato come le temperature a cui viene portato uno specchio durante la sua vita in un reattore a fusione sono potenzialmente problematiche in quanto originano una serie di cambiamenti strutturali e morfologici nei film. Questo aspetto è stato studiato sottoponendo i film prodotti in diverse

condizioni ad annealing a 200°C per 4 ore. Dal punto di vista morfologico, tramite immagini SEM, si osserva un aumento della dimensione dei grani cristallini, come confermato anche dall'analisi XRD. Per ridurre queste modifiche indotte dalla temperatura, sono state eseguite delle deposizioni a caldo, depositando su un substrato di silicio scaldato a 200°C. L'analisi SEM ed XRD non ha mostrato sensibili differenze rispetto ai campioni sottoposti all'annealing a 200°C. Alcuni campioni sono stati sottoposti ad annealing combinato: 4 ore a 200 °C seguite da altre 4 ore a 400°C. Il primo riscaldamento si è rivelato sufficiente a mitigare gli effetti di temperature più elevate: non si è riscontrata la comparsa di irregolarità superficiali nel film tali da produrre un marcato scadimento delle proprietà di riflettività, migliorando rispetto a quanto visto in letteratura [38]. Sarà comunque necessario suffragare queste osservazioni qualitative con delle misure specifiche di riflettività, ad esempio ellissometriche. Occorrerà inoltre eseguire una ulteriore serie di deposizioni a caldo e sottoporre i campioni deposti ad annealing a 400°C per studiarne le conseguenze sulla struttura del film.

Grazie al lavoro svolto, si è potuto evidenziare come i **tempi** necessari alla realizzazione di film con le caratteristiche opportune nelle condizioni investigate possono essere significativamente elevati, stimabili in almeno alcune ore. Oltre alle possibili prospettive prima indicate, una possibile soluzione consiste nell'impiego per i futuri campioni di una frequenza di ripetizione dell'impulso laser più elevata. Con un opportuno adeguamento della strumentazione di movimentazione presente si pensa infatti di poter impiegare i sistemi laser attualmente a disposizione alla loro massima frequenza (100 Hz).

Accanto allo studio circa le migliori condizioni di deposizione per l'impiego della PLD, lo sviluppo naturale e più importante per questo lavoro è rappresentata dall'esposizione dei campioni prodotti al plasma. Test attendibili circa le prestazioni e la funzionalità dello specchio nel tempo possono essere realizzati sottoponendo il componente a scariche controllate di ioni e successivamente a veri e propri test all'interno di tokamak. A tal proposito questo lavoro si inserisce in una collaborazione con l'Istituto di Fisica del Plasma (Consiglio Nazionale delle Ricerche (CNR)) e l'ENEA (Agenzia nazionale per le nuove tecnologie, l'energia e lo sviluppo

economico sostenibile) finalizzata a testare gli specchi prodotti all'interno del tokamak FTU (Frascati Tokamak Upgrade) di Frascati. Sarà così possibile studiare le trasformazioni indotte nei film, e valutare la bontà della PLD, anche rispetto a possibili tecniche alternative attualmente studiate.

Appendice A

Apparato sperimentale

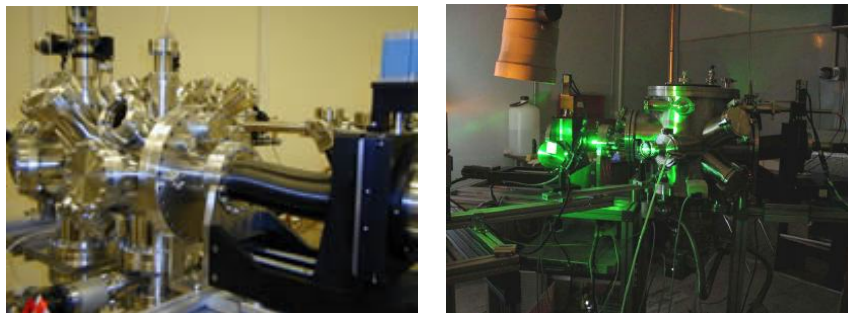
In questa sezione viene dapprima trattata la tecnica di deposizione a laser pulsato (PLD-Pulsed Laser Deposition) introducendo gli aspetti generali, le fasi che la costituiscono e gli effetti in relazione ai diversi parametri di processo. Vengono poi descritte le diverse tecniche di caratterizzazione impiegate: la *microscopia a scansione elettronica* (SEM-Scanning Electron Microscopy) e la *diffrazione di raggi X* (XRD-X-Ray Diffraction).

A.1 PLD - Deposizione a laser pulsato

Caratteristiche generali e fisica del processo

La PLD è una tecnica che negli ultimi anni si è sempre più largamente diffusa nel campo della crescita di film sottili e di film nanostrutturati. Il motivo di questa rapida espansione è da ricercarsi in alcuni evidenti vantaggi che essa offre rispetto ad altre tecniche, quali la semplicità dell'apparato sperimentale, l'elevata velocità di deposizione e la versatilità. Versatilità nei materiali che possono essere depositati (metalli, semiconduttori, isolanti), nelle strutture dei film (porosi, compatti, nanostrutturati...), nel grado di cristallinità (amorfi, epitassiali, policristallini, nanocristallini...) e nella possibilità di depositare stechiometrie complesse. Inoltre si possono realizzare film con le più disparate proprietà funzionali: termoelettrici, superconduttori, catalizzatori, semiconduttori, ecc..Tuttavia non si è ancora riuscito ad ovviare ad alcuni inconvenienti che ne limitano la possibilità di impiego a livello industriale, specialmente nel-

l'ambito delle applicazioni per semiconduttori. I due difetti più evidenti sono l'impossibilità di deporre spessori uniformi su aree maggiori di qualche cm^2 e la presenza di particolato di dimensioni micrometriche sui film. E' da notare, comunque, che se da una parte l'apparato risulta relativamente semplice da realizzare, dall'altra i meccanismi fisici coinvolti nel processo di deposizione sono estremamente complessi ed intercorrelati. Nelle seguenti figure sono rappresentate la strumentazione PLD e lo schema dell'apparato di deposizione.



(a) PLDI

(b) PLDII

Figura A.1: Apparati PLD impiegati per le deposizioni.

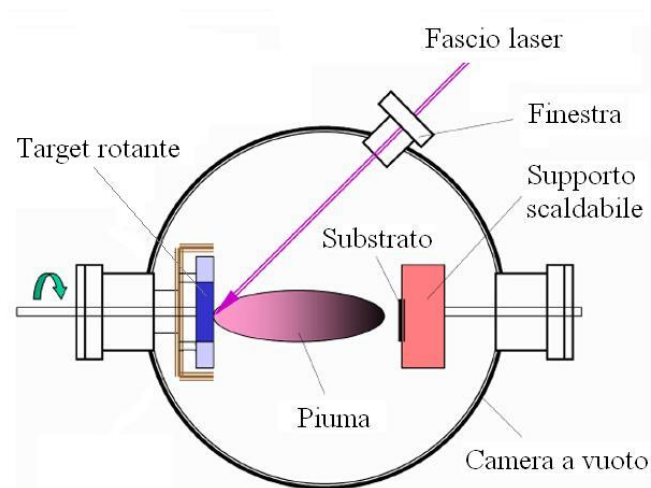


Figura A.2: Rappresentazione schematica del sistema di deposizione.

Il meccanismo di deposizione è molto semplice: un fascio di impulsi laser (in genere nel-

l'ultravioletto) viene diretto su un bersaglio (il target) che si trova all'interno di una camera in vuoto. Solitamente si opera a livelli di vuoto compresi tra $10^{-3} \div 10^{-6}$ Pa. L'interazione del laser con il target produce un'emissione fortemente direzionata di materiale (la piuma), il quale si deposita su un substrato opportunamente posizionato all'interno della camera, formando il film. Generalmente il target viene movimentato per consentirne un'ablazione uniforme. Inoltre si ha la possibilità di immettere in camera del gas, inerte o reattivo, per modificare l'espansione della piuma, l'aggregazione e la deposizione, e si può controllare la temperatura del substrato per modificare il processo di crescita. Si possono dunque individuare i seguenti fenomeni fisici: (i) interazione laser-materia, (ii) ablazione, (iii) formazione del plasma, (iv) espansione e ricondensazione del plasma, (v) crescita del film.

Interazione laser-materia

I processi indotti dall'interazione del fascio laser con la materia possono essere classificati in termici e non termici [52]. I processi sono detti termici quando l'energia di eccitazione termalizza in un tempo breve rispetto alla durata dell'eccitazione stessa. I fenomeni legati ai primi istanti di tale interazione, come eccitazioni elettroniche inter e intrabanda, eccitoni, plasmoni, eccitazioni fononiche, sono di tipo non termico ed il tempo necessario alla termalizzazione dipende dal tipo di radiazione, dalla durata degli impulsi e dal materiale. Le collisioni tra elettroni in banda di conduzione avvengono per tempi dell'ordine di 10^{-14} - 10^{-12} secondi, mentre i tempi di rilassamento tra fonone ed elettrone sono di due ordini di grandezza più lunghi a causa della differenza di massa tra gli elettroni e i nuclei atomici. La durata dell'impulso è fondamentale per capire quali equilibri si instaurino tra le popolazioni elettroniche e fononiche; per laser a femtosecondi infatti il sistema è descritto a due temperature, una per gli elettroni ed una per i fononi, mentre per impulsi dell'ordine del nanosecondo, come quelli utilizzati in questo lavoro, i tempi più ampi consentono una termalizzazione di entrambe le popolazioni e l'energia depositata si trasforma e si diffonde nel materiale sotto forma di calore. In questi processi lo stato del sistema è descritto mediante grandezze quali la distribuzione di temperatura e l'entalpia totale; quest'ultima assume un ruolo fondamentale nei cambiamenti di fase o in presenza di reazioni chimiche, entrambe prodotte per gli alti valori dell'energia depositata.

Le caratteristiche del materiale condizionano la diffusione del calore e determinano lo spessore dello strato investito. Sia $l_T = 2(D\tau)^{1/2}$ la lunghezza di diffusione termica, con D costante di diffusione termica e τ durata dell'impulso e sia $l_A = 1/\alpha$ la lunghezza di assorbimento, nell'ipotesi che l'intensità di radiazione decresca nel mezzo secondo la legge di Lambert-Beer; se la lunghezza di assorbimento è maggiore di quella di diffusione, il riscaldamento avviene per uno strato di spessore pari a l_A , indipendentemente dalla durata dell'impulso. Nel caso dei metalli, invece, la situazione è inversa; l'impulso di calore depositato viene assorbito per uno spessore pari a l_A e trasportato termicamente, durante la durata dell'impulso, ad una profondità pari a l_T . Più in dettaglio, la scelta del laser con lunghezza d'onda tra i 200 e i 400 nm è dovuta al fatto che una grande varietà di materiali ha alto coefficiente di assorbimento in questa regione spettrale; gli spessori di assorbimento associati sono dell'ordine di pochi nm, mentre le dimensioni dello spot del laser sono diversi ordini di grandezza più grandi. In una visione semplificata in cui si considerano i parametri del materiale costanti durante il processo si può dunque descrivere il fenomeno di trasporto di calore mediante l'equazione di calore monodimensionale

$$\frac{\partial T(x, t)}{\partial t} = D \nabla^2 T(x, t) + \frac{\alpha}{\rho C_p} I(x, t) \quad (\text{A.1})$$

dove T è la temperatura locale definita puntualmente sul target, t è il tempo e x è la profondità rispetto alla superficie, ρ è la densità e C_p la capacità termica. Il primo termine a destra è associato alla diffusione del calore, mentre il secondo rappresenta il termine sorgente dovuto all'assorbimento della radiazione laser. L'intensità di radiazione assorbita può essere espressa come

$$I(x, t) = I_0(t) (1 - R) e^{-\alpha x} \quad (\text{A.2})$$

con R riflettività del mezzo ed α coefficiente di assorbimento. In realtà, per impulsi dell'ordine dei nanosecondi il fenomeno è complicato dal fatto che la piuma nascente scherma il target assorbendo parte della radiazione; inoltre l'interfaccia irradiata durante l'ablazione si sposta per effetto di continue fusioni, evaporazioni e ricondensazioni del materiale. Infine i parametri di diffusione, densità, capacità termica, assorbimento e riflettività cambiano durante le rapide transizioni di fase del materiale. Tramite un semplice bilancio energetico è possibile ottenere una stima della quantità di materiale asportato; l'energia depositata dall'impulso è necessaria

per l'evaporazione degli strati superficiali, ma parte viene persa per conduzione nel materiale e per assorbimento del plasma. L'energia persa costituisce una soglia, E_{th} , che rappresenta il valore minimo sopra il quale si osserva evaporazione; le perdite che contribuiscono a determinare questo valore non sono costanti ma variano in funzione dell'energia dell'impulso. Utilizzando l'equazione del calore si ottiene:

$$\Delta x_t = \frac{(1 - R)(E - E_{th})}{\rho(\Delta H_v + C_v \Delta T)} \quad (\text{A.3})$$

con Δx_t spessore evaporato, E densità superficiale di energia dell'impulso [J/m^2], C_v calore specifico a volume costante e ΔT massimo incremento di temperatura. Di nuovo, tutti questi parametri non sono indipendenti dall'energia dell'impulso e in modo particolare ad alte densità di energia l'andamento dello spessore evaporato si discosta da quello lineare sopra indicato a causa dell'assorbimento da parte del plasma e della variazione di riflettività del materiale [53].

Ablazione

In seguito al trasferimento dell'energia dell'ablazione laser alla materia, vari meccanismi di asportazione degli strati superficiali del materiale si manifestano sul target [54]. Nel caso in cui le energie in gioco siano superiori al valore di soglia si presentano i seguenti fenomeni.

- *Evaporazione normale*: l'energia assorbita termalizza, provocando l'evaporazione del materiale che viene espulso dalla superficie esterna con distribuzione maxwelliana della velocità.
- *Ebollizione normale*: per impulsi laser di sufficiente durata e per fluenze molto elevate si ha una nucleazione eterogenea di bolle di vapore all'interno del target.
- *Ebollizione esplosiva*: quando la densità di potenza incidente è tale da portare il materiale ad una temperatura prossima alla temperatura termodinamica critica si ha transizione di fase allo stato liquido-vapore (si ricorda che al di sopra di tale temperatura tra le due fasi non vi è più differenza) con nucleazione omogenea; il materiale diviene una miscela di vapore con gocce liquide di dimensioni microscopiche. Questo fenomeno generalmente non avviene per densità di potenza utilizzate in condizioni normali.

- *Ebollizione sub-superficiale*: si verifica se la regione del materiale a più alta temperatura non è la superficie ma uno strato sub-superficiale. Quando la differenza di temperatura è sufficientemente elevata si hanno dei fenomeni esplosivi.
- *Sputtering collisionale*: gli ioni del plasma, accelerati dall'interazione con la luce laser fino ad energie di alcuni keV, possono provocare fenomeni di sputtering con la superficie del target.
- *Eiezione per rinculo*: la piuma in espansione genera una forza di rinculo sugli strati superficiali di materiale fuso, producendo l'esplosione di particolati di dimensioni micrometriche o anche maggiori.

Al di sotto della soglia di ablazione si presentano fenomeni di esfoliazione, ovvero distacco di scaglie superficiali in seguito a ripetuti eventi di fusione e ricondensazione, e sputtering idrodinamico, che in presenza di asperità superficiali e continue fusioni e solidificazione provoca fuoriuscita di gocce di materiale. L'evaporazione normale è il fenomeno desiderato, ovvero quello responsabile della formazione della piuma, mentre ebollizione normale, sub-superficiale, eiezione per rinculo ed esfoliazione sembrerebbero responsabili dell'espulsione di particolato liquido e solido che limita l'omogeneità del film prodotto.

Formazione di plasma

L'evaporazione produce, in prossimità del target, una zona molto densa di materiale detto *strato di Knudsen* che viene di continuo rifornita; in questa zona la materia si trova in uno strato di forte ionizzazione e genera un plasma. Tra le specie che lo costituiscono si hanno molte collisioni, tanto da generare un equilibrio termodinamico locale in cui ioni, elettroni e specie neutre possono essere ragionevolmente considerate alla stessa temperatura. Per basse temperature, la densità totale di ioni in stato di singola ionizzazione n_{i+} è espresso dalla densità totale della piuma

$$n_p = n_{e^-} + n_0 = n_{i+} + n_0. \quad (\text{A.4})$$

Tramite l'equazione di Saha [55], valida per un gas all'equilibrio locale, si può calcolare la densità, in cm^{-3} , degli ioni i^+ :

$$n_{i^+} = \left[c_{saha} T_g^{3/2} n_p \exp\left(-\frac{U_i}{kT}\right) \right]. \quad (\text{A.5})$$

T_g è la temperatura del gas in K, n_p è espresso in cm^{-3} , U_i è il potenziale di prima ionizzazione espresso in eV e c_{saha} vale $2,4 \cdot 10^{15}$. Occorre però precisare che questa equazione utilizzata con attenzione: in stretta prossimità del bersaglio non è più valida in quanto la principale sorgente di plasma risulta essere l'emissione termoionica alla superficie del target, inoltre la radiazione laser può essere essa stessa una ulteriore sorgente di ionizzazione per il plasma. Di conseguenza si può arrivare ad un grado di ionizzazione compreso tra 0,1 ed 1. L'equazione risulta però valida a distanze maggiori e il grado di ionizzazione risulta essere molto più contenuto, nell'ordine di 0,01. La conoscenza di questo parametro è di grande importanza per la comprensione dei meccanismi di crescita del film ed è influenzato da parametri quali lunghezza d'onda del laser, durata degli impulsi, fluensa, materiale ablatato, pressione e tipo di espansione. Dato che il plasma si forma in prossimità del target, parte della radiazione laser viene assorbita da esso (*plasma shielding*); il processo in cui avviene questo assorbimento è la Bremsstrahlung inversa: un fotone è assorbito da un elettrone libero che viene eccitato in uno stato energetico elevato nel continuo. Questo fenomeno deve avvenire all'interno di un campo di uno ione o di un atomo neutro per conservare la quantità di moto totale. L'assorbimento è maggiore dove le densità di plasma risultano essere più elevate, ovvero in prossimità del target. L'effetto di schermo del plasma impedisce un'ulteriore ablazione diretta. Si ha invece un'interazione tra il plasma ed il target, che può causare forti pressioni sul materiale fuso e provocare fuoriuscita di gocce liquide (eiezione per rinculo).

Espansione della piuma

Le modalità di espansione differiscono molto a seconda dell'energia del laser, della fluensa, del materiale ablatato e del mezzo in cui si propaga. In generale è possibile effettuare una distinzione abbastanza netta tra espansione in vuoto ed espansione in presenza di un gas ambiente. Per la propagazione in vuoto, è realistico usare il modello di Anisimov [48]; in

questo modello, la piuma in espansione mantiene una forma semi-ellissoidale il cui fronte di espansione è descritto dalle coordinate spaziali tempo dipendenti $X(t)$, $Y(t)$, $Z(t)$. Le proprietà caratteristiche del processo di espansione, quali densità e pressione, sono costanti sulle superfici ellissoidali

$$\frac{x^2}{X^2(t)} + \frac{y^2}{Y^2(t)} + \frac{z^2}{Z^2(t)} = k. \quad (\text{A.6})$$

A partire quindi da una bolla di gas di dimensioni X_0 , Y_0 , Z_0 con energia cinetica molto inferiore all'energia termica, si realizza una espansione governata dall'equazione:

$$X(t) \frac{d^2 X}{dt^2} = Y(t) \frac{d^2 Y}{dt^2} = Z(t) \frac{d^2 Z}{dt^2} = (5\gamma - 3) \frac{E_p}{M_p} \left[\frac{X_0}{Y_0} Z_0 X Y Z \right]^{\gamma-1}, \quad (\text{A.7})$$

dove con γ si intende la costante adiabatica, con M_p la massa della piuma e con E_p la sua energia iniziale. Essendo γ maggiore di uno, la propagazione del fronte è quindi inversamente proporzionale al volume istantaneo $V \simeq XYZ$ e l'accelerazione del fronte decresce al crescere della piuma. La velocità arriva infine ad un valore asintotico. Questa espansione è determinata dai gradienti di pressione inizialmente presenti nella piuma. Poichè le dimensioni del fascio laser sono solitamente molto maggiori dello spessore iniziale della piuma, il gradiente di pressione è molto più intenso lungo la direzione normale alla superficie; l'espansione nella direzione perpendicolare sarà quindi maggiore della velocità di espansione radiale. Analogamente, se la macchia del fascio laser non ha geometria circolare le dimensioni laterali della piuma crescono più velocemente in corrispondenza della dimensione inizialmente minore. Questo modello però non è adeguato per l'espansione in un gas ambiente, in quanto trascura il confinamento della piuma e la termalizzazione delle specie ablate; per tenere in considerazione questi aspetti in diversi lavori l'espansione della piuma di plasma è messa in relazione con la libera espansione di un gas all'interno di un altro gas a pressione minore. L'analogia tra i due meccanismi privilegia la natura fluidodinamica del processo e non considera la natura propria dei processi interattivi tipici del plasma. Inoltre viene trascurata la dinamica ad impulsi nella generazione e propagazione della piuma, che determina una durata finita del tempo di espansione, in contrasto con una propagazione continua di un gas nell'altro. L'immissione di un gas in pressione attraverso un ugello entro un ambiente in cui è presente il medesimo gas a pressione inferiore realizza un processo a più stadi: il gas, a valle dell'ugello, si espande adiabaticamente fino a

raggiungere la velocità del suono propria di quel gas; quindi si espande in regime di velocità supersoniche, fino a che la pressione che esso raggiunge eguaglia la pressione del gas entro cui si sta espandendo; si forma quindi una superficie di discontinuità delle pressioni che prende il nome di *disco di Mach*, a valle del quale il gas procede nella sua espansione in un regime di velocità subsoniche, fino al raggiungimento dell'equilibrio termodinamico con il gas a pressione inferiore, secondo la cinetica dei gas. E' però da sottolineare una importante differenza: un gas all'interno della regione in cui avviene la prima espansione adiabatica è da considerarsi all'equilibrio termodinamico locale. Per un plasma questa considerazione non è valida; all'interno dello strato di Knudsen, in cui avviene l'equivalente espansione sonora, il plasma non è in equilibrio termodinamico locale e l'espansione conseguente non è adiabatica. Le condizioni di equilibrio locale si possono trovare all'inizio della regione in cui si ha espansione supersonica. Quello che è importante sottolineare è che l'espansione in un gas ambiente favorisce processi collisionali all'interno della piuma, i quali innescano meccanismi di aggregazione tra le specie ablate; si ha così la formazione di cluster e i film depositati presentano caratteristiche strutturali che riflettono la natura aggregativa dei costituenti. Se questo modello di tipo fluidodinamico tiene in considerazione vari aspetti legati all'espansione cinetica del gas, la sua trattazione è valida solo se gli effetti legati alla ionizzazione possono essere trascurati; così facendo però non si valutano appieno i meccanismi che modificano la distribuzione dell'energia all'interno del plasma, né la natura specifica del gas ionizzato che costituisce la piuma. Per ovviare a queste limitazioni sono stati proposti altri modelli sensibilmente più complessi quali il modello dell'onda d'urto, il modello diffusivo ed il modello di trascinamento, che vengono qui riportati [56][57][58].

In particolare il modello ad onda d'urto prevede che la piuma in espansione agisca sul gas circostante con uno shock in compressione, esattamente come un pistone. Ad alte pressioni, in un regime di diffusione, tutte le particelle della piuma vengono rallentate con lo spingere questo strato di gas compresso lontano dal target. Questo processo realizza un'onda di shock interna ed esterna [59]. In questo regime la distanza dal target alla quale il fronte di shock della piuma si ferma è detto *stopping distance* e dipende dal tipo di gas presente e dalla pressione. Poiché c'è una relazione tra la *stopping distance* e le proprietà del film ottenuto, è

importante capire quali parametri di deposizione permettono di gestire questa distanza. Nel modello proposto da Arnold [59] la piuma viene considerata inizialmente con un volume V_0 e una pressione p_0 in espansione adiabatica finchè la sua pressione non eguaglia quella del gas presente. Con questa premessa la stopping distance L_p nel caso di espansione sferica è

$$L_p \simeq \frac{(E_p/p_g)^{1/3}}{c_g} \quad (\text{A.8})$$

dove E_p è l'energia totale della piuma libera, p_g è la pressione del gas e c_g è la velocità del suono. Harilal [60] rivisita il modello equilibrando la pressione del gas a quella del plasma al fronte di shock, si ottiene:

$$L_p \simeq \left[\frac{(\gamma - 1)E}{p_g V^{-\gamma}} \right]^{1/3\gamma} \quad (\text{A.9})$$

dove γ è la costante adiabatica, E è l'energia laser, p_g è la pressione del gas e V è il volume iniziale del plasma dato da $V = v_0 \tau_{laser} \omega$ (v_0 è la velocità iniziale delle specie, τ_{laser} è la lunghezza dell'impulso laser e ω è la dimensione dello spot sul target). Entrambi i modelli mostrano che c'è una dipendenza di L_p con la pressione del gas del tipo $1/p^a$ dove a è un parametro che approssimativamente varia tra $1/3$ e $0,2$.

Crescita del film

Tramite questo metodo di deposizione è possibile ottenere una grandissima varietà di strutture e un controllato grado di cristallinità per i film. In termini generici, si può affermare che in una piuma di ablazione, ottenuta mediante impulsi della durata di nanosecondi, l'energia cinetica delle particelle è inferiore alla soglia di danneggiamento del substrato, che solitamente è pari a 50 eV. I tipi di crescita possono essere atomo per atomo o mediante deposizione di cluster, a seconda delle modalità in cui avviene l'ablazione. Per la crescita atomo per atomo i modelli fisici proposti [54] sono gli stessi descritti per altri tipi di crescita, quali l'evaporazione termica e la deposizione mediante vapori chimici (CVD); essi sono:

- crescita ad isole tridimensionali (*Volmer-Weber*): si costituiscono grossi agglomerati sulla superficie del substrato che con il succedersi della crescita si allargano e si fondono tra loro. Questa crescita genera film rugosi e avviene quando la coesione tra gli atomi del film supera la coesione tra film e substrato;

- crescita layer-by-layer (*Frank-Van der Merwe*): se la coesione tra film e substrato è invece maggiore che non all'interno del film, si avrà una crescita per piani, tendenzialmente ad uno strato alla volta; il film presenterà perciò una superficie più liscia;
- crescita mista (*Stranski-Krastinov*): la crescita avviene inizialmente per piani, poi inizia una fase di nucleazione; questo fenomeno è causato da una variazione delle condizioni energetiche durante la crescita che, negli stadi iniziali, favoriscono un tipo di crescita ed, in seguito, l'altro. I film ottenuti presentano caratteristiche intermedie.

Come già accennato, la presenza di gas in camera favorisce l'aggregazione degli atomi nella piuma ed una conseguente formazione di cluster antecedente al deposito sul substrato. L'energia cinetica dei cluster ne influenza il grado di coalescenza e l'adesione tra particella e substrato. La natura della superficie del substrato influenza la mobilità dei cluster, la possibilità che si formino difetti e il modo in cui l'energia dell'impatto viene dissipata e ridistribuita. Dal confronto dell'energia cinetica per atomo (del cluster), E/N , ed energia coesiva per atomo (sempre del cluster), ε , si possono classificare due regimi di deposizione:

- $\varepsilon \gg E/N$: il cluster mantiene memoria della sua forma originaria e non si disintegra completamente. La coalescenza può essere trascurabile, ciò dipende dalla mobilità e dall'interazione tra i cluster. Si forma un film nanostrutturato, molto poroso, con granularità comparabile alle dimensioni dei cluster.
- $\varepsilon \ll E/N$: prevale la coalescenza; i cluster si frammentano e possono verificarsi modificazioni superficiali del substrato e fenomeni di impiantazione. Il film ha carattere amorfo e presenta densità prossima a quella cristallina.

Per regimi energetici intermedi a quelli descritti, i cluster cambiano la loro morfologia senza disgregarsi e senza indurre modificazioni o difetti sulla superficie del substrato. La temperatura del substrato è un parametro di grande importanza per il tipo di crescita; al crescere della temperatura si favorisce la diffusione superficiale degli atomi depositi e la cristallizzazione del film.

Parametri di processo

Presenza di un gas ambiente

il gas impiegato in camera di deposizione può essere inerte o reattivo nei confronti delle specie ablate costituenti la piuma in espansione. Tra i gas inerti più utilizzati compaiono He e Ar, in virtù della elevata disponibilità e del costo non eccessivo; il Kr è impiegato più raramente per la sua scarsità ed eccessiva capacità di confinare la dimensione della piuma, a causa della sua elevata massa atomica. Tra i gas reattivi si impiegano O₂, N₂, H₂ e C, tutti facilmente reperibili e non eccessivamente costosi, adatti alla deposizione di ossidi, nitruri, idruri e carburi, a partire da bersagli metallici o dielettrici. Un gas inerte influenza particolarmente la dinamica di espansione della piuma [61][62]. In particolare, esso influisce sulla distribuzione dell'energia cinetica delle specie ablate, che incorrono in un processo di rapida termalizzazione e una conseguente diffusione entro il gas ambiente. In presenza di atmosfera reattiva vengono promosse le reazioni chimiche, con la conseguente formazione di composti di stechiometria non nota a priori; la causa di ciò sta nella complessità delle distribuzioni energetiche delle specie in camera e dalle elevate, ma non del tutto note, reattività chimiche dei costituenti ionizzati del plasma. I meccanismi di aggregazione e le caratteristiche superficiali di ogni ultimo strato depositato in fase di avanzamento del processo concorrono a determinare il tipo di crescita del film. La frequenza di collisione tra gli atomi (o molecole) del gas ambiente e le specie ablate è controllata dalle densità dei costituenti del plasma, degli aggregati in volo nella piuma e dal gas ambiente; l'efficacia delle collisioni ai fini della termalizzazione della piuma cresce all'aumentare della massa molecolare del gas. Se si ipotizzano urti elastici, la frazione di energia trasferita da una particella veloce appartenente alla piuma ad un atomo del gas ambiente è pari a

$$\alpha = \frac{2m_1m_2}{(m_1 + m_2)^2} \quad (\text{A.10})$$

dove m_1 e m_2 sono le masse, rispettivamente, delle specie della piuma e della molecola del gas ambiente.

Distanza bersaglio-substrato

Per deposizioni effettuate in vuoto tale parametro non ha grande influenza sulle caratteristiche del film. Il massimo spessore al centro dell'area di deposizione decresce all'aumentare della distanza d tra bersaglio e substrato mentre aumenta la superficie su cui si distribuisce il materiale ablatato. La variazione dello spessore massimo ha una dipendenza di tipo d^{-n} , con n che descrive la natura dell'espansione e vale 1 per una piuma molto direzionata e 3 per un'espansione sferica. In presenza di gas la situazione è più complessa; si hanno infatti due regimi di deposizione differenti, a seconda che d sia maggiore o minore della lunghezza della piuma L , ovvero la massima lunghezza di espansione del fronte d'onda.

- $d < L$: per distanze fino alla lunghezza L le dimensioni e la densità degli aggregati che compongono la struttura del film non variano significativamente;
- $d > L$: i film ottenuti ponendo il substrato al di fuori della piuma sono costituiti da aggregati più grandi, questo è dovuto al fatto che le specie ablate arrivano sulla superficie del substrato dopo aver perduto gran parte dell'energia cinetica dell'espansione nelle collisioni con il gas ambiente.

L'aumento della pressione o della distanza tra target e substrato producono l'effetto di far arrivare sul substrato specie meno energetiche, con conseguente diminuzione della densità del film [63].

Durata dell'impulso e frequenza di ripetizione

Come già accennato in precedenza, dalla durata dell'impulso dipendono i meccanismi di rimozione del materiale dal bersaglio. Per impulsi a femtosecondi la soglia di ablazione può anche essere cento volte inferiore rispetto ad impulsi a nanosecondi. La piuma risulta poi più confinata e con densità maggiore; inoltre cambiano le distribuzioni di velocità delle specie ablate ed il grado di ionizzazione della piuma. La frequenza di deposizione controlla la velocità della stessa; all'aumentare delle frequenza si ha però un aumento della produzione di particolato, a causa della fusione e parziale solidificazione del target. Questo inconveniente può essere ridotto mettendo in rotazione il target e utilizzando un filtro per particolato. Spesso

però, ciò che più limita l'aumento della velocità di deposizione è il surriscaldamento delle ottiche guida del fascio.

Lunghezza d'onda del laser

A minori lunghezze d'onda corrispondono energie fotoniche maggiori e quindi una maggiore quantità di energia assorbita per unità di volume dal bersaglio. Inoltre un atomo ha maggiore probabilità di raggiungere l'energia di soglia attraverso l'interazione con un numero limitato di fotoni energetici. Per lunghezze d'onda nello spettro degli UV si ha generalmente predominanza di processi ad un fotone. Questi fatti rendono ragione del crescere delle dimensioni, della densità e dell'energia cinetica del materiale espulso al diminuire della lunghezza d'onda [64].

Densità di energia laser

Per una fissata lunghezza d'onda del laser, generalmente, alte fluenze producono maggiori gradi di ionizzazione ed energie delle specie ablate più elevate. L'aumento di energia incidente fa crescere la densità ionica della piuma e quindi aumenta il gradiente tra interno ed esterno del plasma; cresce perciò la quantità di energia termica disponibile per essere trasformata in energia cinetica nel processo di espansione. Il rischio in cui si incorre aumentando la densità di energia, è il conseguente aumento di espulsione di particolato dal target. Anche in questo caso si possono operare accorgimenti per limitare questo fenomeno; in particolare utilizzando fluenze poco al di sopra della soglia di ablazione. Per modificare la fluenza, si può aumentare o diminuire l'energia degli impulsi o variare la focalizzazione del fascio sul target.

Angoli di incidenza

L'angolo di incidenza è in genere il risultato di un compromesso tra le dimensioni della macchia e sul bersaglio e il tentativo di limitare l'effetto di schermo del plasma. Solitamente si scelgono angoli intorno ai 45° . In questi casi si osserva che la piuma non è perfettamente perpendicolare al bersaglio, ma si osserva una leggera inclinazione in direzione del fascio o in direzione opposta. Per limitare fenomeni diffusivi ed aumentare la velocità di crescita ed

omogeneità del film, il substrato si pone ortogonalmente alla direzione lungo cui si propagano le specie ablate.

Dimensione della macchia laser

La dimensione della macchia laser ha effetti limitati sulla velocità degli ioni nella piuma, ma influenza l'espansione delle specie che la costituiscono: al crescere delle dimensioni della macchia laser la piuma acquista maggiore direzionalità, perpendicolarmente al bersaglio; una maggiore quantità di energia somministrata dal fascio laser incidente viene convertita da termica in cinetica e aumenta la densità elettronica della piuma. Conseguentemente, il gradiente di pressione nella direzione di propagazione e la velocità di espansione della piuma aumentano, fissi restando tutti gli altri parametri. Viene anche ridotta l'emissione di particolato, legata soprattutto agli effetti di bordo del cratere di ablazione.

Temperatura del substrato

La temperatura del substrato influenza le modalità di crescita del film; un aumento della temperatura favorisce la diffusione superficiale della specie adsorbite; un aumento eccessivo può comportare la disgregazione del materiale depositato, se esso, quando giunge al substrato, è aggregato sotto forma di cluster. Il riscaldamento del substrato può favorire un tipo di crescita cristallino, fornendo alle specie depositate l'energia necessaria per riorganizzarsi in aggregati energeticamente più stabili; è possibile inoltre che sopra una certa temperatura si produca una rievaporazione del film o dei costituenti più volatili, favorendo la selezione di fasi o composti più stabili [64]. La temperatura del substrato varia durante il processo di deposizione a causa dell'impatto delle specie ablate; decresce al crescere dello spessore del film, in quanto quest'ultimo si comporta come resistenza termica. La temperatura del substrato può essere intenzionalmente pilotata dall'esterno al fine di influenzare le dinamiche di aggregazione delle particelle sul substrato e le modalità con cui queste vi aderiscono. Nel caso in cui si operi in presenza di un gas ambiente, la temperatura del substrato influisce sulla pressione in camera da scegliere: per ottenere determinate stechiometrie del film occorre infatti che la pressione sia portata ad un valore ottimale per ciascuna temperatura.

Strumentazione di laboratorio

Laser e sistema di ottiche

Il Laboratorio di Materiali Micro e Nanostrutturati è dotato di due sistemi PLD indipendenti: la PLD I e la PLD II. LA PLD I utilizza come sorgente laser un laser a eccimeri Lumonics IPEX 848, che impiega come gas KrF. L'emissione avviene ad una lunghezza d'onda pari a 238 nm (UV), con una frequenza di ripetizione che può essere variata da 1 a 100 Hz. La durata dell'impulso è di circa 10 - 15 ns, con una energia massima pari a 500 mJ. La PLD II consta invece di una sorgente laser a stato solido, che sfrutta come mezzo attivo un cristallo Nd:YAG (granato di ittrio e alluminio drogato con neodimio). Il laser Nd:YAG Continuum Powerline II 8010 è pompato otticamente mediante una lampada ed emette a $\lambda=1064$ nm, ossia nell'IR. Grazie a due cristalli non lineari in cascata la frequenza viene dapprima raddoppiata ($\lambda=532$ nm, verde) e poi quadruplicata ($\lambda=266$ nm, UV) per ottenere una radiazione ultravioletta. Il laser funziona in modalità impulsata tramite Q-switch, cioè con un commutatore ottico inserito nella cavità risonante che rimane chiuso finché il cristallo non ha raggiunto la massima inversione di popolazione, momento in cui aprendosi permette al laser di scaricare un singolo impulso di potenza molto alta. La durata degli impulsi così prodotti è compresa tra 5 e 7 ns, la frequenza di ripetizione è selezionabile fino a 10 Hz, la massima energia per impulso è di 180 mJ. In entrambi i casi, il fascio laser, prima di entrare attraverso una finestra nella camera di deposizione, viene focalizzato mediante una lente piano-convessa. Il target è posto all'interno della distanza focale, per cui allontanando la lente dalla camera (mediante scorrimento lungo il binario su cui è montata) il fascio viene maggiormente focalizzato e la fluenza del laser aumenta. Focalizzazioni molto spinte vanno evitate poiché si rischia di danneggiare la finestra.

Camere di deposizione

Entrambe le camere di deposizione sono realizzate in acciaio, hanno forma cilindrica ed sono dotate di numerose flange, progettate per consentire l'inserimento di strumenti o sistemi aggiuntivi, tra cui il cannone ionico. All'interno della camera da vuoto è posizionata una

piastra porta-substrati sorretta da manipolatori che ne consentono lo spostamento nelle tre direzioni dello spazio. La piastra può essere riscaldata qualora si voglia aumentare la mobilità delle particelle che raggiungono il substrato, ad esempio nel caso di crescita epitassiale. Affacciato al porta-substrati è collocato un disco sul quale viene alloggiato il target, movimentabile in direzione verticale e in grado di ruotare durante la deposizione. Il porta-target della PLDI consente l'utilizzo contemporaneo di diversi target (fino a 4) per deposizione multimateriale. La rotazione a velocità angolare non costante accoppiata all'oscillazione verticale del target fa sì che il laser tracci un profilo a spirale e abili il disco in modo uniforme, evitando la formazione di crateri sulla superficie del bersaglio. Sebbene il laser della PLDI possa lavorare fino a frequenze di 100 Hz, la movimentazione attuale consente di lavorare al massimo a 20 Hz, pena un'ablazione non uniforme del target e una elevata produzione di particolato. Il movimento (regolazione distanza target-substrato, velocità di rotazione ed escursione verticale target, posizione substrato) è coordinato da motori a passo il cui funzionamento è comandato da un opportuno software. Alla base della camera si trova il sistema di pompaggio formato da due pompe:

- una pompa scroll, che consente di ottenere un livello di vuoto fino a 1 Pa (vuoto preliminare). Tale pompa è costituita da due chiocciolate accoppiate delle quali una è fissa (statore), mentre l'altra (rotore) opera un movimento rototraslatorio che consente di intrappolare e comprimere il gas tra le due spirali.
- una pompa turbomolecolare, in grado di portare la camera da 1 Pa a un grado di vuoto dell'ordine di 10^{-4} Pa. Questo tipo di pompa sfrutta in sostanza lo stesso principio dei comuni ventilatori: quando una molecola di gas urta una superficie in movimento ad essa viene trasferito un momento nella stessa direzione di moto della superficie. In questo modo è possibile convogliare tutte le molecole in una camera di compressione dalla quale verranno poi espulse verso il condotto che porta alla pompa primaria (in questo caso la scroll) e da qui verso l'esterno.

Ciascuna camera è inoltre dotata di due differenti misuratori di pressione: capacitivo (10^{-1} - 10^3 Pa) e Bayard-Alpert (da 10^{-4} Pa a pressione atmosferica). Per permettere l'afflusso di

gas nella camera (nel caso in cui si voglia effettuare la deposizione in presenza di un gas di background) o per alimentare il cannone ionico è in dotazione un sistema di flussimetri collegati a bombole, in grado di regolare con una precisione di 0,1 sccm il flusso di gas entrante e di garantire il corretto rapporto tra i flussi qualora la deposizione sia assistita da più di un gas. Il bilancio tra il flusso di gas entrante e l'azione di pompaggio della pompa turbomolecolare mantiene dinamicamente una pressione residua di gas in camera che può variare da qualche decimo fino a qualche centinaio di Pa.

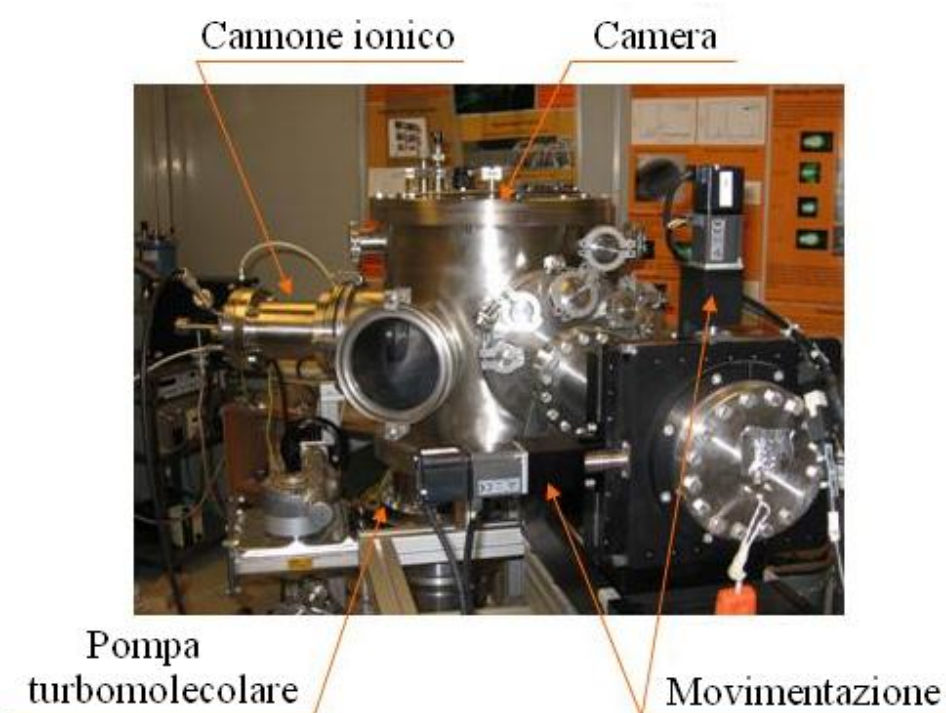


Figura A.3: Camera di deposizione.

A.2 Microscopio elettronico a scansione (SEM)

Molte delle immagini dei film riportate nella tesi sono state realizzate con questo versatile e potente strumento di caratterizzazione prodotto dalla Zeiss.



Figura A.4: Microscopio a scansione elettronica (SEM) del Laboratorio.

Il funzionamento è relativamente semplice: un fascio di elettroni viene accelerato e focalizzato sul film; il principale meccanismo di diseccitazione avviene mediante l'emissione di elettroni secondari e, mediante opportuni sensori, la radiazione elettronica viene raccolta a formare un'immagine. La produzione del fascio avviene per emissione di campo a partire da un filamento di tungsteno ricoperto di zirconia; il fascio elettronico viene focalizzato mediante opportune griglie a potenziale controllato e accelerato fino ad energie di 20 keV per l'utilizzo della microscopia o fino a 30 keV per l'utilizzo del modulo di microscopia in trasmissione (STEM). Nel cannone si attua un vuoto di 10^{-9} mbar e non viene messo in comunicazione con la camera in cui sono presenti i campioni se in questa non si ha una pressione inferiore ai $5 \cdot 10^{-5}$ mbar. I campioni da osservare vengono attaccati su appositi supporti posti su una piattaforma metallica mediante adesivi conduttori elettrici; il fascio elettronico induce infatti un accumulo di carica sul campione che deve essere smaltito mediante una opportuna messa a terra. La presenza di cariche localizzate respinge il fascio incidente sul film, saturando i rivela-

tori. Per ottenere immagini nitide ad alta risoluzione è perciò importante utilizzare substrati e film che presentino proprietà conduttive. La piattaforma è in grado di essere movimentata lungo il piano, messa in rotazione e alzata in verticale, in modo da modificare la lunghezza focale. Sono presenti tre tipi di sensori, due per la detezione di elettroni secondari e uno per la rilevazione degli elettroni retrodiffusi. Un sensore per gli elettroni secondari è posto direttamente nella camera ed è utilizzato per basse risoluzioni, in generale per il puntamento del fascio e la messa a fuoco iniziale. L'altro sensore di elettroni secondari, detto In-Lens, è posizionato appena all'interno del cannone e consente di arrivare alle risoluzioni più spinte, in quanto si trova più vicino al campione ed è in grado di raccogliere gli elettroni provenienti dalla zona in cui viene focalizzato il fascio, senza raccogliere gli elettroni provenienti dall'area limitrofa. Infine è disponibile un detector di elettroni retrodiffusi sensibile all'intensità e all'energia persa dagli elettroni primari riflessi, in grado di costruire un'immagine con intensità proporzionale a queste quantità. Siccome l'energia ceduta dagli elettroni incidenti dipende dagli atomi che vengono irraggiati, l'immagine consente di rilevare differenze di composizione nel film. L'energia del fascio incidente determina la risoluzione a cui si può arrivare; se il campione presenta alta conducibilità si può arrivare ad immagini ad un milione di ingrandimenti, nel caso si utilizzino substrati semiconduttori o isolanti, è necessario usare fasci elettronici ad energia più bassa a discapito della risoluzione, in modo da non indurre la formazione di zone localmente cariche nel film.

Sul microscopio di laboratorio è presente un rivelatore (Oxford Instruments) per analisi EDS, Energy Dispersive X-ray . Il materiale colpito dal fascio elettronico assorbe energia e gli atomi che lo costituiscono vengono eccitati. Il processo di diseccitazione avviene in parte con l'emissione di raggi X a lunghezza d'onda caratteristiche del materiale esaminato. Una sonda permette la raccolta della radiazione X emessa dal campione, per poi analizzarla e ricavare informazioni sulla sua composizione. Gli spettri raccolti vengono infatti processati da un opportuno software, che mediante un confronto con una banca dati interna consente di risalire ai materiali presenti nel campione e di fare delle valutazioni quantitative sulla sua composizione.

A.3 Diffrazione di raggi X (XRD)

La diffrazione di raggi X è una potente tecnica in grado di identificare le fasi presenti nel materiale e le proprietà strutturali come dimensione del grano, orientazioni preferenziali di crescita, difetti e spessori di strati e interfacce. L'analisi si basa sulla lettura degli effetti subiti da un fascio di raggi X dopo l'interazione con il campione. E' ben noto che il fascio elettromagnetico viene diffratto dai piani cristallini; la condizione che determina interferenza costruttiva è verificata se la differenza tra la distanza percorsa dalle onde diffratte dai successivi piani cristallini è pari a un multiplo intero della lunghezza d'onda del fascio ed è esplicitata dalla legge di Bragg [65] (vedi fig.A.5):

$$\lambda = 2d_{hkl} \sin \theta_{hkl} \quad (\text{A.11})$$

dove d_{hkl} è la distanza tra piani cristallini di indici (hkl) e θ_{hkl} è l'angolo tra i piani atomici e il fascio di raggi X incidente e diffratto.

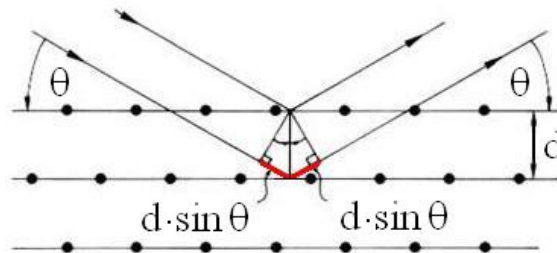


Figura A.5: Schema di funzionamento dell'apparato XRD.

Perchè la diffrazione sia osservata in queste condizioni il rivelatore deve essere posizionato in $2\theta_{hkl}$ rispetto alla direzione del raggio incidente. Negli spettri dei campioni qui esposti è stata utilizzata la geometria di acquisizione Bragg-Brentano ($\theta, 2\theta$). In particolare lo strumento da noi utilizzato è caratterizzato dalla variante di questa geometria in cui il rivelatore e la sorgente di raggi X sono posti in rotazione ad uguale velocità e il campione rimane fisso. In questo modo si mantiene valida la condizione di Bragg per l'interferenza costruttiva di piani paralleli alla superficie del campione e si possono analizzare diverse distanze interplanari, cambiando

angolo di incidenza. L'acquisizione dei diffrattogrammi dei campioni è stata possibile grazie alla collaborazione con la sezione distaccata di Milano dell'*Istituto per la Conservazione e la Valorizzazione dei Beni Culturali* (misure eseguite da Claudia Conti). Lo strumento utilizzato è un X'pertPro prodotto dalla PANalytical con diffrattometro X'celerator. Il fascio di raggi X viene emesso con lunghezza d'onda $\lambda=1,54$ (rame K_{α}); l'identificazione dei picchi ottenuti è stata svolta grazie a confronti con spettri presenti nell'ampia banca dati del software.

Bibliografia

- [1] K. Krane, *Introductory nuclear Physics*, John Wiley & Sons, New York, 1988.
- [2] C. Lombardi, *Impianti nucleari*, CUSL, Milano, 2008.
- [3] J. Freidberg, *Plasma physics and fusion energy*, Cambridge University Press, Cambridge, 2007.
- [4] R. Pozzoli, *Fisica del plasma termonucleare e astrofisico*, CLUED, Milano, 1984.
- [5] J. Wesson, *Tokamaks*, Oxford University Press, Oxford, 2004.
- [6] S. Pfalanzer, *An introduction to inertial confinement fusion*, Taylor & Francis Group, New York, 2006.
- [7] J. Freidberg, *Ideal Magnetohydrodynamics*, Plenum Press, New York, 1987.
- [8] J. Goedbloed and S. Poedts, *Principles of Magnetohydrodynamics*, Cambridge University Press, Cambridge, 2004.
- [9] V. Shafranov, Soviet Phys. - JETP **33**, 710 (1957).
- [10] J. Goedbloed, R. Keppens, and S. Poedts, *Advanced Magnetohydrodynamics*, Cambridge University Press, Cambridge, 2010.
- [11] K. Miyamoto, *Fundamentals of Plasma Physics and Controlled Fusion*, Iwanami Book Service Center, 1997.
- [12] L. Soloviev, Reviews of Plasma Physics **33**, 239 (1975).

- [13] C. V. Atanasiu, S. Gunter, K. Lackner, and I. G. Miron, *Physics of Plasmas* **11**, 3510 (2004).
- [14] L. Guazzotto and J. P. Freidberg, *Physics of Plasmas* **14**, 112508 (2007).
- [15] P. Stangeby, *The Plasma Boundary of Magnetic Fusion Devices*, Taylor & Francis Group, New York, 2000.
- [16] R. Clark and D. Reiter, *Nuclear Fusion Research. Understanding the plasma surface interaction*, Springer Verlag, Berlin, 2005.
- [17] R. Conn, *Fusion Engineering and Design* **37**, 481 (1997).
- [18] A. Costley, Requirements and issues in diagnostics for next step burning plasma experiments, in *International conference on ADVANCED DIAGNOSTICS FOR MAGNETIC AND INERTIAL FUSION*, 2001.
- [19] A. E. Costley, T. Sugie, G. Vayakis, and C. Walker, *Fusion Engineering and Design* **74**, 109 (2005).
- [20] F. P. Orsitto and J. Sanchez, *Review of Scientific Instruments* **74**, 2084 (2003).
- [21] A. Donné et al., *Nuclear Fusion* **47**, S337 (2007).
- [22] F. P. Orsitto et al., *Review of Scientific Instruments* **72**, 540 (2001).
- [23] T. Sugie, A. Costley, A. Malaquias, and C. Walker, *Journal of Plasma and Fusion Research* **79**, 1051 (2003).
- [24] H. Ogawa et al., *Plasma and Fusion Research* **2**, S1054 (2007).
- [25] D. Orlinski et al., *Plasma Physics* **5**, 67 (2000).
- [26] A. Litnovsky, V. S. Voitsenya, A. E. Costley, and A. J. H. Donné, *Nuclear Fusion* **47**, 833 (2007).
- [27] M. Lieberman and A. Lichtenberg, *Principles of Plasma Discharges and Materials Processing*, John Wiley & Sons, New York, 2005.

-
- [28] A. Litnovsky et al., *Journal of Nuclear Materials* **363-365**, 1395 (2007).
- [29] H. Bennet, *Journal of the Optical Society of America* **52**, 123 (1961).
- [30] A. Donnè, *Physics R&D in Support of ITER/BPX Diagnostic Development*, in *19th IAEA Fusion Energy Conference*, 2002.
- [31] V. Voitsenya et al., *Review of Scientific Instruments* **72**, 475 (2001).
- [32] G. D. Temmerman, R. A. Pitts, V. S. Voitsenya, and L. Marot, *Journal of Nuclear Materials* **365**, 259 (2007).
- [33] A. Litnovsky et al., *Nuclear Fusion* **49**, 075014 (2009).
- [34] A. Alfier, R. Pasqualotto, L. Giudicotti, V. Cervaro, and L. Franchin, *Journal of Physics: Conference Series* **227**, 012036 (2010).
- [35] L. Marot, G. De Temmerman, P. Oelhafen, G. Covarel, and A. Litnovsky, *The Review of scientific instruments* **78**, 103507 (2007).
- [36] L. Marot, G. Detemmerman, V. Thommen, D. Mathys, and P. Oelhafen, *Surface and Coatings Technology* **202**, 2837 (2008).
- [37] G. Maddaluno et al., *Tests of rhodium -coated molybdenum first mirrors for ITER diagnostics*, in *34th EPS Conference on Plasma Phys. Warsaw*, volume 31F, pages 19–22, 2007.
- [38] M. Passoni et al., *Journal of Nuclear Materials* **404**, 1 (2010).
- [39] M. Zecca, *Produzione di specchi per diagnostiche in sistemi a fusione mediante ablazione laser e loro caratterizzazione*, Master's thesis, Politecnico di Milano, 2009.
- [40] S. Bouhtiyya and L. Roue, *International Journal of Hydrogen Energy* **33**, 2912 (2008).
- [41] J. Paillier, S. Bouhtiyya, G. Ross, and L. Roue, *Thin Solid Films* **500**, 117 (2006).
- [42] T. Zehnder, *Thin Solid Films* **263**, 198 (1995).

-
- [43] D. Nir, *Thin Solid Films* **112**, 41 (1984).
- [44] L. Marot, Plasma exposure of rhodium mirrors, in *ITPA 14 meeting, Lausanne*, 2008.
- [45] M. Galeazzi, C. Chen, J. Cohn, and J. Gundersen, *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment* **520**, 293 (2004).
- [46] O. F. Caltun, *Journal of Optoelectronics and Advanced Materials* **7**, 739 (2005).
- [47] L. Cultrera, M. Zeifman, and A. Perrone, *Applied Surface Science* **253**, 6322 (2007).
- [48] S. I. Anisimov, B. S. Luk'yanchuk, and A. Luches, *Applied Surface Science* **96-98**, 24 (1996), *Proceedings of Symposium F: Third International Symposium on Laser Ablation of the 1995 E-MRS Spring Conference*.
- [49] A. Perrone, A. Zocco, L. Cultrera, and D. Guido, *Applied Surface Science* **197-198**, 251 (2002).
- [50] N. Pryds, B. Toftmann, J. Bildesorensen, J. Schou, and S. Linderorth, *Applied Surface Science* **252**, 4882 (2006).
- [51] P. Hovington, D. Drouin, and R. Gauvin, *Scanning* **19**, 1 (1997).
- [52] D. Bäuerle, *Laser Processing and Chemistry*, Springer, Berlin, 2000.
- [53] S. H. Jeong, R. Greif, and R. E. Russo, *Applied Surface Science* **127-129**, 177 (1998).
- [54] J. Miller and R. Haugland, *Laser ablation and deposition*, Springer, Berlin, 1994.
- [55] F. Chen, *Plasma diagnostics technique*, R.Huddleston e S.L.Leonard Academic, London, 1974.
- [56] Y. Zel'dovich and Y. Raizer, *Physics of Shock Waves and High Temperature Hydrodynamic Phenomena*, Academic Press, New York, 1966.
- [57] A. Rode, E. Gamaly, and B. Luther-Davies, *Applied Physics A* **70**, 135 (2000), 10.1007/s003390050025.

- [58] D. Gehestan, Applied Physic Letters **60**, 135 (1992).
- [59] N. Arnold, J. Gruber, and J. Heitz, Applied Physics A **69**, S87 (1999).
- [60] S. S. Harilal, C. V. Bindhu, M. S. Tillack, F. Najmabadi, and a. C. Gaeris, Journal of Applied Physics **93**, 2380 (2003).
- [61] M. Tillack, D. Blair, and S. Harilal, Nanotechnology **15**, 390 (2004).
- [62] S. Amoruso et al., Applied Physics Letters **80**, 4315 (2003).
- [63] H. S. Kwok et al., Applied Surface Science **109-110**, 595 (1997).
- [64] D. Chrisey and G. Hubler, *Pulsed Laser Deposition of Thin Films*, John Wiley & Sons, New York, 1994.
- [65] N. W. Ashcroft and N. D. Mermin, *Solid State Physics*, Harcourt College Publisers, New York, 1976.