

POLITECNICO DI MILANO

Scuola di Ingegneria dei Processi Industriali

Corso di Laurea Specialistica in
Ingegneria Nucleare



Pulizia mediante impulsi laser di specchi diagnostici
per sistemi a fusione nucleare

Relatore: Dott. Matteo PASSONI

Correlatore: Dott. Andrea UCCELLO

Tesi di Laurea Specialistica di:

Alessandro MAFFINI matr. 749419

Anno Accademico 2010-2011

Indice

Premessa	1
1 Fusione Nucleare	3
1.1 Introduzione	3
1.2 Reazioni di fusione	7
1.3 Bilancio energetico in plasma termonucleare	12
1.3.1 Ignizione e criterio di Lawson	14
1.3.2 Fattore di guadagno Q e Q_E	16
1.4 Confinamento del plasma termonucleare	18
1.5 Il tokamak	21
1.5.1 Design di una macchina tokamak	22
2 Le diagnostiche per il plasma	27
2.1 Introduzione	27
2.2 Specchi per diagnostica	29
2.2.1 Problematiche relative all'interazione tra plasma e specchi diagnostici	31
2.2.2 Tecniche e metodi per la produzione di specchi diagnostici	35
2.3 Mitigazione e prevenzione dei problemi di rideposizione su FMs	37
2.3.1 Caratteristiche del materiale ridepositato	37
2.3.2 Tecniche di prevenzione e pulizia	43
2.4 Obiettivi specifici della tesi	46

3	Laser Cleaning	49
3.1	Introduzione	49
3.2	Interazione tra laser e mezzo materiale	52
3.3	Danneggiamento di un materiale irraggiato con luce laser . . .	54
3.3.1	Fluenza di soglia per transizione di fase, Φ_{TM}	55
3.3.2	Ablazione Laser	56
3.3.3	Interazioni sotto soglia.	59
3.3.4	LIDT per impulsi multipli	63
3.4	Fisica del Laser Cleaning	65
3.4.1	Laser Cleaning per ablazione	65
3.4.2	Adesione del particolato	68
3.4.3	Laser Cleaning di particolato microscopico	69
3.4.4	Rimozione termomeccanica di particolato macroscopico e films	73
3.5	Laser Cleaning per la fusione termonucleare controllata	74
3.5.1	Laser Cleaning di componenti di prima parete in macchine a confinamento magnetico	74
3.5.2	Laser Cleaning di specchi per diagnostiche di Plasma	78
4	Procedure sperimentali e prove di danneggiamento	87
4.1	Sommario dell'attività sperimentale	87
4.2	Descrizione del sistema e delle procedure adottate	88
4.2.1	Apparato sperimentale	88
4.2.2	Calcolo della fluenza laser incidente	92
4.2.3	Descrizione delle procedure sperimentali	94
4.3	Prove di danneggiamento dei substrati in Si	97
4.3.1	Prove preliminari	98
4.3.2	Effetto della fluenza laser sul danneggiamento del Si	100
4.3.3	Influenza dell'atmosfera di irraggiamento	101
4.4	Irraggiamento laser di film di Rh	105
4.4.1	Prove di danneggiamento per i film di Rh	105

4.4.2	Altre considerazioni legate all'irraggiamento dei film di Rh	109
5	Produzione dei campioni e prove di Laser Cleaning	111
5.1	Selezione dei campioni per le prove di laser cleaning	112
5.2	Deposizioni PLD per la produzione dei campioni	114
5.3	Laser Cleaning delle contaminazioni su Si	119
5.3.1	Individuazione dei parametri sperimentali per le prove di Laser Cleaning	119
5.3.2	Laser Cleaning dei campioni in C, prima serie	120
5.3.3	Laser Cleaning dei campioni in C, seconda serie	124
5.3.4	Laser Cleaning dei campioni in WC	126
5.4	Prove esplorative di Laser Cleaning di contaminazioni in C su film di Rh	127
6	Conclusioni e sviluppi futuri	131
6.1	Conclusioni	131
6.2	Sviluppi futuri del lavoro	137
A	Deposizione Laser Pulsata	141
A.1	Parametri di processo	146

Elenco delle figure

1.1	Andamento della energia di legame in funzione del numero di massa . . .	4
1.2	Andamento dei tassi di reazione in funzione dell'energia per le reazioni deuterio-deuterio (D-D), deuterio-trizio (D-T), deuterio-elio3 (D- 3He) [7]	9
1.3	Andamento di Q e Q_E in funzione del rapporto $(p\tau_E)/p\tau _{ign}$	17
1.4	Possibili strategie di confinamento magnetico di un plasma termonucleare. Adattato da [11]	20
1.5	Schema dei principali campi magnetici presenti in un tokamak. (adattato da [12])	23
2.1	Posizione di alcuni FMs prevista per ITER [16]	30
2.2	Riflettività di bulk di materiali per possibile impiego come FMs, da [27] .	35
2.3	Immagine TEM di un film compatto di C raccolto in TEXTOR [36] . . .	40
2.4	Aggregato rinvenuto in ASDEX-U e sezionato mediante fascio di ioni focalizzato. Nella cross-section le zone brillanti sono costituite da inclusioni metalliche, quelle più scure da B e C. Da [47]	41
2.5	Particolato generato da film carboniosi. Adattato da [50]	42
2.6	Aggregato <i>cauliflower-like</i> in C formato a partire da clusters atomici. Da [51]	42
2.7	Differenti tipologie di dust. Da [50]	43
3.1	Irraggiamento di una particella macroscopica. In rosso la massa m con il maggiore assorbimento, che si espande termicamente nella regione tratteggiata. Adattato da [53]	74

3.2	Prototipo del sistema remotizzato LASK (Laser Ablation System Kit) nel tokamak Tore Supre. [117]	76
3.3	Mappatura termica dell'elemento di prima parete prima e dopo il trattamento. Le zone più calde (rosso) evidenziano la presenza di contaminante, che ha proprietà di scambio termico molto peggiori rispetto ai CFC. Le zone irraggiate sono evidenziate dalle frecce, mentre nel cerchio è mostrata una porzione di materiale vergine. Adattato da [117] .	77
3.4	Evoluzione della trasmittanza di una finestra in quarzo prima e dopo il laser cleaning. Adattato da [121]	78
3.5	Rapporto Be su C prima e dopo l'irraggiamento.[59]	80
3.6	Spettro di riflettività per specchi in Mo e SS. La curva in alto si riferisce allo specchio prima dell'esposizione al plasma, la curva in basso allo specchio dopo l'esposizione, quella intermedia allo specchio dopo il laser cleaning [58]	81
3.7	Spettro di riflettività per uno specchio in Mo nuovo (nero), dopo l'esposizione al plasma (rosso), dopo il laser cleaning (blu). Adattato da [60]	82
3.8	(a) PRE di particolato di C su vari substrati, e (b) PRE di C e W su SiO_2 [63]	83
3.9	Efficienza di rimozione per droplets di W su Si, con 5 impulsi, al variare dei parametri laser. (a) PRE vs Fluenza al variare di λ e (b) PRE vs Fluenza per diversi laser. Adattato da [64]	84
4.1	Immagine SEM della sezione di due diversi film di Rh depositati su Si mediante PLD. a: struttura colonnare b: struttura quasi-amorfa. Adattato da [33]	92
4.2	Rappresentazione schematica del sistema laser nelle diverse configurazioni. a: sistema nella configurazione per PLD. b: sistema nella configurazione per prove di laser cleaning e danneggiamento	94
4.3	Esempio delle posizioni di irraggiamento per un campione con 4 spot .	96

4.4	a: Si irraggiato in vuoto, $N_p = 200, 400, 800, 1200$ rispettivamente nelle pos. I, II, III e IV. b: Si irraggiato in aria ambiente, $N_p = 300, 350, 400, 500$ rispettivamente nelle pos. I, II, III e IV.	103
4.5	Influenza dell'atmosfera di irraggiamento per il laser cleaning di campioni C_{p3}/Si . $N_p = 50, 10, 5, 1$ rispettivamente nelle pos. I, II, III e IV. a: Laser cleaning in aria. b: Laser cleaning in vuoto	104
4.6	Prove di danneggiamento su film di Rh colonnare. $\Phi \approx 1220 \text{ mJ/cm}^2$; $N_p = 5, 4, 3, 2, 1$ e 50 colpi per le sei diverse posizioni.	106
4.7	Prove di danneggiamento su film di Rh amorfo. $\Phi \approx 1220 \text{ mJ/cm}^2$; $N_p = 5, 4, 3, 2, 1$ e 50 colpi per le sei diverse posizioni.	107
5.1	Immagine SEM della sezione del film C_{cf} (5 Pa di He, $d_{T-S} = 7 \text{ cm}$) .	116
5.2	a: immagine SEM a 30000 ingrandimenti del campione CLC007 (60 Pa di He, $d_{T-S} = 9 \text{ cm}$) b: immagine SEM a 150000 ingrandimenti dello stesso campione	118
5.3	a: immagine SEM a 30000 ingrandimenti di un campione C_{p3} (60 Pa di He, $d_{T-S} = 7 \text{ cm}$) b: immagine SEM a 150000 ingrandimenti dello stesso campione	118
5.4	a: immagine SEM a 100000 ingrandimenti della sezione di un campione WC_{p2} (60 Pa di He, $d_{T-S} = 6 \text{ cm}$) b: immagine SEM a 100000 ingrandimenti della sezione trasversale di un campione WC_{p1} (100 Pa di He, $d_{T-S} = 6 \text{ cm}$)	119
5.5	Risultati del laser cleaning di un campione C_{p2} . Per lo spot I sono stati impiegati 50 impulsi, 10 nella pos. II, 5 nella pos. III e un solo impulso nella pos. IV	121
5.6	a: immagine SEM a 200 ingrandimenti del campione C_{p2} nello spot trattato con $N_p = 50$. b: immagine SEM a 200 ingrandimenti di un substrato vergine di Si irraggiato con $N_p = 100$, a parità di tutti gli altri parametri.	123
5.7	a: immagine SEM del campione CLC011, realizzata a 25000 ingrandimenti. b: un particolare della stessa immagine ottenuto a 250000 ingrandimenti.	124

5.8	Risultati del laser cleaning del campione CLC002, contaminato con dust in C dalle proprietà intermedie ($d_{T-S} = 8$ cm). Nella posizione I sono stati impiegati 4 impulsi, 3 nella pos. II, 2 nella pos. III e un solo impulso nella pos. IV	125
5.9	Laser cleaning del campione C_{p1}/Rh_{am} . $N_p = 4$ in pos. I, $N_p = 3$ in pos. II, $N_p = 2$ in pos. III, $N_p = 1$ in pos. IV	129
5.10	Laser cleaning del campione C_{p1}/Rh_{col} . $N_p = 3000$ in pos. I, $N_p = 50$ in pos. II, $N_p = 600$ in pos. III, $N_p = 1$ in pos. IV	130
A.1	Schema semplificato di un sistema di deposizione a laser pulsato.	142

Premessa

Il lavoro di tesi ha come obiettivo lo studio del laser cleaning come tecnica per la pulizia di specchi per diagnostiche di plasma (*First Mirrors*) in sistemi per la fusione nucleare a confinamento magnetico, quali i tokamak. Una delle problematiche che affligge maggiormente questi componenti è rappresentata dalla rideposizione di materiale eroso dalla prima parete di tokamak. Per fronteggiare tale fenomeno, è stato proposto di trattare gli specchi con impulsi laser che consentano di rimuovere il contaminante senza al contempo danneggiare la superficie dello specchio; questa tecnica prende il nome di laser cleaning. Il presente lavoro di tesi propone un approccio modellistico-sperimentale di carattere esplorativo al problema del laser cleaning degli specchi per le diagnostiche di plasma; a tale scopo esso si avvale delle potenzialità fornite dal sistema laser in uso presso il Laboratorio Materiali Micro- e Nanostrutturati del Politecnico di Milano. In prima istanza è stato affrontato lo studio del danneggiamento laser di substrati di Si, scelti per la disponibilità di questo materiale e per la semplicità con cui può essere caratterizzato, e di film di Rh, prodotti all'interno del Laboratorio mediante deposizione laser pulsata (PLD), di possibile interesse per la realizzazione degli specchi diagnostici. Grazie alla tecnica PLD è stato possibile depositare sui substrati considerati dei film di carbonio e carburo di tungsteno, che riproducessero -in termini di composizione e morfologia- le caratteristiche del contaminante effettivamente riscontrato nei tokamak. Infine, sono state condotte delle prove esplorative di laser cleaning che hanno coinvolto alcune tra le combinazioni possibili di substrato e contaminante. In questo modo si è cercato di sfruttare al meglio la sinergia possibile offerta dall'uso di una

stessa strumentazione per realizzare i substrati, depositare il contaminante e studiare il laser cleaning dei campioni prodotti.

Capitolo 1

Fusione Nucleare

1.1 Introduzione

La fusione nucleare è un processo attraverso il quale due o più nuclei atomici si uniscono e danno origine ad un singolo nucleo, nonchè, talvolta, uno o più neutroni liberi. L'energia sviluppata (o assorbita) nella reazione è detta tonalità termica Q della reazione, ed è legata alla massa dei reagenti e dei prodotti attraverso la celebre relazione

$$Q = \Delta M \times c^2 \quad (1.1)$$

essendo $\Delta M \equiv M_{prod} - M_{reag}$ pari alla differenza tra la massa a riposo dei prodotti, M_{prod} e dei reagenti M_{reag} , ed essendo c la velocità della luce nel vuoto, pari a circa 3×10^8 m/s.

Osservando il grafico dell'energia di legame per nucleone al variare del numero di massa del nucleo [fig. 1.1], si può notare che per nuclei pesanti ($A > 56$) essa aumenta al diminuire del numero di massa; con la disgregazione di un nucleo pesante si ha quindi il passaggio da un nucleo meno stabile ad uno più stabile, e conseguentemente la reazione presenta tonalità termica positiva: questo processo è sfruttato nei reattori a fissione nucleare.

Viceversa, per nuclei pesanti, l'energia di legame per nucleone aumenta all'aumentare del numero di massa; con la fusione di due nuclei leggeri è quindi possibile ottenere reazioni esotermiche: ciò costituisce il fondamento

concettuale del possibile impiego dei processi di fusione nucleare per la produzione di energia.

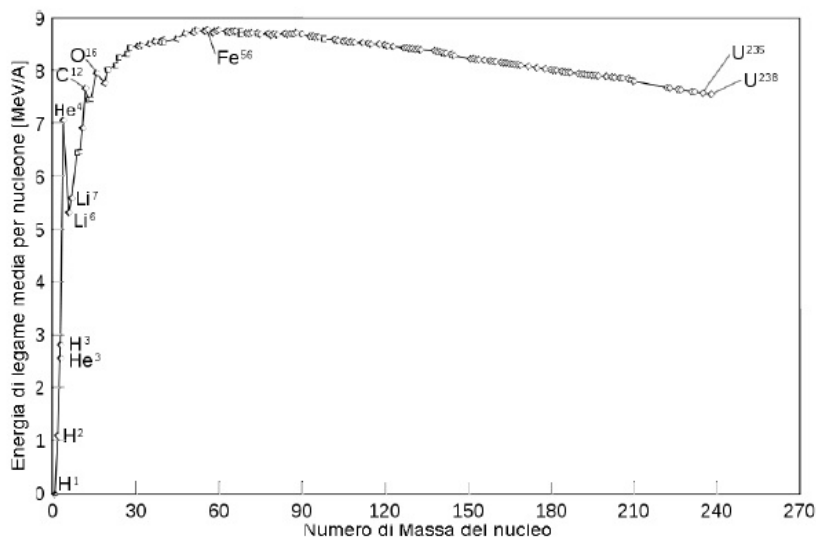


Figura 1.1: Andamento della energia di legame in funzione del numero di massa

L'idea di utilizzare la Fusione Nucleare come fonte energetica risulta particolarmente attraente per diversi motivi: innanzitutto gli elementi leggeri che fungono da combustibile sono abbondanti in natura e facilmente reperibili; inoltre l'energia liberata dal processo per grammo di combustibile è dell'ordine di $\approx 10^{13}$ J/g, parecchi ordini di grandezza superiore alla resa energetica dei combustibili fossili e circa 2 volte superiore all'energia liberata dalla fissione completa di un grammo di ^{235}U . [2]

Rispetto alla fissione, la fusione nucleare presenta anche altri vantaggi: nelle principali reazioni di fusione -che verranno presentate in dettaglio nella sezione 1.2- i reagenti sono costituiti per lo più da elementi stabili e non tossici, fatta salva l'importante eccezione del trizio (T) che comunque presenta un tempo di dimezzamento non elevato ($T_{1/2} = 12.3$ anni) e che potrà essere prodotto direttamente all'interno del reattore, diminuendo in tal modo l'impatto radiologico sulla salute pubblica. Anche i prodotti di reazione sono

principalmente elementi leggeri e stabili, ciò consente di ridurre il problema delle scorie. Inoltre, poichè il design di un possibile reattore a fusione non sarebbe basato su una reazione a catena autosostenuta, verrebbe eliminata alla radice la possibilità di un incidente di criticità in tale sistema. Tuttavia, poichè tra i prodotti di alcune delle reazioni di fusione più interessanti figura un neutrone, un reattore a fusione condividerebbe con un impianto a fissione la problematica dell'irraggiamento e dell'attivazione dei materiali. Si noti che tali problematiche potrebbero risultare addirittura più gravose per un impianto a fusione, a causa della elevata energia del neutrone liberato 1.2. Questo aspetto va tenuto in attenta considerazione nella progettazione dei futuri impianti.

Il principale svantaggio della fusione, che di fatto ne ha impedito l'applicazione come fonte energetica, risiede però nella fisica stessa del processo: infatti, affinché possa innescarsi una reazione di fusione tra due nuclei, essi devono trovarsi ad una distanza confrontabile con il raggio d'azione tipico dell'interazione Nucleare Forte, dell'ordine dei 10^{-15}m ; perchè ciò avvenga questi devono vincere l'interazione coulombiana repulsiva che si instaura tra loro a causa della carica elettrica intrinsecamente positiva dei nuclei atomici. L'altezza della barriera di potenziale coulombiana, stimabile in alcuni keV [1], rappresenta perciò l'energia di attivazione tipica delle reazioni di fusione nucleare, che quindi risultano essere reazioni a soglia. L'energia necessaria a superare tale soglia può essere fornita accelerando fasci di ioni leggeri su un opportuno bersaglio, in modo che l'energia cinetica degli ioni sia sufficiente a superare la barriera coulombiana di repulsione tra gli stessi e i nuclei bersaglio. Questo processo, che viene correntemente utilizzato per ottenere una sorgente di neutroni a ridotta dispersione energetica, non è utilizzabile per la produzione netta di energia, in quanto le reazioni di ionizzazione sul bersaglio risultano enormemente più probabili delle reazioni di fusione.

Un'altra possibilità consiste nel portare il combustibile nucleare in condizioni di temperatura tali per cui l'energia cinetica media E_K dei nuclei sia sufficiente a superare la barriera di repulsione coulombiana E_{rep} : poichè $E_K = \frac{3}{2}K_B T$, dove T indica la temperatura termodinamica del sistema e

$K_B \cong 1.3807 \times 10^{-23} \text{JK}^{-1}$ la costante di Boltzmann, e stimando inoltre $E_{rep} \approx 10 \text{keV}$, si può ricavare una temperatura di $T \approx 10^7 \text{K}$. In queste condizioni atomi e molecole sono completamente disgregati nei nuclei e negli elettroni loro costituenti, e la materia si trova allo stato di plasma. Il combustibile nucleare portato in tali condizioni è detto appunto *plasma termonucleare*, e il processo di fusione così realizzato, che rappresenta di gran lunga la strategia più studiata nell'ottica di uno sfruttamento a fini energetici, è chiamato *fusione termonucleare*.

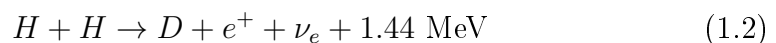
Un approccio completamente differente al problema è perseguito dalle ricerche sulla cosiddetta *fusione fredda*, che -in contrasto con la *fusione calda* o *termonucleare* citata poc'anzi- si prefiggono lo scopo di portare i nuclei leggeri nella condizione di dar luogo ad un numero significativo di reazioni di fusione senza incrementarne apprezzabilmente l'energia cinetica. Un metodo, proposto per la prima volta negli anni '50 da J.D. Jackson e L. W. Alvarez [3], consiste nel sostituire l'elettrone di uno ione D_2^+ (o DT^+) con un muone, un leptone con carica pari alla carica elettronica ma massa circa 207 volte maggiore. Di conseguenza, la distanza tra i nuclei di D in una siffatta struttura sarebbe 207 volte più piccola rispetto allo ione H_2^+ , e ciò consentirebbe una probabilità non trascurabile di fusione per 'effetto tunnel' della barriera di potenziale coulombiana. Il muone, tuttavia, è una particella instabile con $T_{1/2} = 220 \mu\text{s}$, per cui sarebbe necessario rifornire costantemente di particelle il sistema per rimpiazzare la frazione decaduta. Sebbene diversi lavori sperimentali [4] abbiano confermato la possibilità di ottenere reazioni di *fusione catalizzata da muoni*, la bassissima resa energetica del processo e le difficoltà tecniche incontrate per realizzarlo sono tali da precluderne qualsiasi applicazione in ambito energetico. Nel 1989 M. Fleischmann e S. Pons annunciarono di aver riscontrato una produzione anomala di calore all'interno di una cella elettrochimica contenente acqua pesante (D_2O), ed imputarono il fenomeno a reazioni di fusione nucleare avvenute all'interno dell'elettrodo in palladio, in cui si raggiungono concentrazioni di D piuttosto elevate, dell'ordine $10^{23} \text{nuclei/cm}^3$. Il clamoroso annuncio ebbe una vasta eco mediatica e culturale, ma nessuno dei numerosi esperimenti che cercarono di

replicare il lavoro di Fleischmann e Pons risultò in una limpida conferma. In particolare, non è stata ancora sviluppata una spiegazione del tutto soddisfacente di uno degli aspetti più critici del processo, cioè la totale assenza delle 'ceneri nucleari' tipiche di queste reazioni, ovvero un neutrone energetico, un nucleo di T o un fotone γ . Per questo motivo vasti settori dell'opinione scientifica iniziarono a guardare con sospetto le ricerche in questo ambito, arrivando a riconoscere nella fusione fredda un esempio di 'bad science' [5]. Altri, in particolare H. Arata in Giappone e G. Preparata in Italia, proseguirono in questo tipo di sperimentazioni, senza tuttavia arrivare a risultati tali da convincere i colleghi e le istituzioni della bontà di questo approccio allo sfruttamento energetico delle reazioni di fusione nucleare. La possibilità di ottenere energia dai processi di fusione fredda ha recentemente rinnovato l'interesse dell'opinione pubblica quando, nel 2011, l'imprenditore A. Rossi ha presentato un dispositivo che produrrebbe più potenza termica di quanta ne riceva in ingresso [6], sfruttando un fenomeno simile alla fusione fredda Nichel-Idrogeno. Tuttavia i dettagli tecnici e scientifici dell'apparecchio sono mantenuti nel più stretto riserbo dal suo ideatore, e ad oggi (2012) nessun test indipendente è stato in grado di confermare quanto sostenuto dall'ing. Rossi.

Permangono in ogni caso forti dubbi sulla reale possibilità di poter sfruttare la *fusione fredda* per la produzione di energia, e nel seguito di questo lavoro di tesi ci si occuperà esclusivamente di fusione termonucleare.

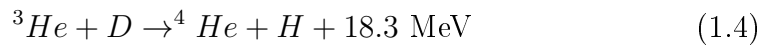
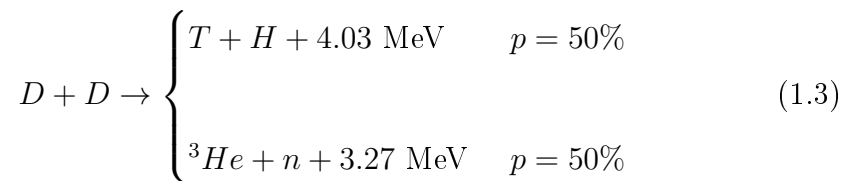
1.2 Reazioni di fusione

In natura sono note circa un centinaio di reazioni di fusioni tra nuclei leggeri, tuttavia solo un numero limitato di esse si prospetta utilizzabile per l'impiego in un reattore. La più semplice ipotizzabile è la fusione di due nuclei di idrogeno:



Questa reazione, che è alla base dei processi di fusione nelle stelle, coinvolge la trasmutazione di un protone in un neutrone nel campo coulombiano di un altro protone, ed è pertanto mediata dalla forza nucleare debole; per questo motivo si verifica con una probabilità talmente bassa da renderla inutilizzabile in sistemi artificiali ¹.

Le reazioni di maggior interesse in ambito energetico sono quelle basate sugli isotopi pesanti dell'idrogeno:



Un' altra reazione interessante è data dalla:



Per comprendere vantaggi e svantaggi di ognuna delle reazioni proposte è necessario considerare diversi aspetti di natura fisica e tecnologica. A questo proposito, si consideri un sistema caratterizzato da due specie 1 e 2, ognuna delle quali caratterizzata da una densità di numero n_1 ed n_2 . Il rateo R di reazioni di fusione per unità di tempo e di volume può essere espressa nella forma

$$R = n_1 n_2 \langle \sigma_{1,2}(v) v \rangle \quad (1.7)$$

¹Per altro, il fatto che questa reazione sia così improbabile costituisce una sorta di 'collo di bottiglia' nella catena di reazioni nucleari esotermiche che alimentano il sole e le altre stelle, e dunque impedisce loro di esplodere o bruciare troppo velocemente; ciò ha consentito la nascita della vita sul nostro pianeta e la sua evoluzione verso organismi complessi.

essendo v la velocità relativa tra le due specie nucleari, $\sigma_{1,2}(v)$ la sezione d'urto differenziale di fusione, e avendo indicato con $\langle \rangle$ l'operazione di media sulle distribuzioni in velocità. Supponendo poi un rapporto 1:1 tra i combustibili, $n_1 = n_2 = \frac{1}{2}n$, e posto $E_{1,2}$ pari all'energia sviluppata dalla fusione di due nuclei di specie 1 e 2, si ha che la potenza volumetrica di fusione S_f è data da

$$S_f = \frac{1}{4}n^2 \langle \sigma_{1,2} v \rangle E_{1,2} \quad (1.8)$$

$E_{1,2}$ equivale alla tonalità termica specificata per ogni reazione. In figura 1.2 è riportato l'andamento della sezione d'urto per le reazioni di fusione che coinvolgono D ; ciò dà un'idea di quanto sia più probabile una reazione rispetto alle altre in funzione dell'energia cinetica dei reagenti.

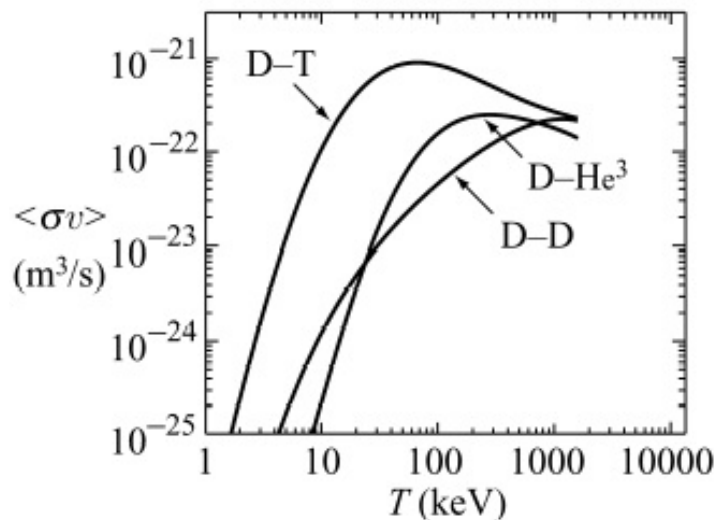


Figura 1.2: Andamento dei tassi di reazione in funzione dell'energia per le reazioni deuterio-deuterio (D-D), deuterio-trizio (D-T), deuterio-elio3 (D- ${}^3\text{He}$) [7]

Il tasso di reazione cresce rapidamente con l'energia delle specie nucleari, fino a che raggiunge un massimo per poi decresce gradualmente. Il massimo del tasso di reazione per la D-T è raggiunto per valori di energia pari a circa 50

keV, inferiori rispetto alla posizione del picco per le altre reazioni considerate. Inoltre, il valore di picco del tasso di reazione per la D-T è superiore - in valore assoluto- di quasi un ordine di grandezza rispetto alle reazioni concorrenti. Di conseguenza la reazione D-T è particolarmente promettente per lo sfruttamento energetico, dal momento che richiede energie minori e presenta un tasso di reazione più elevato.

Per studiare la fattibilità delle differenti reazioni nella prospettiva di un impiego in reattore, è necessario valutare anche altre caratteristiche, quali la natura dei reagenti (in particolare la loro abbondanza) e dei prodotti. Infatti, se si tratta di nuclidi radioattivi, un futuro impianto dovrà fronteggiare la problematica di un possibile rilascio incidentale degli stessi, oltre al problema del trattamento e dello stoccaggio dei rifiuti che attualmente affligge gli impianti a fissione. La presenza di neutroni energetici (fino a 14.1 MeV per la $D - T$) -come accennato in precedenza- costituisce uno stress severo per i materiali irraggiati che, oltre a risultare attivati, subirebbero un danneggiamento tale da richiederne la frequente sostituzione. Comunque, la presenza di un neutrone può anche rivelarsi un vantaggio: essendo intrinsecamente neutro, l'energia cinetica da questi trasportata può essere estratta con facilità da un sistema a confinamento magnetico del plasma termonucleare verso l'apparato di conversione; inoltre il neutrone potrebbe essere impiegato per indurre ulteriori reazioni, ad esempio per generare trizio o per sostenere la reazione a catena in un reattore a fissione sottocritico accoppiato al sistema a fusione. [8]

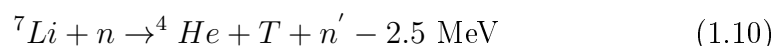
La reazione $D - D$ ha il grande vantaggio di utilizzare un nuclide stabile e abbondante in natura. Tuttavia la presenza di T ed n nei due canali di reazione (sostanzialmente equiprobabili) non consentirebbe di sgravare del tutto l'impianto delle problematiche radioprotezionistiche. Per giunta il tasso di reazione e l'energia liberata sono piuttosto bassi se confrontati con altre reazioni sul deuterio.

La reazione ${}^3\text{He} - D$ ha una tonalità termica molto elevata, e non richiede né genera elementi radioattivi. E' caratterizzata inoltre dall'assenza di neutroni. Per ottenere dei tassi di reazione sostenuti è però necessario operare ad

elevate temperature del combustibile, e ciò pone dei vincoli di natura fisica e tecnologica. La principale limitazione comunque è legata al fatto che l' ${}^3\text{He}$ è uno dei nuclidi più rari in natura; sono state studiate diverse strategie per garantire l'approvvigionamento di tale elemento, ad esempio prelevandolo da corpi extraterrestri (Luna) o attraverso il bombardamento neutronico di acqua triziata, ma le difficoltà tecniche sono notevoli e, almeno per il momento, si propende per lo sfruttamento di altre reazioni.

Un discorso analogo può essere fatto per la reazione ${}^{11}\text{B} - \text{H}$, che non comporta l'utilizzo di elementi instabili nè di neutroni, e i cui reagenti sono abbondanti in natura: la sezione d'urto di fusione è però così bassa da rendere poco convincente l'adozione della stessa quale primo passo nello sviluppo di reattori a fusione; essa può essere considerata un obiettivo di lungo periodo una volta che le tecnologie di confinamento del plasma termonucleare avranno fatto progressi importanti.

La reazione $D - T$ si prospetta quindi come candidata ideale per essere impiegata come primo gradino verso la produzione di energia mediante fusione: il rateo di fusione è il più alto tra le reazioni considerate e la tonalità termica elevata; questo si traduce in vincoli meno stringenti sulle condizioni del plasma termonucleare. I 17.6 MeV rilasciati dalla reazione sono suddivisi tra ${}^4\text{He}$ (3.5 MeV) e n (14.1 MeV). Secondo lo schema prevalentemente considerato la prima frazione rimane nel plasma e contribuisce al riscaldamento dello stesso, mentre il neutrone andrebbe a impattare su un *blanket* di litio e qui verrebbe moderato depositandovi la propria energia cinetica. Inoltre il neutrone può interagire con i nuclei di *Li* anche attraverso le seguenti reazioni:



Questo processo può essere sfruttato, in linea di principio, per rigenerare ogni nucleo di trizio consumato nelle reazioni di fusione. Si noti come la 1.10, per

quando endotermica, sia fondamentale a tale scopo grazie al neutrone extra prodotto che consente di compensare le fughe neutroniche e le perdite di T inevitabilmente presenti; D'altro canto la 1.9, in virtù della tonalità termica positiva, consente una generazione aggiuntiva di potenza a tutto vantaggio del rendimento del ciclo termodinamico complessivo. Inoltre, essendo un elemento leggero, il litio può fungere da moderatore attraverso reazioni di urto elastiche.

1.3 Bilancio energetico in plasma termonucleare

In questa sezione verranno ricavati alcuni importanti criteri per stabilire alcune condizioni operative, in termini di temperatura e densità, alle quali si deve trovare il plasma termonucleare per la produzione di energia da fusione. Descrivendo il plasma termonucleare attraverso un modello magnetoidrodinamico a singolo fluido (MHD), è possibile impostare il seguente bilancio energetico [7]:

$$\frac{3}{2} n \frac{dT}{dt} = -p \nabla \cdot \mathbf{u} - \nabla \cdot \mathbf{Q}_{th} + \eta |\mathbf{J}|^2 + S \quad (1.11)$$

Dove p e \mathbf{u} indicano rispettivamente la pressione idrodinamica e la velocità fluidodinamica del plasma, \mathbf{Q}_{th} rappresenta il flusso termico nel plasma, \mathbf{J} la densità di corrente elettrica, mentre nel termine S vengono contemplati i pozzi e le sorgenti volumetriche di energia.

Si assume $S = S_\alpha + S_{ext} - S_R$, dove S_α indica la potenza volumetrica di fusione associata alle particelle α , che si può supporre venga completamente rilasciata nel plasma. Richiamando la 1.8 e le considerazioni fatte in sez.1.2, si ha che:

$$S_\alpha = \frac{K_\alpha}{4} n^2 \langle \sigma_f v \rangle E_f \quad (1.12)$$

essendo K_α la frazione di energia liberata per fusione e rilasciata sotto forma di energia cinetica dalle particelle α . Per la $D - T$ si ha che $K_\alpha \cong \frac{1}{5}$. Il

termine S_{ext} ingloba i contributi esterni al riscaldamento del plasma: siccome uno dei metodi impiegati consiste nella generazione dall'esterno di correnti elettriche nel plasma, il termine legato all'effetto Joule nella 1.11 è spesso incluso in S_{ext} . S_R rappresenta la potenza volumetrica persa per effetti radiativi: poichè in un plasma termonucleare la frazione di radiazione che fugge dal plasma è prevalentemente originata dell'effetto di *bremstrahlung*, con emissione centrata nella regione spettrale dei raggi X, è possibile scrivere le perdite radiative come:

$$S_R = C_B Z_{eff}^2 n^2 T^{1/2} \quad (1.13)$$

Dove C_B è una costante numerica, e Z_{eff} rappresenta un *numero atomico efficace* legato alla presenza di impurezze nel plasma. In un plasma di $D-T$ ideale si avrebbe $Z_{eff} = 1$; tuttavia, nel caso siano presenti anche ioni a più alto Z , le perdite per irraggiamento possono crescere significativamente: il controllo dell'inquinamento del plasma è un aspetto di fondamentale nello sviluppo di reattori a fusione e pone importanti vincoli nella scelta dei materiali da impiegare.

Se si considera un plasma in condizioni stazionarie, i termini legati alla derivata temporale e alla divergenza della velocità nella 1.11 si annullano in quanto esso non può variare la propria energia interna nè compiere lavoro sull'esterno.

Il termine $\nabla \cdot \mathbf{Q}_{th}$ rappresenta il trasporto di energia per conduzione. Nell'ambito delle ricerche sulla fusione si è soliti riscrivere questo termine introducendo un *tempo di confinamento* τ_E , che rappresenta per definizione il tempo caratteristico di rilassamento dell'energia attraverso processi di conduzione. Pertanto:

$$-\nabla \cdot \mathbf{Q}_{th} \equiv S_q = \frac{3}{2} \frac{n}{\tau_E} T \quad (1.14)$$

Si noti come, in linea di principio, τ_E sia funzione dei parametri di plasma, $\tau_E = \tau_E(n, T)$, oltre a dipendere dalla specifica geometria e dagli altri parametri del sistema considerato. La determinazione accurata di τ_E risulta

un problema aperto di grande complessità. Nel seguito della trattazione verrà considerato come una grandezza costante e determinata, il cui valore caratterizza le condizioni del sistema.

Di conseguenza l'equazione di bilancio può essere riscritta nella forma

$$S_\alpha + S_{ext} = S_R + S_q \quad (1.15)$$

Ovvero

$$\frac{K_\alpha}{4} n^2 \langle \sigma v \rangle E_f + S_{ext} = C_B Z_{eff}^2 n^2 T^{1/2} + \frac{3}{2} \frac{n}{\tau_E} T \quad (1.16)$$

1.3.1 Ignizione e criterio di Lawson

Una condizione necessaria affinché il plasma termonucleare possa essere sfruttato per produrre energia è evidentemente data dal fatto che la potenza prodotta per fusione eguagli quantomeno le perdite dovute ad irraggiamento. Tale condizione è espressa da $S_\alpha = S_R$, e quindi, dalla 1.16

$$\frac{K_\alpha}{4} n^2 \langle \sigma v \rangle E_f = C_B Z_{eff}^2 n^2 T^{1/2} \quad (1.17)$$

Risolvendo in funzione della temperatura

$$T = \frac{K_\alpha E_f \langle \sigma v \rangle^2}{4 C_B} \quad (1.18)$$

Dunque, per ogni reazione di fusione, è possibile trovare una temperatura T_{id} tale per cui la potenza liberata da tale reazione e che rimane nel plasma è pari alla potenza persa dal plasma per irraggiamento. T_{id} è detta temperatura di ignizione ideale, e non dipende dalla densità; essa costituisce un limite inferiore alla temperatura del plasma se desidera ottenere una produzione netta di energia. Per la reazione $D - T$ si ha che $T_{id} = 4.4\text{keV}$, mentre per la $D - D$ $T_{id} = 32\text{keV}$; questo fatto conferma che, come osservato nella sez 1.2, la reazione $D - T$ pone delle condizioni meno severe ai parametri di plasma, semplificando il design del reattore.

Se più realisticamente si considerano anche le perdite per conduzione, e si richiede che la potenza di fusione debba controbilanciare anche queste ultime, si perviene alla disequaglianza

$$S_\alpha \geq S_R + S_q \quad (1.19)$$

Andando a sviluppare si osserva che questa volta il termine legato alla densità di popolazione n non si semplifica, e si ottiene

$$p\tau_E \geq \frac{\frac{3}{2}T^2}{\frac{K_\alpha}{16}E_f\langle\sigma v\rangle - \frac{C_B}{4}T^{\frac{1}{2}}} \equiv p\tau|_{ign} \quad (1.20)$$

La relazione 1.20 è nota in letteratura come *criterio di Lawson*, e pone un vincolo sul valore del prodotto $p\tau_E$: quando $p\tau_E \geq p\tau|_{ign}$ l'energia prodotta dal plasma è sufficiente a mantenere le condizioni operative all'interno dello stesso, e la reazione potrebbe autosostenersi senza ulteriore apporto di energia esterna. In questo caso si parla di *plasma o modo ignito*.

Per la reazione $D - T$ si osserva che $p\tau|_{ign}$ ha un minimo per $T \approx 15\text{keV}$, in corrispondenza di tale valore il criterio di Lawson può essere esplicitato come

$$p\tau_E \geq 8.3 \text{ atm s} \quad (1.21)$$

oppure

$$n\tau_E \geq 2 \times 10^{14} \text{ s/cm}^3 \quad (1.22)$$

E' interessante notare come il criterio di Lawson, essendo un vincolo sul valore minimo del prodotto di due quantità, lascia un grado di libertà relativamente al modo in cui tale prodotto può essere massimizzato, ad esempio realizzando un plasma molto denso entro un breve intervallo temporale; o viceversa attraverso un plasma relativamente poco denso ma mantenuto stabile per un periodo di tempo sufficiente. Come verrà chiarito in seguito [sez. 1.4] questo fatto è alla base dei due possibili approcci alla fusione termonucleare controllata: a *confinamento magnetico* e a *confinamento inerziale*

1.3.2 Fattore di guadagno Q e Q_E

Un parametro di merito ampiamente utilizzato per valutare l'efficienza energetica di un reattore a fusione è rappresentato dal *fattore di guadagno* Q , definito come [9]

$$Q \equiv \frac{\text{potenza termica netta prodotta}}{\text{potenza termica immessa nel plasma}} = \frac{P_{out} - P_{in}}{P_{in}} \quad (1.23)$$

Se non avvenisse alcuna reazione nucleare la potenza esterna immessa nel plasma sarebbe riemessa per conduzione e irraggiamento, dunque $P_{in} = P_{out}$ da cui $Q = 0$. Nel caso di un plasma in condizioni di ignizione non sarebbe necessario fornire energia esterna, dunque $P_{in} = 0$ e $Q \rightarrow \infty$.

Se l'obiettivo concettualmente più interessante delle ricerche sulla fusione nucleare può essere considerato il raggiungimento delle condizioni di ignizione ($P_{in} = 0$) condizione operativa per un futuro reattore, nel corso degli anni ci si è resi conto del fatto che sarà probabilmente indispensabile mantenere un apporto costante di potenza esterna verso il plasma al fine di garantirne il controllo e la stabilità. Inoltre, rinunciando alla possibilità di operare in *modo ignito*, è rimossa la necessità di scaldare il plasma attraverso l'energia di fusione delle sole particelle α . Di conseguenza, risulta attenuata la gravosità delle richieste al sistema in termini di prestazioni di confinamento, sintetizzate nel prodotto $p\tau_E$. Un reattore che operi con $Q > 1$, cioè che produca più potenza termica di quella spesa dall'esterno per scaldare il plasma senza tuttavia aver raggiunto le condizioni di ignizione, si dice operante in *modo forzato* o *driven mode*; questa condizione è il primo passo nello sviluppo di sistemi di grande taglia per la produzione di energia da fusione.

Accanto al fattore Q , che fondamentalemente si riferisce ai processi fisici del sistema, è utile introdurre un ulteriore parametro noto come fattore di guadagno ingegneristico Q_E :

$$Q \equiv \frac{\text{potenza elettrica netta in uscita}}{\text{potenza elettrica netta in ingresso}} = \frac{P_{out}^{El} - P_{in}^{El}}{P_{in}^{El}} \quad (1.24)$$

La differenza fondamentale rispetto al primo parametro introdotto è che Q_E tiene in conto delle efficienze di conversione dell'energia che intervengono nei vari processi, distinguendo in tal modo tra la frazione di potenza in uscita convertibile con un'alta resa (per esempio quella trasportata dai neutroni) e quella che ai fini della produzione energetica sarà presumibilmente persa. Inoltre Q_E è compreso anche dell'efficienza dei processi di riscaldamento del plasma, che in generale richiedono un consumo di potenza elettrica più alto del quantitativo di potenza termica che giunge a incrementare effettivamente l'energia termica del plasma.

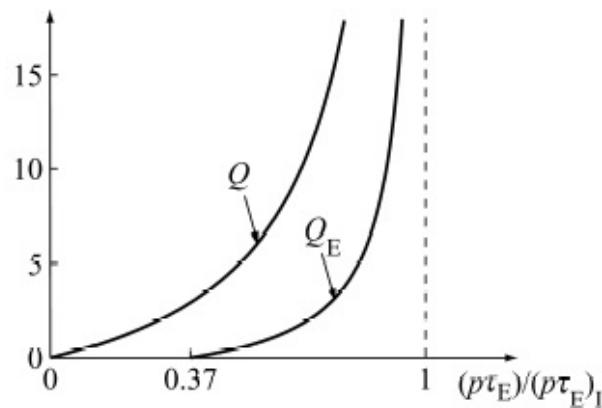


Figura 1.3: Andamento di Q e Q_E in funzione del rapporto $(p\tau_E)/p\tau|_{ign}$

In figura 1.3 è mostrato l'andamento dei parametri Q e Q_E in funzione del rapporto $(p\tau_E)/p\tau|_{ign}$, che esprime quanto il sistema sia vicino all'ignizione. Ad oggi, il valore più alto mai ottenuto per il fattore Q nell'ambito delle ricerche sulla fusione a confinamento magnetico è stato raggiunto al JET (*Joint European Torus*) sfruttando la reazione $D - T$, ed è pari a circa 0.74. Il reattore di prossima costruzione ITER (*International Thermonuclear Experimental Reactor*), di cui si parlerà diffusamente nelle prossime sezioni, è progettato per raggiungere $Q \approx 10$, a cui corrisponde $Q_E \approx 1.8$ [10]; si

stima che per risultare economicamente competitivo un reattore a fusione dovrà sviluppare almeno $Q_E \geq 10$ a cui corrisponde $Q \approx 50$.

1.4 Confinamento del plasma termonucleare

Una delle problematiche principali nella ricerca sulla fusione nucleare controllata è rappresentata dal mantenimento del plasma termonucleare nelle condizioni necessarie alla produzione netta di energia. Nei paragrafi precedenti è stato mostrato come le temperature tipiche a cui si deve trovare la frazione di plasma in cui avvengono le reazioni di fusione (detto *core* o *burning plasma*) siano dell'ordine dei 10^8K : ciò pone immediatamente un serie di notevoli problemi. Considerando che le temperature all'esterno di un reattore dovranno per forza essere dell'ordine dei 300K , si comprende subito come esista un fortissimo gradiente termico che tenderebbe a far espandere il plasma; ma un espansione porterebbe al rapido raffreddamento dello stesso e spegnerebbe le reazioni nucleari. Si rende dunque necessaria una qualche forma di confinamento per il plasma termonucleare.

Date le condizioni estreme a cui si trova, il confinamento del plasma non può certo essere affidato a semplici pareti materiali: infatti queste sarebbero sottoposte a carichi termici tali da pregiudicarne l'integrità, e il plasma sarebbe raffreddato e inquinato dall'interazione con le stesse.

Come accenato nel paragrafo 1.3.1, il fatto che il rispetto del criterio di Lawson (1.22) lasci un grado di libertà nel valore dei parametri ha consentito di affrontare il problema sviluppando due strategie radicalmente differenti, a cui ci si riferisce col nome di *confinamento inerziale* e *confinamento magnetico*.

Nel confinamento inerziale si ricercano configurazioni ad elevata densità ($n \geq 10^{24}$ nuclei/cm³), in modo tale che il criterio di Lawson possa essere soddisfatto con valori del tempo di confinamento dell'energia τ_E caratteristici dell'espansione delle particelle stesse, pari a circa 10^{-9}s ; in tal modo è possibile ottenere l'ignizione di un volume limitato di plasma prima della disgregazione naturale dello stesso. Nell'ambito degli approcci

più studiati alla fusione inerziale, si pensa di concentrare il combustibile nucleare (ad esempio una miscela $D - T$) in opportuni pellets sferici, sui quali vengono diretti fasci laser ad altissima potenza o fasci di particelle energetiche; l'ablazione istantanea del rivestimento esterno del pellet causa una compressione del pellet stesso fino al raggiungimento delle condizioni d'innescò della reazione di fusione. A quel punto il calore prodotto porta all'espansione e quindi alla vaporizzazione del combustibile. Se il processo è abbastanza efficiente, l'energia complessivamente liberata sarà sufficientemente maggiore di quella utilizzata per innescarlo. In pratica, l'intero processo è una replica (in scala) del funzionamento di un ordigno termonucleare, in cui il ruolo iniziatore svolto dall'esplosione di una bomba a fissione è qui ricoperto dal fascio laser. In effetti, la linea di ricerca sulla fusione a confinamento inerziale ha sempre avuto forti connessioni con gli interessi militari, oggi rappresentati in particolare dalle tecnologie dei laser ad altissima potenza; per questo motivo tutte le ricerche in questo ambito sono svolte da istituzioni militari e coperte da segreto, e non esistono collaborazioni internazionali in questo settore. La strada del confinamento inerziale offre sicuramente delle prospettive molto interessanti, in quanto evita a monte gran parte dei limiti tecnologici che hanno finora condizionato lo sviluppo di macchine a confinamento magnetico. Anch'essa tuttavia non è esente da notevoli complessità di carattere fisico e tecnologico: a titolo di esempio possono essere citate le prestazioni straordinariamente elevate richieste ai sistemi laser e le difficoltà fisiche e tecnologiche legate alla realizzazione del pellet di combustibile ($D+T$ in fase solida).

Le tecniche di confinamento magnetico sfruttano invece il fatto che il plasma, essendo composto da particelle cariche, è in grado di interagire con il campo elettromagnetico, e che opportune configurazioni di campo magnetico possono dar luogo a sistemi confinati. L'obiettivo è quello di raggiungere tempi di confinamento dell'energia dell'ordine del secondo; in accordo con il criterio di Lawson ciò comporta densità nucleari di circa 10^{14} nuclei/cm³. Come mostrato in figura 1.4, sono stati progettati sistemi a confinamento magnetico in una varietà molto ampia, poichè ogni modello

dotato di differenti vantaggi e peculiarità. Tuttavia, la configurazione che nel corso degli anni si è rivelata più promettente è quella detta *tokamak*, verrà descritta con più dettaglio nella prossima sezione. Il tokamak è una macchina dotata di simmetria assiale e toroidale, il nome è un acronimo che deriva dal russo e significa *camera toroidale con bobine magnetiche*; le prime macchine di questo tipo vennero infatti sviluppate in Unione Sovietica sul finire degli anni '50 e da allora conobbero un successo crescente anche nel mondo occidentale, tanto da imporsi di fatto come standard per lo sviluppo di reattori a confinamento magnetico.

Il più grande esperimento attualmente considerato sulla fusione a confinamento magnetico, ITER, frutto di un vasto impegno internazionale, prevede la costruzione di un tokamak presso la località di Cadarache, nel sud della Francia; Se avrà successo, ITER dimostrerà finalmente la fattibilità scientifica di un processo di fusione nucleare controllata.

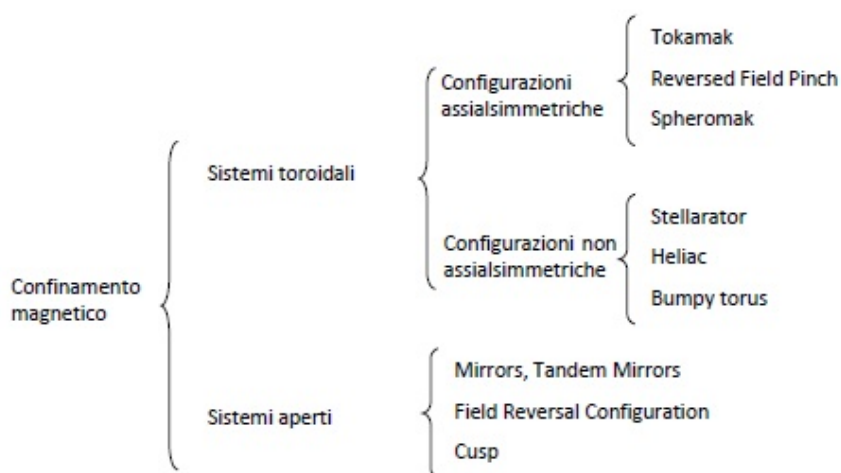


Figura 1.4: Possibili strategie di confinamento magnetico di un plasma termonucleare. Adattato da [11]

1.5 Il tokamak

La descrizione rigorosa e dettagliata dell'accoppiamento tra campo magnetico e plasma che si sviluppa in una macchina tokamak, e che determina il confinamento di quest'ultimo, va ben oltre gli scopi di questa tesi, e per diversi aspetti rappresenta un campo di ricerca tutt'ora aperto. Tuttavia, si possono comprendere molti dei principi fisici che guidano il sistema ragionando sul moto di una singola particella carica soggetta ad un campo esterno.

In questo senso, la semplice presenza di un campo magnetico spazialmente uniforme vincola la particella ed essa soggetta a seguire una traiettoria elicoidale attorno alle linee di forza del campo, determinando in tal modo una forma basilare di confinamento in direzione radiale. Per garantire il confinamento assiale si possono seguire due differenti strategie. La prima consiste nell'aumentare l'intensità del campo alle estremità, in modo da realizzare l'effetto di *specchio magnetico* che determina l'inversione del moto in direzione assiale per le particelle con un'energia cinetica sufficientemente ridotta. Si noti che così facendo si introduce anche un'inevitabile curvatura delle linee di campo, poichè $\nabla \cdot \mathbf{B} = 0$. Questa strada ha portato allo sviluppo delle cosiddette *mirror machine*, che svolsero un ruolo pionieristico nelle ricerche sulla fusione a confinamento magnetico; tuttavia i limiti legati al confinamento parziale delle particelle e all'insorgere di instabilità magnetoidrodinamiche portarono ad abbandonare questo tipo di sistemi.

Una differente soluzione consiste invece nella possibilità di 'richiudere su loro stesse' le linee di forza del campo uniforme. Questa configurazione corrisponde a quella che si riscontrerebbe al centro di un solenoide sagomato a forma di toro, in cui il *campo toroidale* è generato dalla corrente che scorre lungo le spire del toro in direzione *poloidale*.

In questo caso, oltre al moto di ciclotrone intorno alle linee di forza toroidali, le particelle risentirebbero di una forza di deriva agente in direzione radiale e diretta verso l'esterno, legata alla curvatura delle linee di campo. Inoltre, in virtù della legge di Ampere, l'intensità del campo toroidale non può

essere costante nella sezione del toro, ma mostra una dipendenza del tipo $B_T \propto 1/R$; ciò risulta nuovamente in una forza diretta radialmente verso l'esterno. Questi effetti, se non compensati, porterebbero alla perdita del confinamento del plasma.

Per questo motivo si introduce una componente poloidale al campo magnetico: in questo modo le linee di forza del campo si avvolgono a elica intorno al toro e danno origine a delle superfici magnetiche chiuse che rendono possibile il confinamento del plasma.

In un tokamak la componente poloidale del campo è generata facendo scorrere nel plasma una corrente lungo la direzione toroidale.

1.5.1 Design di una macchina tokamak

Tra le componenti principali di un tokamak vi sono sicuramente i complessi sistemi necessari a generare i campi magnetici necessari al confinamento, rappresentati schematicamente in figura 1.5. La componente preponderante del campo è quella in direzione toroidale, e -a seconda delle soluzioni scelte- può variare da intensità di pochi tesla fino a 12-13 tesla. Di conseguenza le correnti poloidali richieste sono dell'ordine dei 10^6 ampere: per evitare un'enorme dissipazione di calore per effetto Joule si ricorre a bobine superconduttive, raffreddate da circuiti ad elio liquido.

Esiste poi un sistema di trasformatori necessari a generare la corrente nel plasma che produce il campo poloidale. Il funzionamento si basa sulla legge di Faraday: il toro contenente il plasma (un ottimo conduttore) funge da spira che concatena il flusso prodotto da un avvolgimento primario sul trasformatore; la variazione di tale flusso induce una forza elettromotrice e dunque una corrente all'interno della spira, cioè del plasma. Poiché la corrente nel plasma è proporzionale alla *variazione* di flusso del campo nel trasformatore, si evince come il funzionamento di una macchina tokamak non possa che essere pulsato; si ritiene comunque che futuri reattori basati su questo approccio potranno avere dei tempi di operazione dell'ordine delle

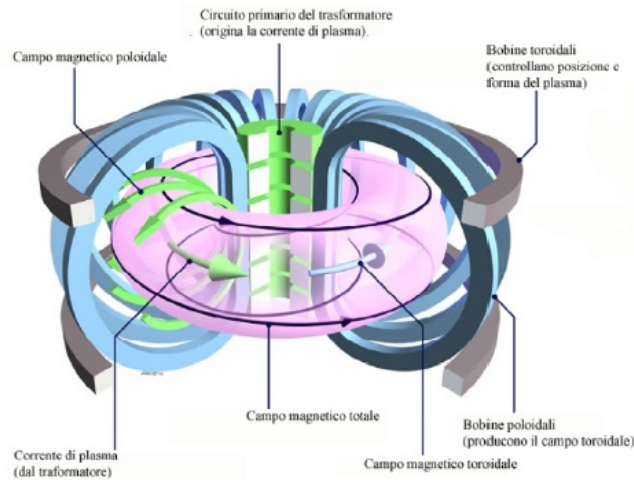


Figura 1.5: Schema dei principali campi magnetici presenti in un tokamak. (adattato da [12])

decine o centinaia di secondi, sufficienti a garantire una produzione continua di energia. Inoltre, per contrastare la tendenza del plasma all'espansione in senso radiale dovuta alle disomogeneità del campo, si introduce una componente di campo diretta verticalmente rispetto al piano del toro; essa è generata da un ulteriore sistema di bobine che aumenta la complessità tecnologica dell'intero sistema.

Il plasma così confinato è racchiuso all'interno di una camera da vuoto; gli elementi che si affacciano direttamente su plasma sono detti *Plasma Facing Components* o PFC, e nel loro insieme vanno a costituire la cosiddetta *prima parete*. La prima parete costituisce un elemento cruciale dell'intero reattore: essa deve resistere ad un intenso flusso di radiazione neutronica ed elettromagnetica e di particelle cariche che inducono sputtering; inoltre il massimo carico termico supportabile introduce un vicolo superiore alla densità di potenza di fusione e dunque alla densità di plasma. A ciò si aggiunge il fatto che, come già evidenziato, la scelta dei materiali di prima parete deve minimizzare l'inquinamento del plasma e le perdite per irraggiamento che ne conseguono.

Esistono dei particolari elementi, noti come limiters e divertori, che hanno il

compito di concentrare le interazioni tra le particelle del plasma e la prima parete in superfici limitate e progettate con questo specifico scopo. La prima soluzione consiste nell'inserire all'interno della camera uno o più anelli, i limiters appunto, che protendendosi verso il plasma intercettano l'ultima superficie magnetica chiusa, detta *last closed flux surface* o LCFS. Quando uno ione del plasma -nel corso nel suo moto di deriva- raggiunge la LCFS, si trova ad impattare quasi istantaneamente con il limiter; neutralizzando la propria carica viene a tutti gli effetti sottratto al plasma. Agendo in questo modo sul plasma periferico il limiter realizza un'azione di pulizia e controllo di tutto il plasma, secondo una dinamica complessa ancora oggetto di ricerca. Un compito analogo, secondo un approccio più moderno ed efficiente sebbene più complesso, è assolto dal divertore. In questo tipo di soluzione il flusso di particelle è concentrato su di un' area di ridotte dimensioni, detta piastra del divertore, da un' opportuna configurazione locale di campi magnetici. L'indubbio vantaggio consiste nel fatto che la piastra del divertore può essere localizzata in zone fisicamente più distanti dal plasma principale, e ciò consente di ridurre l'effetto di inquinamento a seguito di sputtering e reazioni di scambio di carica tra il PFC e il fascio di particelle incidenti. Sfruttando questa peculiarità è stato possibile sviluppare macchine in cui la sola piastra del divertore è costituita da materiali ad alto Z (ad esempio W) che ne incrementano le prestazioni.

Numerosi e diversificati sono anche gli apparati che si occupano di fornire energia al plasma; tra essi si possono distinguere tre grandi tipologie: una prima metodologia è basata sull'effetto Joule associato alla stessa corrente di plasma che produce il campo poloidale. Questa tecnica, che viene ampiamente utilizzata per il riscaldamento iniziale, è limitata dal fatto che la resistività di un plasma decresce all'aumentare della sua temperatura, e per questo motivo il processo si fa sempre meno efficiente man mano che l'energia del plasma aumenta. Un'altra modalità sfrutta il fatto che il plasma risulta essere un mezzo fortemente dispersivo, che ha la possibilità di accoppiarsi in maniera risonante con il campo elettromagnetico a diverse frequenze caratteristiche. Tra le soluzioni comunemente impiegate figurano

l' ECRH (*electron cyclotron radiofrequency heating*), ICRH (*ion cyclotron radiofrequency heating*), LHRH (*lower hybrid radiofrequency heating*). La terza possibilità è detta *neutral beam injection* o NBI, e consiste nell'iniezione nel plasma di atomi neutri ad alta energia, della stessa natura dei costituenti del plasma. I neutri veloci sono generati a partire da un fascio di ioni accelerati e poi neutralizzati; una volta introdotti nel plasma essi effettuano reazioni di scambio di carica con gli ioni più lenti, che vengono così persi. L'effetto netto risulta nell'incremento dell'energia cinetica media del plasma. Infine rivestono un ruolo cruciale nel controllo dell'intero sistema tutti quei componenti volti a determinare le proprietà fisiche e i parametri del plasma, che vanno sotto la denominazione di *diagnostiche di plasma*. Esse devono fornire dati estremamente precisi e affidabili nonostante le condizioni di lavoro estreme cui sono sottoposte: per questo motivo le ricerche sulle diagnostiche di plasma costituiscono un aspetto di primaria importanza verso lo sviluppo di un reattore a fusione nucleare controllata. Tra i componenti più sollecitati di un sistema diagnostico vi sono gli specchi detti *first mirrors*: essi, a seguito delle interazioni con il plasma, possono sviluppare dei depositi superficiali di contaminante che ne pregiudicano le funzionalità. Buona parte di questo lavoro di tesi tratta della problematica della rideposizione di contaminante sugli specchi diagnostici e analizza la possibilità di impiegare la tecnica nota come *laser cleaning* per fronteggiare questo problema. Il prossimo capitolo (cap. 2) sarà dedicato alle diagnostiche di plasma e alle problematiche loro concernenti.

Capitolo 2

Le diagnostiche per il plasma

2.1 Introduzione

Con l'espressione '*diagnostiche di plasma*' vengono considerati tutti quei sistemi necessari ad estrarre informazioni sullo stato del plasma in una macchina a confinamento magnetico. Risulta evidente che esse costituiscono il primo fondamentale componente di qualsiasi sistema per il controllo del plasma, e che dunque la progettazione e lo sviluppo di diagnostiche sempre più affidabili e accurate sia una questione di cruciale importanza nel percorso verso la realizzazione di un reattore a fusione. In questo senso è significativa la decisione di creare in seno all' ITPA (*International Tokamak Physics Activity*) una sezione esclusivamente dedicata alle diagnostiche di plasma. E' possibile raggruppare le diagnostiche in almeno cinque grandi categorie, individuate in base alla loro finalità:

- determinazione dei parametri fisici del plasma, quali temperatura, energia, densità, tempo di confinamento;
- controllo delle instabilità MHD;
- controllo del riscaldamento del plasma;
- controllo delle impurezze nel plasma;

- studio delle proprietà e dei coefficienti di trasporto.

Naturalmente un compito così vasto non è svolto da una sola classe di componenti: si suppone che in ITER verranno adottati circa 40 sistemi differenti tra diagnostiche magnetiche, ottiche, spettroscopiche e a microonde[13]. Rivestono una particolare importanza le cosiddette diagnostiche 'ottiche', le quali agiscono inviando verso il plasma della radiazione elettromagnetica (solitamente un fascio laser) che, dopo aver interagito col plasma, viene raccolta e analizzata. A questa categoria appartengono ad esempio i sistemi a scattering Thomson [14], ampiamente utilizzati nelle macchine attuali per misurare la densità del plasma, oltre ad interferometri e polarimetri. Oltre alle diagnostiche ottiche propriamente dette, esistono dei sistemi diagnostici passivi che analizzano la radiazione elettromagnetica emessa dal plasma; essi sono basati su tecniche spettroscopiche, quali l'analisi dell'emissione di radiazione di ciclotrone elettronica (ECE) o l'analisi delle righe spettrali degli isotopi dell'idrogeno [17] e delle impurezze[18]. Come sarà chiarito a breve, la prospettiva dell'impiego di questi sistemi in un futuro reattore determina l'insorgere di diversi problemi connessi all'intenso campo di radiazione che sarà generato all'interno del plasma termonucleare; questo fatto, non rilevante nelle macchine di ricerca finora costruite, ha imposto di ripensare il design delle diagnostiche ottiche.

Secondo le stime riferite al reattore ITER funzionante a piena potenza[15], è previsto che a livello della prima parete vi sarà un flusso neutronico veloce dell'ordine dei 3×10^{13} neutroni/cm²s: insieme alla radiazione γ esso genererà un campo di radiazione di intensità dell'ordine dei 100 Gy/s; inoltre gli elementi che si trovano sulla prima parete saranno investiti da flussi termici fino a 500 kW/m². In tali condizioni è impossibile pensare di affacciare direttamente sul plasma gli strumenti atti alla raccolta della radiazione: nel volgere di breve tempo le finestre ottiche subirebbero un danneggiamento tale da degradarne sensibilmente la trasmittanza, inoltre i fenomeni di luminescenza indotti dalla radiazione γ sono fonte di un segnale spurio non

desiderato. Pertanto, è necessario garantire agli strumenti di misura delle diagnostiche la capacità di 'vedere' bene il plasma, e contemporaneamente schermare e ridurre il flusso di radiazione incidente su di essi. Per questo motivo è stato proposto di estrarre il segnale mediante un sistema di specchi attraverso labirinti nelle schermature; un esempio di questo sistema è mostrato in fig. 2.1, dove rappresentata una sezione poloidale di ITER su cui vengono proiettate le posizioni di diversi elementi per i sistemi diagnostici.

Gli specchi che si affacciano direttamente sul plasma, detti *plasma facing mirrors* (PFMs) o *first mirrors* (FMs), sono soggetti ad una frazione considerevole del flusso di radiazione complessivo; devono inoltre smaltire importanti carichi termici e si trovano soprattutto in costante interazione con il plasma. Si noti che la necessità di creare percorsi ottici basati su specchi per riparare i rivelatori è presente anche per le diagnostiche basate su tecniche spettroscopiche. Queste considerazioni e le condizioni estreme a cui i PFMs si trovano ad operare fanno sì che la progettazione, lo sviluppo e l'ingegnerizzazione degli stessi siano ritenute questioni di primaria importanza nella ricerca sulla fusione.

In questo capitolo, nella sezione 2.2, verranno trattati con maggior grado di dettaglio diversi aspetti legati agli specchi diagnostici: in sez. 2.2.1 saranno descritte le principali problematiche che affliggono tali componenti, mentre nella sez. 2.2.2 si discuteranno i metodi e le tecniche proposte per la realizzazione degli stessi. La sezione 2.3 sarà dedicata alle strategie proposte per contrastare il problema della rideposizione di contaminante, particolarmente grave per le prestazioni di questi componenti. Infine, nella sezione 2.4, saranno presentati gli obiettivi specifici del presente lavoro di tesi.

2.2 Specchi per diagnostica

Lo scopo di uno specchio per diagnostica in un sistema a fusione è quello di convogliare la maggior parte della luce incidente verso l'elemento successivo del percorso ottico, minimizzando gli assorbimenti alla superficie e lo scattering diffuso. Il principale parametro di merito di uno specchio per

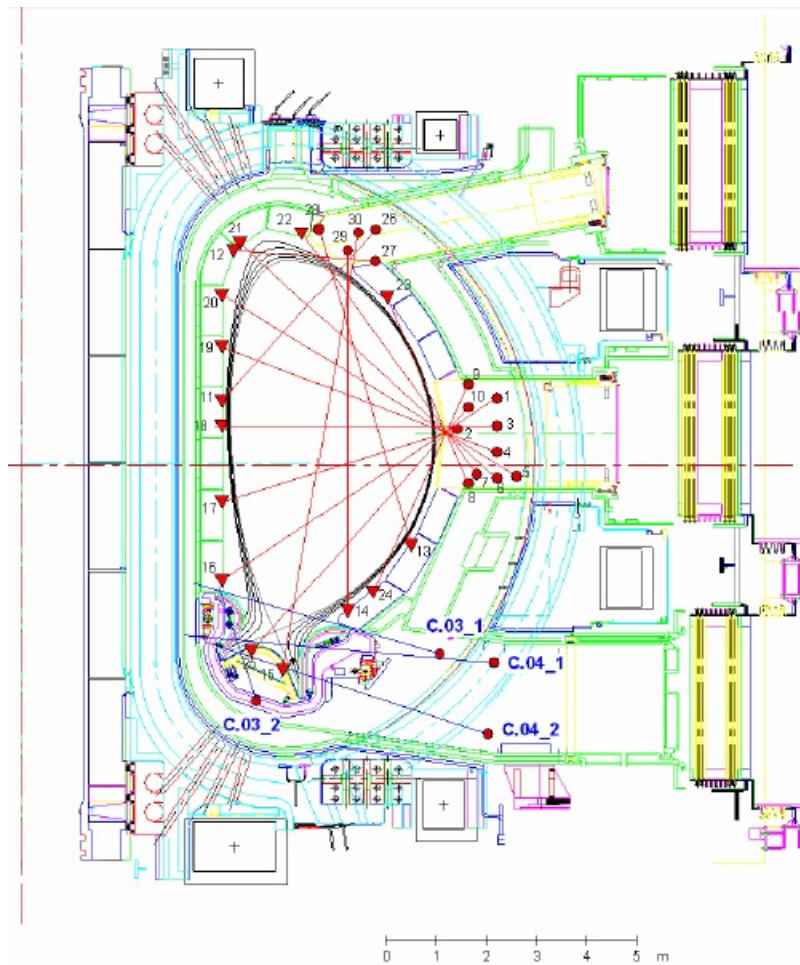


Figura 2.1: Posizione di alcuni FMs prevista per ITER [16]

diagnostica è dunque rappresentato dalla riflettività speculare R_s -definita come il rapporto tra le intensità della radiazione incidente e di quella riflessa all'angolo speculare- e dalla capacità di mantenere tale riflettività a livelli accettabili durante l'intero periodo di funzionamento operativo del reattore, nonostante le severe condizioni cui il componente è sottoposto.

Le strategie e le scelte tecnologiche volte a ottimizzare le prestazioni di uno specchio dipendono da molteplici fattori: va considerata la banda di lunghezze d'onda alle quali esso deve lavorare, le caratteristiche dell'impulso da trasmettere, le dimensioni e la forma dello specchio stesso

e il suo posizionamento all'interno della camera, che influisce in maniera determinante sul flusso di radiazione incidente e sulla natura delle interazioni con il plasma.

Infatti, oltre ai problemi di natura nucleare, principalmente il danneggiamento e l'attivazione indotte da neutroni, il PFM deve fronteggiare una serie di fenomeni legati alle interazioni con il plasma; nel corso delle ricerche in questo ambito si è compreso come siano proprio questi processi, che rientrano nella categoria più generale delle *Plasma Wall interactions* (*PWI*), a porre le problematiche più gravi e limitanti allo sviluppo di specchi efficaci[19].

2.2.1 Problematiche relative all'interazione tra plasma e specchi diagnostici

L'indagine delle *PWI* costituisce un vasto ambito di ricerca di grande importanza in diversi settori della ricerca sulla fusione nucleare. In questa sezione ci si limiterà ad una presentazione sintetica dei fenomeni più rilevanti per il corretto funzionamento dei FMs, descrivendone gli effetti sulla funzionalità del componente. I principali problemi cui esso deve fare fronte sono:

- erosione a causa dell'interazione con ioni ed atomi neutri
- rideposizione di impurezze presenti nel plasma

Problematiche: erosione Il processo di erosione da sputtering consiste nell'emissione di atomi da parte di una superficie quando questa viene colpita da ioni o atomi. Se le particelle che impattano sulla superficie possiedono sufficiente energia cinetica, esse possono scalzare un atomo del bersaglio dalla sua posizione reticolare e trasferirgli parte della loro energia cinetica; l'atomo scalzato, detto *primary knocked-out atom* o PKA, degrada la propria energia nel solido innescando una cascata collisionale che ha l'effetto di rimuovere parecchi atomi dalle posizioni nominali. Parte di questi rimangono nel solido sotto forma di difetti di punto, altri vengono persi

dalla superficie ('sputterati' dal termine inglese 'sputtered') e ne determinano dunque l'erosione. Si tratta evidentemente di un processo a soglia, il cui rate R (numero di atomi sputterati nell'unità di tempo) è proporzionale all'energia depositata dalla particella incidente e al flusso di particelle [20]. Il rate di sputtering è legato inoltre all'angolo di incidenza, alla morfologia della superficie, all'energia media di legame per sito reticolare e alla struttura cristallografica del bersaglio.

E' interessante notare come lo sputtering di un componente come un PFM sia dovuto prevalentemente all'impatto con neutri di elevata energia. Infatti, le interazioni degli ioni carichi con la parete possono essere localizzate su appositi elementi (quali i limiters e le piastre del divertore) attraverso un'opportuna configurazione di campi magnetici. I neutri energetici sono generati a partire da neutri di bassa energia che sono presenti nel sistema in seguito a fenomeni di ricombinazione, di scambio di carica, di desorbimento dalla parete oppure perchè iniettati dall'esterno. I neutri di bassa energia, non risentendo del confinamento, possono penetrare all'interno del plasma: qui, interagendo con gli ioni caldi, possono acquistare un'energia cinetica comparabile con quella delle specie costituenti il plasma. Se non vengono ionizzati, i neutri energetici non risentono del confinamento e possono impattare sulla prima parete in una posizione qualsiasi. Alternativamente, un neutro di bassa energia può penetrare nel plasma ed effettuare una reazione di scambio di carica con uno ione caldo. L'effetto risultante è comunque dato dalla generazione di un neutro di bassa energia che, sfuggendo al confinamento magnetico, può causare sputtering.

L'erosione di una superficie ne aumenta la rugosità: nel caso degli specchi questo comporta un calo della riflettività speculare R_s . Una valutazione quantitativa del fenomeno può essere ricavata dalla formula di Bennet [21]:

$$R_s = R_0 \exp\left(-\frac{(4\pi\rho)^2}{\lambda^2}\right) \quad (2.1)$$

dove R_0 è la riflettività speculare della superficie se fosse idealmente liscia, λ la lunghezza d'onda della radiazione riflessa e ρ la rugosità della superficie

intesa come scarto quadratico medio del profilo di altezza rispetto alla media. Dalla eq. 2.1 si evince che una rugosità confrontabile con le lunghezze d'onda d'interesse produrrebbe un effetto drammatico su R_s ; affinché la riflettività non scenda sotto il 95% del suo valore ideale è necessario che $\rho \leq \lambda/50$: tale limite è più stringente nelle regioni spettrali verso l'UV rispetto al visibile e all'IR.

Sono state condotte diverse campagne sperimentali volte a valutare l'effetto dell'erosione sulla riflettività di vari specchi esposti al plasma [22],[23]. Quello che si è potuto apprendere è che la degradazione della riflettività sembra essere una funzione lineare dello spessore eroso, con una forte dipendenza dalla struttura cristallografica oltre che dalla natura del materiale considerato. Specchi policristallini mostrano un deciso calo della riflettività sotto bombardamento ionico, in quanto la superficie originariamente planare diventa una struttura discontinua, rivelando l'orientazione dei grani; per questo motivo la situazione è ancor più gravosa per policristalli con grani di grandi dimensioni ed orientazioni cristalline scorrelate.

Materiali monocristallini subiscono un processo di erosione molto più omogeneo sulla superficie, e ciò comporta un incremento ridotto della rugosità. Considerazioni analoghe possono essere fatte per materiali *quasi-amorfi*, cioè con una dimensione media dei grani significativamente più piccola ($\approx 10\text{nm}$) delle lunghezze d'onda alle quali lo specchio deve operare.

Problematiche: rideposizione I processi di sputtering introducono nel plasma elementi differenti che si aggiungono al combustibile nucleare (D e/o T). Essi, oltre a determinare gli effetti negativi sul bilancio di potenza descritti in sez. 1.3, possono migrare per effetto di complessi processi di trasporto nel plasma confinato magneticamente, e ridepositarsi in altre regioni della prima parete. I processi fisici che governano la rideposizione sono in generale complessi e dipendono da numerosi parametri, quali la temperatura del plasma, la natura e la quantità delle specie presenti, la configurazione dei campi, la posizione e la geometria dei materiali su quali avviene la rideposizione. Solitamente il trasporto e l'accumulo del materiale

sputterato nelle varie zone del tokamak viene simulato mediante codici numerici dedicati [?]. In generale si può osservare che, seppur buona parte dei prodotti si rideposita in zone limitrofe rispetto a quelle di origine, una frazione non trascurabile è in grado di raggiungere locazioni anche remote della macchina.

Pertanto, fissata una generica porzione della superficie di prima parete, non è semplice stabilire se la composizione globale di fenomeni di sputtering e trasporto darà luogo localmente al predominare dell'uno rispetto all'altro. Inoltre è stato suggerito che l'effetto netto di rideposizione di materiale eroso possa essere imputabile a più cicli di erosione-deposizione che si sviluppano in differenti zone della macchina.

A seguito di indagini sperimentali su macchine di ricerca disponibili è stato osservato che alcune regioni tipiche, come quelle in prossimità delle piastre del divertore o nelle condotte che si protendono dalla superficie del toro, la rideposizione risulta dominante: la natura e le caratteristiche del materiale depositato, a volte indicato con la locuzione *tokamakium*, saranno oggetto della sezione 2.3.1.

Per valutare l'effetto dei fenomeni di rideposizione sui FMs, sono state condotte delle prove di esposizione al plasma di specchi posti in diverse regioni del tokamak [24]. A seguito di queste campagne sperimentali è stato rilevato come anche un film molto sottile di contaminante sia in grado di alterare drammaticamente le proprietà ottiche dello specchio; ad esempio già con uno spessore di 20 nm di berillio [24] la riflettività coincide con quella del materiale depositato indipendentemente dalla tipologia del substrato.

Appare dunque evidente come il problema della rideposizione sia di assoluta importanza per le funzionalità degli specchi diagnostici, dal momento che poche centinaia di strati atomici di contaminante possono di fatto azzerare le prestazioni di progetto dello specchio. In effetti, l'ultimo e più recente rapporto dello '*Specialists Working Group on first mirrors*' dell'ITER, suggerisce che le configurazioni ipotizzate per gran parte dei FMs di ITER saranno probabilmente tali da rendere il problema della rideposizione dominante rispetto a quello dell'erosione[25].

2.2.2 Tecniche e metodi per la produzione di specchi diagnostici

Sulla base delle considerazioni esposte nei paragrafi precedenti, si possono individuare diversi requisiti comuni a tutti i materiali di possibile impiego per la realizzazione di FMs: alta riflettività, stabilità neutronica e resistenza al danno da radiazione, compatibilità chimica con i materiali presenti in camera, basso rate di sputtering, buona conducibilità termica. Questi vincoli restringono di fatto la scelta dei materiali ottimali a pochi candidati [26]: acciai inossidabili, rame, tungsteno, molibdeno, rodio. In figura 2.2 è mostrata la riflettività di questi materiali nelle regioni spettrali di interesse.

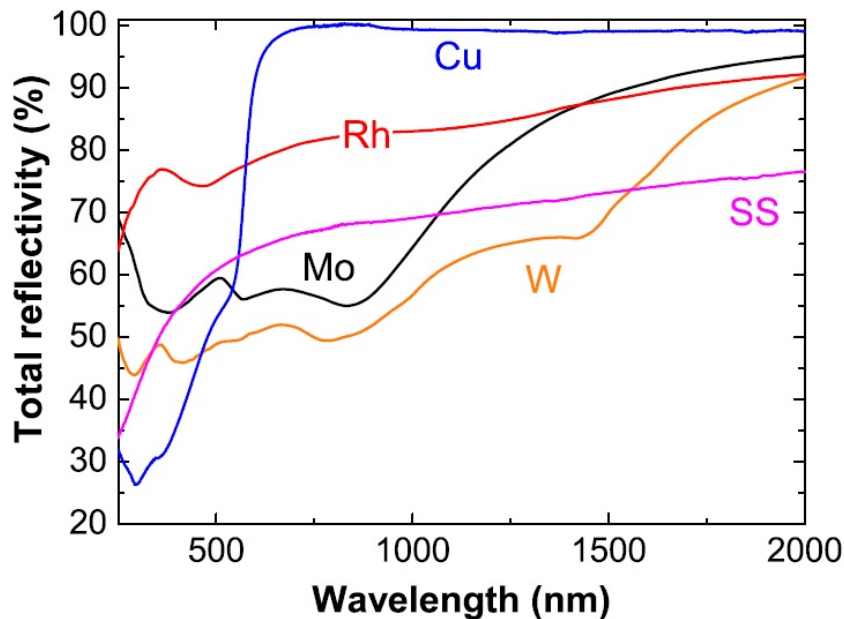


Figura 2.2: Riflettività di bulk di materiali per possibile impiego come FMs, da [27]

Per quanto riguarda la problematiche di carattere chimico e neutronico, la scelta degli acciai risentirebbe sarebbe preferibile grazie alla notevole esperienza maturata in contesti analoghi, quali il nucleare a fissione; a ciò si aggiungono la facilità di lavorazione, il basso costo e le ottime proprietà termomeccaniche. La riflettività dell'acciaio rimane tuttavia piuttosto bassa rispetto ad altri materiali. Il rame ha ottime proprietà di conducibilità termica

e un'altissima riflettività al di sopra dei 500 nm; al di sotto di tale soglia le proprietà ottiche degradano però sensibilmente, ed inoltre il materiale risulta particolarmente pronò a problemi di erosione e corrosione, ulteriormente accentuati dall'irraggiamento. La riflettività di tungsteno e molibdeno è buona nell'IR ma non altrettanto nel visibile; per questi materiali sono state sviluppate delle configurazioni a monocristallo [28] che hanno mostrato una straordinaria resistenza allo sputtering, ma l'effettiva capacità di crescere un singolo cristallo di dimensioni sufficienti per tutte le diagnostiche non attualmente dimostrata.

Il rodio è un materiale estremamente promettente, essendo dotato di un'alta riflettività e basso sputtering rate; tuttavia è anche uno dei materiali più rari sulla crosta terrestre e perciò particolarmente costoso, l'unica via di fatto praticabile è di utilizzarlo nella forma di film metallico per rivestire un opportuno substrato. Fino al recente passato, le tecniche di deposizione studiate a questo scopo sono state esclusivamente due: elettrodeposizione [29] ed il magnetron sputtering [30]. Nonostante i promettenti risultati raggiunti, queste tecniche hanno evidenziato alcuni limiti riguardo la possibilità di ottenere un buon grado di controllo sulla struttura del film; inoltre, la riflettività dei film così prodotti decresce significativamente all'aumentare della temperatura superficiale. Dal 2009 il Laboratorio Materiali Micro e Nanostrutturati (NeMAS), presso cui si è sviluppato questo lavoro di tesi, ha dedicato una linea di ricerca alla produzione di film di rodio mediante *deposizione laser pulsata* o *pulsed laser deposition* (PLD, si veda l'appendice A per una descrizione della tecnica) da impiegare come coating per la realizzazione di specchi.[31, 32, 33]

Il principale vantaggio di questa soluzione consiste nella possibilità di controllare finemente la nanostruttura e la morfologia dei film prodotti variando opportunamente i parametri di deposizione. Questi aspetti si ripercuotono sulle proprietà macroscopiche del film, quali la risposta al fenomeno dell'erosione e ladesione al substrato. La realizzazione tramite PLD di specchi diagnostici in Rodio che soddisfino i requisiti previsti per l'impiego in ITER (in termini di proprietà e dimensioni) richiede però di affrontare

diversi problemi tuttora aperti: la difficoltà di realizzare una deposizione con un buon grado di planarità anche su di un'area rilevante, il controllo del particolato (droplet) che si deposita sul film, il rilassamento degli sforzi meccanici che -nel caso di spessori elevati- possono provocare il distacco del film dal substrato. Nella sezione 4.2.1 saranno descritti con maggior dettaglio i processi di produzione dei film di Rh mediante PLD e i risultati ottenuti.

2.3 Mitigazione e prevenzione dei problemi di rideposizione su FMs

Come evidenziato nella sez. 2.2.1, i fenomeni di rideposizione sembrano essere tra i fattori più critici nel determinare la vita media di un *first mirror*. Nel seguito saranno descritte la natura e le peculiarità del materiale ridepositato, e verranno presentate le principali tecniche attualmente allo studio per prevenire e mitigare gli effetti di questi fenomeni.

2.3.1 Caratteristiche del materiale ridepositato

L'estrema complessità dei fenomeni di trasporto nel plasma, unita alle molteplici differenze operative tra le varie macchine di ricerca, implica che i prodotti ridepositati si presentino in tipologie quanto mai variegate.

Una questione ovviamente fondamentale è legata ai materiali presenti nel plasma e negli elementi di prima parete. Nei tokamak costruiti in passato -e tuttora operanti- una frazione cospicua dei *plasma facing components* è realizzata in carbonio (soprattutto materiali compositi in fibra di carbonio, detti *carbon fiber composite* o CFC), in virtù del basso numero atomico e della resistenza ai carichi termici. Alcuni esempi di questa soluzione includono i tokamak ASEDX, TM-3 e Tore Supra. Tuttavia, i materiali a base di C risultano particolarmente suscettibili alla problematica della ritenzione degli isotopi dell'idrogeno. Questa caratteristica porta il carbonio a non essere più un materiale di prima scelta per lo sviluppo di reattori basati sulla reazione D-T, poiché l'eccessivo assorbimento di trizio risulta

inaccettabile sia da un punto di vista radioprotezionistico che economico. JET, il più grande tokamak esistente, è passato da una configurazione *all-carbon* a rivestire la prima parete di blanket in Be. Altre macchine, quali ASDEX-U, sono completamente metalliche, in questo caso in W; l'adozione del W per le piastre del divertore è inoltre una soluzione comune in diverse altre macchine, ad esempio JT-60U. Il progetto ITER prevede che la prima parete sia costituita da piastrelle di berillio, mentre il divertore sarà in CFC e W in una prima fase, e successivamente verrà implementata una soluzione con le piastre del divertore interamente in tungsteno [10].

Carbonio, berillio, tungsteno ed idrogeno risultano dunque i tipici elementi costituenti il *tokamakium*, presenti in svariate forme chimiche e percentuali stechiometriche.

La tipologia della macchina considerata determina la configurazione dei campi e dunque le proprietà di trasporto, che determinano la diversa natura delle rideposizioni a seconda della zona esaminata. E' comunque possibile fare alcune considerazioni generali, distinguendo i depositi in due principali categorie: film compatti e particolato(*dust*).

Rideposizione di film compatti I depositi che sono formati a seguito dell'impatto con specie atomiche sufficientemente energetiche si presentano sotto forma di film compatti. In tutte le macchine che annoverano carbonio tra gli elementi di prima parete è stata osservata la presenza cospicua di layers amorfi di carbonio idrogenato(a-C:H) [34, 35, 36]. La natura di questi film è variabile tra due casi limite: *polymer-like*, film 'soffici' ad alto contenuto di idrogeno ($\frac{H}{C} \sim 1$) e *diamond-like*, film rigidi a contenuto prevalente di carbonio ($\frac{H}{C} \sim 0.3$). Probabilmente questi composti si formano a seguito dello sputtering chimico di superfici in C da parte del plasma ricco in idrogeno; la differenza tra le due strutture osservate è legata all'energia degli ioni che impattano la superficie ove sta crescendo il film, minore nel primo caso e maggiore nel secondo [37]. Inoltre è stata anche riscontrata la presenza di layers compatti di carbonio a basso contenuto di idrogeno ($\frac{H}{C} \leq 0.01$) [36].

La presenza di film metallici compatti è stata osservata in diverse situazioni: elementi leggeri quali il Be possono essere presenti in quantità non trascurabili nel main plasma, e conseguentemente depositarsi in tutte le regioni della prima parete [38]. Il tungsteno, di converso, ha un rate di sputtering molto ridotto e un alto numero atomico, quindi il trasporto di quantità significative di W attraverso il plasma appare poco probabile [39]; si ritiene che l'accumulo di tungsteno da specie atomiche sia dovuto ad atomi neutri energetici prodotti in seguito a sputtering fisico di superfici composte di questo materiale, e dunque rilevante solo in quelle zone che 'vedono' direttamente l'elemento in tungsteno che ha subito sputtering [40].

Va sottolineato il fatto che il bombardamento da parte di specie energetiche determina inevitabilmente la diffusione di queste nella superficie bersaglio. Di conseguenza si genera uno strato di materiale 'misto' composto dal materiale originariamente presente nel substrato e dalle specie impiantate. Esso si comporta a tutti gli effetti come una lega le cui proprietà chimico-fisiche possono differire marcatamente da quelle del solido bulk. Ad esempio, un esperimento particolarmente rilevante in ambito fusionistico [41] ha mostrato come anche una piccola frazione di Be impiantato in una superficie di W diminuisca significativamente la temperatura di fusione e la resistenza allo sputtering di quest'ultimo.

Rideposizione di dust Accanto alla formazione di depositi compatti, è stata sistematicamente osservata la presenza di particolato di varia natura, che spesso viene indicato con la generica denominazione di *dust*. Le dimensioni del particolato variano da poche decine di nanometri alle centinaia di micron, e la sua composizione riflette quella degli elementi di prima parete [42].

Il particolato metallico è prevalentemente originato dall'eiezione di gocce di materiale fuso da una superficie metallica, generalmente in seguito a fenomeni transitori quali formazione di archi di plasma o ELMs [46]. Determinare la dinamica della formazione e del trasporto del dust metallico risulta, ancora una volta, un problema estremamente complesso [42]. Sperimentalmente [47]

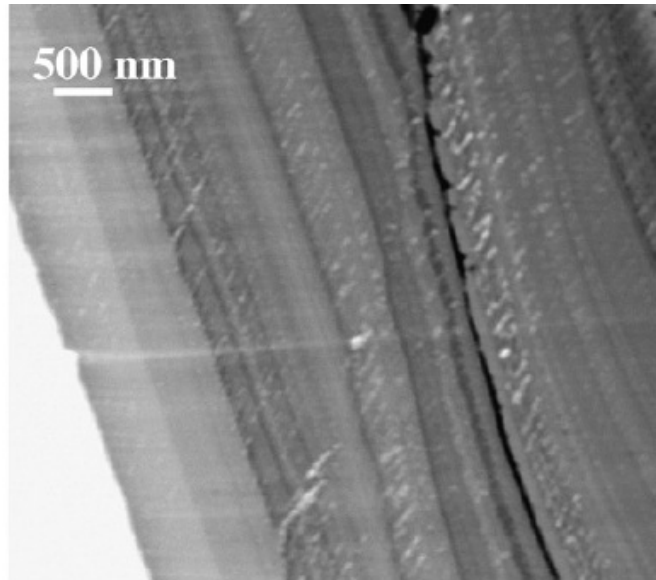


Figura 2.3: Immagine TEM di un film compatto di C raccolto in TEXTOR [36]

è stato osservato che il particolato metallico di piccole dimensioni ($d \leq 5 \mu\text{m}$) è per lo più costituito da sfere omogenee, perfettamente compatibili con l'emissione di droplets di materiale fuso; la presenza di aggregati più grandi (fig. 2.4), generalmente composti da una matrice carboniosa con inclusioni metalliche, risulta di più difficile interpretazione.

Numerose campagne sperimentali (ad esempio [48] e [49]) sono state condotte anche per investigare il dust in macchine in cui gli elementi di prima parete sono costituiti prevalentemente in carbonio. Ad oggi si ritiene che la fonte principale del particolato in questa tipologia di dispositivi sia costituita dall'esfoliazione (*flaking*) dei film ridepositati (fig. 2.5), e che i fenomeni legati all'eiezione di droplets siano in questo caso molto meno rilevanti [50].

Oltre a ciò, è ben documentata anche la presenza di particelle di dimensioni sub-micrometriche e nanometriche ([51], [50]), che possono dar luogo alla crescita di aggregati (fig. 2.6) o di 'quasi-film' dalla conformazione molto aperta. L'origine di queste strutture è da ricercarsi nell'aggregazione di clusters atomici, che sono caratteristici di processi a bassa energia e perciò tipici di regioni non direttamente esposte al plasma [52]. I condotti in cui

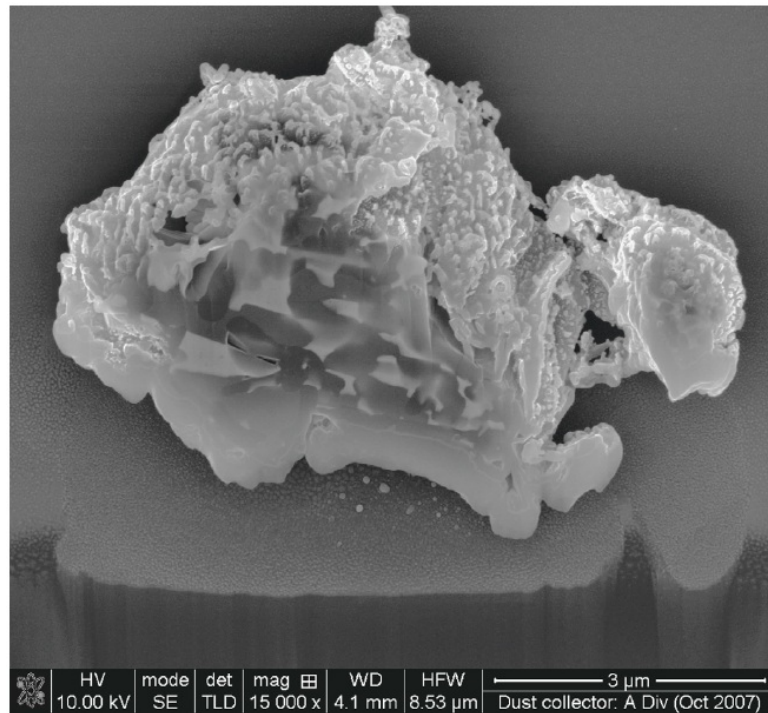


Figura 2.4: Aggregato rinvenuto in ASDEX-U e sezionato mediante fascio di ioni focalizzato. Nella cross-section le zone brillanti sono costituite da inclusioni metalliche, quelle più scure da B e C. Da [47]

saranno alloggiati gli specchi per le diagnostiche presentano caratteristiche di questo tipo, e pertanto si può ritenere ipotizzabile la crescita di queste strutture sui FMs.

La figura 2.7 fornisce un esempio della varietà di composizione del dust: nella stessa regione sono presenti clusters di piccole particelle, un droplet sferico e una struttura, più grande, di origine incerta.

Nel corso degli anni, l'attenzione della comunità scientifica verso la problematica del dust nei sistemi a fusione si è fatta, per molteplici ragioni, sempre più viva. In primo luogo è stato osservato che il dust, avendo un rapporto superficie su volume generalmente elevato, contribuisce in maniera significativa alla ritenzione di trizio; ciò è particolarmente vero per il particolato in carbonio, generalmente poroso [43]. Inoltre queste stesse caratteristiche rendono il dust un potenziale catalizzatore per reazioni

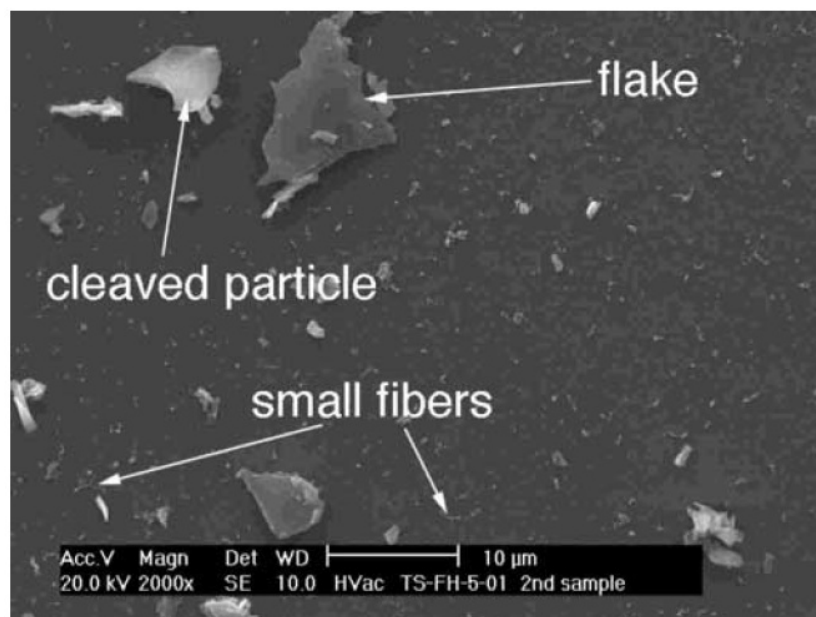


Figura 2.5: Particolato generato da film carboniosi. Adattato da [50]

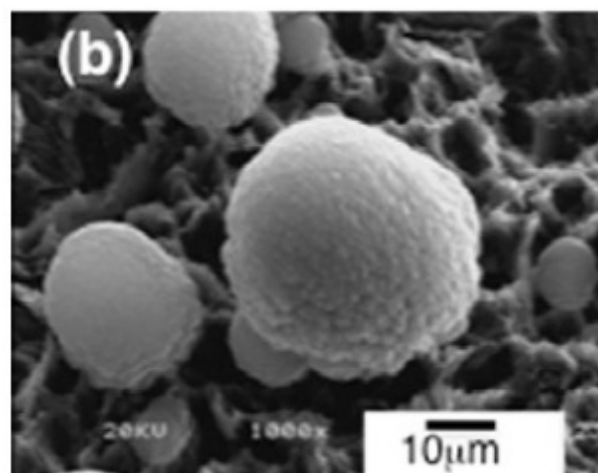


Figura 2.6: Aggregato *cauliflower-like* in C formato a partire da clusters atomici. Da [51]

chimiche esplosive legate ad una situazione incidentale [42]. E' stato anche osservato che la presenza di particolato può portare ad un inquinamento del plasma [44] e che è collegata ad un peggioramento delle performances della macchina [45]. Il particolato respirabile, radiologicamente attivato,

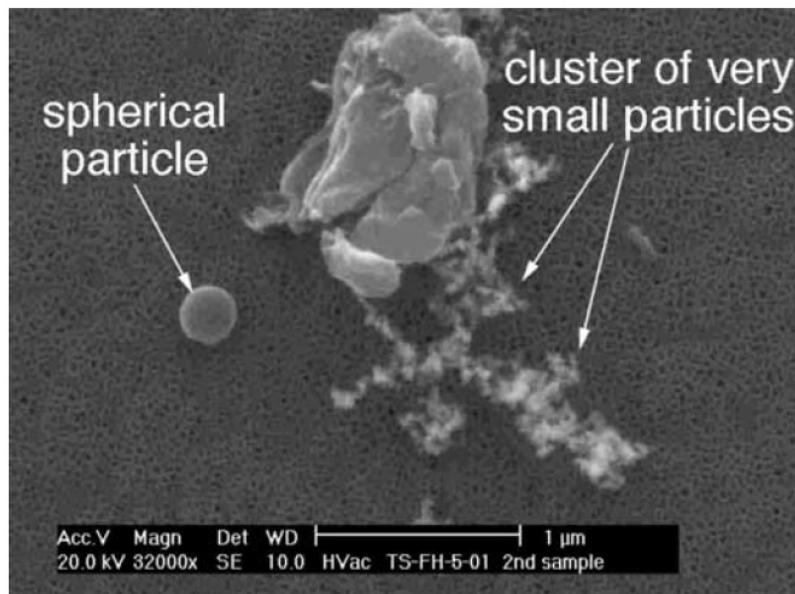


Figura 2.7: Differenti tipologie di dust. Da [50]

rappresenta poi un serio rischio per la salute del pubblico e degli operatori. A tutto ciò si aggiunge l'effetto potenzialmente deleterio che l'accumulo di dust può avere sugli specchi per le diagnostiche.

2.3.2 Tecniche di prevenzione e pulizia

Al fine di contrastare la rideposizione di contaminante sugli specchi diagnostici, sono state proposte diverse tecniche di prevenzione e mitigazione dei fenomeni di rideposizione, che dovranno essere combinate e integrate per massimizzarne i risultati.

Una prima possibilità [53] consiste nell'inserire degli appositi otturatori nei condotti delle diagnostiche, cosicché gli specchi siano direttamente esposti al plasma solo quando serve raccogliere un impulso. Tuttavia, l'elevata frequenza di ripetizione richiesta (fino a 100 Hz) preclude l'utilizzo di organi meccanici tra un impulso e l'altro; d'altro canto i forti campi magnetici all'interno del tokamak rendono difficile l'impiego di motori elettromagnetici standard all'interno della camera, e pertanto sono al vaglio soluzioni

alternative. Una tecnica che si è rivelata molto promettente [54, 55] nel prevenire la deposizione di film di carbonio idrogenati consiste nel riscaldare lo specchio fino a temperature di circa ~ 200 °C: in tal modo l'erosione chimica del carbonio da parte degli atomi di idrogeno del plasma prevale rispetto alla deposizione. Va comunque considerato che la temperatura ottimale di operazione dipende dalla particolare natura del deposito, e dunque potrebbe non garantire una protezione completa; inoltre affinché il processo sia efficiente deve essere garantita la presenza di un flusso sufficiente di atomi di idrogeno verso lo specchio. Altre tecniche di prevenzione comprendono l'inserimento di alettature nei condotti o l'impiego di un opportuno flusso di gas diretto in modo tale da ridurre il flusso di specie impattanti sugli specchi [19]. E' stato poi osservato che la natura del materiale che costituisce la superficie dello specchio gioca un ruolo importante nel determinare la tipologia e la quantità delle rideposizioni [56].

Per quanto le strategie di prevenzione possano rivelarsi efficaci, lo studio e lo sviluppo di tecniche di pulizia per i FMs risulta essere un elemento determinante nel garantire al componente una vita media accettabile[25]. Le metodologie di pulizia prevalentemente considerate sono due: il *plasma cleaning* [53, 57] e il *laser cleaning* (si veda la sez. 3.5 per una panoramica sui principali lavori relativi al laser cleaning per applicazioni fusionistiche). Le basi concettuali su cui poggia la tecnica del *plasma cleaning* sono relativamente semplici: si tratta essenzialmente di realizzare all'interno del tokamak delle condizioni tali per cui lo specchio si venga a trovare in regione di erosione, secondo quanto descritto al paragrafo 2.2.1. In effetti le tecniche di *plasma-etching* sono ampiamente diffuse per la rimozione di film in ambito industriale, e hanno ottenuto risultati incoraggianti in alcuni test preliminari [57]; tuttavia l'impiego in ambiente reattore presenta delle controindicazioni che devono essere tenute presenti. Innanzitutto le consuete tecniche di *plasma-etching* necessitano di avere una conoscenza dettagliata della composizione e della morfologia del materiale da rimuovere, cosa che evidentemente non risulta sempre possibile nel contesto fusionistico. Inoltre, solitamente vengono impiegati degli attivatori chimici (principalmente

composti alogeni) il cui impiego in una macchina tokamak è sconsigliabile, nè si può sfruttare l'effetto di ossidazione del film utilizzando un plasma contenente ossigeno. Per questo motivo gli sforzi correnti sono diretti verso lo sviluppo di tecniche di plasma cleaning che non abbiano necessità di catalizzatori o attivatori chimici. Va anche sottolineato che il plasma cleaning richiede una sosta della macchina prolungata per svolgere tutte le operazioni necessarie, e dunque non si dimostra in grado di operare una pulizia *'on the run'* degli elementi ottici; tale condizione potrebbe rivelarsi necessaria per alcuni dei PFM's più sollecitati, quali gli specchi della diagnostica Thomson Scattering operante nella regione del divertore [53].

L'altra possibilità consiste nell'irraggiare i FMs con un fascio laser di opportune caratteristiche in termini di lunghezza d'onda, profilo spaziale, temporale ed energia dell'impulso, con l'obiettivo di determinare la rimozione del contaminante e contemporaneamente evitare il danneggiamento della superficie degli specchi. Le tecniche di laser cleaning possiedono diversi punti di forza: il sistema può essere completamente remotizzato, i parametri di processo possono essere controllati con precisione e coprono un ampio range di possibilità; inoltre è possibile, in linea di principio, intraprendere l'azione di pulizia senza necessità di interrompere l'operatività dell'intera macchina. Accanto a prospettive così attraenti rimangono ancora diversi punti da chiarire per stabilire la bontà di questa soluzione. Innanzitutto alcune prove preliminari [58, 59] hanno mostrato che alla rimozione del contaminante era associato un danneggiamento dello specchio, effetto evidentemente non desiderato. Inoltre l'efficienza del processo sembra dipendere criticamente dalla natura dei materiali coinvolti [61, 62, 63, 64, 60]. Come illustrato nella sezione 2.4, gli obiettivi principali di questo lavoro di tesi riguardano il processo di laser cleaning e la possibilità di impiegare questa tecnica per la pulizia degli specchi per diagnostiche ottiche in sistemi a fusione nucleare.

2.4 Obiettivi specifici della tesi

Nel presente lavoro di tesi è proposto uno studio di carattere modellistico-sperimentale circa la possibilità impiegare la tecnica del laser cleaning per contrastare il problema della rideposizione di contaminante sugli specchi per le diagnostiche di plasma. Esso costituisce il primo approccio del Laboratorio Materiali Micro- e Nanostrutturati a questa problematica, ed ha pertanto un carattere prevalentemente esplorativo. In tale contesto, volendo studiare la tecnica del laser cleaning in condizioni rilevanti per le applicazioni considerate, emergono alcuni aspetti peculiari che è necessario considerare:

1. Selezione delle superfici da contaminare, ed individuazione delle condizioni di danneggiamento laser per le stesse.
2. Produzione di contaminante che riproduca, per composizione e morfologia, le caratteristiche del materiale ridepositato osservato nei tokamak.
3. Valutazione preliminare dei parametri di processo per il laser cleaning dei campioni realizzati

Grazie alle potenzialità offerte dal sistema laser in uso presso il Laboratorio Materiali Micro- e Nanostrutturati, è stato possibile affrontare lo studio delle tematiche individuate avvalendosi di un'unica strumentazione. Infatti, grazie alla tecnica PLD (si vedano la sez. 4.2.3 e l'appendice A), è possibile produrre dei film di rodio dalle opportune caratteristiche che, come osservato in sez. 2.2.2, costituiscono una possibile soluzione per la realizzazione dei *first mirrors*. La tecnica PLD è stata sfruttata anche per la produzione di depositi che fossero simili, per composizione e morfologia, al contaminante effettivamente riscontrato nei tokamak in esercizio. Lo stesso sistema laser impiegato per la PLD -previo un opportuno settaggio delle condizioni operative- può essere utilizzato anche per determinare le condizioni di danneggiamento laser dei substrati considerati, e successivamente per condurre le prove di laser cleaning degli stessi.

Questo lavoro di tesi si pone dunque l'obiettivo principale di condurre un primo studio metodologico e di fattibilità relativo alla possibilità di investigare con successo le questioni evidenziate. A tale scopo, si propone un approccio *integrato*, che coinvolge la realizzazione e la caratterizzazione laser del substato, la produzione del contaminante e le prove di laser cleaning sfruttando un'unica tipologia di strumentazione.

Nel capitolo 3 sarà fornito, sulla base della letteratura in materia, un inquadramento teorico dei fenomeni fisici che determinano il laser cleaning; verranno in oltre presentati alcuni dei risultati più significativi già noti in merito, in particolare per quanto riguarda le applicazioni fusionistiche della tecnica. Nel capitolo 4 verrà descritta la strumentazione impiegata e le prove volte a determinare le condizioni di danneggiamento delle superfici impiegate. Il capitolo 5 è dedicato alla produzione del contaminante e alle prove di laser cleaning. Infine, nel capitolo 6 saranno riassunti i principali risultati ottenuti in questa ricerca, e verranno individuati alcuni possibili sviluppi del lavoro svolto.

Capitolo 3

Laser Cleaning

3.1 Introduzione

La tecnica denominata *'laser cleaning'* consiste nella rimozione, attraverso l'azione di impulsi laser, di contaminanti da una superficie, senza indurre danneggiamenti sulla stessa. Storicamente, il laser cleaning si è affermato sul finire degli anni '90 del secolo scorso come tecnica alternativa per la pulizia di semiconduttori per applicazioni elettroniche [65], e pertanto buona parte della letteratura in merito si concentra sulla rimozione di particolato (metallico o dielettrico) da superfici di semiconduttori. Successivamente, il laser cleaning ha trovato applicazione anche in altri ambiti, quali la decontaminazione superfici inquinate da materiale radioattivo [66] e, più recentemente, la ricerca sulla fusione nucleare (sezioni 2.3 e 3.5). Per comprendere come avvenga il processo di rimozione è necessario considerare l'interazione della radiazione elettromagnetica laser con i contaminanti e con il substrato sottostante. Il processo può essere schematizzato come segue.

La luce laser investe substrato e contaminanti, e viene in parte assorbita attraverso differenti meccanismi; questo induce varie possibili trasformazioni nel materiale, come ad esempio aumento della temperatura, eccitazioni, creazione di difetti. Ciò determina un cambiamento delle proprietà fisiche e ottiche dalle quali dipende l'assorbimento della radiazione stessa, e

pertanto si instaura una retroazione che condiziona l'intero processo. Le trasformazioni introdotte possono infine, attraverso svariati fenomeni, dar luogo alla rimozione del contaminante. Si tratta evidentemente di un problema complesso, accentuato dalla presenza di una non uniformità intrinseca al sistema analizzato (substrato/contaminante) e dalla mutua interazione tra i diversi fenomeni che si producono.

I parametri che caratterizzano il processo possono spaziare su un ampio spettro di valori:

- **Lunghezza d'onda** λ del laser, tipicamente dall' IR al vicino UV;
- **Durata dell'impulso laser** τ_P dai millisecondi ai picosecondi;
- **Fluenza Φ del laser**, dalle decine di J/cm² a qualche mJ/cm²;
- **Conformazione del contaminante**, che può presentarsi come film compatto, aggregato di *clusters*, particolato solido;
- **Natura del contaminante e del substrato** (metallico, semiconduttore, ossido, polimerico);
- **Caratteristiche morfologiche della superficie** (rugosità, spessore se si tratta di un film);

Questo fa sì che la fisica che soggiace all'intero processo possa essere radicalmente diversa per differenti scelte dei parametri, rendendo impossibile lo sviluppo di un unico modello per descrivere il problema.

E' stato osservato che l'efficienza della tecnica aumenta se si usa un particolare accorgimento, consistente nel bagnare la superficie da trattare con un opportuna soluzione, che assorba fortemente la radiazione. Il liquido può circondare la particella di contaminante e penetrare al di sotto di questa, in modo che la rapida evaporazione causata dall'esposizione al laser forzi il distacco della particella dalla superficie. Questo metodo è detto *wet laser cleaning*. Lo *steam laser cleaning* invece impiega uno strato liquido molto sottile che è portato in condizioni di surriscaldamento dall'impulso laser.

Ciò comporta la nucleazione e la crescita di bolle all'interfaccia superficie-particella, che possono dar luogo a pressioni sufficientemente elevate da scalzare la particella [65].

Nel seguito di questa trattazione si considererà soltanto il laser cleaning attuato senza l'ausilio di additivi liquidi -altrimenti detto *dry laser cleaning*- essenzialmente per il fatto che questa metodologia è l'unica potenzialmente impiegabile in un reattore. Verrà inoltre ristretta l'analisi ai soli impulsi laser della durata nell'ordine dei ns, che -come si vedrà- risultano essere la scelta ottimale per un'ampia gamma di condizioni [65, 67]. Non si considereranno nemmeno gli effetti di distorsione locale del campo elettromagnetico laser legati alla presenza della particella stessa. Questi effetti si sono rivelati determinanti per giustificare la rimozione di particelle dielettriche (tipicamente ossidi) di dimensioni confrontabili con la lunghezza d'onda del laser, in quanto la particella può agire da lente ed aumentare notevolmente l'intensità locale del campo (*Near Field Enhancement Effect*). Una descrizione accurata del fenomeno può essere trovata in [68]; esso risulta comunque poco rilevante in ambito fusionistico, in quanto la presenza di ossidi nel dust di un reattore è piuttosto improbabile.

Nel seguito del capitolo verranno descritti i principali fenomeni che seguono l'assorbimento della luce laser da parte di un mezzo materiale sotto le ipotesi elencate in precedenza (sez. 3.2). L'analisi sarà ristretta al solo caso di substrati metallici o semiconduttori, opachi alla lunghezza d'onda del laser. Inoltre, poichè nelle applicazioni della tecnica è normalmente richiesto che il substrato non sia danneggiato a seguito della pulizia, si discuteranno le dinamiche e le condizioni di danneggiamento di una superficie da parte dell'impulso laser (sez. 3.3). Successivamente verranno mostrati più in dettaglio i meccanismi fisici che determinano l'azione di pulizia; infine saranno presentati alcuni dei risultati più significativi ottenuti nello sviluppo della tecnologia del laser cleaning per le applicazioni in ambito fusionistico (sez. 3.5).

3.2 Interazione tra laser e mezzo materiale

Si consideri un fascio laser pulsato che investe una superficie, omogenea entro le dimensioni caratteristiche della macchia laser. Si supponga inoltre che la durata temporale dell'impulso sia pari ad un tempo caratteristico τ_P . Nel caso di un mezzo metallico, i fotoni laser sono assorbiti dagli elettroni in banda di conduzione, che vanno a popolare gli stati liberi oltre il livello di Fermi [71]. Per i semiconduttori sono possibili più meccanismi di eccitazione. Il primo canale è l'assorbimento intrinseco, legato alla promozione di un elettrone dalla banda di valenza alla banda di conduzione: il processo può alternativamente essere descritto come la generazione di una coppia elettrone-buca. Si tratta di un processo a soglia, in quanto l'energia del fotone $\hbar\omega$ deve essere maggiore del gap tra le bande E_g : $\hbar\omega \geq E_g$ ¹. Per un semiconduttore drogato sono anche possibili transizioni che coinvolgono i livelli delle impurezze. Infine la radiazione può essere assorbita dai portatori liberi (elettroni in banda di conduzione e buche), che quindi compiono interazioni interbanda.

L'effetto netto risultante dall'assorbimento dei fotoni incidenti è dunque quello di creare degli stati eccitati; i processi fisici che ne conseguono sono generalmente distinti in letteratura in due grandi tipologie: *processi termici* e *processi fotochimici*. Nei primi l'energia di eccitazione è convertita prevalentemente in calore, nei secondi sono incluse reazioni chimiche tra specie eccitate, l'effetto fotoelettrico, la rottura diretta dei legami, che può portare al desorbimento di atomi, molecole o aggregati [67]. Un'altra conseguenza dei processi fotochimici è la generazione nel materiale di difetti di varia natura (come descritto ad esempio in [69, 70]).

Per quanto riguarda i fenomeni termici nei metalli, la diseccitazione degli stati elettronici energetici in banda di conduzione avviene grazie all'accoppiamento con i fononi del reticolo [71], e quindi l'energia fornita dal fotone è interamente convertita in energia associata alle vibrazioni reticolari, cioè calore. Poiché il

¹Sono possibili anche transizioni a due o più fotoni, dette *assorbimento coerente multifotonico*, ma risultano in prima approssimazione trascurabili se $\hbar\omega \geq E_g$

tempo di rilassamento tipico τ_r per queste transizioni nei metalli è dell'ordine dei 10^{-14} - 10^{-16} s, si ha che -per valori tipici di τ_P - $\tau_r \ll \tau_P$ e dunque si può supporre che l'energia depositata dall'impulso laser nel materiale sia istantaneamente convertita in calore [72]. La situazione è più complessa per i semiconduttori, in quanto il tempo di rilassamento per transizioni interbanda τ_r' è solitamente molto maggiore dal tempo di rilassamento intrabanda τ_r [71], quindi $\tau_r' \gg \tau_r$ e $\tau_r \ll \tau_P$. Nel seguito della trattazione si supporrà comunque che la maggior parte dell'energia assorbita sia trasferita quasi-istantaneamente al reticolo sotto forma di calore. Dunque, i processi descritti saranno essenzialmente di natura *termica*. Il ruolo svolto dai *processi fotochimici* sarà approfondito nella sez. 3.3.3. Sotto queste condizioni il sistema può essere modellizzato attraverso l'equazione di diffusione del calore, in cui il termine di sorgente è rappresentato dall'assorbimento della luce laser. Nel caso in cui il profilo del fascio nel piano focale vari lentamente rispetto alla lunghezza caratteristica di trasporto del calore l_T nella direzione considerata, si può semplificare l'analisi del sistema grazie ad un modello unidimensionale, che fornisce un'equazione per il campo di temperatura T in funzione del tempo t trascorso dall'inizio dell'impulso e della distanza z dall'interfaccia superficiale ove incide il fascio [68],[72]:

$$\frac{\partial T(z, t)}{\partial t} = \frac{\partial}{\partial z} \left(\frac{K}{C\rho} \frac{\partial T(z, t)}{\partial z} \right) + \frac{\alpha(\omega, T)}{C\rho} I_0(1 - R(\omega, T))e^{\alpha z} \quad (3.1)$$

K rappresenta la conducibilità termica, C la capacità termica, ρ la densità, α il coefficiente di assorbimento, ω la frequenza della radiazione laser, I_0 l'intensità del fascio alla superficie, R la riflettività. Si noti come α ed R dipendano dalla temperatura: ciò causa l'effetto di retroazione menzionato nella sezione 3.1. Le proprietà di assorbimento sono fortemente influenzate anche dalla presenza di difetti, che possono essere generati dall'azione stessa del laser. La risposta ottica del materiale può quindi cambiare drasticamente nel corso dell'irraggiamento pulsato. Va inoltre osservato che l'equazione 3.1 non comprende la dinamica di eventuali transizioni di fase; se i fenomeni di fusione ed evaporazione divengono importanti è necessario considerare il

calore latente della massa di materiale che ha cambiato di fase, e dunque la 3.1 deve essere opportunamente corretta (si veda ad esempio [67]). Per impulsi laser molto brevi, l'ipotesi $\tau_P \gg \tau_r$ può non risultare soddisfatta: in tal caso si deve includere nell'analisi del sistema anche la dinamica delle specie eccitate. Spesso questo equivale a descrivere la popolazione dei portatori 'fuori equilibrio' attraverso l'equazione di diffusione: si perviene così al modello a *due temperature*, comunemente impiegato nel caso di sistemi laser ai picosecondi o femtosecondi[67]. Uno degli effetti macroscopici più rilevanti che può prodursi in seguito all'interazione tra un fascio laser ed una superficie è legato al danneggiamento di quest'ultima. La prossima sezione verrà interamente dedicata al fenomeno del danneggiamento laser, anche per l'importanza che esso riveste in relazione agli specifici obiettivi di questa ricerca.

3.3 Danneggiamento di un materiale irraggiato con luce laser

Sperimentalmente si osserva che l'irraggiamento laser su un materiale può introdurre in quest'ultimo delle alterazioni sostanziali; se le alterazioni sono tali da compromettere le proprietà macroscopiche del materiale si parla di *danneggiamento laser*, o *laser-induced damage* (LID). Una grandezza di estrema rilevanza per lo studio del danneggiamento laser è la *soglia di danneggiamento* o *laser-induced damage threshold* (LIDT), che denota la fluensa ² dell'impulso tale da produrre un danneggiamento nel campione irraggiato.

Come osservato in sez. 3.2, le interazioni laser-mezzo materiale sono contraddistinte da una grande variabilità dei parametri laser e delle caratteristiche del materiale, e quindi dei processi fisici che si verificano; inoltre, la definizione di 'danneggiamento' non è univoca, ma dipende

²Si noti che in alcuni contesti la LIDT può essere riferita all'intensità del laser piuttosto che alla fluensa.

dalla funzione svolta dal mezzo irraggiato e dai metodi impiegati per analizzarlo. Per questo motivo non esiste un criterio generale e univoco per stabilire a priori il valore della LIDT per una generica scelta dei parametri laser e delle caratteristiche del materiale. Nel corso degli ultimi 35 anni sono state condotte numerose indagini per comprendere i meccanismi di danneggiamento laser (si veda ad esempio [73, 74, 75, 76, 77]) e individuare delle leggi di scala che consentano di prevedere l'insorgere del danneggiamento al variare dei parametri di processo [78]. Sono state anche proposte delle precise procedure per rilevare il danneggiamento, in modo da migliorare la riproducibilità degli esperimenti sul fenomeno [79].

Nei prossimi paragrafi saranno descritti e modellizzati alcuni dei principali processi fisici che portano al danneggiamento laser; sulla base del modello saranno ricavate delle stime per la fluenza di soglia associata.

3.3.1 Fluenza di soglia per transizione di fase, Φ_{TM}

Si consideri un materiale -conduttore o semiconduttore- investito da un impulso laser con caratteristiche tali per cui l'energia assorbita sia interamente convertita in calore. Si supponga che valgano le ipotesi che consentono di usare l'equazione di diffusione del calore per descrivere il sistema, e si supponga inoltre che le proprietà ottiche e fisiche del materiale siano presentino una dipendenza trascurabile dalla temperatura. In queste condizioni si può ottenere analiticamente il valore di picco della temperatura: per un impulso con profilo temporale ad onda quadra si ha [80]:

$$T = T_0 + \frac{\Phi(1 - R)}{\sqrt{K\rho C}} \frac{1}{\sqrt{\tau_P}} \quad (3.2)$$

Essendo τ_P la durata dell'impulso, Φ la fluenza del laser, K la conducibilità termica, C la capacità termica, ρ la densità, R la riflettività totale alla lunghezza d'onda di riferimento. Dall'equazione 3.2 è possibile ricavare il valore di fluenza Φ_{TM} tale da portare il materiale, nel suo punto più sollecitato, dalla temperatura ambiente T_0 ad una temperatura critica, quale ad esempio la temperatura di fusione T_m :

$$\Phi_{TM} = \frac{T_m - T_0}{1 - R} \sqrt{K\rho C} \frac{1}{\sqrt{\tau_P}} \quad (3.3)$$

Poichè un processo di transizione di fase induce delle trasformazioni rilevanti nella struttura microscopica e nella morfologia di una superficie, Φ_{TM} rappresenta la fluena di soglia per il danneggiamento dovuto ad effetti termici. Le approssimazioni introdotte per ricavare la 3.3 sono molto forti, ciò non di meno la formula fornisce una buona stima della fluena di danneggiamento per situazioni in cui i parametri adottati siano coerenti con le ipotesi di validità del modello. Un aspetto significativo della 3.3 riguarda lo *scaling* della LIDT con $\sqrt{\tau_P}$, confermato in diverse indagini sperimentali (per esempio in [80, 81, 82])

3.3.2 Ablazione Laser

Quando la densità di energia depositata dall'impulso laser nel materiale è sufficientemente elevata, si osserva l'emissione di una *'piuma'* di vapore dalla superficie irraggiata. Il vapore emesso è composto di aggregati atomici, molecole, atomi e ioni ed elettroni; se le specie ionizzate sono predominanti si parla di piuma di plasma. La rimozione di materiale attraverso questo processo prende il nome di *ablazione laser pulsata* o *pulsed laser ablation* (PLA). L'ablazione laser è essenzialmente legata agli effetti termici dell'interazione laser, e risultano pertanto valide le considerazioni sviluppate nelle sezioni (3.3,3.3.1). Per impulsi sufficientemente lunghi ($\tau_P \gg \tau_r$) la risposta del materiale è descritta efficacemente dall'equazione di diffusione del calore (3.1).

Impostando un bilancio energetico, in cui si suppone che parte dell'energia depositata sia persa (E_L) per conduzione e una parte sia spesa per riscaldare, fondere e vaporizzare il materiale, si può ricavare una stima dello spessore ablatato per impulso, Δh [67]:

$$\Delta h \approx \frac{(1 - R)\Phi - P_L\tau_P/A_{eff}}{\rho c_p(T_{st} - T_0) + \Delta H_{melt} + \Delta H_{vap}} \quad (3.4)$$

dove è stata introdotta la potenza persa per conduzione P_L , l'area coinvolta nell'ablazione A_{eff} , il calore specifico c_p , l'entalpia massica di fusione ΔH_{melt} , l'entalpia massica di vaporizzazione ΔH_{vap} e dove T_{st} indica la temperatura media alla quale avviene il processo, che per impulsi brevi ($\tau_P \sim 10ns$ o meno), può eccedere la temperatura di ebollizione. Nella stima fornita dalla 3.4 si trascura ogni dipendenza delle grandezze fisiche coinvolte dalla temperatura, e si assume che il calore specifico c_p non vari significativamente a seguito del cambio di fase.

Il processo di ablazione è un processo a soglia, e si innesca per valori Φ di fluensa $\Phi > \Phi_{TA}$, con Φ_{TA} che denota la fluensa di soglia per l'ablazione. È evidente che l'ablazione costituisce a tutti gli effetti un danneggiamento per il materiale, e dunque Φ_{TA} è una LIDT; va rimarcato comunque che Φ_{TA} e la fluensa di soglia per transizione di fase Φ_{TM} ricavata nella sezione precedente (3.3.1) sono due grandezze diverse.

Avendo l'obiettivo di ricavare esplicitamente il valore della fluensa di soglia Φ_{TA} , si può riformulare il bilancio energetico facendo uso di un'altra espressione [67]:

$$(1 - R)\Phi \approx \Delta h \Delta \tilde{H}(T_{st}) + (l_T + \alpha^{-1})\Delta H_s(T_{st}) \quad (3.5)$$

dove $\Delta \tilde{H}(T_{st})$ indica l'entalpia massica necessaria per portare il materiale allo stato iniziale a quello di vapore alla temperatura efficace T_{st} , ΔH_s indica l'entalpia massica immagazinata nel substrato non impiegata per vaporizzare lo strato ablatato Δh , l_T è la lunghezza caratteristica di trasporto del calore e α^{-1} , che rappresenta la lunghezza di penetrazione ottica dell'onda e.m. nel mezzo, è l'inverso del coefficiente di assorbimento ottico α alla frequenza considerata.

Esplicitando la (3.5) in funzione di Δh si può scrivere

$$\Delta h \approx \frac{(1 - R)}{\Delta \tilde{H}(T_{st})} (\Phi - \Phi_{TA}) \quad (3.6)$$

in cui è stata introdotta la fluensa di soglia per l'ablazione Φ_{TA} definita come:

$$\Phi_{TA} \approx \frac{\Delta H_s(T_{st})}{1-R} (l_T + \alpha^{-1}) \quad (3.7)$$

La relazione appena introdotta costituisce in realtà un'equazione implicita per Φ_{TA} , in quanto $T_{st} = T_{st}(\Phi_{TA} \tau_P^{-1})$. Con $\Phi < \Phi_{TA}$, T_{st} cresce solo logarithmicamente con Φ ; per gli scopi di questa trattazione T_{st} può essere considerata una grandezza nota, caratteristica del processo.

Per materiali non trasparenti, la lunghezza di penetrazione ottica è dell'ordine di qualche nm o decine di nm [27], per cui $l_T \gg \alpha^{-1}$.

Si noti che se il trasporto termico è dominato dalla diffusione si ha che $l_T^2 = 4D(T_{st}) \times \tau_P$, con $D(T_{st})$ pari al coefficiente di diffusione alla temperatura efficace T_{st} . Dal momento che $D(T_{st})$ può essere stimato come $D = K/(\rho C)$, e che $\Delta H_s(T_{st}) \propto \rho C(T_{st} - T_0)$, sostituendo nella 3.7 si ottiene:

$$\Phi_{TA} \propto (T_{st} - T_0) \sqrt{K \rho C \tau_P} \quad (3.8)$$

Confrontando la relazione così ottenuta con quella ricavata per la LIDT per la fusione del materiale, Φ_{TM} 3.3, si osserva la stessa dipendenza funzionale dai parametri laser e del materiale.

Nell'ipotesi in cui l'energia deposita sia in gran parte dissipata attraverso l'ablazione dello spessore Δh , si può ritenere trascurabile la frazione di potenza P_L dispersa per conduzione nella (3.4); questa stessa condizione può essere espressa richiedendo che il volume ablato sia confrontabile con il volume interessato dall'eccitazione termica, e quindi:

$$\Delta h \approx \min(l_T, \alpha^{-1}) \quad (3.9)$$

La condizione espressa dalla eq. 3.9 per materiali non trasparenti si traduce di fatto in $\Delta h \approx l_T$, e di norma risulta verificata per impulsi al nanosecondo o più brevi [67].

Se questa ipotesi è verificata, l'equazione 3.6 può essere riscritta nella forma

$$\Delta h \approx \frac{(1-R)\Phi}{\Delta \tilde{H}(T_{st}) + \Delta H_s(T_{st})} \quad (3.10)$$

Sotto questa approssimazione lo strato ablatato per impulso è proporzionale alla fluensa del laser; in effetti un comportamento di questo tipo è generalmente osservato durante l'ablazione di un'ampia classe di materiali, inclusi quelli ad alta conducibilità termica quali i metalli. Per questi materiali il trasporto per conduzione rappresentato da P_L , che influenza la soglia di ablazione, non può essere trascurato; tuttavia è possibile trascurare la dipendenza di Φ_{TA} dalla temperatura T_{st} , e dunque il processo di ablazione risulta lineare con la fluensa.

Infine, si noti che nelle considerazioni effettuate è stata trascurata l'interazione tra il laser e la piuma, e tra questi e il substrato. Questi processi rivestono una notevole importanza in alcune applicazioni, quali la PLD [83]; possono comunque essere ignorati con un'approssimazione accettabile in caso la fluensa del laser sia minore o di poco superiore alla fluensa di soglia per l'ablazione: è questa la situazione tipica che si riscontra nei processi di laser cleaning.

3.3.3 Interazioni sotto soglia.

Investendo la superficie con un fascio laser la cui fluensa sia minore della fluensa di soglia per ablazione Φ_{TA} si osserva comunque la rimozione di materiale, sia pur in misura molto ridotta rispetto al caso $\Phi > \Phi_{TA}$. Sperimentalmente si osserva che l'andamento della massa rimossa in funzione della fluensa laser è descritta da una relazione del tipo *legge di Arrhenius* [67]:

$$\Delta m \approx C_1 \exp\left(-\frac{C_2}{\Phi}\right) \quad (3.11)$$

dove C_1 e C_2 rappresentano delle costanti che dipendono dai parametri di processo.

La natura della massa ablatata per fluense sotto soglia è varia, e dipende principalmente dalle caratteristiche del substrato. Essa può essere composta da specie volatili desorbite dalla superficie, per lo più sotto forma di molecole o radicali, a causa dell'effetto combinato dell'incremento di temperatura e delle reazioni fotochimiche dirette. Dalla superficie possono anche essere

emessi atomi o aggregati di atomi, specialmente se poco legati a causa della presenza di difetti reticolari o superficiali. Nel valutare gli effetti termici a fluenze $< \Phi_{TA}$ va tenuto in considerazione anche il fatto che ad una certa temperatura macroscopica locale T corrisponde in realtà una distribuzione microscopica per le energie delle particelle, e che, anche per temperature minori della temperatura di fusione del materiale, la coda della distribuzione fa sì che un certo numero di particelle possiedano energia cinetica sufficiente per vincere le interazioni attrattive che le tengono legate alla struttura solida. Questi processi di evaporazione sono tanto più rilevanti quanto più la temperatura è prossima alla temperatura di transizione di fase. Date le peculiarità dell'ablazione laser sotto soglia non è possibile stabilire a priori se e quando la rimozione di massa attraverso i meccanismi descritti sia tale da generare un danneggiamento.

In effetti, in regime di interazione sottosoglia, il danneggiamento è causato per la maggior parte da fenomeni che non coinvolgono l'ablazione, quanto piuttosto dall'alterazione della morfologia superficiale e della struttura cristallografica, e dalla generazione di difetti.

Uno degli effetti più comunemente osservati [69] consiste nell'apparire di ondulazioni superficiali sugli elementi irraggiati, anche per fluenze $\Phi \ll \Phi_{TA}$ [84]. Diversi autori [76, 85, 86, 87] hanno spiegato l'insorgenza delle ondulazioni come effetti di deformazione plastica legati al riscaldamento e alla conseguente dilatazione termica del materiale. Una stima della fluenza di soglia per questo tipo di fenomeni, che sarà indicata come Φ_{TS} , può essere ottenuta imponendo che gli sforzi termici, che si sviluppano a causa della non uniformità del campo di temperatura T , non eccedano lo sforzo di snervamento del materiale. A causa dei differenti approcci seguiti e delle diverse supposizioni fatte, in letteratura sono stati ottenuti diversi valori per la stima di Φ_{TS} . Nell'ipotesi di un profilo di irraggiamento gaussiano, di dimensioni molto maggiori della lunghezza di diffusione l_T , Lee *et al.* [87] hanno fornito la seguente espressione:

$$\Phi_{TS} \propto \frac{1 - \nu}{1 - R} \frac{C\rho\sigma_y}{\alpha_t E} \quad (3.12)$$

mentre per Musal *et al.* [85] nell'ipotesi di irraggiamento uniforme:

$$\Phi_{TS} \propto \frac{1 - \nu}{1 - R} \frac{\sqrt{KC\rho}}{\alpha_T E} \sigma_y \quad (3.13)$$

avendo introdotto con ν il rapporto di Poisson, con α_T il coefficiente di dilatazione termica, con E il modulo di Young e con σ_y lo sforzo di snervamento.

L'insorgenza di ondulazioni superficiali può avere degli effetti drammatici sulla riflettività speculare di una superficie, come evidenzia la formula di Bennet (2.1) introdotta nel capitolo precedente 2.2.1. Per questo motivo la problematica delle ondulazioni (e del danneggiamento in generale) è stata analizzata anche per i FMs delle diagnostiche di plasma nelle condizioni operative [88]. In questo contesto va considerato che anche l'irraggiamento del componente da parte del fascio diagnostico stesso potrebbe portare al danneggiamento, specie per impulsi ripetuti (si veda sez. 3.3.4).

E' stato anche osservato che, per effetto del riscaldamento laser, si può avviare nel materiale un processo di ricristallizzazione. In taluni casi (si veda ad esempio [89]) alla ricristallizzazione può seguire un aumento del volume specifico, che produce un 'imbozzamento' nell'area irraggiata. L'effetto potenziale sulla riflettività della superficie è paragonabile alla comparsa delle ondulazioni.

Inoltre, è stata sistematicamente osservata e analizzata la crescita di strutture regolari di varia natura su superfici irraggiate con varie sorgenti laser. In particolare, la formazione di increspature superficiali, parallele e periodiche, di un passo coincidente con la lunghezza d'onda del laser, è stata spiegata in termini di interferenza tra l'onda incidente e quella riflessa (si veda, ad esempio, [90]). La natura delle strutture ottenute è fortemente correlata alla lunghezza d'onda, alla polarizzazione e al grado di coerenza spaziale del laser, mentre non risulta essere particolarmente influenzata dalle caratteristiche del materiale [91], a riprova dell'universalità del fenomeno.

Recentemente è stata studiata la presenza di conformazioni periodiche di nanoparticelle sviluppatesi su superfici di silicio irraggiate con laser ai nanosecondi [92, 93] o femtosecondi [94] con $\Phi \ll \Phi_{TA}$. La peculiarità di queste strutture è che sembrano 'autoassemblarsi' a partire da difetti generati dal laser stesso, inizialmente distribuiti in maniera disordinata; il comportamento collettivo che emerge sembra essere guidato dall'accoppiamento dinamico tra le interazioni tra nanoparticelle e gli effetti di interferenza tra onda incidente e onda riflessa. Al momento non sono stati ancora condotti studi dedicati a valutare le conseguenze di questo fenomeno sulla riflettività della superficie interessata; comunque, osservando che la periodicità della struttura è equivalente alla lunghezza d'onda e che l'altezza può arrivare alle centinaia di nm [93], una stima basata sulla formula di Bennet suggerisce un danneggiamento rilevante in termini di effetti sulla riflettività speculare.

L'irraggiamento laser, principalmente a causa di processi non termici, è anche responsabile dell' introduzione nel materiale di difetti di punto. Attraverso considerazioni termodinamiche è possibile osservare che esiste una concentrazione di equilibrio per i difetti di punto [71]; I difetti di punto generati a seguito dell'irraggiamento eccedono la concentrazione d'equilibrio, e costituiscono per tanto una configurazione metastabile. Tuttavia, poichè i tempi di rilassamento per questi difetti alle temperature ordinarie possono essere molto lunghi, la presenza di un difetto di punto produce un confinamento localizzato di energia. Per questo motivo i difetti indotti dal laser costituiscono dei centri di assorbimento molto efficaci per la stessa luce laser. In effetti, il coefficiente di assorbimento ottico α per un materiale ove siano presenti N_d difetti per cm^3 può essere espresso nella forma [67]:

$$\alpha = \alpha_0 + N_d \alpha_D$$

dove α_D è un termine di accoppiamento tra radiazione incidente e difetti e α_0 rappresenta il coefficiente di assorbimento dello stesso materiale nel caso in cui la presenza di difetti sia trascurabile. Inoltre, una maggiore concentrazione di difetti aumenta la frazione di radiazione assorbita rispetto

al totale incidente e ciò risulta in una diminuzione della riflettività totale R . L'inoculazione di difetti ha dunque l'effetto complessivo di ridurre la soglia di danneggiamento laser [67, 69, 70].

Nel caso di irraggiamento del materiale con una serie di impulsi, questo fatto può innescare una dinamica complessa [67] che ha delle ripercussioni importanti sulla soglia di danneggiamento del materiale, come verrà mostrato nella prossima sezione.

3.3.4 LIDT per impulsi multipli

E' stato osservato e ampiamente documentato che l'irraggiamento di un materiale con più impulsi ne diminuisce sensibilmente il valore della soglia per il danneggiamento laser [76, 95, 86, 87, 96, 97]; dunque $LIDT = LIDT(N_p)$ essendo N_p il numero di impulsi ricevuti. Molto probabilmente questo effetto è collegato all'iniezione di difetti (o centri di incubazione) nel materiale a seguito dell'irraggiamento stesso, come descritto nella sezione precedente. Infatti, se i primi impulsi incidono con fluensa minore della LIDT, il materiale non subisce un danneggiamento visibile. Tuttavia, ad ogni impulso successivo, si accumulano nel materiale dei difetti che determinano un incremento dell'assorbimento e tendono a localizzare il rilascio di energia in un'area più limitata, sulla base dei fenomeni fisici descritti nella sezione 3.3.3. Per questo motivo è più facile che localmente vengano raggiunte le condizioni di danneggiamento, e ciò si ripercuote in una diminuzione della LIDT. A seguito di questo processo la soglia di danneggiamento può decrescere fino a raggiungere il valore della fluensa laser incidente: a questo punto il danneggiamento del materiale diventa palese. Pertanto, i difetti assorbenti indotti dall'irraggiamento sono detti *centri di incubazione*, e gli impulsi del primo stadio del processo appena descritto vengono chiamati *impulsi di incubazione* [67]

Alcuni autori [98] hanno suggerito che la diminuzione della LIDT possa essere legata al fatto che nel tempo che intercorre tra due impulsi successivi il substrato irraggiato non riesca a smaltire completamente il calore

assorbito, e che dunque la temperatura media nell'istante che precede l'arrivo dell'impulso sia crescente con il numero di impulsi assorbiti. Questo fatto darebbe giustificazione della diminuzione della LIDT per processi termici anche senza considerare la presenza di centri di incubazione. Tuttavia, è stato anche osservato che in molti casi la diminuzione della LIDT dipende solo dal numero di impulsi e non dalla dinamica temporale con cui gli impulsi sono mandati sul bersaglio. Ad esempio i risultati trovati da Becker *et al.* [76] e da Gorshkov *et al.*[96] per l'irraggiamento di superfici in molibdeno con impulsi ripetuti alla frequenza di 10 Hz sono del tutto sovrapponibili con quanto trovato da Figuera e Thomas [95] per lo stesso materiale irraggiato con impulsi distanziati di 20 s. Questa e altre [87, 99] considerazioni portano a supporre che i centri di incubazione abbiano un ruolo preponderante nel giustificare il calo della fluensa di soglia con il numero degli impulsi.

In letteratura sono stati proposti diversi modelli empirici per descrivere l'andamento della LIDT con N_p . Per materiali dielettrici [99] e semiconduttori [100] sono state trovate correlazioni logaritmiche del tipo:

$$LIDT(N_p) = LIDT(N_p = 0) - c \ln(N_p) \quad (3.14)$$

mentre per substrati metalli (Cu, Ag, Mo, W) [87, 76, 96, 97]

$$LIDT(N_p) = N_p^{-k} LIDT(N_p = 0) \quad (3.15)$$

dove $LIDT(N_p = 0)$ è la fluensa di soglia per singolo impulso (a parità degli altri parametri laser), mentre c e k sono dei coefficienti numerici che dipendono dal materiale e dalle condizioni di irraggiamento, e vengono ricavati dal fit dei dati sperimentali. Si noti infine che molto probabilmente esiste un limite asintotico per la fluensa di soglia al crescere del numero di colpi [99, 100], che può essere indicato dalla notazione $LIDT_\infty$. In taluni casi il valore asintotico è raggiunto già dopo alcune centinaia di colpi [100], mentre in altri casi [87, 96, 97] anche un irraggiamento con 10^5 impulsi non è stato sufficiente a raggiungere la $LIDT_\infty$.

3.4 Fisica del Laser Cleaning

In questa sezione saranno descritti i principali meccanismi che intervengono nel laser cleaning. Va sottolineato ancora una volta che, data la complessità dei fenomeni di interazione tra laser e materia, è possibile analizzare nel dettaglio l'azione di laser cleaning solo ricorrendo a modelli semplificati, ognuno dei quali coglie un particolare aspetto della realtà ed è valido in un intervallo limitato di valori dei parametri di processo. Nella maggior parte dei casi reali la rimozione del contaminante non può essere imputata esclusivamente ad un solo processo, quanto piuttosto alla sovrapposizione dei vari effetti ed alle eventuali interazioni non lineari tra gli stessi. Dopo aver discusso del laser cleaning per effetto dell'ablazione del contaminante (sez. 3.4.1), verranno evidenziati i meccanismi di adesione di particolato alle superfici da trattare (3.4.2) e quindi ci si soffermerà sui meccanismi inerziali che permettono la rimozione non-ablativa di particolato microscopico (sez. 3.4.3); verrà infine accennata la possibilità di rimuovere termomeccanicamente films e particolato macroscopico (sez. 3.4.4). Questo elenco non è in alcun modo esaustivo rispetto all'estrema complessità dei meccanismi fisici che determinano la pulizia laser nè rispetto alla varietà delle tecniche impiegate, una panoramica delle quali può essere trovata in [?] e [101]. Lo scopo di questa trattazione è quello di individuare e descrivere i processi di maggior interesse nella prospettiva di un'applicazione fusionistica, anche alla luce delle ricerche in corso (sez. 3.5) e dei risultati sperimentali ottenuti in questo lavoro (capitoli 4 e 5).

3.4.1 Laser Cleaning per ablazione

La rimozione del contaminante può avvenire attraverso il processo di ablazione laser, descritto nella sezione 3.3.2. Poichè l'ablazione laser è possibile praticamente per qualsiasi materiale, l'unica limitazione al laser cleaning attraverso questo meccanismo è legata alla necessità di non danneggiare il substrato da pulire. In termini di fluensa Φ , fissati gli altri

parametri laser, si può scrivere tale condizione come

$$\Phi_{TA}^{Cont} \leq \Phi < LIDT^{Sub}(N_p) \quad (3.16)$$

Dove Φ_{TA}^{Cont} è la fluensa di soglia per l'ablazione del contaminante, mentre $LIDT^{Sub}(N_p)$ è la fluensa di soglia per il danneggiamento della superficie dopo N_p impulsi. Le condizioni espresse dalla 3.16 sono piuttosto restrittive, generalmente $LIDT^{Sub}$ è qualche decimo della Φ_{TA}^{Sub} [67]: dunque una condizione indicativa per garantire che l'ablazione del contaminante non implichi danneggiamento del substrato potrebbe essere data da:

$$\Phi_{TA}^{Cont} \leq 0.2 \times \Phi_{TA}^{sub} \quad (3.17)$$

Se la natura del substrato e del contaminante rende impossibile il rispetto delle condizioni espresse in precedenza, non è possibile procedere al laser cleaning attraverso l'ablazione del contaminante. La sola strada percorribile è quella di ridurre la fluensa del laser fino a che $\Phi \leq LIDT^{Sub}(N_p)$: nonostante non venga raggiunta l'ablazione del contaminante è possibile la rimozione dello stesso attraverso altri processi, che verranno descritti nelle prossime sezioni. In effetti il laser cleaning non-ablativo -quando applicabile- è preferibile nella maggior parte delle circostanze, in virtù del fatto che è possibile operare a fluense minori, che tutelano maggiormente l'integrità del substrato. Il laser cleaning ablativo rappresenta un' *ultima ratio* che si rende necessaria qualora i processi non-ablativi non siano efficaci: è questo il caso di una contaminazione sotto forma di film adeso o di aggregati nanometrici (si veda 3.4.2); per una contaminazione da particolato micrometrico o macroscopico si sfruttano invece i processi descritti nella prossima sezione.

Un parametro di merito del processo è l' *efficienza di rimozione* $\epsilon_r \equiv \frac{m_r}{m_0}$, definita come il rapporto tra la massa di contaminante rimosso m_r e la massa di contaminante inizialmente presente m_0 .

Si consideri un film omogeneo di contaminante, di spessore h_0 . Fissata l'attenzione su una certa area A_{spot} irraggiata con N_p impulsi, considerando che il singolo impulso rimuove uno spessore di materiale pari a Δh (cfr.

3.6), e supponendo che nel corso dell'irraggiamento le proprietà del film di contaminante non cambino in modo significativo, si ha che:

$$\epsilon_r \approx \frac{\Delta h}{h_0} N_p \propto N_p (\Phi - \Phi_{TA}^{Cont}) \quad (3.18)$$

Dunque l'efficienza di rimozione è in prima approssimazione proporzionale al numero di impulsi impiegati, almeno fin tanto che $N_p \Delta h < h_0$. Tuttavia, come è stato osservato nella sezione 3.3.4, l'effetto dell'irraggiamento multiplo è anche quello di ridurre il valore della fluensa di soglia per il danneggiamento laser, e dunque la scelta del numero di impulsi da utilizzare deve essere ottimizzata tenendo in considerazione entrambi gli aspetti.

Infine, è opportuno sottolineare un aspetto non ancora menzionato, legato all'effetto che l'accoppiamento tra contaminante e substrato può giocare nel determinare la LIDT. La presenza del contaminante ha l'effetto di ridurre la frazione di energia che viene depositata nel substrato; di conseguenza si potrebbe supporre che, a parità di altri parametri, la fluensa di soglia per il danneggiamento risulti più elevata rispetto al caso della superficie non contaminata. In realtà vanno considerati anche altri fenomeni. Spesso il materiale contaminante è un assorbitore più efficiente del substrato sia in termini di riflettività totale ($R_{sub} > R_{cont}$) che di coefficiente di assorbimento ($\alpha_{sub}^{-1} > \alpha_{cont}^{-1}$); quindi l'energia laser è trasferita al sistema substrato-contaminante in un'area molto più concentrata proprio a causa della presenza del contaminante. Il calore assorbito è smaltito in prevalenza per conduzione verso il substrato, e ciò produce in quest'ultimo un campo di temperatura più intenso rispetto alla situazione senza contaminante. Questo effetto va nella direzione di abbassare la LIDT. Va inoltre considerato il fatto che, durante l'ablazione, il materiale vaporizzato viene espulso con una certa energia cinetica; questo si traduce, in virtù della legge di conservazione della quantità di moto, in una sollecitazione per la superficie sottostante. Il risultato potrebbe consistere in alterazioni morfologiche e nell'introduzione di difetti di superficie, che determinano un incremento dell'assorbimento e dunque una riduzione della LIDT. Ad oggi non è stata ancora condotta un'analisi

approfondita di questa tematica, che può giocare un ruolo cruciale nell'ambito delle tecniche di laser cleaning mediante ablazione del contaminante.

3.4.2 Adesione del particolato

Uno degli ambiti dove l'applicazione delle tecniche di laser cleaning ha incontrato più successo è sicuramente legato alla rimozione di particolato microscopico, con dimensioni caratteristiche dalle decine di nm alle decine di μm [102]. In questa scala di dimensioni, il particolato può aderire al substrato con forze molto intense, difficili da vincere con tecniche di pulizia tradizionali [101]. I principali contributi alla forza di adesione complessiva F_a sono dati dalle forze di Van der Waals F_w , dalle forze di capillarità F_c e dalla forza elettrostatica coulombiana F_e [67, 103, 104]. Le forze elettrostatiche sono potenzialmente molto intense, dal momento che si originano dall'interazione coulombiana diretta tra la carica elettrostatica accumulata sulla particella di contaminante e la carica elettrica distribuita sulla superficie. Affinchè F_e sia rilevante, è quindi necessario che esista della carica elettrostatica sugli elementi da trattare: questa caratteristica si riscontra nel caso di materiali isolanti (dielettrici), mentre è meno probabile per metalli e semiconduttori [105], ai quali si limita questo lavoro. Nel seguito si supporrà dunque che $F_e = 0$. Analogamente saranno trascurate anche le forze di capillarità ($F_c = 0$), che sono importanti soprattutto nel caso di *wet laser cleaning* [106]. Per stimare la forza di adesione dovuta all'interazione di Van der Waals si può ricorrere alla teoria di Hamaker [107], che descrive la particella in termini di una sfera deformata in seguito all'azione della forza di adesione:

$$F_a = \frac{AR}{6h^2\pi^2} + \frac{Aa^2}{6h^3\pi^2} \quad (3.19)$$

dove R è il raggio medio della particella, h la *distanza di Lennard-Jones* ($h \approx 0.4\text{nm}$), a il raggio di contatto tra la particella deformata e la superficie. A indica la costante di Hamaker, un parametro di accoppiamento che dipende dalla natura di particella e superficie.

Applicando i risultati trovati da Derjaguin *et al.* [108] (modello Derjaguin-MullerToporov o DMT) si può stimare il valore del raggio di contatto e quindi, note le proprietà meccaniche della particella, risalire al parametro di deformazione a riposo δ_0 :

$$\delta_0 = \frac{1}{8} \sqrt[3]{\frac{9R\langle\hbar\omega\rangle^2}{2h^4\pi^2 E^2}} \quad (3.20)$$

E indica il modulo di Young del materiale costituente la particella, mentre $\langle\hbar\omega\rangle$ è legato alla costante di Hamaker dalla relazione $3A = 4\pi\langle\hbar\omega\rangle$. Nota la deformazione a riposo δ_0 il modello DMT consente di stimare l'energia potenziale W_{def} associata alla deformazione e la forza elastica F_{def} che ne deriva.

$$W_{def} = \frac{8}{15} E \sqrt{R\delta_0^5} \quad (3.21)$$

$$F_{def} = \frac{4}{3} E \sqrt{R\delta_0^3} \quad (3.22)$$

3.4.3 Laser Cleaning di particolato microscopico

In questa sezione saranno descritti i meccanismi che portano alla rimozione non ablativa di particolato microscopico da una superficie. Ai fini di questa trattazione il particolato è considerato microscopico se è di dimensioni molto inferiori allo spot laser, e se il gradiente di temperatura al suo interno è trascurabile. Ovvero se, indicata con d una dimensione caratteristica della particella, vale che:

$$d \ll \min(l_T, S_{laser}) \quad (3.23)$$

con l_T che, al solito, denota la lunghezza caratteristica di conduzione del calore, e S_{laser} che rappresenta la lunghezza caratteristica di variazione spaziale del profilo trasversale di intensità del laser. Le ipotesi formulate dalla 3.23 si traducono nel fatto che a seguito dell'irraggiamento la particella si porta ad una temperatura omogenea T . La condizione di regime non

ablattivo è allora espressa da $T \ll T_m$, dove T_m è la temperatura di fusione del materiale contaminante. In queste condizioni il sistema fisico può essere descritto da un problema monodimensionale in cui l'unica dimensione rilevante è la quota z , misurata sulla perpendicolare rispetto alla superficie. Indicando con $\delta(t)$ la deformazione complessiva della particella al tempo t , si può scrivere che:

$$\delta(t) = \delta_0 + z_s(t) + R\alpha_T^{part}T - f(t) \quad (3.24)$$

$z_s(t)$ è il contributo legato alla variazione di quota dell'interfaccia superficiale, α_T^{part} è il coefficiente di dilatazione termica della particella, $f(t)$ lo spostamento del centro di massa della particella dovuto alle forze di richiamo F_{def} , e δ_0 il parametro di deformazione a riposo definito in precedenza.

La deformazione complessiva e il moto del centro di massa $f(t)$ sono legati dalla II equazione della dinamica:

$$m_p \frac{d^2 f(t)}{d t^2} = \frac{4}{3} E \sqrt{R} \left(\delta^{3/2}(t) - \delta_0^{3/2} \right) \quad (3.25)$$

Allora, moltiplicando la 3.24 per la massa m_p della particella e derivando due volte rispetto al tempo si ottiene l'equazione differenziale ordinaria non lineare e non omogenea:

$$m_p \frac{d^2 \delta(t)}{d t^2} = m_p \left(\frac{d^2 z_s(t)}{d t^2} + \frac{d^2 (R\alpha_T^{part})T(t)}{d t^2} \right) - \frac{4E}{3} \sqrt{R} \left(\delta^{3/2}(t) - \delta_0^{3/2} \right) \quad (3.26)$$

La prima parentesi al secondo membro nella (3.26) racchiude i termini legati alle forze di inerzia per le dilatazioni termiche, mentre l'ultimo contributo descrive il fatto che la paricella si comporta come un oscillatore secondo il modello DMT. La frequenza di ocillazione caratteristica della particella, ω_c , dipende da molti fattori (m_p, A, E, h, \dots) ma può essere stimata nell'ordine del ns per particelle di dimensioni submicromeriche [109]. Introdotto il coefficiente di poisson per il substrato ν , la variazione di quota della superficie si ottiene come:

$$z_s = 2(1 + \nu)\alpha^{sub}_T \int T(z, t) dz \quad (3.27)$$

Quindi, una volta noto il campo di temperatura, sono noti tutti i termini forzanti nell' EDO, che può essere integrata per via numerica. Si noti che sotto queste ipotesi l'effetto del laser è puramente termico, limitato alla variazione spaziale e temporale del campo di temperatura nel sistema. I parametri laser ottimali per effettuare laser cleaning non ablativo sono quindi da determinarsi valutando la dinamica temporale dell'impulso e l'accoppiamento ottico tra il laser e i materiali coinvolti.

Le condizioni necessarie affinché la particella si distacchi possono essere espresse in termini di forza o di energia [112]; nel primo caso si ha che

$$\left| m_p \frac{d^2 \delta(t)}{d t^2} \right| > F_{adh} \quad (3.28)$$

mentre nel secondo

$$m_p \left(\frac{d \delta(t)}{d t} \right)^2 > W_{def} \quad (3.29)$$

Detto τ un tempo caratteristico di variazione dell'impulso laser, se $\tau^{-1} \ll \omega_c$ la risposta della particella in quanto oscillatore armonico è inefficiente. In queste condizioni $f(t) \ll \delta(t)$, dunque la dinamica di deformazione della particella è dominata dai termini di dilatazione termica: questo regime è detto *quasi-statico*, perchè $\delta(t)$ segue direttamente l'evoluzione del campo di temperatura $T(t)$. La condizione di distacco in regime quasi-statico è data allora da:

$$F_i \cong m_p \left| \frac{d^2 z_s(t)}{d t^2} + \frac{d^2 (R \alpha_T^{part}) T(t)}{d t^2} \right| > F_{adh} \quad (3.30)$$

questa equazione è diretta espressione del fatto che il distacco avviene grazie alle forze di inerzia F_i , cioè grazie all'accelerazione legata alla dilatazione termica di substrato e particella [109, 67]. Poichè $F_i \propto m_p \propto R^3$ mentre $F_a \approx \frac{AR}{6h^2\pi^2} \propto R$, si ha che la rimozione diviene sempre più difficoltosa al diminuire

delle dimensioni medie del particolato. Detta Φ_R la fluensa necessaria alla rimozione del particolato si ha che $\Phi_R \propto R^2$.

La situazione può essere significativamente differente se $\tau^{-1} \approx \omega_c$. In tal caso il contributo predominante al moto della particella è legato alla dinamica dell'oscillatore equivalente. Infatti, forzando l'oscillatore con una dinamica temporale prossima alla frequenza caratteristica, le oscillazioni possono essere fortemente eccitate per fenomeni di risonanza, e la descrizione del sistema si fa più complicata. Si noti che τ non è esclusivamente legato alla durata dell'impulso: da un'analisi in frequenza della (3.26) si evince che τ^{-1} ha il significato di una frequenza caratteristica nella trasformata di Fourier temporale della forzante. Questa osservazione è stata confermata sperimentalmente [110], verificando che un impulso 'lungo' ($\tau_P^{-1} \ll \omega_c$) ma con un fronte di salita rapido (con tempo caratteristico τ_l) può eccitare oscillazioni risonanti se $\tau_l^{-1} \approx \omega_c$.

Il parametro di merito generalmente adottato per valutare l'efficacia del processo di rimozione del particolato è indicato come PRE, dall'inglese *particle removal efficiency*. Denotando con η la probabilità media di rimuovere una particella a seguito di un impulso nelle condizioni operative adottate, si ha che la PRE in funzione dal numero di impulsi N_p è data da [67]:

$$PRE \approx 1 - (1 - \eta)^{N_p} \quad (3.31)$$

Data la dipendenza funzionale del parametro PRE da N_p , il laser cleaning non ablativo di particolato è generalmente condotto con un numero di impulsi compreso tra 1 e 10 [67, 111]; un numero di impulsi maggiore aumenterebbe la probabilità di danneggiamento del substrato (cfr. sez 3.3.4) senza incrementare significativamente l'efficienza di rimozione.

3.4.4 Rimozione termomeccanica di particolato macroscopico e films

Le assunzioni alla base del modello monodimensionale vengono meno quando si considera del particolato con dimensioni confrontabili alle dimensioni di macchia del laser. In tal caso la particella non è più sollecitata termicamente in maniera uniforme, e risulta impossibile sviluppare un modello analitico del moto della stessa. E' comunque possibile effettuare alcune considerazioni qualitative sulla base di quanto ricavato nella sezione precedente, dove è stato osservato che il distacco della particella avviene quando le forze di inerzia legate alla dilatazione termica superano la forza di adesione. Riferendosi alla figura 3.1, è possibile sviluppare alcune considerazioni qualitative. La forza d'inerzia F_i , legata all'espansione della sola massa m ove si localizza l'assorbimento, è comunque proporzionale all'intera massa che viene spostata. Il processo risulta pertanto più efficiente nel caso in cui il punto caldo si venga a trovare in prossimità della zona di contatto tra la particella e la superficie, poichè viene movimentata l'intera massa M della particella. Nel caso del laser cleaning di specchi è ovviamente impossibile irraggiare da sotto la superficie; è stato comunque osservato [53] che incidendo ad angolo radente si ha una rimozione più efficiente rispetto all'irraggiamento frontale. Se l'incremento di temperatura dovuto all'assorbimento è sufficientemente elevato può portare alla vaporizzazione localizzata di una frazione della particella di contaminante. La rapida eiezione del materiale ablato produce delle onde di shock acustiche che possono far sì che la particella letteralmente 'rimabli via' (*bounce-off*) dalla superficie [61].

Nel caso in cui sulla superficie da pulire si trovi adeso un film di estensione macroscopica, si può indurre il distacco dello stesso sfruttando gli sforzi termoelastici che si instaurano nel film a causa del fatto che l'espansione termica della zona scaldata dal laser risulta impedita dalle regioni a temperatura inferiore[53]. Si noti come tali sforzi siano di natura compressiva sulla zona illuminata dal laser, e che portino dunque all'imbozzamento del film stesso (*buckling*). Questo processo risulta tanto più probabile

quanto minore è la conducibilità termica del film, poiché l'intensità dello sforzo compressivo dipende dal gradiente del campo di temperatura. Per ottenere una rimozione efficiente spesso si sottopone il film a cicli ripetuti di espansione/contrazione termica [112], in modo da sfruttare la diminuzione della resistenza ai carichi termici dovuta agli effetti di fatica (*ratchetting*).

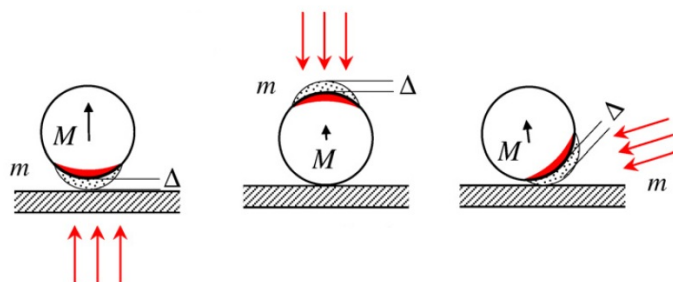


Figura 3.1: Irraggiamento di una particella macroscopica. In rosso la massa m con il maggiore assorbimento, che si espande termicamente nella regione tratteggiata. Adattato da [53]

3.5 Laser Cleaning per la fusione termonucleare controllata

Lo scopo di questa sezione è quello di riassumere alcuni dei risultati più importanti ottenuti per il laser cleaning in ambito fusionistico.

3.5.1 Laser Cleaning di componenti di prima parete in macchine a confinamento magnetico

La prima applicazione delle metodologie di laser cleaning al settore della fusione a confinamento magnetico è stata proposta per contrastare la ritenzione di trizio nei materiali di prima parete [113, 114, 115]. L'irraggiamento laser di componenti entrati in contatto con il combustibile nucleare può indurre il desorbimento delle specie adsorbite (cfr. sez. 3.3.3), tra le quali sono abbondanti gli isotopi dell'idrogeno. Inoltre, come osservato

nella sez. 2.3.1, la presenza di dust determina un notevole incremento nella ritenzione di trizio, e dunque la rimozione laser del particolato giova sicuramente anche sotto questo aspetto.

Presso il tokamak Tore Supra (CEA di Cadarache, Francia) e il CEA di Saclay (Francia) sono state condotte approfondite ricerche [116, 117, 118] circa la possibilità di utilizzare l'ablazione laser per rimuovere lo strato di contaminante che viene ridepositato in diverse zone del tokamak. La prima parete di Tore Supra è rivestita di piastrelle di CFC, l'inquinamento del plasma da parte degli atomi di carbonio erosi provoca la formazione di depositi carboniosi sulle piastrelle spessi anche diversi μm [116]. Dal momento che le funzioni espletate dalla piastrella non sono compromesse dai fenomeni che avvengono a causa dell'irraggiamento con Φ minore della soglia di ablazione Φ_{TA} (3.3.3), si può ritenere che per il componente in questione $LIDT = \Phi_{TA}$. Poiché si è osservato che la fluenza di soglia per l'ablazione del contaminante si colloca intorno a 0.5 J/cm^2 , mentre la fluenza di soglia per l'ablazione del contaminante è di circa 4.5 J/cm^2 , è stato progettato un sistema di cleaning per ablazione con fluenza appena inferiore alla Φ_{TA} della piastrella. Il laser utilizzato è un laser a ytterbio ($\lambda = 1064 \text{ nm}$, $\tau_P = 200 \text{ ns}$, Repetition Rate = 20 kHz). In figura 3.2 è mostrato il prototipo robotizzato realizzato per effettuare il laser cleaning degli elementi di prima parete in Tore Supra: il dispositivo è completamente remotizzato, progettato per operare senza rompere il condizionamento dell'atmosfera nel tokamak, ed equipaggiato con un sistema per la cattura del materiale ablatato e l'analisi *on-line* dello stesso attraverso la tecnica spettroscopica LIBS (*Laser Induced Breakdown Spectroscopy*). In figura 3.3 è mostrato un esempio dei risultati prodotti in seguito alla pulizia.

Un'altra questione di grande interesse per l'impiego del laser cleaning in reattore è legata alla pulizia delle finestre ottiche. Si tratta di componenti di primaria importanza (vedi sez. 2.1): la degradazione delle proprietà di trasmittanza della finestra a seguito della deposizione di un film di contaminante sulla superficie rivolta verso il plasma può essere fatale per il corretto funzionamento dei sistemi diagnostici. L'impiego delle tecniche



Figura 3.2: Prototipo del sistema remotizzato LASK (Laser Ablation System Kit) nel tokamak Tore Supra. [117]

di laser cleaning in questo ambito ha fornito risultati molto promettenti [119, 120, 121]. Il vantaggio principale nell'impiego del laser cleaning per la pulizia delle finestre è dato dal fatto che questo tipo di componenti sono progettati per essere fortemente refrattari all'assorbimento ottico in una determinata regione spettrale. Di conseguenza la LIDT della finestra per la radiazione laser in questo intervallo di frequenze può essere significativamente più alta [122] della soglia di ablazione del contaminante. Ciò permette di ottenere una rimozione di quest'ultimo attraverso l'ablazione laser, senza al contempo danneggiare la finestra. In figura 3.4 è evidenziato il recupero di trasmittanza ottenuto da Zhou *et. al* [121] per una finestra in quarzo esposta a 1800 scariche del plasma del tokamak HL-2A (Rep. Popolare Cinese). Il deposito sulla finestra appariva nella forma di film compatto, con uno spessore di circa $4\mu\text{m}$, la cui composizione elementare rispecchiava la natura degli elementi presenti nella prima parete (principalmente C, Cu, Zn). La pulizia è stata condotta con un laser a Nd:YAG ($\lambda = 1064\text{ nm}$,

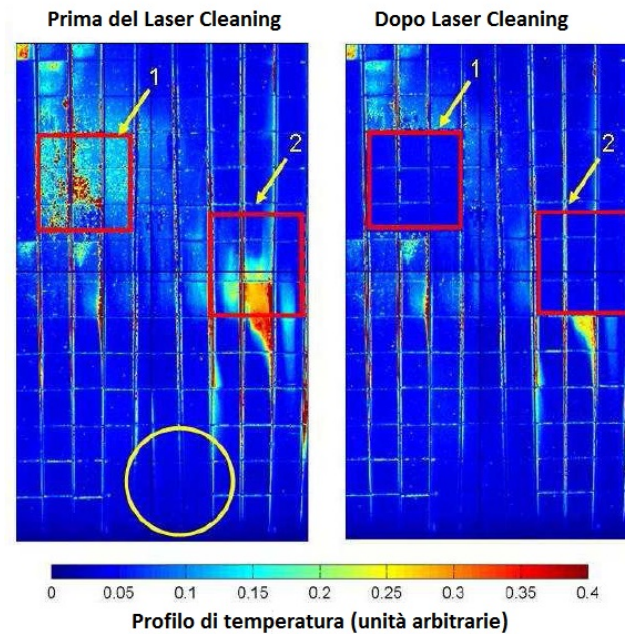


Figura 3.3: Mappatura termica dell'elemento di prima parete prima e dopo il trattamento. Le zone più calde (rosso) evidenziano la presenza di contaminante, che ha proprietà di scambio termico molto peggiori rispetto ai CFC. Le zone irraggiate sono evidenziate dalle frecce, mentre nel cerchio è mostrata una porzione di materiale vergine. Adattato da [117]

$\tau_P = 10\text{ns}$), utilizzando un singolo colpo per ogni posizione, con una fluena variabile da 50 a 5640 mJ/cm^2 . Nell'intervallo di fluene considerato non è stato osservato alcun danneggiamento della finestra. In Italia, presso il Consorzio RFX di Padova, Alfier *et. al* hanno sviluppato un sistema avanzato per il laser cleaning delle finestre ottiche del tokamak RFX-mod [119, 120]. Attraverso un sistema ottico è possibile convogliare su una fibra ottica l'impulso prodotto da un laser Nd:YAG ($\lambda = 1064\text{ nm}$, τ_P variabile tra 5 e 12 ns), e quindi dirigerlo sul sito da pulire. I risultati ottenuti per la pulizia di due finestre in SiO_2 concordano con quanto osservato da Zhou [121]: è stato possibile recuperare fino al 95% della trasmittanza originale con un singolo colpo alla fluena di $800\text{mJ}/\text{cm}^2$. Sfruttando questa tecnica è attualmente in fase di progettazione un sistema integrato di irraggiamento e movimentazione, che possa consentire il laser cleaning *in situ* delle ottiche

considerate. Gli sviluppatori del progetto stimano che sarà possibile pulire la finestra più estesa di RFX-mod nel giro di una ventina di minuti [120].

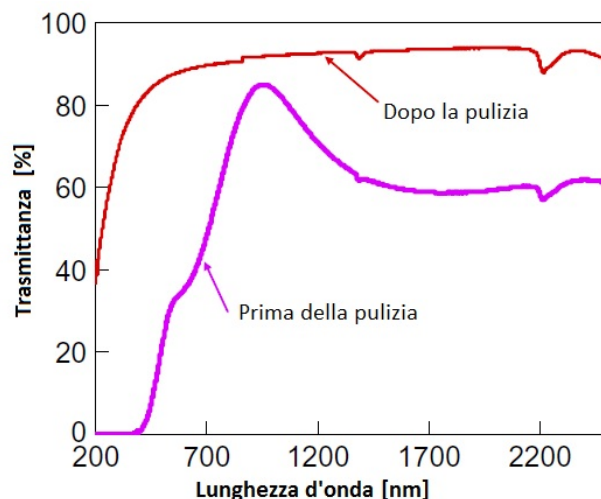


Figura 3.4: Evoluzione della trasmittanza di una finestra in quarzo prima e dopo il laser cleaning. Adattato da [121]

3.5.2 Laser Cleaning di specchi per diagnostiche di Plasma

A fronte di questi primi incoraggianti risultati nel trattamento laser degli elementi di prima parete e delle finestre ottiche, la possibilità di applicare con successo le tecniche di laser cleaning ai *First Mirrors* appare più incerta e complessa. La difficoltà principale che si riscontra nella pulizia degli specchi è legata alle specifiche prestazioni che questi componenti devono garantire. Infatti, affinché la riflettività speculare sia alta, la morfologia superficiale deve risultare quanto più possibile esente da difetti, anche microscopici. Anche trascurando la frazione di radiazione assorbita dal difetto, dalla formula di Bennet (2.1) si può avere una stima della dimensione d del difetto tale per cui si possano trascurare gli effetti di quest'ultimo sulla riflettività speculare della superficie: $d \ll \lambda$, con λ che indica la lunghezza d'onda della radiazione che deve essere riflessa. Poiché gli specchi in ITER dovranno

lavorare principalmente con lunghezze d'onda fino al vicino UV [26], sono da evitare difetti morfologici con $d > 100$ nm. In termini operativi, la maggior sensibilità alle alterazioni morfologiche determina, per gli specchi, una LIDT più bassa e dunque un vincolo più stringente sulla fluensa e sul numero di impulsi che è possibile impiegare per la pulizia.

Sono state condotte diverse campagne sperimentali per valutare la bontà del laser cleaning nella pulizia dei FMs. Nel 2005 sono stati alloggiati nella camera di JET 26 specchi di acciaio inossidabile e molibdeno policristallino al fine di testare l'efficienza del laser cleaning su componenti ottici esposti in un ambiente simile a quello atteso in ITER; per una descrizione completa degli esperimenti si veda [59, 58]. Al termine della campagna sperimentale 2005-2007 sono stati selezionati 10 di questi specchi, che presentavano un deposito adeso sotto forma di film compatto, di spessore variabile dalle decine di nanometri a qualche micron. Le indagini sulla composizione del deposito hanno evidenziato la presenza preponderante di berillio e carbonio, in un rapporto variabile da $\frac{Be}{C} = 0$ a $\frac{Be}{C} = 0.97$. I campioni selezionati sono stati quindi irraggiati con sistema laser sviluppato al CEA di Saclay per la pulizia degli elementi di prima parete nel tokamak Tore Supra, che è stato descritto in precedenza. Per ovviare al problema del danneggiamento del substrato era stata precedentemente stimata, da prove sperimentali, la LIDT con il medesimo sistema laser, nelle condizioni a singolo impulso e a più impulsi, per lo SS e il Mo, pari a 6.46 J/cm^2 e 3.1 J/cm^2 , 2.26 J/cm^2 e 1.36 J/cm^2 rispettivamente. Nonostante questo accorgimento è stato osservato che a seguito dell'irraggiamento tutti i campioni presentavano un danneggiamento più o meno marcato, a volte visibile anche a occhio nudo; le analisi al microscopio elettronico hanno confermato questa osservazione. In tutti i campioni è risultato possibile ablare lo strato di contaminante fino a ridurlo ad uno spessore di pochi nanometri: oltre questo limite non è stato possibile rimuovere altro materiale, nemmeno con impulsi ripetuti. Anche il rapporto $\frac{Be}{C}$ è stato alterato in seguito all'irraggiamento, come mostrato in figura 3.5. La figura 3.6 mostra il calo di riflettività dovuto alla presenza del deposito e il recupero ottenuto grazie al laser cleaning per gli specchi in Mo e SS,

con un singolo colpo, operando alla fluena di 5.83 J/cm^2 e 2.5 J/cm^2 rispettivamente. Si noti che il grafico indica la riflettività totale, mentre per valutare l'efficienza di uno specchio il parametro più critico è la riflettività speculare; probabilmente un'analisi della riflettività speculare evidenzerebbe un recupero meno efficace a causa del danneggiamento della superficie dello specchio.

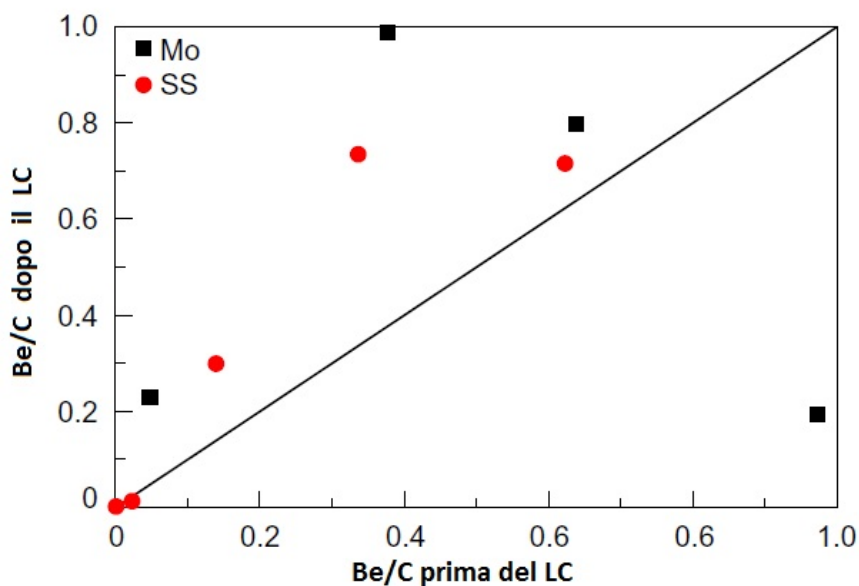


Figura 3.5: Rapporto Be su C prima e dopo l'irraggiamento.[59]

Nel corso del 2010 uno specchio in Mo policristallino è stato esposto al plasma del tokamak HL-2A [60]. Su di esso è stato rinvenuto un deposito dello spessore medio di un micron, composto principalmente di C, Fe, e idrocarburi. È stata effettuata una prova di laser cleaning con un laser Nd:YAG ($\lambda = 1064 \text{ nm}$, $\tau_P = 10 \text{ ns}$) con una fluena di 0.645 J/cm^2 , con 10 colpi per posizione. L'andamento della riflettività spettrale è mostrato in figura 3.7. Il mancato recupero della riflettività nella regione del visibile e dell'UV è stato imputato alla rideposizione del materiale ablatato ed alla presenza di perturbazioni nella morfologia della superficie.

Accanto ai test condotti su specchi appositamente esposti al plasma delle diverse macchine sperimentali, Vatry *et al.* [61, 62, 63, 64], a partire dal

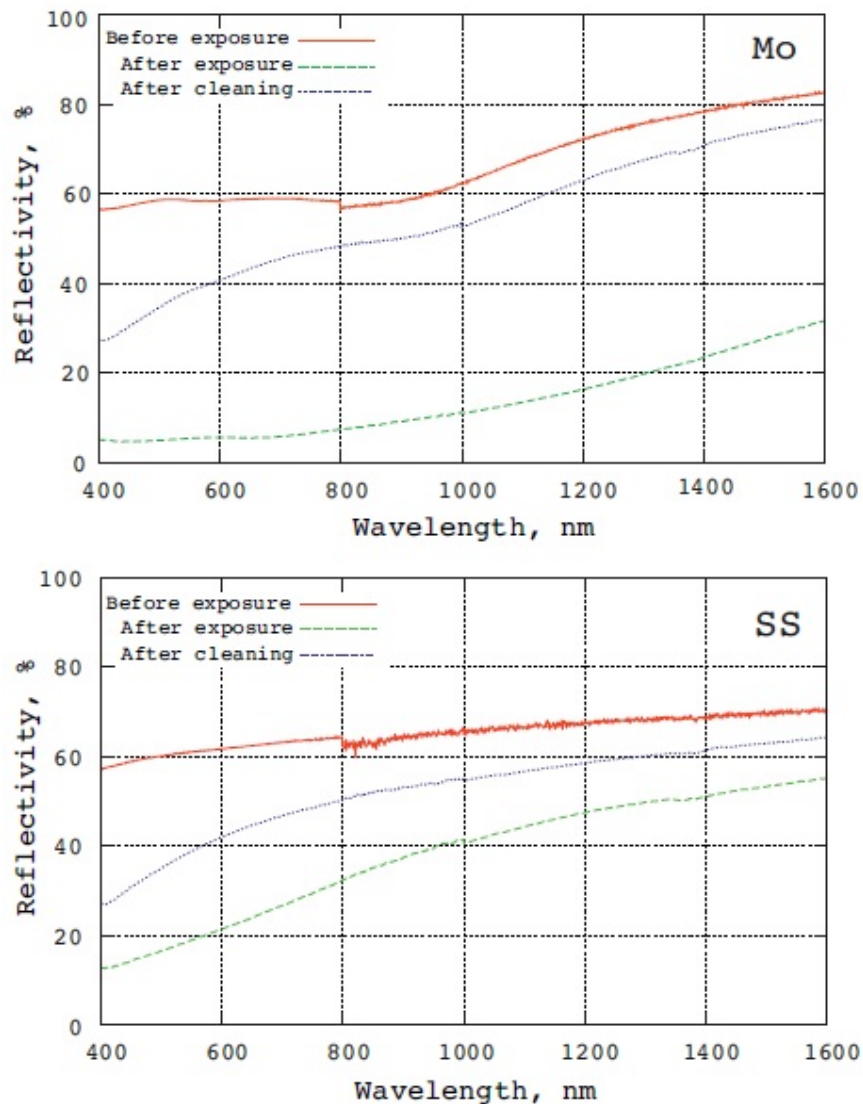


Figura 3.6: Spettro di riflettività per specchi in Mo e SS. La curva in alto si riferisce allo specchio prima dell'esposizione al plasma, la curva in basso allo specchio dopo l'esposizione, quella intermedia allo specchio dopo il laser cleaning [58]

2009, hanno sviluppato una linea di ricerca che prevede la produzione in laboratorio di diverse tipologie di particolato, disperse su varie superfici per simulare l'effetto della contaminazione tipica di un tokamak reale. Valutando l'efficienza del laser cleaning nelle diverse situazioni in funzione dei parametri di plasma è stato possibile formulare alcune ipotesi circa i meccanismi di

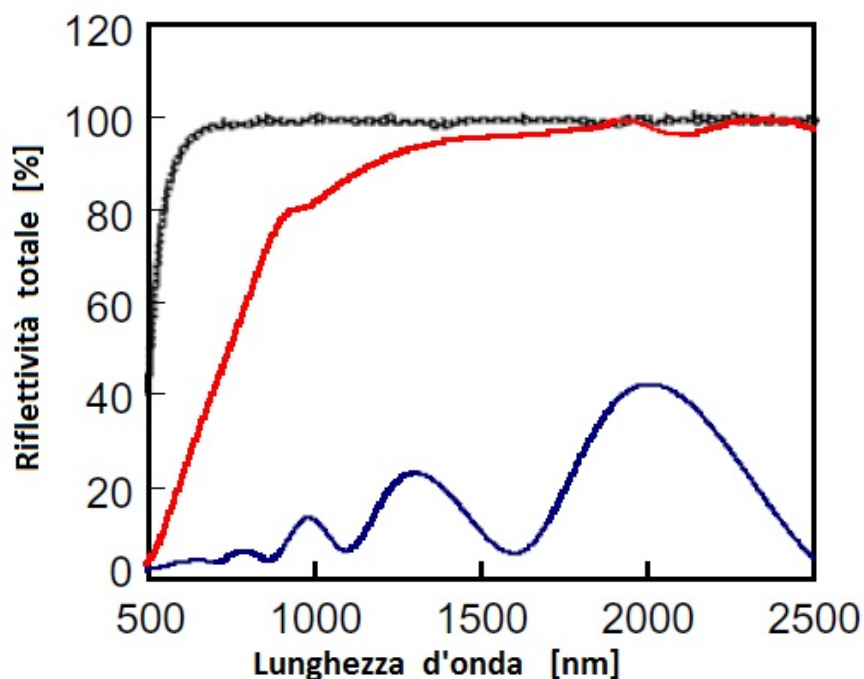


Figura 3.7: Spettro di riflettività per uno specchio in Mo nuovo (nero), dopo l'esposizione al plasma (rosso), dopo il laser cleaning (blu). Adattato da [60]

rimozione attivati. In questi esperimenti sono state prodotte particelle di carbonio e di tungsteno. Le particelle di carbonio hanno un diametro medio dell'ordine degli 800 nm: alcune presentano una morfologia *cauliflower-like*, confrontabile con il dust carbonioso raccolto in reattore; altre sembrano sfere più compatte [61]. Le particelle di tungsteno sono costituite da *droplets* metallici con diametro medio intorno ai 5 micron o da 'aggregati' di natura molto varia e non precisamente definita. Entrambe le tipologie di particolato sono prodotte attraverso l'ablazione laser di un opportuno target; le particelle sono state raccolte nel corso dell'ablazione ponendo la superficie da contaminare direttamente sotto il target, orientata perpendicolarmente rispetto a quest'ultimo. Le superfici utilizzate sono SiO_2 , wafer di Si (1 1 1) e una superficie lisciata di W. In una prima analisi è stata valutata l'efficienza di rimozione (PRE, si veda sez. 3.4.3) in funzione della fluensa laser per diversi possibili accoppiamenti tra contaminante e substrato. Il laser

impiegato è un laser a XeCl ($\lambda = 308\text{nm}$, $\tau_P \approx 50\text{ns}$), gli esperimenti sono stati condotti in aria ambiente con l'impiego di 5 colpi per ogni posizione considerata. I risultati sono mostrati nei grafici in figura 3.8: si osserva che la rimozione del particolato in C è molto più efficace rispetto ai droplet di W; inoltre, impiegando il substrato in W, la PRE risulta penalizzata rispetto alle configurazioni con substrato in Si o SiO_2 . E' stato inoltre constatato che il contaminante carbonioso viene vaporizzato, e pertanto la rimozione avviene mediante ablazione laser. Di contro, i droplet di W eiettati sono stati trovati praticamente intatti, segno che per questi oggetti l'ablazione laser non è il meccanismo di asportazione dominante.

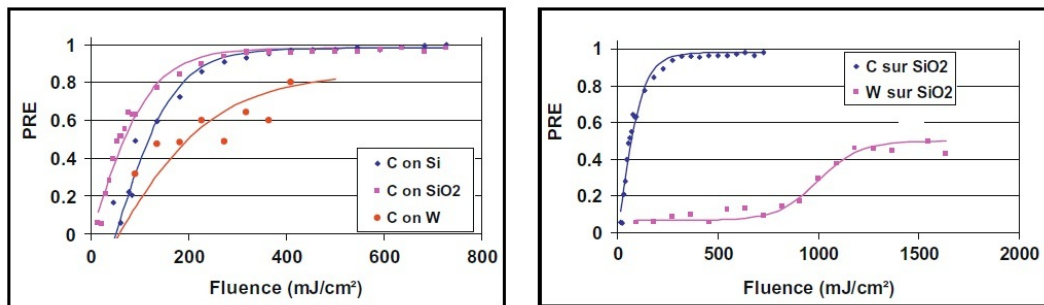


Figura 3.8: (a) PRE di particolato di C su vari substrati, e (b) PRE di C e W su SiO_2 [63]

Una possibile interpretazione per la rimozione del W è stata ricercata variando i parametri laser su un'ampia finestra di possibilità [64]. E' stata analizzata l'efficienza di rimozione dei droplets da una superficie in Si utilizzando diverse sorgenti laser: un laser Nd:YAG operante alla lunghezza d'onda fondamentale ($\lambda = 1064\text{ nm}$) e con una durata dell'impulso $\tau_p = 50\text{ps}$, un laser Nd:YAG ($\tau_p = 4\text{ns}$) moltiplicato in frequenza ($\lambda = 1064, 532, 355, 266\text{ nm}$), e un laser a ytterbio con $\lambda = 1025\text{ nm}$ e $\tau_p = 450\text{fs}$. Dalla figura 3.9 **a)** si nota come la rimozione diventi più efficiente al diminuire della lunghezza d'onda, mentre in figura 3.9 **b)** è mostrata la dipendenza dalla durata dell'impulso: impulsi più brevi consentono, a parità di fluenza, una rimozione più efficace. In base a queste osservazioni gli autori suggeriscono che il

laser cleaning del particolato metallico possa avvenire attraverso l'effetto fotoelettrico: la fotoionizzazione della particella e dell'atmosfera circostante sarebbe tale da produrre una forza elettrostatica in grado di vincere la forza di adesione [64]. Questa ipotesi, comunque, manca ancora di una conferma diretta.

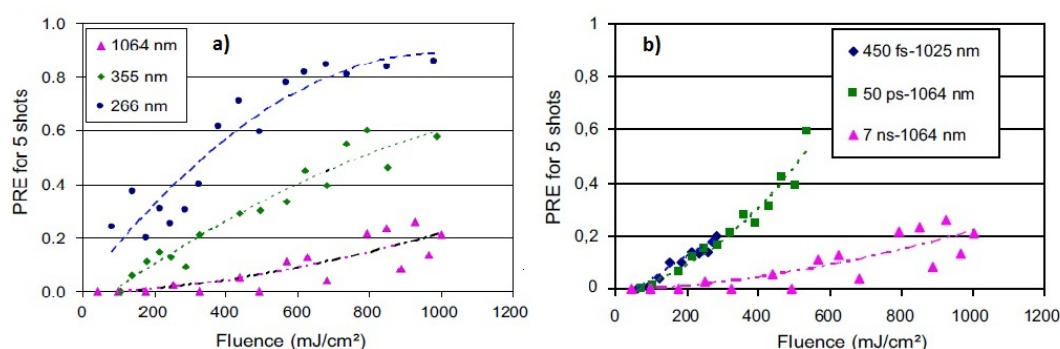


Figura 3.9: Efficienza di rimozione per droplets di W su Si, con 5 impulsi, al variare dei parametri laser. (a) PRE vs Fluenza al variare di λ e (b) PRE vs Fluenza per diversi laser. Adattato da [64]

Sulla base delle considerazioni evidenziate in questa sezione, emerge la necessità di condurre ulteriori prove sperimentali, necessarie a comprendere meglio la fisica del processo di laser cleaning e ad identificare un intervallo di condizioni laser che preservino l'integrità delle superfici trattate. Le indagini sperimentali finora condotte sono state basate su due diverse strategie. Una prima possibilità consiste nell'irraggiare dei depositi di contaminante che provengano effettivamente da un tokamak. In questo caso l'esperimento è svolto in condizioni sicuramente molto rilevanti in vista dell'obiettivo finale della ricerca; tuttavia non si ha il controllo diretto sulla composizione del contaminante, e pertanto viene meno la facoltà di analizzare esplicitamente l'effetto che una variazione delle caratteristiche del contaminante ha sulla fisica del processo di cleaning. Inoltre, le possibilità di condurre indagini sperimentali di questo tipo sono limitate dalla scarsa disponibilità di campioni provenienti da macchine tokamak. L'altra opzione

è rappresentata dalla possibilità di produrre in laboratorio il contaminante: questo approccio permette un grado di libertà aggiuntivo per quanto riguarda la selezione materiali. L'approccio proposto in questo lavoro di tesi rientra nell'ultima categoria menzionata: avvalendosi delle potenzialità del sistema laser in uso presso il Laboratorio Materiali Micro- e Nanostrutturati, si è cercato di sfruttare al meglio la sinergia possibile offerta dall'uso di una stessa strumentazione per realizzare i substrati, depositare il contaminante e studiare il laser cleaning dei campioni prodotti.

Capitolo 4

Procedure sperimentali e prove di danneggiamento

4.1 Sommario dell'attività sperimentale

In questa sezione verrà presentato un sommario dell'attività sperimentale svolta durante questo lavoro di tesi, che rappresenta il primo approccio del Laboratorio Materiali Micro- e Nanostrutturati al problema della pulizia dei FMs attraverso le tecniche di laser cleaning. Il problema in esame verrà affrontato secondo un approccio *integrato*, che, avvalendosi delle potenzialità del sistema laser in uso presso il Laboratorio, consente di studiare diversi aspetti legati alla tematica avvalendosi di un'unica strumentazione. Infatti, grazie alla tecnica PLD (descritta in sez. 4.2.3 e più in dettaglio in appendice A), è possibile produrre dei depositi volti a riprodurre, per composizione e morfologia, le caratteristiche del contaminante che si rideposita sugli specchi diagnostici, pregiudicandone le funzionalità. Inoltre, con la tecnica PLD è possibile realizzare dei film di rodio: dal momento che sono allo studio diverse soluzioni per la realizzazione dei *first mirrors* che impiegano questi elementi, la possibilità di condurre delle prove di laser cleaning su film di Rh risulta particolarmente interessante nella prospettiva di applicare questa tecnica in ambito fusionistico. Lo stesso sistema laser può quindi essere utilizzato

anche per determinare le condizioni di danneggiamento laser dei substrati considerati, e successivamente per condurre le prove di laser cleaning dei depositi di contaminante prodotti. In questo capitolo verrà innanzitutto presentata la strumentazione impiegata (sez. 4.2.1), successivamente saranno descritte le procedure sperimentali adottate per l'irraggiamento dei campioni (4.2.3). Nella sezione 4.3 verranno descritte le prove di danneggiamento condotte sui substrati di Si, che, insieme ad un'analisi del ruolo rivestito dall'atmosfera di irraggiamento 4.3.3, hanno permesso di giungere alla definizione di una routine sperimentale per lo svolgimento delle successive prove di laser cleaning. Infine, nella sezione 4.4, si discuteranno le prove di irraggiamento condotte su varie tipologie di film di rodio, distinte per spessore e struttura microscopica, sia in termini di condizioni di danneggiamento (sez. 4.4.1) che sotto un profilo più generale (sez. 4.4.2).

Nel capitolo 5, invece, verranno descritte le ragioni che hanno portato alla scelta delle tipologie di contaminati da produrre (sez. 5.1) e le procedure di deposizione adottate (sez. 5.2). Infine, i risultati del laser cleaning delle contaminazioni su Si e Rh saranno presentati nelle sezioni 5.3 e 5.4 rispettivamente.

La caratterizzazione dei vari campioni irraggiati è avvenuta principalmente mediante ispezione visiva, in alcuni casi è stato inoltre possibile avvalersi di indagini strumentali condotte attraverso la microscopia elettronica a scansione (SEM), tale tecnica è descritta in Appendice B.

4.2 Descrizione del sistema e delle procedure adottate

4.2.1 Apparato sperimentale

L'apparato sperimentale utilizzato per produrre i campioni e condurre le prove di danneggiamento e laser cleaning consta dei seguenti componenti:

Laser Il laser utilizzato in questo lavoro è un Continuum Powerline II 8010, che sfrutta come mezzo attivo un cristallo Nd:YAG (granato di ittrio e alluminio drogato con neodimio) pompato otticamente attraverso delle lampade. La lunghezza d'onda della luce emessa è pari a 1064 nm, cioè nella regione del vicino IR. E' possibile raddoppiare ($\lambda = 532$ nm) triplicare ($\lambda = 355$ nm) o quadruplicare ($\lambda = 266$ nm) la frequenza grazie a due cristalli non lineari posti in cascata. Il laser funziona in modalità pulsata 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; a quel punto il commutatore si apre e permette al laser di scaricare un impulso di elevata potenza, con durata di circa 7 ns. Il laser può funzionare in modalità *single-shot*, in cui l'impulso viene lanciato al comando dell'operatore, oppure con impulsi automaticamente ripetuti con una frequenza di 10 Hz. L'energia dell'impulso E_p dipende dalla lunghezza d'onda; il valore massimo è ottenuto per $\lambda = 1064$ nm ed è pari a circa 1.8 J. E' possibile variare E_p agendo sul ritardo tra l'istante attivazione dell'amplificatore e dell'oscillatore: se il flash delle lampade è perfettamente sincronizzato l'energia dell'impulso è massima, mentre l'energia minima è ottenuta scorrelando completamente i due processi. L'energia dell'impulso è misurata attraverso un *power-meter*; lo strumento misura l'energia degli impulsi con un'incertezza relativa pari a circa il 10% del valore nominale. L'impulso presenta, nel piano trasversale alla direzione di propagazione, un profilo spaziale gaussiano di intensità. Prima dell'ingresso -attraverso una finestra- nella camera di deposizione, il fascio può essere focalizzato mediante una lente piano-convessa. Per la radiazione alla lunghezza d'onda fondamentale è disponibile una lente con lunghezza focale $f = 750$ mm, mentre per la radiazione a $\lambda = 532$ nm è stata utilizzata una lente con $f = 500$ mm. 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. Ponendo la lente in prossimità della finestra si ottiene il valore minimo di fluenza; per diminuire ulteriormente quest'ultima è possibile

rimuove la lente e irraggiare il target con il fascio non focalizzato.

Camera da vuoto La camera da vuoto è realizzata in acciaio con una forma cilindrica, ed è dotata di numerose flange e finestre che consentono l'inserimento dei vari componenti e degli strumenti necessari, oltre naturalmente a permettere l'ingresso del fascio laser in camera. Il sistema di pompaggio, collocato alla base della camera, sfrutta due differenti pompe: una pompa *scroll*, che consente di ottenere un livello di vuoto fino a 1 Pa (vuoto preliminare), e una pompa turbomolecolare, in grado di portare la camera da 1 Pa a un grado di vuoto dell'ordine di 10^{-4} Pa.

E' possibile controllare l'atmosfera presente in camera regolando l'afflusso di gas attraverso un sistema di flussimetri, che consente di regolare la portata volumetrica di gas in ingresso; la pressione desiderata in camera può essere raggiunta bilanciando opportunamente il flusso di gas entrante e l'azione di pompaggio della pompa turbomolecolare. In questo modo è possibile mantenere dinamicamente una pressione residua che può variare dalla frazione di pascal alle centinaia di pascal.

Substrato in Si I substrati in silicio sono ricavati mediante frattura per clivaggio da un wafer commerciale di Si tagliato secondo il piano cristallografico (100) e di spessore pari a 0.7 mm. Le dimensioni standard dei substrati impiegati per le deposizioni di contaminante e per le prove di danneggiamento sono di 20×20 mm², mentre per le deposizioni dei film di rodio sono stati adottati elementi di circa 26×26 mm².

Film di Rh I film di rodio sono stati cresciuti mediante deposizione laser pulsata su di un substrato di Si. Come spiegato nella sez. 2.2.2, all'interno del Laboratorio di Materiali Micro- e Nanostrutturati è stata sviluppata una linea di ricerca che mira alla realizzazione di specchi per le diagnostiche di plasma attraverso la deposizione laser pulsata di un film di rodio su opportuni substrati metallici. L'esperienza acquisita in questo campo ha molto giovato alla produzione dei campioni necessari a questo lavoro di tesi.

Le deposizioni sono state realizzate con il sistema laser-camera da vuoto descritto in precedenza, con il fascio alla lunghezza d'onda $\lambda = 1064$ nm e con la lente da $f = 750$ mm posta a 19 cm dalla finestra. Una delle possibilità più interessanti che offre la PLD è quella di poter condurre la deposizione in presenza di un'atmosfera controllata in termini di pressione e composizione. Alcuni dei film sono stati prodotti in vuoto: le specie ablate arrivano sul substrato senza una significativa degradazione in energia. In queste condizioni il film cresce mostrando una struttura cristallina colonnare altamente orientata lungo la direzione cristallografica (111). In questo caso la deposizione è avvenuta con impulsi laser alla massima energia disponibile (indicativamente $E_p \approx 1.75$ J), al fine di massimizzare il tasso di crescita del film.

L'introduzione di un gas di processo non reattivo in camera ha l'effetto di diminuire l'energia delle specie ablate che giungono al substrato. Con un'opportuna combinazione di pressione del gas, energia dell'impulso e distanza target-substrato è possibile realizzare un film compatto che mostri una struttura cristallina *quasi-amorfa*, la dimensione media dei grani cristallini è pari all'incirca a 15 nm [33, 31, 32]. Le deposizioni di film quasi-amorfi di Rh sono avvenute in atmosfera di He a 30 o 40 Pa. I film quasi-amorfi risultano usualmente meno adesi al substrato, questo fatto può portare al rilassamento degli sforzi accumulati dal film durante la deposizione che determina la delaminazione o l'imbozzamento (*buckling*) del film stesso. Per ovviare al problema dell'adesione per film amorfi, per alcuni campioni è stato adottato un accorgimento particolare: per i primi 10 minuti la deposizione avviene in vuoto, in modo tale che il film cresca inizialmente con struttura colonnare, che garantisce una buona aderenza al substrato; successivamente si introduce del gas in camera (40 Pa di He) affinché la crescita del film prosegua con lo sviluppo di una struttura cristallina quasi-amorfa.

L'immagine 4.1 mostra l'aspetto al microscopio SEM di due film di rodio ottenuti mediante deposizione in vuoto (fig. 4.1a) e in atmosfera di He a 30Pa (4.1 b); sono ben visibili le differenti strutture cristalline.

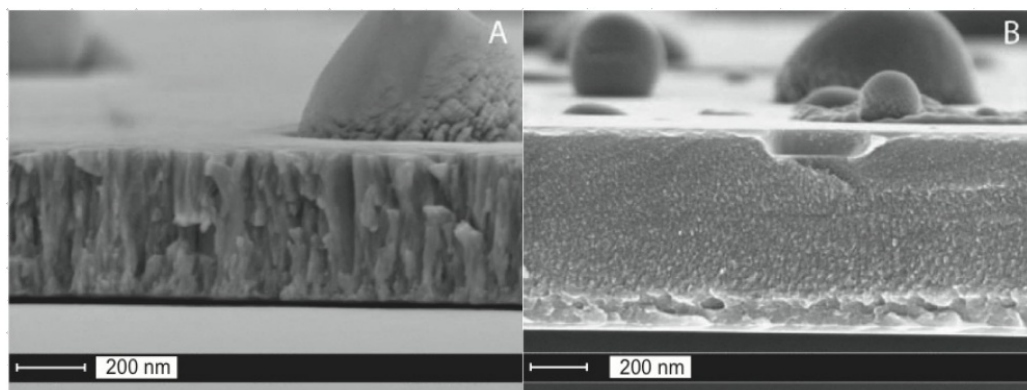


Figura 4.1: Immagine SEM della sezione di due diversi film di Rh depositati su Si mediante PLD. **a**: struttura colonnare **b**: struttura quasi-amorfa. Adattato da [33]

4.2.2 Calcolo della fluensa laser incidente

Come è stato mostrato nel cap. 3, e come apparirà chiaro dall'analisi sperimentale presentata in questi capitoli, la fluensa (o densità di energia) dell'impulso laser è una grandezza di primaria importanza per la descrizione dei fenomeni di pulizia e danneggiamento laser. Tutti i valori di fluensa associati alle prove condotte nel corso di questa attività sperimentale sono calcolati rapportando l'energia dell'impulso laser, che può essere misurata, all'area trasversale del fascio. In alcuni contesti, quest'ultima è ricavata misurando il segno lasciato dall'impulso quando incide su un certo materiale; per gli scopi di questo lavoro tale approccio non è soddisfacente, in quanto fornisce una misura a posteriori (si può conoscere la fluensa solo dopo aver irraggiato) e non è applicabile al caso di campioni che non presentino segni di danneggiamento visibili. Inoltre le dimensioni del danno dipendono, a parità di altri parametri, dalla natura del materiale, e ciò darebbe origine ad una disuniformità nei risultati che non è accettabile. Per questo motivo le dimensioni della macchia laser sul campione sono state calcolate a partire dalle dimensioni trasversali caratteristiche del fascio all'uscita dal laser, indicate come X_0 e Y_0 . Conformemente a quanto dichiarato dal produttore nelle specifiche tecniche del laser, si considera $X_0 = 9$ mm e $Y_0 = 9$ mm

¹. Il profilo geometrico della macchia laser sul campione è quindi ricostruito adottando le leggi dell'ottica geometrica; poichè il laser incide sul target con un angolo di 45° , la macchia laser avrà l'aspetto di un' ellisse.

Per il sistema in esame, in presenza della lente, e trascurando la divergenza del fascio prima di quest'ultima, le dimensioni dell'asse maggiore e minore dell'ellisse sono date da:

$$X_b = \frac{1}{\sin(45^\circ)} \frac{f}{f-d} X_0 \quad (4.1)$$

$$Y_b = \frac{f}{f-d} Y_0 \quad (4.2)$$

essendo f la focale della lente e d la distanza tra lente e campione.

Quindi, se la lente con $f = 750$ mm viene posizionata in prossimità della finestra ($d = 344$ mm) si ha $X_b = 7$ mm e $Y_b = 4.9$ mm, mentre nel caso in cui non sia presente alcuna lente $X_b = 12.7$ mm e $Y_b = 9$ mm.

Nota l'energia dell'impulso E_p e la trasmittanza della finestra T è possibile ottenere la fluenza utilizzando la seguente espressione:

$$\Phi = \frac{4}{\pi} \sin(45^\circ) T \left(\frac{f-d}{f} \right)^2 \frac{1}{X_0 Y_0} E_p \quad (4.3)$$

L'espressione di Φ in assenza della lente può essere ricavata come il limite dell'equazione precedente per $f \rightarrow \infty$:

$$\Phi = \frac{4}{\pi} \sin(45^\circ) \frac{T E_p}{X_0 Y_0} \quad (4.4)$$

Sostituendo i valori numerici nelle espressioni (4.3) e (4.4) si ottengono le relazioni (4.5) e (4.6), che forniscono il valore della fluenza laser nota l'energia dell'impulso. Nel caso sia presente la lente da $f = 750$ mm si ha:

$$\Phi[\text{mJ}/\text{cm}^2] = 3.717 \times E_p[\text{mJ}] \quad (4.5)$$

Mentre se il fascio non viene focalizzato si ottiene :

¹ $X_0 = Y_0$ significa che il fascio ha sezione trasversale circolare

$$\Phi[\text{mJ}/\text{cm}^2] = 1.089 \times E_p[\text{mJ}] \quad (4.6)$$

4.2.3 Descrizione delle procedure sperimentali

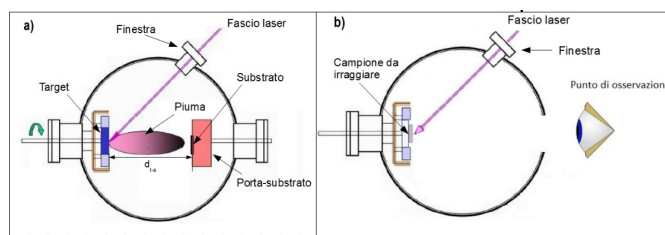


Figura 4.2: Rappresentazione schematica del sistema laser nelle diverse configurazioni. **a**: sistema nella configurazione per PLD. **b**: sistema nella configurazione per prove di laser cleaning e danneggiamento

Configurazione del sistema per la PLD Lo scopo principale per cui è progettata la camera è la deposizione laser pulsata (PLD). La tecnica consiste nell'utilizzo di un impulso laser di breve durata ed elevata energia per ottenere l'ablazione di un dato materiale, che verrà poi depositato su un opportuno substrato. Questo sistema di deposizione è relativamente semplice da implementare, nonostante la complessità di fenomeni fisici coinvolti nel processo. Per una descrizione del meccanismo di ablazione laser si faccia riferimento alla sezione 3.3.2, mentre una trattazione particolareggiata della tecnica può essere trovata in [83]. La figura 4.2a offre una rappresentazione schematica del sistema adottato per la PLD. Il materiale da depositare proviene dall'ablazione di un opportuno bersaglio alloggiato su un disco porta-target, quest'ultimo è movimentato da un motore elettromagnetico a passo che ne consente lo spostamento in direzione verticale e longitudinale e ne permette la rotazione. Il laser incide sul target con un angolo di 45° rispetto alla normale al piano d'incidenza. L'ablazione del target porta alla formazione di una piuma di plasma, che si espande in una direzione approssimativamente perpendicolare alla superficie bersaglio. Affacciato al

target è presente il substrato sul quale si depositano le specie ablate. Il substrato è fissato ad una piastra porta-substrato sorretta da manipolatori che ne consentono lo spostamento nelle tre direzioni dello spazio. Il movimento del target e della piastra porta substrato è comandato da un opportuno software.

Configurazione del sistema per le prove di irraggiamento La configurazione del sistema adottata per le prove di danneggiamento e cleaning è mostrata in figura 4.2b. In questo caso, il campione da irraggiare è posizionato su una piastra di sostegno che viene fissata all'albero del motore adibito alla movimentazione del target per le deposizioni PLD. Dunque anche in questa configurazione il laser incide sul bersaglio formando un angolo di 45° rispetto alla normale. Le possibilità di movimentazione del target sono le stesse descritte per la modalità PLD. La presenza della piastra porta-substrato non è necessaria, e pertanto questo componente viene rimosso. Nel caso di prove di irraggiamento condotte in aria, può essere rimossa l'intera flangia destinata ad alloggiare i motori adibiti alla movimentazione del substrato per le deposizioni PLD. In tal modo è possibile osservare l'intero processo di irraggiamento da una finestra molto ampia, che consente di avvicinarsi al campione per un'ispezione visiva accurata.

Irraggiamento e movimentazione del bersaglio Le prove sperimentali di danneggiamento e cleaning vengono condotte puntando il fascio laser in una certa area del campione (*spot*) ed irraggiando con fluensa Φ e numero di impulsi N_p desiderati. Dal momento che la macchia laser è sufficientemente più piccola della dimensioni tipiche del campione (cfr. sez. 4.2.2) è possibile ricavare più spot d'irraggiamento sullo stesso campione; ciò è particolarmente desiderabile perchè riduce il tempo necessario al montaggio e allo smontaggio del target, agevola il confronto visivo tra zone irraggiate con parametri diversi e diminuisce il numero di campioni richiesti per ottenere le stesse informazioni sperimentali. Poichè la direzione del fascio laser non è più modificata una volta che sia stata effettuata con successo la collimazione e il centraggio del

fascio rispetto alla finestra e al bersaglio, la posizione della macchia laser sul campione è variata movimentando il porta-target stesso.

Nel caso in cui si abbia un bersaglio di $2 \times 2 \text{ cm}^2$ e il laser sia focalizzato mediante lente da 750 mm, è possibile ricavare 4 spot per campione; la stessa focalizzazione su un substrato $2.6 \times 2.6 \text{ cm}^2$ consente di individuare 6 spot. Nel caso in cui la lente venga rimossa l'area della macchia aumenta approssimativamente di un fattore 3 (sez.4.2.2), quindi sui campioni di dimensioni $2 \times 2 \text{ cm}^2$ non è possibile ricavare più di 2 spot, mentre per i campioni $2.6 \times 2.6 \text{ cm}^2$ gli spot possibili sono ancora 4. Dal momento che la quasi totalità delle prove è stata condotta con 4 spot, le posizioni corrispondenti della macchia laser saranno indicate sinteticamente come posizione I, II, III e IV. Questa configurazione è mostrata in figura 4.3.

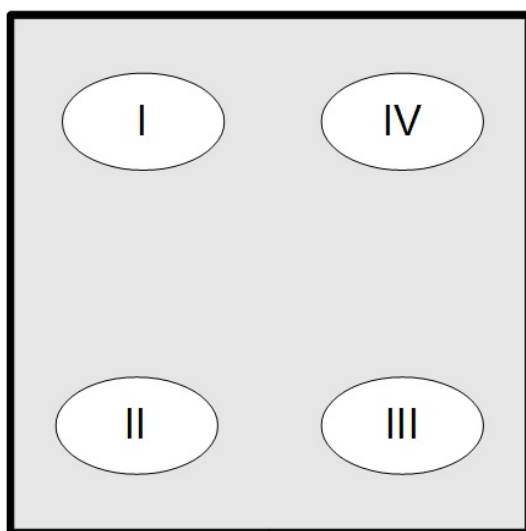


Figura 4.3: Esempio delle posizioni di irraggiamento per un campione con 4 spot

Frequenza di ripetizione degli impulsi laser Come è stato osservato in precedenza, il laser può operare in modalità a singolo colpo o a impulsi ripetuti. In tutte le prove realizzate, salvo ove diversamente indicato, l'irraggiamento con $N_p < 50$ è stato condotto in modalità *single-shot*; per $N_p \geq 50$ il laser ha fornito impulsi ripetuti ad una frequenza di 10 Hz: il

numero di colpi scaricati è stato ottenuto misurando il tempo di operazione con un cronometro. Tutte le deposizioni PLD sono state svolte con impulsi ripetuti ad una frequenza di 10 Hz.

Selezione della lunghezza d'onda laser Tutte le prove di irraggiamento sono state condotte con il laser alla lunghezza d'onda fondamentale, $\lambda = 1064$ nm. Per quanto un'analisi sperimentale dell'effetto che ha la variazione della lunghezza d'onda sui processi di danneggiamento e pulizia laser sia certamente di grande interesse, in questo primo approccio alla tematica si è deciso di mantenere fisso questo parametro per focalizzare l'indagine sulle sole grandezze Φ e N_p . La scelta della lunghezza d'onda fondamentale tra quelle disponibili per il laser considerato è determinata dal fatto che la riflettività R e la lunghezza di assorbimento α^{-1} del Rh e del Si aumentano all'aumentare della lunghezza d'onda [27], e di conseguenza la soglia per il danneggiamento laser cresce (si veda sez. 3.3). Inoltre diversi lavori sperimentali [119, 120, 116, 117, 118] hanno mostrato che l'efficienza di rimozione dei depositi carboniosi riscontrati in un tokamak risulta soddisfacente impiegando luce laser con $\lambda = 1064$ nm. È stato quindi stimato che la scelta di operare alla lunghezza d'onda fondamentale garantisca il miglior compromesso tra efficienza di rimozione del contaminante e resistenza del substrato al danneggiamento.

4.3 Prove di danneggiamento dei substrati in Si

In questa sezione verranno descritte le prove sperimentali svolte al fine di stabilire le condizioni di lavoro per il laser cleaning delle deposizioni su silicio. In prima istanza è stata effettuata una serie di test preliminari (sezione 4.3.1) col duplice scopo di verificare il *set-up* dell'apparato e di ottenere alcune indicazioni qualitative circa la risposta del Si all'irraggiamento. Sulla base dei risultati ottenuti da queste prove preliminari, è stato definito un criterio

per riconoscere l'avvenuto danneggiamento laser. Successivamente (sezione 4.3.2) è stato indagato l'effetto della fluensa laser sul danneggiamento dei substrati in Si, arrivando a definire alcune relazioni numeriche per la LIDT di questo materiale. Infine, nella sezione 4.3.3 è stata studiata l'influenza dell'atmosfera di irraggiamento (aria ambiente o vuoto) sul danneggiamento dei substrati; in questa stessa sezione è stato discusso anche lo svolgimento di due prove preliminari di laser cleaning, di natura comparativa rispetto alla possibilità di irraggiare i campioni in aria o in vuoto.

4.3.1 Prove preliminari

Le prove sono state condotte selezionando l'energia minima dell'impulso laser $E_p \simeq 306$ mJ, e con la lente con focale $f = 750$ mm in prossimità della finestra; in queste condizioni, in base all'equazione 4.5 la fluensa nominale Φ è $\simeq 1145$ mJ/cm². Queste prove sono state condotte in aria essenzialmente per ragioni di praticità: non essendo necessario portare il sistema in vuoto le prove sono molto più rapide; inoltre è possibile avere un controllo più diretto sullo svolgimento delle stesse. In queste condizioni, è stato inviato su ogni spot un numero differente di impulsi: 1, 5, 10, 200, 400. Nei primi quattro casi l'area investita dal laser non mostrava segni di danneggiamento visibili. Lo spot con 400 colpi presentava invece un danneggiamento ben visibile ad occhio nudo. Si è scelto allora di indagare ulteriormente l'effetto dell'irraggiamento con un numero di colpi compreso tra 200 e 500, mantenendo invariati gli altri parametri. Dei sei campioni irraggiati con 200 colpi uno solo mostrava segni visibili di danneggiamento, dei due campioni a 300 colpi uno era danneggiato e l'altro no, mentre il campione a 350 colpi, quello a 400 e i due a 500 presentavano segni di danneggiamento; infine, nessun campione è stato danneggiato con un numero di colpi inferiore a 100.

Sulla base delle informazioni raccolte da questi test preliminari si può dunque stimare che, nelle condizioni operative selezionate, per la fluensa di soglia per il danneggiamento (LIDT) deve valere che:

$$LIDT(N_p = 400) < \Phi < LIDT(N_p = 100) \quad (4.7)$$

essendo Φ la fluensa laser impiegata, indicativamente pari a 1145 mJ/cm^2 . Inoltre, si può osservare che -in alcune circostanze- spot irraggiati con lo stesso numero di colpi, nelle medesime condizioni, hanno mostrato una differente risposta all'irraggiamento: in taluni casi si è osservato danneggiamento, in altri no. Questo suggerisce che il danneggiamento causato da più impulsi sia un evento statistico, per il quale la probabilità che la superficie sviluppi un'alterazione visibile è legata al numero di impulsi ricevuti. Questo comportamento è tipico del danneggiamento laser causato dall'accumularsi, nel materiale irraggiato, di difetti indotti dalla stessa radiazione laser (si veda sez. 3.3.4).

L'irraggiamento dei campioni è stato osservato dalla finestra che alloggiava il porta substrato, che è disposta parallelamente alla superficie del target e dunque -approssimativamente- sulla bisettrice dell'angolo formato tra il fascio laser incidente e il fascio riflesso (si veda figura 4.2). In queste condizioni si può notare che il danneggiamento del campione è segnalato da una scintilla luminosa emessa in corrispondenza del punto colpito dal laser: in tutti i casi in cui è stata osservata la scintilla il campione è risultato danneggiato, mentre non ci sono evidenze del fatto che sia avvenuto un danneggiamento rilevabile ad occhio nudo senza l'emissione della scintilla. Se -dopo l'emissione delle prime scintille- l'irraggiamento dello spot prosegue con ulteriori impulsi, si nota che ogni colpo laser è accompagnato da un bagliore diffuso proveniente dall'area investita dal fascio. Questo fatto può essere interpretato come un segnale dell'emissione di specie ionizzate a causa dell'ablazione laser del silicio. La correlazione tra la comparsa di un'alterazione visibile della superficie, l'emissione della scintille e la successiva ablazione laser del substrato, suggerisce che questi fenomeni siano legati ad un medesimo processo fisico, che determina il danneggiamento del materiale. Dunque il criterio operativo scelto per per indentificare il danneggiamento del materiale è costituito dal manifestarsi di un danno superficiale visibile

ad occhio nudo, e dall'emissione della relativa scintilla qualora le condizioni sperimentali ne permettano l'osservazione. Si noti che la descrizione del processo in termini di emissioni luminose è possibile grazie al fatto che la radiazione laser è nella regione dell'infrarosso, dunque invisibile all'occhio umano. Se così non fosse l'intensità della luce laser diffusa probabilmente maschererebbe gli effetti discussi in precedenza.

4.3.2 Effetto della fluenza laser sul danneggiamento del Si

Successivamente è stato indagato l'effetto di una variazione dell'energia dell'impulso -e dunque della fluenza- sul meccanismo di danneggiamento del Si. Ogni campione è stato irraggiato con impulsi laser di differente energia: 600 mJ, 450 mJ, 375 mJ, e all'energia minima (306 mJ); a questi valori, in base all'equazione 4.5, corrisponde una fluenza di 2230 mJ/cm², 1673 mJ/cm², 1394 mJ/cm² e 1137 mJ/cm² rispettivamente. Per ciascun campione, la posizione I è stata investita con 200 colpi, la posizione II con 10, la posizione III con 5 ed infine la posizione IV con un singolo impulso. Anche queste prove sono state condotte in aria ambiente per i motivi espressi in precedenza. Per l'irraggiamento a $E_p = 600$ mJ ($\Phi = 2230$ mJ/cm²) si constata che anche un singolo impulso danneggia il materiale; aumentando il numero degli impulsi la zona danneggiata si fa più estesa e va incontro ad alterazioni confrontabili con quelle osservate per l'irraggiamento all'energia minima. Per $E_p = 450$ mJ ($\Phi = 1673$ mJ/cm²) il singolo impulso non produce danneggiamento visibile, ma già con 5 colpi il substrato è rovinato. L'evoluzione del danneggiamento all'aumentare del numero di colpi è coerente con quanto osservato negli altri casi. Con $E_p = 370$ mJ ($\Phi = 1394$ mJ/cm²) non c'è danneggiamento nelle posizioni irraggiate con 1 e 5 colpi ma compare già per $N_p = 10$. Infine, la serie ad energia minima non presenta alcun segno di danneggiamento, confermando quanto già osservato nelle prove preliminari. Riassumendo si può concludere che, per la superficie considerata:

$$\Phi(E_p = 450 \text{ mJ}) < LIDT(N_p = 1) < \Phi(E_p = 600 \text{ mJ}) \quad (4.8)$$

$$\Phi(E_p = 370 \text{ mJ}) < LIDT(N_p = 5) < \Phi(E_p = 450 \text{ mJ}) \quad (4.9)$$

$$\Phi(E_p = 308 \text{ mJ}) < LIDT(N_p = 10) < \Phi(E_p = 450 \text{ mJ}) \quad (4.10)$$

Alla luce di queste informazioni, al fine di evitare il danneggiamento del substrato, emergono due possibili strategie per il cleaning dei campioni: irraggiare alla fluensa minima ma con un numero elevato di colpi ($N_p \sim 100$) oppure aumentare la fluensa ma limitarsi a pochi impulsi per ogni spot ($N_p < 10$). Il secondo approccio è quello generalmente adottato qualora si renda necessaria la rimozione di particolato da una superficie da trattare *una tantum* (cfr. sez. 3.4.3 e l'eq. (3.31)). Infatti, agire con N impulsi ad una fluensa appena inferiore alla $LIDT(N)$ significa precludersi la possibilità di trattare ripetutamente lo stesso componente, dal momento che nelle condizioni considerate $\Phi > LIDT(2 \times N)$. Questo vincolo non è ammissibile nel caso degli specchi per diagnostica in reattore, per i quali sono previsti cicli ripetuti di pulizia [19]. Inoltre, le condizioni operative a cui saranno soggetti gli specchi comportano il costante irraggiamento da parte del fascio diagnostico, che può avere un'energia e una fluensa non trascurabili per quanto riguarda il danneggiamento e l'induzione di difetti [88]. Per questi motivi si è deciso di condurre tutte le prove di laser cleaning con impulsi all'energia minima consentita dal laser.

4.3.3 Influenza dell'atmosfera di irraggiamento

L'ultima condizione considerata per stabilire i parametri di pulizia riguarda l'atmosfera dell'ambiente in cui vengono svolte le prove. I primi test sono stati svolti in aria per ragioni di praticità, tuttavia la possibilità di effettuare laser cleaning in vuoto è molto interessante, in quanto risulterebbe diminuita la frazione di materiale rimosso che va incontro a rideposizione. Inoltre,

in vuoto, è ridotta la quantità di ossigeno in camera, e si prevencono così possibili reazioni di ossidazioni indotte o catalizzate dal laser. Non ultimo, si ritiene che i processi di laser cleaning *in-vessel* nei futuri reattori saranno svolti senza rompere il condizionamento del tokamak. Pertanto l'analisi del laser cleaning in vuoto è più significativa nella prospettiva delle applicazioni in sistemi a fusione. Per questo motivo sono state condotte delle ulteriori prove di danneggiamento per il Si in vuoto. L'energia dell'impulso è stata selezionata per essere la minima possibile, $E_p = 330$ mJ a cui corrisponde $\Phi = 1227$ mJ/cm². Si noti come, rispetto alle prove effettuate in precedenza, l'energia minima, e dunque la fluenza, sia incrementata del 10% circa. Questo fatto è probabilmente imputabile alla sostituzione delle lampade per il pompaggio ottico del laser, che si è resa nel frattempo necessaria per le normali procedure di manutenzione dello strumento. Le 8 posizioni ricavate da due campioni di Si sono stati irraggiati con 50 colpi (in differenti due spot), 100 colpi, 200 colpi (in due spot), 400 colpi, 800 colpi e 1200 colpi. Nelle posizioni investite con 50 colpi non si osserva alcun danno, mentre già per 100 colpi è presente un danneggiamento visibile. All'aumentare del numero di colpi l'estensione della zona danneggiata cresce piuttosto lentamente se confrontata con l'irraggiamento in aria, e non si manifesta il drastico cambiamento morfologico tipico del danneggiamento in aria. In figura 4.4 è possibile fare un raffronto tra l'evoluzione del danneggiamento in aria e in vuoto all'aumentare del numero di colpi.

E' interessante osservare come queste prove abbiano evidenziato una diminuzione della soglia di danneggiamento per il Si: per appurare se ciò sia dovuto all'aumento dell'energia minima dell'impulso oppure sia effetto della variazione di atmosfera -da aria a vuoto- è stato irraggiato in aria un campione di silicio con impulsi della medesima energia ($E_p = 330$ mJ). Sono stati inviati 200, 100, 150 e ancora 100 impulsi nelle posizioni I,II,III,IV rispettivamente. In nessun caso sono presenti danni per gli spot con 100 colpi, mentre per le posizioni irraggiate con 150 e 200 colpi sono visibili segni di danneggiamento, ancorchè limitati. Pertanto si può affermare che la soglia di danneggiamento è minore se l'irraggiamento è condotto in vuoto; tuttavia,

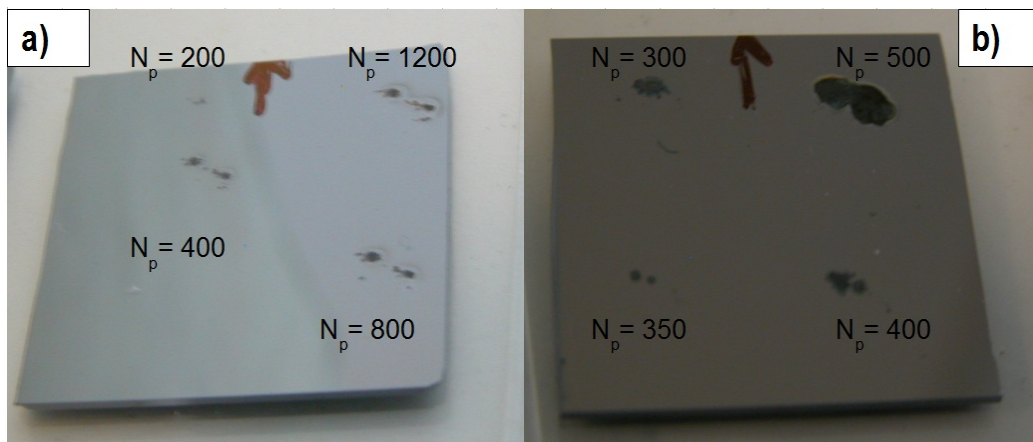


Figura 4.4: **a**: Si irraggiato in vuoto, $N_p = 200, 400, 800, 1200$ rispettivamente nelle pos. I, II, III e IV. **b**: Si irraggiato in aria ambiente, $N_p = 300, 350, 400, 500$ rispettivamente nelle pos. I, II, III e IV.

in queste stesse condizioni, il danno indotto dal laser si mantiene circoscritto e meno imponente fino ad un numero elevato di colpi ($N_p = 1200$).

A fronte dei vari vantaggi che conseguirebbero dal condurre in vuoto le prove di laser cleaning, nasce un aspetto negativo legato alla diminuzione della LIDT per il substrato. Di conseguenza, per stabilire quali fossero le condizioni di irraggiamento ottimali per condurre le prove di laser cleaning, si decise di effettuare un test preliminare per il laser cleaning di carbonio poroso su silicio (C_{p3}/Si , si veda la sez. 5.2 per i dettagli relativi alla produzione dei campioni) irraggiando due campioni identici in vuoto e in aria ambiente, mantenendo invariati i parametri laser.

Le quattro posizioni di ogni campione sono state irraggiate con 1, 5, 10, 100 impulsi alla minima energia, $E_p = 304$ mJ, a cui corrisponde una fluena $\Phi = 1126$ mJ/cm². In figura 4.5 sono mostrati i due campioni dopo l'irraggiamento.

L'area investita con 100 colpi risulta danneggiata in entrambi i casi, ma in maniera molto più estesa ed evidente per il campione irraggiato in aria. Il film di carbonio è stato rimosso in entrambi i casi. Nelle posizioni II e III (10 e 5 colpi) del campione irraggiato in vuoto si riscontra una

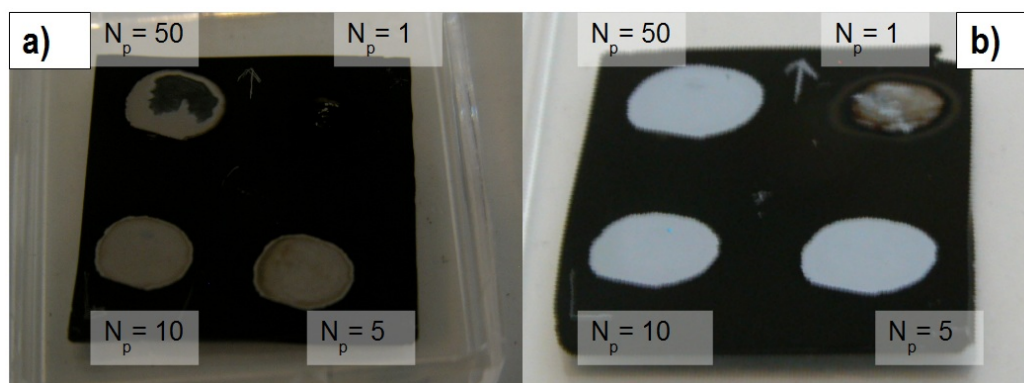


Figura 4.5: Influenza dell'atmosfera di irraggiamento per il laser cleaning di campioni C_{p3}/Si . $N_p = 50, 10, 5, 1$ rispettivamente nelle pos. I, II, III e IV. **a**: Laser cleaning in aria. **b**: Laser cleaning in vuoto

rimozione pressochè totale dello strato di contaminante, ed è presente un danneggiamento appena visibile nello spot irraggiato a 10 colpi. Per lo spot a 5 colpi è impossibile stabilire ad occhio nudo se vi sia un danneggiamento del substrato. Nelle posizioni II e III (10 e 5 colpi) del campione irraggiato in vuoto il film di contaminante è rimosso solo parzialmente: si osservano infatti delle ombreggiature brune sul substrato in Si, che probabilmente sono legate alla presenza di carbonio ridepositato sulla superficie. Nella posizione che ha ricevuto 10 impulsi si nota un danneggiamento ben visibile, più incerta è la presenza di danneggiamento nello spot irraggiato a 5 colpi. Per entrambi i campioni nella posizione irraggiata con un singolo impulso la rimozione del contaminante è solo parziale, ma risulta decisamente più efficace per il campione trattato in vuoto. Alla luce del test sperimentale e delle osservazioni evidenziate in precedenza si è scelto di effettuare in vuoto le successive prove di laser cleaning.

Riassumendo le considerazioni sviluppate in questa sezione e nelle precedenti è stato possibile giungere alla definizione di una prima *routine* per il laser cleaning del contaminante su silicio: si conduce l'irraggiamento in vuoto, selezionando la minima energia laser possibile, focalizzando il fascio attraverso una lente con $f = 750$ mm posta a 344 mm dal bersaglio, con un

numero di colpi pari a 50, 10, 5, 1 nelle posizioni I, II, III e IV rispettivamente.

4.4 Irraggiamento laser di film di Rh

4.4.1 Prove di danneggiamento per i film di Rh

Dopo aver svolto le prove di danneggiamento dei substrati in silicio (sez. 4.3), si è deciso di procedere allo studio del danneggiamento laser dei film di rodio prodotti mediante PLD, in vista della possibilità di effettuare laser cleaning del contaminante depositato su queste superfici. I dettagli relativi alla produzione e alle caratteristiche di questi film sono descritti in sez. 4.2. Dal momento che i campioni in Rh hanno indicativamente dimensioni di $26 \times 26 \text{ mm}^2$, è stata approntata una nuova procedura di movimentazione del target che consentisse di ricavare sei spot di irraggiamento per ogni campione. Sono stati selezionati due film di rodio con differente nanostruttura: uno che mostrasse una crescita colonnare dei grani cristallini (Rh175), e l'altro con una struttura quasi-amorfa (Rh185). Entrambi sono stati irraggiati in vuoto, con la minima energia possibile per l'impulso laser ($E_p = 330 \text{ mJ}$), cui corrisponde $\Phi = 1227 \text{ mJ/cm}^2$, e con 5, 4, 3, 2, 1 e 50 colpi per le sei diverse posizioni.

I risultati dell'irraggiamento per Rh175 sono mostrati in figura 4.6.

Anche con un solo impulso il film è danneggiato, e già con 3 impulsi la superficie colpita è così rovinata da renderne del tutto inopportuno l'impiego come specchio.

In figura 4.7 è mostrata un'immagine del campione con struttura amorfa (Rh185) dopo l'irraggiamento. Anche in questo caso si osserva che un singolo colpo è già sufficiente a danneggiare il film, tuttavia il processo di danneggiamento sembra in questo caso seguire una dinamica differente. Infatti, in seguito all'interazione con il laser, il film è delaminato, cioè va incontro a frattura; per le parti separate dal resto del film viene meno l'adesione al substrato. Questa considerazione è coerente con il fatto che il film amorfo è molto meno adeso alla superficie sottostante rispetto al film con

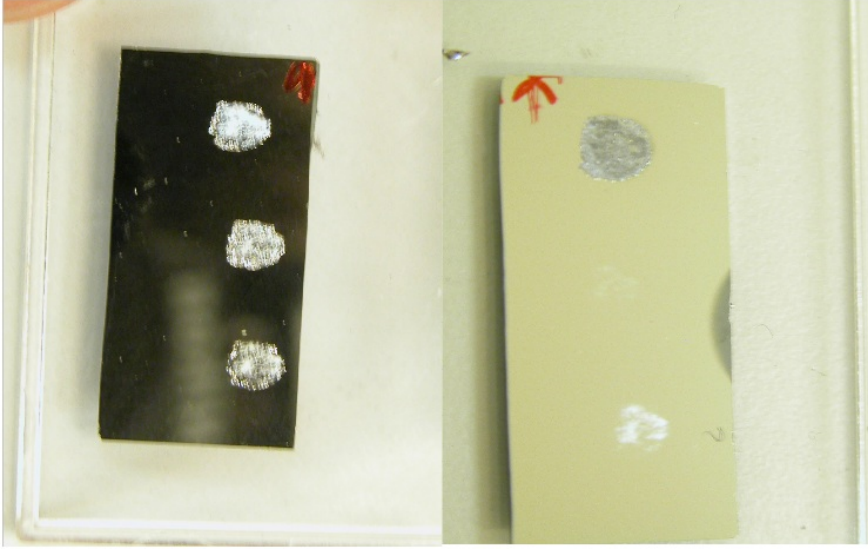


Figura 4.6: Prove di danneggiamento su film di Rh colonnare. $\Phi \approx 1220 \text{ mJ/cm}^2$; $N_p = 5, 4, 3, 2, 1$ e 50 colpi per le sei diverse posizioni.

struttura colonnare, come sottolineato in [31] e [32] e nella sezione dedicata alla produzione dei film di Rh (sez. 4.2.1). Si noti che per $N_p \leq 3$ il Si sottostante il film delaminato non mostra segni visibili di danneggiamento. In effetti, il meccanismo che interviene nella rimozione del film è stato descritto nella sez. 3.4.4 come *'rimozione termomeccanica di un film di contaminante'*; generalizzando questa definizione si può considerare lo spot a 3 colpi come un esempio riuscito di laser cleaning di una superficie di Si, ove il ruolo del contaminante è svolto dal film amorfo di Rh.

In ogni caso, le prove appena condotte hanno mostrato che la fluensa minima Φ_{min} ottenibile per l'apparato utilizzato, in presenza della lente posta in prossimità della finestra, eccede la soglia di danneggiamento dei film di rodio anche per l'irraggiamento con un singolo impulso:

$$\Phi_{min} \geq \max(LIDT_{rh,amorfo}(N_p = 1), LIDT_{rh,col}(N_p = 1)) \quad (4.11)$$

Dunque, per esplorare la possibilità di irraggiare i film di rodio senza provocarne il danneggiamento, è necessario ridurre la fluensa del laser. Per il sistema considerato, volendo mantenere invariata la lunghezza d'onda, ciò

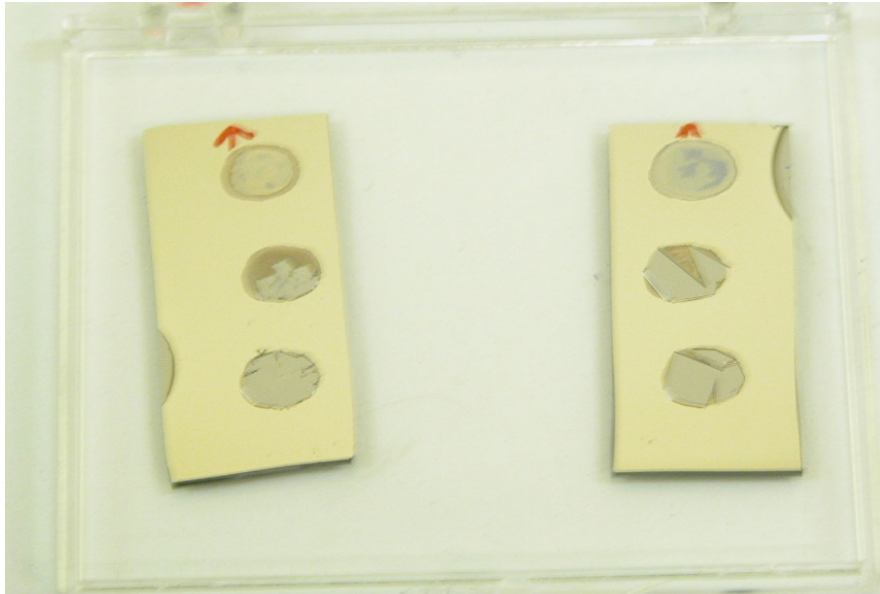


Figura 4.7: Prove di danneggiamento su film di Rh amorfo. $\Phi \approx 1220 \text{ mJ/cm}^2$; $N_p = 5, 4, 3, 2, 1$ e 50 colpi per le sei diverse posizioni.

può essere fatto rimuovendo la lente che focalizza il fascio sul campione. In questo modo, a parità di energia dell'impulso, la fluena diminuisce approssimativamente di un fattore 3.5. (cfr. 4.2.2). Dal momento che -in assenza della lente- le dimensioni della macchia laser aumentano, è possibile individuare solo 4 posizioni per l'irraggiamento dei target in Rh da $26 \times 26 \text{ mm}^2$. Le prove di danneggiamento senza lente sono state condotte in vuoto su tre film di rodio: Rh176, Rh193 ed Rh196. Rh176 ed Rh193 sono film con struttura colonnare, del tutto analoghi al campione Rh175, il cui comportamento è stato descritto in precedenza. Il tempo di deposizione per Rh176 è stato di 40 minuti, a cui corrisponde uno spessore massimo di 1274 nm, misurato attraverso la microscopia SEM. Poiché il campione Rh193 è stato realizzato nelle stesse condizioni ma con un tempo di deposizione pari a 30 minuti, si può stimare uno spessore massimo pari a circa 955 nm. Il film Rh196 è stato realizzato depositando dapprima uno strato colonnare spesso un centinaio di nm che ha lo scopo di migliorare l'adesione del film, e successivamente inducendo la crescita del film con struttura amorfa grazie

all'introduzione in camera di 40 Pa di He; in tal modo, come evidenziato in sez. 4.2.1, le problematiche di buckling sono ridotte. Le prove sono state svolte con la minima energia ottenibile per l'impulso ($E_p \approx 320$ mJ) a cui corrisponde, secondo la 4.5, $\Phi \approx 349$ mJ/cm².

Per valutare il danneggiamento del film Rh176 si è deciso di investire la posizione I con un numero crescente di colpi fintanto che non fosse stata rilevata la scintilla che segnala l'avvenuto danneggiamento: ciò è avvenuto per $N_p = 350$. Nell'area considerata il film mostrava segni di *buckling*, pur senza essere stato completamente rimosso dal substrato in Si. Nelle posizioni II, III e IV lo stesso campione è stato colpito da 50 impulsi, 10 impulsi e 1 impulso. In nessun caso si osserva danneggiamento visibile.

Il campione Rh193 è stato irraggiato con 80, 200, 300 e 3000 colpi. In questo caso non è stato rilevato nessun danneggiamento visibile, nemmeno nello spot irraggiato con $N_p = 3000$. Entrambi i campioni Rh176 ed Rh193 sono stati depositati in vuoto, con il laser alla lunghezza d'onda fondamentale ed impulsi della medesima energia. Tuttavia, poichè il fascio è stato focalizzato diversamente nei due casi, si può supporre che i due film presentino differente spessore e una diversa dimensione dei grani cristallini. Dato il differente comportamento dei due campioni, probabilmente le grandezze citate giocano un ruolo decisivo nel determinare la fluenza di soglia per il danneggiamento laser.

Il film Rh196 è stato irraggiato con 1, 2, 5 e 50 colpi: in tutti i casi si osserva un vistoso danneggiamento del film che, a differenza di quanto è avvenuto per Rh185 (struttura quasi-amorfa, senza strato colonnare), non è originato dalla delaminazione del film quanto piuttosto dall'ablazione dello stesso.

$$LIDT_{Rh,amorfa}(N_p \geq 1) \leq 349 \text{ mJ/cm}^2 \quad (4.12)$$

4.4.2 Altre considerazioni legate all'irraggiamento dei film di Rh

E' interessante interpretare i risultati ottenuti dalle prove di danneggiamento dei film di Rh secondo una chiave di lettura differente rispetto al tema maggiormente investigato e descritto in questo capitolo, finalizzato principalmente all'individuazione delle condizioni di processo per condurre le prove di laser cleaning.

Infatti, la problematica del danneggiamento laser di film metallici riveste un'importanza notevole nell'ambito della ricerca sulle diagnostiche di plasma, che va oltre le considerazioni legate alle tecniche di pulizia. Come osservato nella sezione 2.2.2, la possibilità di realizzare iFMs attraverso opportuni *coatings* metallici è attualmente una delle strategie più studiate, e non si limita all'impiego dei film di rodio prodotti mediante PLD. Nel corso della loro vita in reattore, questi rivestimenti metallici saranno soggetti alle centinaia di migliaia di impulsi del fascio diagnostico, con valori di fluenza che potranno arrivare sino a qualche J/cm^2 [123]. Dal momento che le prove svolte in questo lavoro hanno mostrato che in certi casi una fluenza dell'ordine dei $0.35 \text{ J}/\text{cm}^2$ è già sufficiente a pregiudicare l'integrità del film stesso, sicuramente l'aspetto legato al danneggiamento laser dovrà essere considerato con attenzione nel valutare la bontà di una soluzione la progettazione dei *FMs* basata su film sottili. Per queste ragioni si ritiene che la questione del danneggiamento dei film di rodio debba essere approfondita attraverso ulteriori indagini sperimentali, che consentano ad esempio di identificare quale influenza abbiano le caratteristiche del film (spessore, adesione, nanostruttura...) sulla LIDT.

Inoltre, durante l'irraggiamento senza lente dei film colonnari è stato notato un fenomeno interessante: ai primi impulsi che giungevano sull'area trattata ha fatto seguito l'emissione di una piuma luminosa da parte del substrato. La luminosità e l'estensione della piuma decrescono per gli impulsi immediatamente successivi, finchè smette di essere visibile per $N_p \geq 4 \div 5$. Alla presenza di questo fenomeno non ha fatto seguito alcun danneggiamento

visibile del substrato, per cui è lecito ipotizzare che la piuma osservata sia legata al desorbimento delle specie più volatili adsorbite dalla superficie, che vengono ionizzate dalla stessa luce laser. Lo stesso fenomeno non è mai stato osservato nel caso dell'irraggiamento di silicio, mentre non è possibile avere un confronto con i film di Rh con struttura amorfa, dal momento che -in ogni prova condotta- un singolo impulso è stato sufficiente a produrre l'ablazione o la delaminazione del film stesso.

Capitolo 5

Produzione dei campioni e prove di Laser Cleaning

In questo capitolo sarà presentata la seconda parte delle attività sperimentali condotte, che come spiegato nella sezione 4.1, consiste nella realizzazione di superfici opportunamente contaminate e nelle prove di laser cleaning condotte sulle medesime. Il sistema laser in uso presso il Laboratorio Materiali Micro- e Nanostrutturati può essere sfruttato con successo per entrambi gli scopi. Grazie alla tecnica PLD è infatti possibile produrre dei depositi che siano simili, per composizione e morfologia, al contaminante che viene ridepositato in varie zone delle macchine per il confinamento magnetico del plasma (si veda 2.2.1). Nella sezione 5.1 verranno discusse le ragioni principali che hanno portato alla scelta dei materiali da impiegare come contaminante: carbonio e carburo di tungsteno. La sezione 5.2 descrive le procedure di deposizione i risultati ottenuti, anche mediante la caratterizzazione SEM dei campioni prodotti. Buona parte delle deposizioni sono avvenute su silicio, che rappresenta un sistema modello in virtù delle caratteristiche particolarmente adatte in fase di deposizione. Il medesimo sistema laser è stato impiegato anche per effettuare il laser cleaning dei campioni depositati su Si (C/Si e WC/Si) è descritto nella sezione 5.3. Lo sviluppo ideale del lavoro è rappresentato dalla possibilità di condurre le prove di laser cleaning sui film di rodio prodotti con la tecnica PLD, i quali rappresentano una possibile

soluzione al problema della realizzazione di specchi diagnostici (sezioni 2.2.2 e 4.2.1). A questo scopo sono state condotte delle prove esplorative di laser cleaning di deposizioni di C su film di Rh dalla differente nanostruttura (quasi-amorfa e colonnare), esse sono descritte nella sezione 5.4.

5.1 Selezione dei campioni per le prove di laser cleaning

Dal momento che la fisica dei meccanismi di laser cleaning dipende fortemente dalla natura dei materiali coinvolti, la scelta dei materiali da impiegare nelle prove di irraggiamento ha un impatto decisivo sullo svolgimento e sui risultati delle stesse. Le ragioni che hanno portato alla scelta delle superfici da impiegare come substrato (Si e film di Rh su Si) sono state spiegate nella sezione 4.2.1; si è deciso di depositare su questi substrati diverse tipologie di contaminante, differenti sia per composizione che per morfologia. La produzione del contaminante è stata mirata alla realizzazione di deposizioni confrontabili a quelle effettivamente riscontrate nei tokamak, compatibilmente con i vincoli fisici e tecnologici della tecnica PLD.

Nella sezione 2.3.1 sono state descritte le principali tipologie di depositi di contaminante che si trovano in un tokamak, ed è stato sottolineato il fatto che questi depositi presentino un'estrema variabilità in termini di morfologia, struttura e composizione elementale. In particolare, per quanto riguarda quest'ultimo aspetto, è stato osservato che la composizione dei depositi riflette quella degli elementi che costituiscono la prima parete. Pertanto, con particolare riferimento al design di ITER, è possibile individuare alcuni elementi chimici di particolare rilevanza nella composizione del contaminante:

- carbonio
- tungsteno
- berillio

- isotopi dell'idrogeno

Naturalmente, per le ragioni descritte nella sezione 2.2.1, i depositi che si formano nei tokamak sono potenzialmente composti da tutte le possibili combinazioni degli elementi elencati.

In un tokamak, i depositi composti principalmente di carbonio sono presenti in due differenti tipologie: film compatti e aggregati nanometrici; questi ultimi possono dare origine a del particolato di dimensioni variabili, oppure portare alla crescita di un quasi-film dalla struttura aperta [51, 50, 52]. La figura 2.3 mostra un immagine TEM di un *Layer* compatto di C [36], mentre in fig. 2.6 è presente un aggregato di clusters di C dal tipico aspetto *cauliflower-like*. Grazie alla PLD, selezionando opportunamente i parametri di deposizione, è stato possibile produrre dei film compatti e dei quasi-film di C confrontabili con il materiale rinvenuto in reattore.

La crescita di film di C:H è stata documentata in diversi tokamak [34],[35],[36], ed è possibile realizzare tali film attraverso diverse tecniche, tra cui la PLD. Tuttavia, la necessità di impiegare un'atmosfera reattiva (ad esempio CH_4) complica notevolmente il processo, e pertanto si è deciso di non considerare questa possibilità, perlomeno in questo primo stadio del lavoro.

Per quanto riguarda il tungsteno, nella sezione 2.3.1 è stato evidenziato che la presenza di particolato metallico in forma di droplet, conseguente all'eiezione di materiale fuso da componenti di prima parete composti da questo elemento, può essere particolarmente rilevante [46, 47]. La possibilità di effettuare laser cleaning di particolato in tungsteno rappresenta un possibile sviluppo della presente ricerca, per le ragioni che sono evidenziate nella sezione 6.2.

Sebbene la frazione di tungsteno che entra ad inquinare il *main-plasma* sia limitata, in [39] è segnalata la rideposizione di film 'misti' composti in prevalenza da tungsteno e carbonio nella zona del divertore di ASDEX-U. Inoltre, è stata riscontrata in diverse circostanze la presenza di aggregati eterogenei formati da una matrice carboniosa con inclusioni metalliche,

come mostrato nella figura 2.4. Per valutare la possibilità di effettuare laser cleaning dei depositi contenenti tungsteno, si è stabilito di depositare mediante PLD dei film carburo di tungsteno con un differente grado di coesione nella struttura microscopica. Ci si aspetta che i composti di carbonio e tungsteno possano costituire una frazione rilevante del *tokamakium* tipico di macchine nelle quali la prima parete è risulti composta in prevalenza di tali elementi. Non è semplice stabilire se i film di carburo di tungsteno prodotti siano assimilabili ai composti di C e W che possono essere rinvenuti in tokamak con le caratteristiche sopra citate; in ogni caso esse costituiscono un possibile modello per simulare i reali depositi in carbonio e tungsteno, e dunque è interessante considerarne la risposta al laser cleaning nell'ambito di questo primo approccio alla tematica.

Il berillio è un metallo alcalino-terroso che risulta estremamente tossico per la salute umana, e la lavorazione di questo elemento è condotta in *facilities* opportunamente attrezzate; pertanto la possibilità di utilizzare del Be nel corso delle attività svolte è stata esclusa a priori. Inoltre, per gli stessi motivi, il Be non conosce la stessa diffusione di elementi quali C e W nella composizione della prima parete dei tokamak funzionanti, e pertanto i dati noti in letteratura sulla tipologia di depositi contenenti questo elemento sono limitati.

5.2 Deposizioni PLD per la produzione dei campioni

Tutti i campioni sono stati prodotti depositando il contaminante su substrati di silicio e di rodio identici a quelli descritti nella sezione 4.2.1. Le deposizioni sono avvenute con lo stesso sistema laser e la medesima camera da vuoto (sez. 4.2.1) impiegati per le prove di danneggiamento e di cleaning. Si veda la figura 4.2 per una rappresentazione schematica del processo e delle grandezze rilevanti per la descrizione dello stesso. La lunghezza d'onda impiegata è pari a $\lambda = 532$ nm, ottenuta sfruttando la generazione di seconda armonica.

Per ottenere i depositi in carbonio è stato utilizzato un target di grafite, mentre per le deposizioni in WC è stato utilizzato un target in grafite al quale è sovrapposta una maglia di filamenti di tungsteno: esso è realizzato e movimentato in modo che l'ablazione di C e W sia isostechiometrica. Il fascio è focalizzato sul target mediante una lente con focale $f = 500$ mm posta in prossimità della finestra d'ingresso. L'energia dell'impulso è stata selezionata pari a $E_p = 150$ mJ. Tutte le deposizioni di C sono durate 5 minuti, mentre le deposizioni di WC 20 minuti; il laser operava in modalità pulsata con una frequenza di ripetizione pari a 10 Hz.

I parametri che vengono variati al fine di modificare la struttura del film sono la distanza tra il target e il substrato (d_{T-S}) e la pressione del gas in camera, costituito in questo caso da elio. Entrambe le grandezze influiscono sull'energia che le specie ablate possiedono quando giungono sul substrato [83]: a basse pressioni e distanze ravvicinate corrispondono specie più energetiche, che determinano la crescita di strutture più compatte. Elevate pressioni di gas in camera hanno l'effetto di confinare la piuma di ablazione, sia in direzione trasversale che longitudinale. Detta l_p la lunghezza di piuma, si osserva che se $d_{T-S} < l_p$ la crescita del film procede principalmente atomo per atomo, mentre se $d_{T-S} > l_p$ le specie ablate si aggregano prevalentemente a formare dei *clusters* prima di giungere al substrato. In quest'ultimo caso può svilupparsi un quasi-film nanostrutturato, molto poroso, con granularità confrontabili con le dimensioni del cluster.

Le tipologie di contaminante selezionate per essere depositate mediante PLD sono elencate di seguito; a fianco di ciascuna è indicata la notazione sintetica che verrà adottata nel seguito della trattazione:

- **Film compatti di C** (C_{fc})
- **Film porosi di C, struttura aperta** (C_{p1})
- **Film porosi di C, struttura intermedia** (C_{p2})
- **Film porosi di C, struttura compatta** (C_{p3})

- **Film compatti in WC** (WC_{fc})
- **Film porosi in WC, struttura aperta** (WC_{p1})
- **Film porosi in WC, struttura compatta** (WC_{p2})

Per ognuna delle tipologie di contaminante individuate sono state prodotte più repliche. Per quanto riguarda le deposizioni su Si, uno dei campioni prodotti è stato utilizzato per condurre delle caratterizzazioni anche distruttive del deposito, i rimanenti (almeno due per ogni tipologia) sono stati destinati alle prove di laser cleaning.

Film compatti in C I film compatti di C sono stati ottenuti selezionando $d_{T-S} = 7$ cm e con 5 Pa di elio in camera. La presenza del gas è necessaria per garantire l'adesione del film al substrato, dal momento che le deposizioni condotte in vuoto nelle medesime condizioni si sono mostrate soggette a fenomeni di delaminazione. In queste condizioni sono stati realizzati tre campioni. In figura 5.1 è mostrata un'immagine SEM della sezione del film; si noti l'effettiva somiglianza con il deposito rinvenuto in TEXTOR (fig. 2.3).

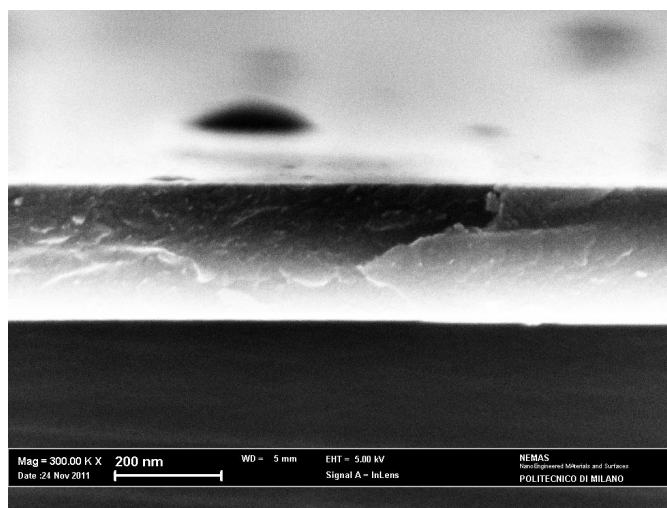


Figura 5.1: Immagine SEM della sezione del film C_{cf} (5 Pa di He, $d_{T-S} = 7$ cm))

Film porosi in C La deposizione dei film porosi di C è stata possibile portando la pressione di He in camera fino a 60 Pa. In queste condizioni sono state prodotte tre differenti serie di campioni: C_{p1} , C_{p2} , C_{p3} . Esse sono contraddistinte da diversi valori della distanza target-substrato: 9, 8, e 7 cm rispettivamente. La figura 5.2 mostra un'immagine SEM della superficie di un campione C_{p1} : in fig. 5.2a) è evidente la presenza di strutture aperte, dalla conformazione *ad albero*, mentre dalla 5.2b) si può notare l'elevato grado di porosità del film. Anche i film di tipo C_{p3} crescono per aggregazione di clusters, tuttavia la caratterizzazione SEM evidenzia una nanostruttura diversa rispetto alle deposizioni C_{p1} . L'immagine 5.3 mostra le già citate strutture *cauliflower-like*, simili a quelle rinvenute nel dust prodotto nelle macchine con elementi di prima parete in carbonio (si veda la fig. 2.6). L'analisi SEM dei campioni C_{p2} , ottenuti ponendo $d_{T-S} = 8$ cm, ha mostrato che essi presentano caratteristiche intermedie rispetto ai casi discussi in precedenza. Tutti i film prodotti sono opachi, di colore bruno, e dimostrano una scarsa adesione al substrato. Infatti è possibile scalfirli facilmente impiegando una pinzetta da laboratorio, indipendentemente dalla natura del substrato (Si o Rh).

Film compatti in WC I film compatti di WC non soffrono dei problemi di adesione riscontrati per i film in solo C, e pertanto possono essere realizzati in vuoto. La distanza target-substrato è stata posta pari a 6 cm. Ad un'ispezione visiva i film risultano perfettamente lucidi, e presentano un notevole grado di adesione al substrato: per scalfirli è stato necessario utilizzare una penna diamantata.

Film porosi in WC I film porosi in WC sono stati realizzati ponendo $d_{T-S} = 8$ cm e immettendo He in camera, alla pressione di 100 e 60 Pa: nel primo caso si ottiene la struttura denominata WC_{p1} , nel secondo WC_{p2} . Confrontando le immagini SEM di due campioni realizzati nelle diverse condizioni (5.4a) e 5.4b)), si osserva che -analogamente a quanto riscontrato

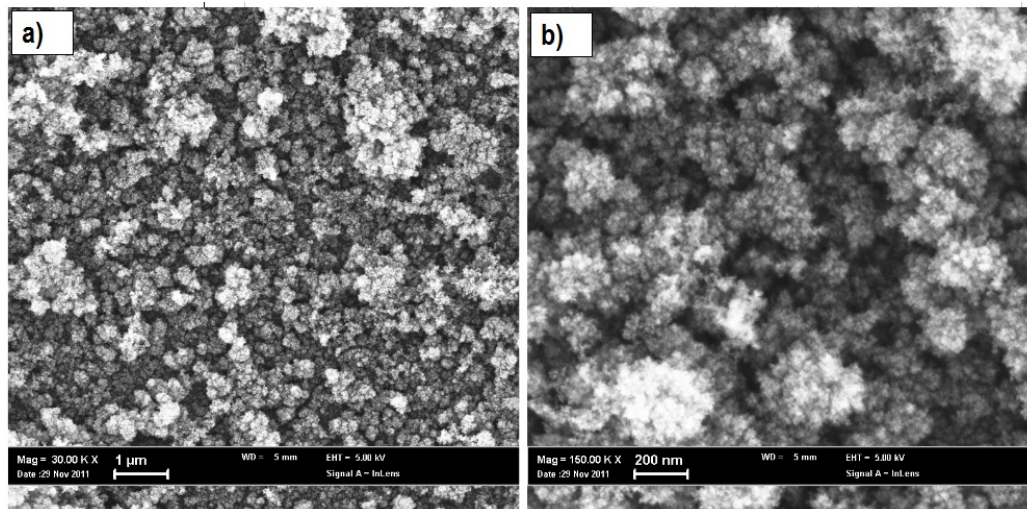


Figura 5.2: **a**: immagine SEM a 30000 ingrandimenti del campione CLC007 (60 Pa di He, $d_{T-S} = 9$ cm) **b**: immagine SEM a 150000 ingrandimenti dello stesso campione

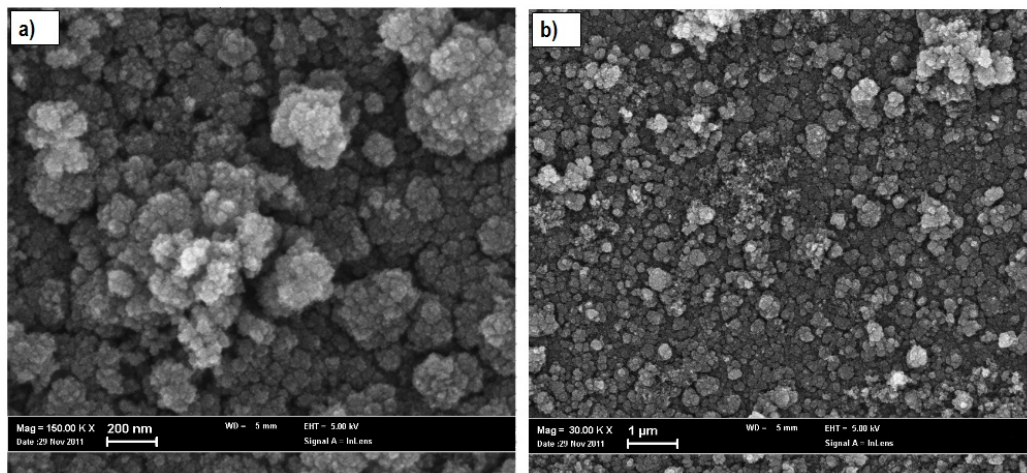


Figura 5.3: **a**: immagine SEM a 150000 ingrandimenti di un campione C_{p3} (60 Pa di He, $d_{T-S} = 7$ cm) **b**: immagine SEM a 30000 ingrandimenti dello stesso campione

per le deposizioni in carbonio- all'aumentare della pressione di deposizione aumenta la porosità del film, e la nanostruttura si fa più aperta.

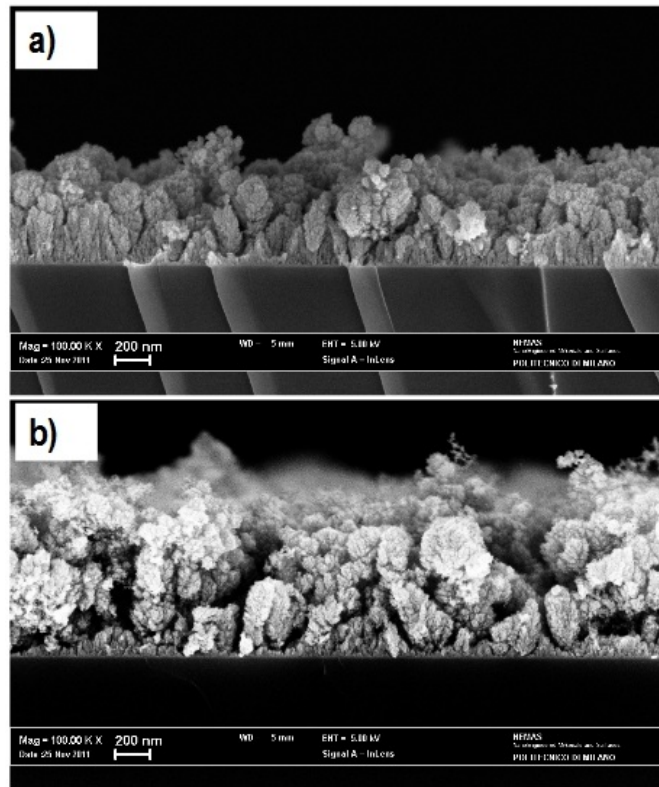


Figura 5.4: **a**: immagine SEM a 100000 ingrandimenti della sezione di un campione WC_{p2} (60 Pa di He, $d_{T-S} = 6$ cm) **b**: immagine SEM a 100000 ingrandimenti della sezione trasversale di un campione WC_{p1} (100 Pa di He, $d_{T-S} = 6$ cm)

5.3 Laser Cleaning delle contaminazioni su Si

5.3.1 Individuazione dei parametri sperimentali per le prove di Laser Cleaning

Sulla base delle risultati delle prove di danneggiamento laser del Si, descritte nella sezione 4.3, si è deciso di condurre le prove di laser cleaning delle contaminazioni C/Si e WC/Si in vuoto, con il laser alla lunghezza d'onda fondamentale ($\lambda = 1064$ nm), focalizzando il fascio attraverso una lente con $f = 750$ mm posta in prossimità della finestra d'ingresso alla camera. Il laser è stato impostato in modo da erogare impulsi alla minima energia possibile, come valore di riferimento si può assumere $E_p = 325$ mJ. In queste

condizioni, in base alla (4.5) si ha che $\Phi = 1208 \text{ mJ/cm}^2$.

Come è stato sottolineato nella sezione 5.2, ogni tipologia di contaminante è stata replicata in più campioni; in tal modo è stato possibile condurre due serie di prove separate per ciascuna tipologia di deposito. La prima serie di prove è stata condotta allo scopo di avere una stima preliminare della risposta all'irraggiamento delle varie contaminazioni in funzione del numero di impulsi per spot. Per questo motivo si è deciso di porre il numero di colpi nelle posizioni I, II, III e IV pari a 50, 10, 5 e 1 rispettivamente. In base ai risultati ottenuti per questo primo ciclo di test si è deciso di sfruttare la seconda serie di prove per indagare più nel dettaglio le condizioni per le quali è stato osservato il miglior compromesso tra efficienza di pulizia e resistenza al danneggiamento, ovvero $1 \leq N_p \leq 4$.

Tutti i campioni irraggiati sono stati sottoposti ad un'analisi mediante ispezione visiva, per alcuni di essi è stata effettuata un'ulteriore caratterizzazione mediante microscopia SEM.

5.3.2 Laser Cleaning dei campioni in C, prima serie

Tutte le tipologie di contaminante in carbonio sottoposte a laser cleaning (film compatto: C_{fc} ; quasi-film porosi: C_{p1} , C_{p2} , C_{p3}) hanno mostrato una risposta qualitativamente simile rispetto all'irraggiamento sotto le condizioni considerate. A titolo esemplificativo, in figura 5.5 è mostrato l'aspetto di un campione contaminato con il dust di C del tipo C_{p2} , e sottoposto a laser cleaning nelle condizioni espresse in precedenza.

Per tutti i campioni in carbonio, un'ispezione visiva è già sufficiente a dare un'idea complessiva del risultato del cleaning, in quanto è possibile distinguere una rimozione parziale del carbonio da una pressochè completa, che permette di osservare chiaramente il silicio sottostante. In generale, si è verificato che già dopo 5 impulsi non è possibile osservare alcun residuo del film contaminante, e dunque si presume un'asportazione completa di quest'ultimo grazie all'azione laser. Viceversa, un singolo impulso non si è mai dimostrato sufficiente a determinare una pulizia efficace della superficie.

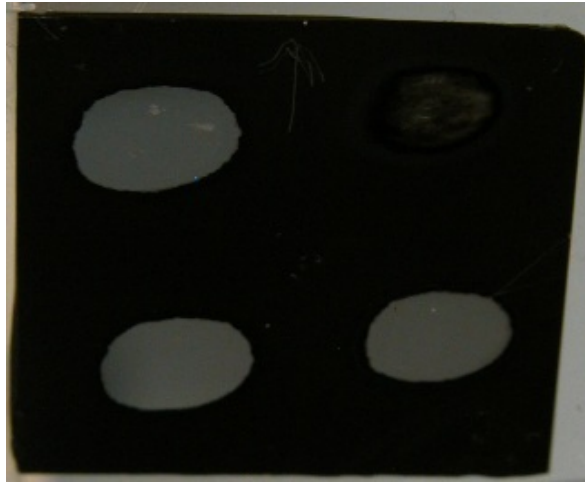


Figura 5.5: Risultati del laser cleaning di un campione C_{p2} . Per lo spot I sono stati impiegati 50 impulsi, 10 nella pos. II, 5 nella pos. III e un solo impulso nella pos. IV

Grazie al fatto che la rimozione del contaminante è immediatamente evidente è stato anche possibile, nella maggior parte dei casi, verificare se a questa avesse fatto seguito un danneggiamento visibile del substrato: si ricorda che questo aspetto è assolutamente cruciale per l'applicazione del laser cleaning ai FMs (si veda sez. 3.5.2).

Una prima considerazione a questo proposito riguarda l'influenza del contaminante nel determinare la LIDT del substrato. A seguito delle prove di danneggiamento su Si non contaminato (sez. 4.3) si era osservato che, con $\Phi \approx 1210 \text{ mJ/cm}^2$, sono necessari almeno 100 colpi per provocare un danneggiamento visibile dell'area irraggiata. Ciò nonostante, per i campioni soggetti a laser cleaning, lo spot trattato con 50 impulsi evidenzia chiaramente un danneggiamento del substrato per tutte le tipologie di contaminante considerate.

Anche nella posizione irraggiata con $N_p = 10$ si riscontra un danneggiamento del substrato, la cui entità è però legata alla natura del deposito di contaminante: ancora molto evidente (confrontabile allo spot con $N_p = 50$) per il film compatto e per il dust più coeso (C_{p3}), appena visibile per il dust dalla struttura aperta, C_{p1} . Si può dunque concludere che la presenza di un deposito di C ha l'effetto di abbassare la soglia di danneggiamento laser

per le superfici considerate, in particolare laddove il contaminante presenti un maggior grado di coesione. E' interessante sottolineare come l'aspetto del substrato danneggiato in seguito alla rimozione del contaminante appaia -ad un' indagine visiva- del tutto simile a quanto si osserva quando lo stesso substrato è danneggiato dal laser in assenza di contaminante. Questa prima analisi ad occhio nudo è confermata dalle immagini SEM riportate in figura 5.6. Esse offrono un confronto, a parità di tutti gli altri parametri, tra un substrato in Si irraggiato con $N_p = 100$ in assenza di contaminante, e il campione C_{p2} nello spot che ha ricevuto 50 impulsi: le due immagini sono del tutto paragonabili. Sembra perciò che la presenza di un deposito sulla superficie abbassi il valore della LIDT del substrato non tanto perchè introduca nuovi meccanismi di danneggiamento, quanto piuttosto perchè favorisca lo sviluppo di condizioni che attivino le modalità di danneggiamento già note.

L'irraggiamento con $N_p = 5$ ha prodotto i risultati migliori per tutti i campioni: un leggero danneggiamento nel caso delle contaminazioni sotto forma di film compatto e dust coeso e nessuna evidenza di danneggiamento per i campioni rivestiti dai quasi-film porosi C_{p1} e C_{p2} . Anche queste considerazioni vanno nella direzione di indicare che, nelle condizioni scelte, la soglia di danneggiamento laser risulta più elevata per le superfici contaminate con i depositi dalla struttura meno compatta.

Nello spot investito da un solo impulso sono sempre presenti degli evidenti residui di contaminante. Si osserva anche che la frazione di carbonio che rimane adesa alla superficie irraggiata sembra avere una morfologia differente rispetto alle zone di film non esposte al laser. Questo fenomeno è particolarmente evidente per il campione C_{fc} . In questo caso il materiale non rimosso si trova prevalentemente al centro della macchia laser, diversamente da quanto avviene per le contaminazioni da film porosi di carbonio. Un indagine di tale area mediante microscopia SEM ha mostrato un fenomeno interessante: a seguito dell'impulso il film di contaminante si scompone in una moltitudine di frammenti microscopici dalla geometria particolarmente frastagliata. La figura (5.7 a) mostra le strutture osservate, mentre dalla

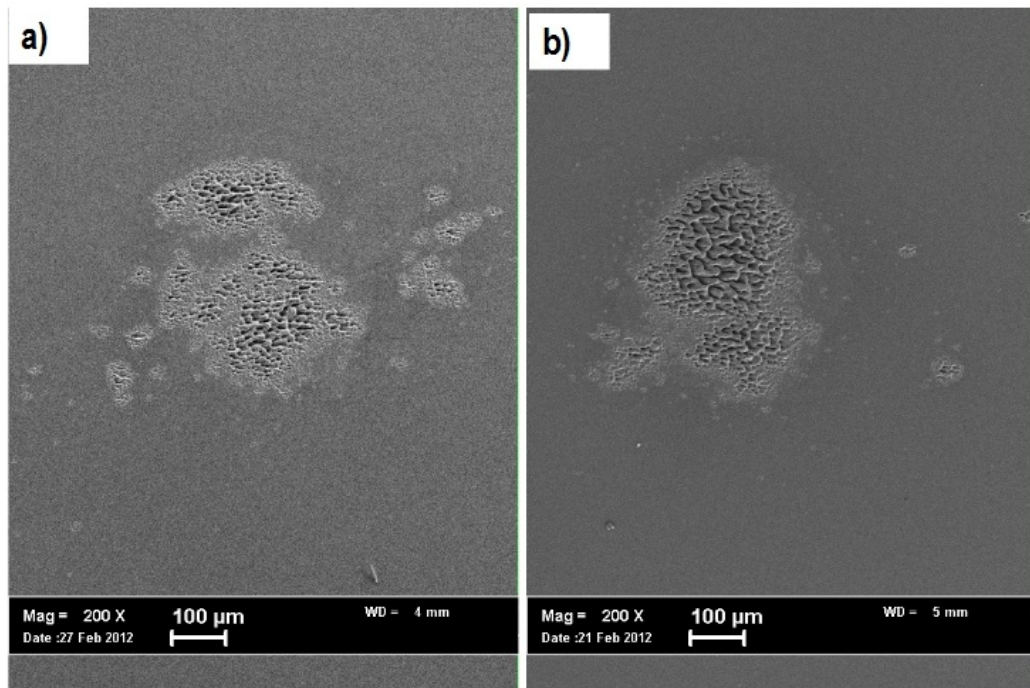


Figura 5.6: **a:** immagine SEM a 200 ingrandimenti del campione C_{p2} nello spot trattato con $N_p = 50$. **b:** immagine SEM a 200 ingrandimenti di un substrato vergine di Si irraggiato con $N_p = 100$, a parità di tutti gli altri parametri.

figura 5.7 **b)** è possibile scorgere una distribuzione superficiale uniforme di nanoparticelle con diametro medio verosimilmente pari a qualche decina di nanometri. Evidentemente il primo impulso altera notevolmente la struttura del film, dunque la risposta del contaminante al trattamento laser potrebbe cambiare significativamente per impulsi successivi al primo.

Alla luce di questa considerazione, e in virtù del fatto che il miglior compromesso tra efficacia di cleaning e resistenza al danneggiamento stato ottenuto per $N_p = 5$, si è deciso di sfruttare la seconda serie di campioni disponibili per indagare l'irraggiamento a basso numero di impulsi.

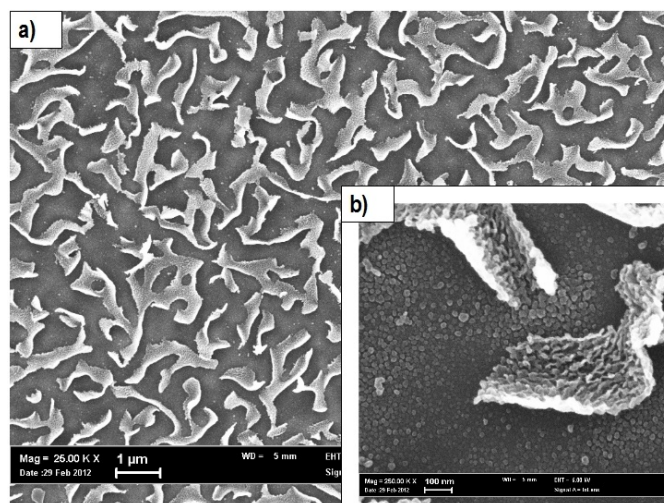


Figura 5.7: **a**: immagine SEM del campione CLC011, realizzata a 25000 ingrandimenti. **b**: un particolare della stessa immagine ottenuto a 250000 ingrandimenti.

5.3.3 Laser Cleaning dei campioni in C, seconda serie

La seconda serie di prove di cleaning per contaminazioni di Cs su silicio è stata svolta con 4, 3, 2 e 1 colpo nelle posizioni I, II, III e IV rispettivamente. In figura 5.8 sono mostrati i risultati conseguiti per il campione C_{p2} , che rispecchiano qualitativamente la risposta al trattamento degli altri campioni considerati.

Innanzitutto, poichè entrambe le serie prevedono un singolo impulso nella pos. IV, è stato possibile confrontare l'aspetto dello spot per i campioni prodotti nelle stesse condizioni. Non si riscontra in alcun caso alcuna differenza significativa, ciò può essere indice del fatto che l'efficienza di laser cleaning nelle condizioni in esame sia un parametro poco soggetto a fluttuazioni stocastiche. Osservando tutti i campioni, si nota che lo spot trattato con due soli impulsi è già privo di residui visibili di contaminante, perlomeno nel centro della macchia laser. A questo proposito è in programma a breve termine una campagna di caratterizzazioni mediante SEM ed EDXS che consentano di stabilire se la rimozione del contaminante sia stata effettivamente completa. Infatti, se ciò fosse confermato, si avrebbe un andamento dell'efficienza di rimozione rispetto al numero degli impulsi che

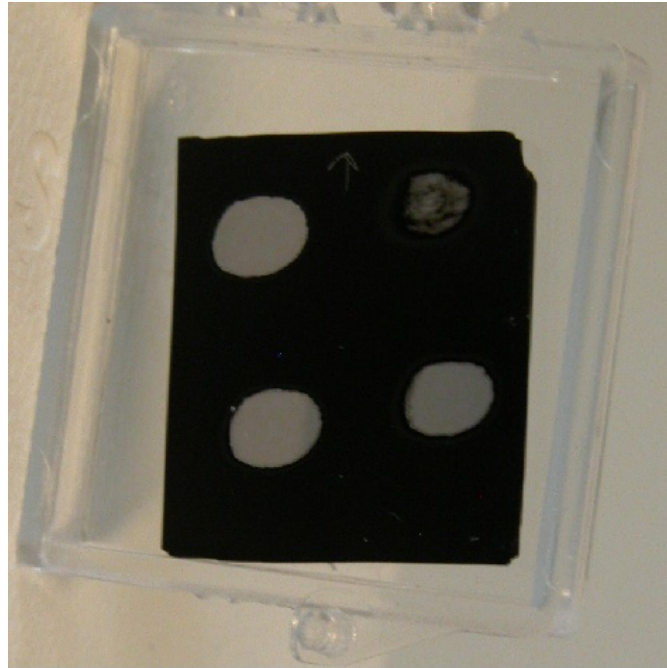


Figura 5.8: Risultati del laser cleaning del campione CLC002, contaminato con dust in C dalle proprietà intermedie ($d_{T-S} = 8$ cm). Nella posizione I sono stati impiegati 4 impulsi, 3 nella pos. II, 2 nella pos. III e un solo impulso nella pos. IV

si discosta dalle previsioni teoriche note in letteratura: esse prevedono una dipendenza dell'efficienza di rimozione da N_p di tipo quasi-lineare (3.18) o del tipo $1 - \exp(-k \times N_p)$ (3.31). In effetti i modelli citati (non specifici per il laser cleaning del C e del tutto generali) si basano sull'ipotesi che la natura del contaminante non vari significativamente nel corso dell'irraggiamento, mentre le osservazioni sperimentali finora condotte suggeriscono -per le condizioni considerate- una significativa alterazione delle caratteristiche del contaminante a seguito del primo impulso (si veda sez. 5.3.2 e fig. 5.7). Una possibile giustificazione del comportamento osservato risiede nel fatto che le alterazioni subite dal contaminante dopo l'interazione col primo impulso potrebbero essere tali da renderne più semplice l'asportazione. Si noti inoltre che per $N_p = 2$ non è stato rilevato in alcun caso un danneggiamento visibile del substrato.

L'effetto che hanno gli impulsi successivi al secondo sulla rimozione del

contaminante sembrano legati principalmente a variazioni al bordo della macchia laser. In questa regione di confine (approssimabile ad un anello spesso poco meno di un millimetro) il secondo impulso non è stato sufficiente ad eliminare del tutto il contaminante; gli spot con $N_p = 3$ e $N_p = 4$ mostrano come gli impulsi successivi siano funzionali a tale scopo. Visivamente si osserva una definizione sempre più netta del bordo della macchia all'aumentare del numero degli impulsi, fintanto che, per $N_p = 4 \div 5$, l'area pulita assume la sua forma definitiva. La presenza di questi effetti di bordo dovrà essere tenuta in considerazione qualora non ci si voglia limitare al laser cleaning del singolo spot laser ma si desideri sviluppare un sistema -opportunamente movimentato- per la pulizia di ampie superfici.

D'altro canto, un incremento nel numero degli impulsi ricevuti ha anche l'effetto di rendere più probabile il danneggiamento del substrato: si osserva ad occhio nudo un alterazione nella superficie di Si per $N_p \geq 3$ se il contaminante era presente nella forma di film compatto o dust coeso, e per $N_p = 4$ nel campione contaminato con il dust con proprietà intermedie. Non è possibile stabilire da una semplice indagine visiva se, per il campione rivestito dal dust più poroso, la posizione che ha ricevuto 4 impulsi sia effettivamente danneggiata.

5.3.4 Laser Cleaning dei campioni in WC

Anche per quanto riguarda il laser cleaning dei campioni di carburo di tungsteno ($WC_{fc}, WC_{p1}, WC_{p2}$) su Si, è stata condotta la serie preliminare di prove di irraggiamento ($N_p = 50, 10, 5$ e 1) con lo scopo di stabilire quale fosse l'intervallo di valori più promettente per il parametro N_p , in vista di una rimozione del contaminante efficace e non distruttiva per il substrato. Tuttavia, come sarà chiarito a breve, non è stato possibile cogliere delle informazioni discriminanti in questo senso, e pertanto il numero di impulsi da impiegare nelle prove della seconda serie è stato scelto in analogia con quanto stabilito per C/Si: $N_p = 4, 3, 2$ e 1 .

Infatti, per qualsiasi tipologia di deposito, non è possibile osservare in alcun caso l'avvenuta asportazione del contaminante. L'irraggiamento con un singolo impulso è già sufficiente a determinare un'evidente alterazione della morfologia del contaminante; tuttavia, all'aumentare del numero degli impulsi, non è possibile osservare chiaramente una rimozione di quest'ultimo. Per questo motivo non è stato nemmeno possibile stabilire se e per quali condizioni avvenga il danneggiamento del substrato. L'interpretazione dei risultati ottenuti è senza dubbio molto più difficoltosa di quanto riscontrato per i campioni in carbonio; in via preliminare, si può comunque osservare che la presenza del tungsteno peggiora notevolmente l'efficienza di cleaning; questa considerazione è in accordo con quanto noto in letteratura (si vedano [61, 62, 63, 64] e [111]). Poiché il criterio dell'ispezione visiva dei campioni dopo l'irraggiamento si dimostra di efficacia limitata nel caso di contaminazioni in WC, sarà necessario sottoporre questi campioni a delle indagini più approfondite, quali microscopia SEM e spettroscopia EDXS.

5.4 Prove esplorative di Laser Cleaning di contaminazioni in C su film di Rh

L'analisi dei risultati di cleaning dei contaminanti depositi su Si ha fornito indicazioni importanti circa la dipendenza dell'efficienza di rimozione dal numero di colpi e dalla natura del contaminante. Per effettuare le prove esplorative di laser cleaning di film di Rh si è scelto di utilizzare il contaminante che si è mostrato più semplice da rimuovere, ovvero il quasi-film di C dalla struttura più porosa (C_{p1}). Esso è stato depositato su due differenti superfici di rodio: una costituita da un film con struttura colonnare (Rh_{col}) e l'altra da un film con struttura quasi-amorfa (Rh_{am}).

Le condizioni di processo vengono dettate dai vincoli sul danneggiamento laser ricavati nella sezione 4.4.1. Per tanto le prove sono state condotte in vuoto, con radiazione a $\lambda = 1064$ nm, alla minima energia possibile ($E_p \approx$

320 mJ) e senza alcun tipo di focalizzazione; in tali condizioni si ha $\Phi \approx 349 \text{ mJ/cm}^2$.

Nella figura 5.9 viene mostrato l'aspetto del campione C_{p1}/Rh_{am} dopo il laser cleaning condotto con 4, 3, 2 e 1 impulso nelle posizioni I, II, III e IV. Lo spot irraggiato con un solo colpo evidenzia una parziale rimozione del contaminante, mentre il film sottostante non sembra danneggiato. Al centro dello spot con $N_p = 2$ si nota un' area in cui la superficie appare rovinata; non sono comunque presenti residui visibili di contaminante. Nelle posizioni investite da 3 e 4 impulsi la situazione è sostanzialmente simile. Si può concludere che -utilizzando il sistema laser in dotazione, alla lunghezza d'onda fondamentale- non è stato in possibile ottenere una decontaminazione apprezzabile del film di Rh con struttura quasi-amorfa senza degradarne significativamente l'integrità superficiale. Questa considerazione suggerisce la necessità di esplorare un range inferiore di fluenze laser per trattare i film di Rh con struttura quasi-amorfa.

L'immagine 5.10 mostra la superficie del campione C_{p1}/Rh_{col} , trattato con 3000 impulsi in posizione I, 50 impulsi in posizione II, 600 impulsi in posizione III e un singolo impulso in posizione IV. Nello spot raggiunto da un singolo impulso il film di contaminante ha evidentemente subito un'alterazione, tuttavia non si è verificata un'asportazione sufficiente a consentire di osservare il substrato sottostante. Questo fatto giunge piuttosto inatteso, dal momento che l'irraggiamento del film quasi-amorfo nelle stesse condizioni ha determinato una rimozione apprezzabile del dust di C. Se ne può dedurre che nel caso in esame le proprietà del substrato debbano rivestire un ruolo importante nei meccanismi che determinano il distacco del contaminante.

All'aumentare del numero degli impulsi la frazione di materiale rimosso cresce gradualmente; nello spot irraggiato con 3000 impulsi non è più possibile osservare dei frammenti macroscopici di film di contaminante, tuttavia la superficie del film appare velata, e manca della brillantezza tipica dei film di rodio. Molto probabilmente questo fenomeno è legato alla presenza sulla superficie di elementi di contaminante di dimensioni microscopiche

che il laser non è stato in grado di rimuovere: in questo senso i risultati delle analisi SEM ed EDXS potrebbero rivelarsi risolutivi. In ogni caso, sembra da escludersi un danneggiamento del film colonnare nelle condizioni di irraggiamento considerate. Pertanto, si può affermare che questo primo test per il laser cleaning di film di Rh abbia dato un riscontro positivo circa la fattibilità dell'impiego del laser cleaning per la pulizia dei FMs in rodio, e al contempo abbia evidenziato la necessità di ricercare il compromesso ottimo tra probabilità di danneggiamento e efficienza di rimozione in termini di parametri laser.



Figura 5.9: Laser cleaning del campione C_{p1}/Rh_{am} . $N_p = 4$ in pos. I, $N_p = 3$ in pos. II, $N_p = 2$ in pos. III, $N_p = 1$ in pos. IV



Figura 5.10: Laser cleaning del campione C_{p1}/Rh_{col} . $N_p = 3000$ in pos. I, $N_p = 50$ in pos. II, $N_p = 600$ in pos. III, $N_p = 1$ in pos. IV

Capitolo 6

Conclusioni e sviluppi futuri

6.1 Conclusioni

Il lavoro di tesi ha avuto come obiettivo lo studio del laser cleaning come tecnica per la pulizia di specchi per diagnostiche del plasma in un sistema per la fusione nucleare a confinamento magnetico. Nonostante le straordinarie potenzialità che caratterizzano tale fonte energetica, le difficoltà scientifiche e tecnologiche da superare per giungere alla realizzazione di un impianto a fusione sono numerose, e saranno necessari ancora molti anni di ricerca per stabilire se e come sarà possibile lo sfruttamento delle reazioni di fusione nucleare per la produzione di energia (capitolo 1). Una delle soluzioni più promettenti -seguita sin dai primi studi sulla fusione- è rappresentata dalla possibilità di confinare con un'opportuna configurazione di campo magnetico una miscela di deuterio e trizio portata allo stato di plasma termonucleare ($T \approx 10^8$ K , $n \approx 10^{14}$ cm⁻³), per cui la potenza liberata dalle reazioni di fusione può eccedere la potenza persa dal plasma per una quantità sufficiente a garantire una conversione dell'energia prodotta che sia sostenibile in termini tecnologici ed economici. La geometria più adatta per tale sistema si è rivelata essere quella toroidale; le macchine per la fusione a confinamento magnetico che operano in questa configurazione sono dette *tokamak*. Su questo principio è basato il futuro reattore sperimentale ITER -attualmente

in fase di costruzione- con lo scopo di fornire risposte convincenti circa la fattibilità di questa complessa tecnologia.

All'interno di un sistema così complesso, un ruolo chiave è svolto dai sistemi di diagnostica, uno degli apparati più complessi e variegati che saranno presenti nel reattore (capitolo 2). Per il controllo di una macchina così sofisticata è infatti necessario conoscere numerosi parametri del plasma, non sempre facilmente rilevabili. In effetti, 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 della radiazione elettromagnetica con il plasma. Per questi sistemi di diagnostica è necessario l'impiego di specchi posti all'interno del vessel del reattore (*first mirrors*), che consentono la trasmissione del segnale fino alla strumentazione di analisi (sez. 2.2). Questi componenti si trovano a dover operare in condizioni estremamente severe, determinate soprattutto dall'interazione con plasma. In particolare, oltre alle problematiche di erosione dovute alle interazioni con il plasma, è stato osservato che la rideposizione delle impurezze presenti nel plasma sulla superficie degli specchi può degradarne le proprietà ottiche in maniera del tutto inaccettabile. Per questo motivo sono attualmente allo studio diverse tecniche che consentano di mitigare il problema della rideposizione sui *first mirrors*. Tra le varie opzioni, è stata considerata la possibilità di irraggiare con un opportuno fascio laser i depositi che si formano sulla superficie degli specchi; questa tecnica prende il nome di *laser cleaning*. Il laser cleaning (capitolo 3) consiste nella rimozione di contaminanti da una superficie attraverso l'azione di impulsi laser, senza al contempo danneggiare la superficie stessa. I meccanismi fisici che intervengono nel processo sono molteplici e in generale complessi, essi dipendono criticamente dalle variabili coinvolte (si veda sez. 3.4):

- **Parametri laser:** lunghezza d'onda, durata dell'impulso, fluensa e numero di colpi impiegati
- **Natura del substrato**

- **Caratteristiche del contaminante**, in termini di composizione elementale, grado di coesione, struttura microscopica.

Benché l'impiego del laser cleaning sia consolidato in alcuni settori -quali l'industria elettronica e la preservazione dei beni culturali- l'applicazione di questa tecnica agli specchi diagnostici per plasmi termonucleari è una possibilità considerata solo di recente. Dallo studio della letteratura in merito si riscontra che è stato possibile condurre solo un numero limitato di prove di laser cleaning su campioni effettivamente esposti al plasma di un tokamak (sez. 3.5). I risultati ottenuti suggeriscono come, per giungere all'implementazione di una soluzione tecnologica per il laser cleaning degli specchi, sia necessario individuare opportuni valori dei parametri che caratterizzano il processo, tali da garantire un'efficace rimozione dei depositi senza indurre alterazioni superficiali che pregiudichino la funzionalità degli specchi.

Questo lavoro di tesi propone un approccio modellistico-sperimentale di carattere esplorativo al problema del laser cleaning degli specchi per le diagnostiche di plasma; a questo scopo si avvale delle potenzialità fornite dal sistema laser in uso presso il Laboratorio Materiali Micro- e Nanostrutturati. In prima istanza, il sistema considerato può essere infatti impiegato per realizzare -mediante la tecnica della deposizione laser pulsata (PLD)- dei depositi che riproducano, per composizione e morfologia, le caratteristiche del contaminante effettivamente riscontrato nei tokamak in esercizio. All'interno delle attività condotte presso lo stesso Laboratorio, è stata inoltre già avviata una linea di ricerca che mira alla realizzazione di specchi per le diagnostiche di plasma depositando mediante PLD film di rodio su opportuni substrati metallici. Il rodio è infatti un materiale molto studiato a questo scopo, essendo dotato di un'alta riflettività e buone proprietà di resistenza all'erosione. Grazie alla PLD, è stato possibile produrre dei film di Rh dalle differenti caratteristiche, sui quali depositare con la medesima tecnica il contaminante desiderato. Questo aspetto risulta particolarmente interessante nella prospettiva di svolgere delle prove di laser

cleaning -facendo uso della stessa strumentazione- in condizioni rilevanti per il contesto considerato. In questo lavoro, una parte considerevole delle deposizioni di contaminante per le prove di cleaning è avvenuta su silicio, dal momento che i substrati costituiti da questo materiale sono semplici da ottenere e consentono una efficace caratterizzazione dei fenomeni analizzati (danneggiamento, produzione di contaminante, laser cleaning).

Di conseguenza, nello svolgimento di questo lavoro si è deciso di affrontare tre tematiche principali:

1. valutazione delle condizioni di danneggiamento laser per i substrati considerati
2. produzione mediante PLD di alcune tipologie di depositi confrontabili con il contaminante rinvenuto nei tokamak
3. prove preliminari di laser cleaning dei campioni prodotti

Il carattere essenzialmente esplorativo della ricerca emerge dal fatto che, piuttosto che affrontare un'analisi dettagliata di una singola problematica, si è preferito condurre un primo studio metodologico e di fattibilità che coinvolgesse tutte le questioni elencate. Ciò è stato possibile cercando di sfruttare al meglio la sinergia offerta dall'uso di una stessa strumentazione per realizzare i substrati, depositare il contaminante e studiare il laser cleaning dei campioni prodotti. La scelta di operare secondo questo tipo di approccio è motivata dalle notevoli difficoltà che il problema presenta sotto il profilo tecnico e scientifico-fondamentale, a causa della complessità dei fenomeni fisici considerati, del numero elevato di variabili coinvolte nel processo, e della scarsità di informazioni e di esperienza già acquisite in questo campo, che -come sottolineato in precedenza- costituisce un ambito di ricerca vasto ed in gran parte ancora inesplorato.

Lo stesso sistema laser -previo un opportuno settaggio delle condizioni operative- può essere utilizzato anche per determinare le condizioni di danneggiamento laser dei substrati considerati.

Le prove di danneggiamento laser (capitolo 4) sono state condotte su 3 tipologie di substrati: wafer di silicio, film di rodio che presentano un orientazione dei grani cristallini di tipo colonnare lungo la direzione cristallografica (1 1 1) e film di rodio con struttura cristallina quasi amorfa. I film di rodio sono stati prodotti grazie alla PLD, è stato possibile ottenere le diverse nanostrutture agendo opportunamente sui parametri di deposizione. La lunghezza d'onda del laser è stata fissata a 1064 nm. Per stabilire le condizioni di danneggiamento delle diverse superfici è stata ricercata la fluenza di soglia per il danneggiamento laser (LIDT) in funzione del numero di impulsi impiegati; per individuare il danneggiamento dei campioni è stato adottato principalmente un criterio di ispezione visiva. E' stata valutata anche l'influenza dell'atmosfera di irraggiamento sulla LIDT (sez. 4.3.3) e sull'evoluzione del danneggiamento. Ciò ha confermato l'opportunità di condurre in vuoto le successive prove di cleaning. Sono stati individuati degli intervalli di valori dei parametri laser tali per cui i wafer di silicio e film colonnari di rodio possono essere irraggiati senza mostrare segni di danneggiamento, mentre si è osservato che i film di rodio con struttura quasi amorfa vengono sempre danneggiati nelle condizioni considerate. I risultati quantitativi delle analisi condotte sono presentati nella sez. 4.3 per i substrati in Si e nella sez. 4.4 per i film di Rh.

Per procedere alla produzione del contaminante è stata svolta un'approfondita ricerca bibliografica per identificare le principali caratteristiche delle rideposizioni di contaminante rinvenute in diverse macchine a confinamento magnetico. Sono state quindi individuate alcune tipologie di depositi in carbonio e carburo di tungsteno che si è poi cercato di replicare attraverso la tecnica PLD (sezione 5.1). I depositi in carbonio sono costituiti da film compatti -cresciuti a partire da specie atomiche- e da quasi-film porosi cresciuti dall'aggregazione di clusters atomici. Questi ultimi sono stati classificati in tre differenti varietà, distinte in base al grado di coesione della struttura microscopica. Anche per i film di WC è stato possibile produrre film con 3 differenti nanostrutture, contraddistinte da diversi gradi di compattezza. La maggior parte delle deposizioni è avvenuta su Si, in virtù

della semplicità di caratterizzazione. Sono state comunque realizzate anche due deposizioni esplorative di carbonio dust su film di rodio dalla differente nanostruttura (colonnare e quasi-amorfa). La caratterizzazione SEM dei campioni prodotti ha permesso di effettuare un raffronto con quanto noto dalla letteratura in merito alle deposizioni di contaminanti nei tokamak. In diversi casi è stata riscontrata una buona somiglianza in termini morfologici e di composizione chimica. La descrizione dettagliata delle procedure di deposizione e caratterizzazione dei depositi di contaminante è offerta nella sezione 5.2 del capitolo 5.

Infine è stato possibile condurre alcuni test preliminari per il laser cleaning dei campioni prodotti. In tutti i casi considerati la lunghezza d'onda del laser è pari a 1064 nm e l'atmosfera di irraggiamento è stata ottenuta portando la camera in condizioni di vuoto. Le prove di laser cleaning delle deposizioni C/Si e WC/Si (sez. 5.3) sono state condotte con una fluensa indicativamente pari a 1200 mJ/cm². Ogni tipologia di campione è stata irraggiata con 1, 2, 3, 4, 5, 10 e 50 impulsi. In prima istanza è stato rilevato un comportamento significativamente differente tra i campioni in C e quelli in WC. Per i primi si osserva che il miglior compromesso tra efficienza di pulizia e resistenza della superficie al danneggiamento si ottiene con un numero di impulsi per spot compreso tra 2 e 4: in questo caso un'analisi visiva del campione rivela un'efficace rimozione del contaminante senza danneggiamento apprezzabile del substrato. Si osserva inoltre che la LIDT delle superfici contaminate diminuisce rispetto a quanto verificato preliminarmente per gli stessi substrati senza il contaminante: depositi con un maggior grado di coesione inducono il danneggiamento ad un numero minore di colpi. Per i depositi di WC/Si non si riscontra in alcun caso una rimozione del contaminante; dal momento che non è possibile osservare direttamente la superficie di silicio risulta anche impossibile identificare un eventuale danneggiamento col solo ausilio di un'indagine visiva.

Nella sezione 5.4 sono descritti i test esplorativi (condotti ad una fluensa di circa 350 mJ/cm²) per il laser cleaning di due film di rodio dalla differente nanostruttura, contaminati con dust poroso di carbonio. Per il film di Rh

quasi-amorfo si osserva che l'irraggiamento con un singolo impulso determina la rimozione parziale del contaminante. Con più di un impulso per spot alla rimozione del carbonio fa seguito un danneggiamento del substrato. Il film di Rh dalla struttura colonnare è stato irraggiato con 3000 impulsi per spot senza che la superficie mostrasse segni di danneggiamento; non è stato comunque possibile raggiungere una rimozione completa del contaminante. Questo fatto suggerisce che sia necessario esplorare ulteriormente lo spazio dei valori possibili per i parametri laser allo scopo di avvicinarsi alle condizioni di processo ottimali.

In conclusione si può affermare che il lavoro condotto ha dato un riscontro positivo circa la possibilità di applicare le tecniche di laser cleaning agli specchi per le diagnostiche di plasma. Più in generale ha evidenziato le potenzialità offerte da un approccio *integrato* al problema della pulizia dei *first mirrors*, che coinvolga la realizzazione e la caratterizzazione laser del substrato, la produzione del contaminante e le prove di laser cleaning facendo uso di un'unica tipologia di strumentazione.

6.2 Sviluppi futuri del lavoro

I risultati preliminari ottenuti in questa tesi mostrano che l'approccio intrapreso per lo studio del laser cleaning di specchi diagnostici può essere ulteriormente sviluppato ed ampliato in diversi suoi aspetti.

Risulta opportuno indagare ulteriormente il danneggiamento laser dei substrati coinvolti per differenti condizioni laser: in particolare variando la lunghezza d'onda e diminuendo la fluensa del laser. Dal momento che l'accoppiamento tra radiazione laser e materiali irraggiati dipende criticamente dalla lunghezza d'onda, la possibilità di esplorare le condizioni di danneggiamento e pulizia per differenti lunghezze d'onda costituisce senza dubbio uno sviluppo molto interessante delle ricerche finora svolte. Le regioni a più bassa fluensa laser possono essere esplorate incidendo sul bersaglio con il fascio non focalizzato (senza lente) e variando l'energia dell'impulso laser. Inoltre, la variazione della lunghezza d'onda introduce

un ulteriore grado di libertà nel processo di irraggiamento; poichè l'energia dell'impulso laser diminuisce al diminuire della lunghezza d'onda, è possibile sfruttare la generazione di armoniche successive anche per diminuire il limite inferiore dell'intervallo di fluensa che è possibile impiegare nelle prove di danneggiamento e di cleaning.

Come rimarcato nella sezione 4.4.1, un'analisi approfondita della risposta all'irraggiamento dei film di Rh è essenziale non solo per le questioni legate al laser cleaning, ma anche per comprendere quali vincoli ponga l'interazione con fascio diagnostico alla progettazione di specchi diagnostici basati su film metallici. Per questo motivo è molto interessante comprendere che ruolo giochino le caratteristiche del film (su tutte nanostruttura e spessore) nel determinare la soglia di danneggiamento laser.

Per quanto riguarda la produzione di contaminante, i risultati ottenuti con le deposizioni in carbonio sono un buon punto di partenza da cui estendere l'attenzione verso altri elementi. A proposito del tungsteno e dei suoi composti si avverte innanzitutto la necessità di approfondire la ricerca bibliografica per ottenere informazioni più precise circa la composizione stechiometrica, lo stato di aggregazione e la micro- e nanostruttura dei depositi con una frazione rilevante di W; in tal modo sarà possibile ottimizzare il processo di produzione adottato per i film di W-C al fine di replicare più fedelmente le caratteristiche del contaminate nei tokamak. Nella sezioni 2.3.1 e 5.1 è stato rilevato che la frazione più significativa di contaminazioni di tungsteno potrebbe presentarsi sotto forma di particolato metallico fuso, o *droplet*. Dal momento che uno degli aspetti che caratterizza la tecnica PLD è legato all'eiezione di particolato fuso dal target durante la deposizione, si può pensare di sfruttare questa caratteristica per replicare in laboratorio la rideposizione di droplet di tungsteno che è stata osservata nei tokamak. Un'altra questione che merita ulteriori indagini è legata alla possibilità di produrre depositi che contengano idrogeno: essi sono di grande rilevanza nella prospettiva di replicare le contaminazione presenti nei futuri reattori, dal momento che il combustibile termonucleare sarà composto da isotopi di questo elemento. La tecnica PLD potrebbe essere usata a questo

scopo introducendo composti dell'idrogeno sotto forma di gas reattivo; ad esempio è stata documentata la crescita di film di C:H depositando con del gas metano in camera [124]. Deposizioni di questo tipo potrebbero servire da test per l'efficacia del laser cleaning nel contrastare la problematica della ritenzione di trizio.

Grazie agli ulteriori studi circa il danneggiamento dei substrati in differenti condizioni di irraggiamento, sarà anche possibile condurre le prove di laser cleaning esplorando un range più ampio di parametri laser, in primo luogo per quanto riguarda la fluensa e la lunghezza d'onda. Gli sviluppi successivi delle indagini sul processo di laser cleaning coinvolgeranno in maniera sistematica l'impiego di substrati costituiti da film di Rh, al fine di ricreare condizioni più rilevanti nella prospettiva di un'applicazione in reattore.

Infine, si evidenzia che lo studio più approfondito di tutti gli aspetti considerati in questa ricerca richiede lo sviluppo di una sistematica campagna di caratterizzazione mediante indagini strumentali (SEM, EDXS, XRD), solo preliminarmente utilizzate in questo lavoro di tesi. Si è osservato infatti che, in alcuni casi, non è stato possibile rilevare il danneggiamento del substrato mediante la sola indagine visiva, mentre l'analisi al microscopio elettronico potrebbe fornire indicazioni determinanti in questo senso. Allo stesso modo l'analisi strutturale ed elementare dei campioni sottoposti a laser cleaning potrà agevolare l'interpretazione dei risultati ottenuti.

Appendice A

Deposizione Laser Pulsata

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. Negli ultimi anni essa ha trovato svariate applicazioni in diversi campi che spaziano dall'elettronica alla scienza delle superfici. La tecnica PLD utilizza un impulso laser di breve durata e con energia elevata per ablatare un opportuno bersaglio costituito dal materiale che si vuole depositare. Il bersaglio del materiale è posto in una camera a vuoto e viene irraggiato con un fascio laser opportunamente focalizzato, con lunghezza d'onda che va dall'IR all'UV. Solitamente si impiegano impulsi laser con durata dell'ordine dei ns. L'impulso laser provoca l'ablazione del materiale e la formazione di una piuma di plasma in direzione perpendicolare alla superficie del target. Di fronte alla piuma viene posto il substrato su cui si vuole depositare il film. I film depositati hanno spessori dell'ordine dei μm su una superficie di qualche cm^2 . La deposizione può avvenire in vuoto (pressioni comprese tra 10^{-3} e 10^{-6} Pa) oppure in presenza di un gas ambientale inerte o reattivo. Il bersaglio è opportunamente movimentato per garantire un'ablazione uniforme. In figura A.1 è mostrata una rappresentazione schematica di un apparato sperimentale per la deposizione PLD.

I principali vantaggi che contraddistinguono la tecnica PLD possono essere riassunti come segue: [83, 125]:

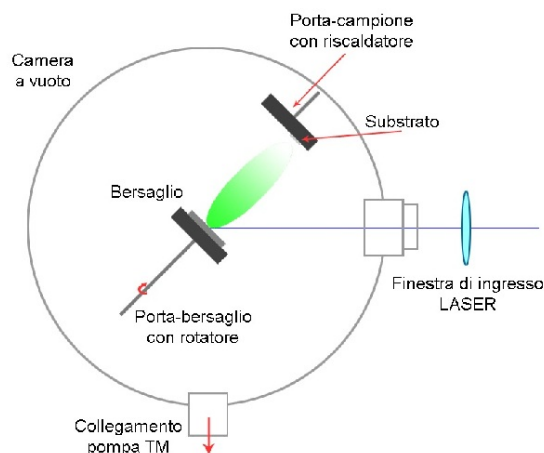


Figura A.1: Schema semplificato di un sistema di deposizione a laser pulsato.

- la fisica dell'interazione tra laser e bersaglio di ablazione non dipende dagli altri parametri di processo
- le specie ablate presenti nella piuma di ablazione sono caratterizzate da energie cinetica di diversi ordini di grandezza superiori all'energia di eccitazione termica; questo garantisce un buon grado di adesione al substrato;
- la tecnica PLD consente di controllare il numero di particelle che giungono sul substrato e quindi la morfologia del film che si vuole far crescere.

Evidenziando i principali fenomeni fisici che intervengono nella deposizione laser pulsata, il processo di deposizione laser pulsata può essere schematizzato come segue [125]:

- interazione laser-materia;
- ablazione;
- formazione della piuma di plasma;

- espansione e condensazione del plasma;
- crescita del film.

Questa tecnica permette di controllare finemente il grado di cristallinità del film sottile e consente di crescere diversi tipi di strutture. In condizioni nominali è possibile osservare che l'energia cinetica delle specie ablate rimane al di sotto dei 50 eV che rappresenta la soglia di danneggiamento per sputtering fisico del substrato.

Ablazione

Supponendo che l'energia della radiazione incidente sia maggiore del valore di soglia, l'ablazione del bersaglio avviene secondo uno dei seguenti fenomeni fisici [128]:

- *sputtering collisionale*: gli ioni del plasma accelerati dall'iterazione con l'impulso laser possono provocare dei fenomeni di sputtering sulla superficie del bersaglio;
- *eiezione per rinculo*: la piuma in espansione adiabatica genera una forza di rinculo sugli strati superficiali fusi del bersaglio producendo l'esplosione di particolati con dimensioni paragonabili al μm ;
- *sputtering associato a fenomeni termici*:
 - *evaporazione normale*: l'energia assorbita termalizza provocando l'evaporazione superficiale del materiale che viene espulso con una distribuzione maxwelliana delle velocità;
 - *ebollizione normale*: per impulsi laser di sufficiente durata e per fluenze elevate si assiste alla nucleazione eterogenea di bolle di vapore all'interno del target;
 - *ebollizione esplosiva*: se la potenza incidente è tale da portare il materiale in prossimità della temperatura critica termodinamica

T_{cr} avviene la transizione di fase liquido-vapore con nucleazione omogenea. Il materiale diventa una miscela di vapore e goccioline liquide. Questo fenomeno non avviene in condizioni normali;

- *sovrriscaldamento sub-superficiale*: la regione del materiale a più elevata temperatura è lo strato sub-superficiale; se la differenza di temperatura tra le due regioni fosse abbastanza elevata si assisterebbe a un'esplosione con effetti simili a quelli dell'esplosione di fase.

Nel caso in cui l'energia dell'impulso sia sotto soglia non si generano fenomeni esplosivi e l'energia ceduta al bersaglio provoca: riscaldamento, liquefazione, evaporazione e successiva risolidificazione. In questo regime si innescano:

1. fenomeni di *esfoliazione* della superficie del target (distacco di scaglie di materiale);
2. *sputtering idrodinamico* (fuoriscita di gocce di materiale fuso).

L'evaporazione normale è il fenomeno desiderato per avere un buon film depositato in quanto tutti gli altri processi descritti generano del particolato liquido e solido che limita l'omogeneità del film prodotto.

Crescita del film

La crescita del film può avvenire atomo per atomo o per cluster. I modelli usati per descrivere la crescita atomo per atomo sono gli stessi utilizzati per altri sistemi di deposizione, quali l'evaporazione termica e la deposizione mediante vapori chimici (CVD); essi sono [127]:

- crescita di isole tridimensionali (**Volmer-Weber**): sulla superficie del substrato si generano grossi agglomerati che con l'aumentare del tempo di deposizione si ingrandiscono e si fondono tra di loro. Questa tecnica genera film rugosi dove l'adesione tra gli atomi del film è superiore a quella tra gli atomi del film e il substrato;

- crescita layer-by-layer (**Frank-Van der Merwe**): se la coesione tra gli atomi del film e il substrato è maggiore di quella all'interno del film la crescita avverrà ad un layer alla volta; il film presenta una superficie liscia;
- crescita mista (**Strankski-Krastinov**): inizialmente la crescita avviene per piani, poi inizia una fase di nucleazione a seguito di variazione delle condizioni energetiche durante la crescita del film; i film presentano delle caratteristiche intermedie.

La presenza del gas ambientale permette di variare l'energia cinetica delle specie ablate: la collisioni tra le specie ablate e gli atomi del gas degradano infatti l'energia delle prime, e favorisco l'aggregazione fra gli atomi presenti nella piuma. Questo aspetto determina la formazione di cluster precedentemente al deposito sul substrato. L'energia cinetica dei cluster ne influenza il grado di coalescenza e l'adesione fra la particella e il substrato. Inoltre, la natura della superficie del substrato influenza la mobilità dei cluster, la formazione di difetti e la distribuzione dell'energia di impatto. Per deposizioni in presenza di gas, è possibile distinguere tra due differenti regimi di deposizione, contraddistinti in base al rapporto tra l'energia cinetica media per atomo del cluster, E/N e l'energia coesiva media per singolo atomo del cluster, ϵ ,

- per $\epsilon \gg E/N$ prevale la coesione: il cluster mantiene memoria della sua forma e non si frammenta all'impatto; il film nanostrutturato ottenuto presenta una struttura molto porosa con granularità paragonabile alle dimensioni del cluster;
- per $\epsilon \ll E/N$ prevale la coalescenza: i cluster si frammentano all'impatto e possono verificarsi modificazioni superficiali del substrato e fenomeni di impiantazione. Il film presenta una struttura amorfa con densità prossima a quella cristallina.

Per regimi intermedi i cluster modificano la loro morfologia senza frammentarsi e senza indurre modifiche alla superficie del substrato. Le proprietà

del film sottile che si deposita con la tecnica della PLD dipendono da vari parametri molti dei quali direttamente controllabili; questi parametri saranno descritti nella sezione seguente.

A.1 Parametri di processo

Un'opportuna selezione dei questi parametri di processo consente intervenire sulla struttura e le proprietà dei film cresciuti.

Frequenza e durata degli impulsi

La frequenza di ripetizione degli impulsi laser consente di controllare la velocità di crescita del film. Se si adotta una frequenza elevata si ha un aumento dell'emissione di particolato per via della fusione e della successiva parziale risolidificazione del bersaglio di ablazione. Questo inconveniente può essere risolto mettendo in rotazione il target e usando un filtro per il particolato. Il vero fattore limitante della frequenza di ablazione è la necessità di non surriscaldare eccessivamente le ottiche che guidano il fascio laser (specchi e lenti).

Variando la durata dell'impulso è possibile selezionare i fenomeni di rimozione del materiale dal target. Per impulsi con durata pari ai nanosecondi la soglia di ablazione risulta essere di due ordini di grandezza superiore rispetto ad impulsi di durata pari ai femtosecondi. con impulsi di durata ancora più breve è possibile osservare un miglioramento del confinamento spaziale della piuma di ablazione; inoltre cambiano le distribuzioni spaziali delle velocità delle specie ablate e il grado di ionizzazione del plasma [67].

Lunghezza d'onda del laser

A lunghezze d'onda minori corrisponde energie fotoniche maggiori e quindi una maggiore energia assorbita per unità di volume nel bersaglio. Inoltre un

atomo raggiunge con maggiore probabilità l'energia di soglia se interagisce con un numero ridotto di fotoni ad elevata energia. Nella regione dell'UV si assiste a fenomeni ad un fotone; nella regione dell'IR invece, soprattutto per materiali isolanti, si assiste a fenomeni a più fotoni. Questi processi spiegano la maggiore densità ed energia cinetica del materiale ablatato di fronte a una diminuzione della lunghezza d'onda della radiazione incidente [83].

Dimensione dello spot di ablazione

La dimensione dello spot di ablazione influenza poco l'energia delle specie ablate ma influenza i fenomeni di espansione della piuma di plasma. Aumentando la dimensione dello spot la piuma acquisisce una maggiore direzionalità perpendicolare al target; così facendo viene anche ridotta la quantità di particolato emesso.

Fluenza energetica della radiazione laser

Fissata la lunghezza d'onda della radiazione laser (energia fotonica costante) è possibile osservare che un aumento della fluenza energetica, espressa come l'energia depositata per unità di area del bersaglio) porta a un aumento del grado di ionizzazione e dell'energia delle specie ablate. L'aumento dell'energia incidente a parità di area di spot porta a un incremento della densità ionica della piuma e quindi a un aumento del gradiente di pressione tra l'interno e l'esterno della piuma di plasma; cresce quindi la quantità di energia termica disponibile per essere trasformata in energia cinetica delle specie durante la fase di espansione. Aumentando eccessivamente la fluenza energetica si incorre nel rischio di un aumento indesiderato del particolato espulso durante l'ablazione. Per limitare questo fenomeno si possono utilizzare fluenze poco al di sopra della soglia di ablazione. Per modificare la fluenza è possibile agire o modificando l'energia del laser oppure modificando la focalizzazione del fascio sul target e quindi anche la dimensione di macchia.

Gas ambientale

Il gas utilizzato in camera può essere di natura inerte oppure di natura reattiva. I gas inerti più usati sono He e Ar per via della loro facile reperibilità e per il costo limitato; il Kr viene utilizzato raramente in quanto è difficilmente reperibile e possiede un'elevata capacità confinante a seguito della sua elevata massa atomica. Tra i gas reattivi si impiegano O₂, N₂, H₂ e CH₄, tutti facilmente reperibili, non eccessivamente costosi e adatti per deporre ossidi, nitruri, idruri e carburi a partire da target metallici. La presenza di un gas ambientale influenza la dinamica di espansione della piuma [125, 129, 130]. Il gas influisce sulla distribuzione energetica delle specie ablate, le quali vanno incontro a un rapido processo di termalizzazione con successiva diffusione nel gas ambientale. In atmosfera reattiva vengono promosse le reazioni chimiche fra il gas e le specie ablate con la conseguente formazione di composti con stechiometria non nota a priori; questo è dovuto alla complessità nella distribuzione energetica delle specie in camera e della non completa conoscenza delle reattività chimiche dei costituenti ionizzati del plasma. L'aggregazione e le caratteristiche superficiali di ciascun ultimo strato depositato consentono di determinare la tipologia di crescita del film sottile. La frequenza di collisione tra gli atomi (o molecole) del gas ambiente e le specie ablate è controllata dalla densità dei costituenti del plasma, degli aggregati in volo nella piuma e del gas ambiente. L'efficacia delle collisioni al fine della termalizzazione della piuma cresce all'aumentare della massa molare del gas; se si ipotizzano urti elastici, la frazione di energia trasferita da una particella ad elevata quantità di moto della piuma a una a bassa quantità di moto del gas ambientale è pari a:

$$\alpha = \frac{2m_1m_2}{(m_1 + m_2)^2} \quad (\text{A.1})$$

dove m_1 e m_2 sono le masse della specie della piuma e della molecola di gas ambiente.

Distanza target-substrato

Per deposizioni in vuoto questo parametro non ha grande importanza per quanto riguarda la morfologia della deposizione; aumentando la distanza target substrato si osserva una riduzione dello spessore massimo depositato e un aumento dell'area di deposizione. La variazione dello spessore massimo in funzione della distanza target-substrato ha un andamento descritto dalla relazione d^{-n} dove n è un parametro che consente di descrivere le caratteristiche di espansione della piuma (si ha $n = 1$ quando la piuma è molto direzionata e $n = 3$ quando è perfettamente sferica).

In presenza di un gas ambientale esistono due regimi di deposizione a seconda che d sia maggiore o minore della lunghezza confinata di piuma L , data dalla massima lunghezza di espansione del fronte d'onda nel gas ambientale. Tali regimi di deposizione sono:

- $d < L$: ponendo il substrato a distanze inferiori a L le dimensioni e la densità degli aggregati che si formano non risultano particolarmente variabili;
- $d > L$: ponendo il substrato al di fuori della massima distanza di espansione della piuma di ablazione si ottengono film costituiti da aggregati di dimensioni considerevolmente maggiori rispetto al caso $d < L$. Le specie raggiungono il substrato avendo perso quasi interamente la loro energia cinetica.

Un aumento della pressione del gas ambientale o della distanza target-substrato ha l'effetto di far giungere sul substrato delle specie con bassa energia il che si ripercuote nella crescita di un film con densità inferiore rispetto al target da cui è avvenuta l'ablazione.

Angolo di incidenza della radiazione laser

L'angolo di incidenza è dettato da un compromesso fra le dimensioni dello spot laser ed il tentativo di ridurre gli effetti di schermo del plasma.

Tipicamente si selezionano angoli di incidenza sui 45° che presentano come effetto una non ortogonalità della piuma con il bersaglio di ablazione. Per limitare i fenomeni diffusivi e portare un aumento della velocità di crescita e un aumento dell'omogeneità del film, il substrato viene posto ortogonalmente alla direzione di propagazione delle specie ablate.

Temperatura del substrato

La temperatura del substrato influenza le modalità di crescita del film; un aumento della temperatura favorisce la diffusione superficiale delle specie adsorbite; un aumento eccessivo può portare alla disgregazione del materiale depositato quando giunge alla superficie aggregato in forma di cluster. Riscaldare il substrato può favorire la crescita epitassiale del film in quanto fornisce alle specie depositate l'energia necessaria per una riorganizzazione delle stesse in aggregati ad energia inferiore; al di sopra di una certa temperatura si produce una rievaporazione del film e dei costituenti più volatili favorendo la selezione di fasi o componenti più stabili [83]. La temperatura del substrato varia durante il processo di ablazione a causa dell'impatto con le specie ablate. Essa decresce al crescere dello spessore del film depositato in quanto si comporta come resistenza termica. La temperatura del substrato può essere pilotata dall'esterno facendo uso di un riscaldatore con lo scopo di modificare le dinamiche di aggregazione delle particelle sul substrato e le modalità con cui queste vi aderiscono. Operando in presenza di gas ambientale la pressione in camera deve essere selezionata anche in funzione della temperatura del substrato. Per ogni valore di temperatura esiste un valore ottimale di pressione per poter ottenere la stechiometria desiderata nel film sottile.

Bibliografia

- [1] K.S. Krane, *Introductory Nuclear Physics*, John Wiley & Sons, New York, 1988.
- [2] *Heat values of various fuels*, from IEA website: www.iea.org
- [3] L.W. Alvarez *et al.*, Catalysis of Nuclear Reactions by μ Mesons, *Phys. Rev.*, Vol. **5**, 1127 (1957)
- [4] W. Negle, E. Vogt, *Advances in Nuclear Physics*, Springer, 1998.
- [5] G. Taubes, *The short life and weird times of cold fusion*, Random House, 1993.
- [6] la Repubblica on-line, <http://bologna.repubblica.it/cronaca/2011/01/14/>
- [7] J. Freidberg, *Plasma physics and fusion energy*, Cambridge University Press, Cambridge, 2007.
- [8] E. Gerstern, The hybrid returns, *Nature*, **460**, 25 (2009).
- [9] C. Lombardi, *Impianti nucleari*, CUSL, Milano, 2008.
- [10] ITER project website: <http://www.iter.org/mach>
- [11] K. Miyamoto, *Fundamentals of Plasma Physics an Controlled Nuclear Fusion*, Iwanami Book Service Center, 1997.
- [12] JET project website: <http://www.jet.efda.org>.
- [13] A. E. Costley, *et al.* , *Fusion Engineering and Design*, Vol **74**, 109 (2005).

- [14] F. P. Orsitto, *et al.* , *Review of Scientific Instruments*, **72**, 540 (2005).
- [15] D. Orlinski, *et al.* , *Plasma Physics*, **5**, 67 (2000).
- [16] T. Sugie *et al.* , Update of first mirrors table, in *12th ITPA meeting in Princeton* (2007).
- [17] T. Sugie *et al.* , *Journal of Plasma and Fusion Research*, **79**, 1051 (2003).
- [18] H. Ogawa *et al.* , *Plasma and Fusion Research*, **2**, S1054 (2007).
- [19] E.E. Mukhin *et al.* , First mirrors in ITER: material choice and deposition prevention/cleaning techniques, *Nuclear Fusion*, **52**, (2012).
- [20] M. Lieberman and A. Lichtenberg, *Principles of Plasma Discharges and Materials Processing*, John Wiley & Sons, New York, 2005.
- [21] H. Bennet , Relation Between Surface Roughness and Specular Reflectance at Normal Incidence, *Journal of the Optical Society of America*, **52**, 123 (1961).
- [22] V. Voitsenya *et al.* , *Review of Scientific Instruments*, **72**, 475 (2001).
- [23] G. de Temmerman *et al.* , *Journal of Nuclear Materials*, **365**, 259 (2007).
- [24] A. Litnovsky *et al.* , *Nuclear Fusion*, **49**, 075014 (2009).
- [25] A. Litnovsky *et al.* , Mirrors for ITER diagnostics: new R&D developments, assessment of the mirror lifetime and impact of the mirror failure on ITER performance, *proceedings of the 23rd IAEA fusion energy conference*, **ITR/P1-05**, (2010).
- [26] G. de Temmerman, *On the lifetime of the First Mirrors in the diagnostic systems of ITER* , Ph.D Thesis, 2006.
- [27] E.D. Palik, *Handbook of optical constants of solids ed. I and II, ed.*, Academic Press, 1985 e 1991.
- [28] A. Litnovsky *et al.* , *Nucl. Fus.*, **49**, 075014 (2009).

-
- [29] F.P. Orsitto *et al.* , *Rev. Sci. Instr.*, **72**, 540 (2001).
- [30] L. Marot *et al.* , *Rev. Sci. Instr.*, **78**, 103507 (2007).
- [31] G. Merlo, *Sviluppo di film nanostrutturati di Rodio per la fabbricazione di specchi diagnostici per sistemi a fusione nucleare* , M.Sc. Thesis, 2010.
- [32] M. Zecca, *TITOLO DELLA TESI DELLO ZECCA* , M.Sc. Thesis, 2009.
- [33] M. Passoni *et al.*, Nanostructured rhodium films produced by pulsed laser deposition for nuclear fusion applications, *Journal of Nuclear Materials* **404** (2010).
- [34] W. Jakob , Redeposition of hydrocarbon layers in fusion devices, *Journal of Nuclear Materials*, **337-339**, 839-846, (2005).
- [35] K.Y. Vukulov *et al.* , Tokamak and laboratory modeling of hydrocarbon film deposition on metallic mirrors, *Journal of Nuclear Materials*, **390-391**, 1090-1092 (2009).
- [36] M. Richou *et al.* , Physico-chemical characteristics of carbon deposits collected in TEXTOR and Tore Supra tokamaks, *Carbon*, **45**, 2723-2731 (2007).
- [37] W. Jakob *et al.* , *Thin Solid Films*, **326**, 1, (1998).
- [38] Autore *et al.* , Overview of JET post-mortem results following the 20079 operational period, and comparisons with previous campaigns, *Physica Scripta*, **T145**, 014003 (2011).
- [39] M. Mayer *et al.* , Tungsten erosion and redeposition in the all-tungsten divertor of ASDEX Upgrade, *Physica Scripta*, **T138** (2009).
- [40] A. Isayama *et al.* , Overview of JT-60U results towards the resolution of key physics and engineering issues in ITER and JT-60SA, *Nuclear Fusion*, **51** (2011).

- [41] C. Linsmeier *et al.* , Binary berylliumtungsten mixed materials, *Journal of Nuclear Materials*, **363-365** (2007).
- [42] Minas Bacharis *et al.* , Dust in tokamaks: An overview of the physical model of the dust in tokamaks code, *Physics of Plasmas*, **17**, 042505 (2010).
- [43] J.P. Sharpe *et al.* , *Fusion Engineering and Design*, **63-64**, 153 (2002).
- [44] J.D. Martin *et al.* , *Europhys Letters*, **83**, 65001 (2008).
- [45] J. Winter *et al.* , Dust in magnetic confinement fusion devices and its impact on plasma operation, *Journal of Nuclear Materials*, **266-269** (1999).
- [46] A. Hassanein *et al.* , Modeling and simulation of melt-layer erosion during a plasma disruption, *Journal of Nuclear Materials*, **241-243** (1997).
- [47] V. Rohde, *et al.* , Dust investigations at ASDEX Upgrade, *Physica Scripta*, **T138** (2009).
- [48] W.J. Carmack *et al.* , Characterization and analysis of dusts produced in three experimental tokamaks: TFTR, DIII-D, and Alcator C-Mod, *Fusion Engineering and Design*, **51-52** (2000).
- [49] C. Arnas *et al.* , Characterisation of carbon dust produced in sputtering discharges and in the Tore Supra tokamak, *Journal of Nuclear Materials*, **353** (2006).
- [50] S.I. Krasheninnikov *et al.* , Dust in magnetic fusion devices, *Plasma Phys. Control. Fusion*, **53**, (2011).
- [51] N. Ohno *et al.* , Spherical cauliflower-like carbon dust formed by interaction between deuterium plasma and graphite target and its internal structure, *Journal of Nuclear Materials*, **390-391**, (2009).

-
- [52] X. Bonnin *et al.* , Modeling of carbon dust formation by growth in argon plasmas, *Journal of Nuclear Materials*, **363-365**, (2007).
- [53] E.E. Mukhin *et al.* , Progress in the development of deposition prevention and cleaning techniques of in-vessel optics in ITER, *Nuclear Fusion*, **49**, (2009).
- [54] A. Litnovsky *et al.* , First tests of diagnostic mirrors in a tokamak divertor: an overview of experiments in DIII-D, *Fusion Engineering and Design*, **83**, (2008).
- [55] K.Y. Vukulov *et al.* , *Proceedings of 33rd EPS conference, Roma* (2006).
- [56] G. De Temmerman *et al.* , Substrate-dependent deposition efficiency on mirrors exposed in the TCV divertor, *Fusion Engineering and Design*, **83**, (2008).
- [57] A. Litnovsky *et al.* , *Fusion Engineering and Design*, **82**, (2007).
- [58] A. Widdowson *et al.* , Removal of beryllium containing films deposited in JET from mirror surfaces using Laser Cleaning, *Proceedings of 19th International conference on plasma-surface interactions, San Diego, USA* (2011).
- [59] A. Widdowson *et al.* , Removal of beryllium-containing films deposited in JET from mirror surfaces by laser cleaning, *Journal of Nuclear Materials*, **406**, (2010).
- [60] Y. Zhou *et al.* , Development of carbon deposits cleaning technique for metallic mirrors in HL-2A, *Journal of Nuclear Materials*, **415**, (2011).
- [61] A. Vatry *et al.* , Experimental investigation on laser removal of carbon and tungsten particles, *Applied Surface Science*, **255**, 5569 (2009).
- [62] A. Vatry *et al.* , Characterization of carbon and tungsten micro-particles mobilized by laser irradiation in order to develop an ITER dust removal technique, *Journal of Nuclear Materials*, **390391**, (2009).

- [63] A. Vatry *et al.* , Metallic droplets removal induced by pulsed laser: for tokamak application, *UVX 2010*, 239243 (2011).
- [64] A. Vatry *et al.* , Studies of laser-induced removal mechanisms for tokamak-like particles, *Applied Surface Science*, **257**, 5384 (2011).
- [65] A.J. Fernandes and D.M. Kane, *An overview of experimental research into the laser cleaning of contaminants from surfaces*, in *Laser Cleaning II*, edited by D.M. Kane, World Scientific, Singapore (2006).
- [66] A. Kumar *et al.* , *Appl. Surf. Sci.*, **257**, 16, 7263 (2011)
- [67] D. Bäuerle, *Laser Processing and Chemistry*, Springer, Berlin, 2000.
- [68] Y. W. Zheng *et al.* , Dry laser cleaning of particles from solid substrates:experiments and theory, *Journal of Applied Physics*, (2001).
- [69] V. I. Emelyanov *et al.* , A DefectDeformation Model of the Surface Roughness Formation in Semiconductors and Metals under Laser Irradiation, *Technical Physics Letters*, **31**, 258-260 (2005).
- [70] P.M. Mooney *et al.* , Defects in laser damaged silicon observed by DLTS, *Physica Status Solidi A*, **8**, K31K34 (1978).
- [71] N.W. Ashcroft and N.D. Mermin *Solid State Physics*, Harcourt College, 1976.
- [72] A. Bogaerts *et al.* , Laser ablation for analytical sampling: what can we learn from modeling? , *Spectrochimica Acta Part B*, **58**, 18671893 (2003).
- [73] J. O. Porteus *et al.*, *Journal of Quantum Electronics*, **QE-14**, 776 (1978).
- [74] C. D. Marrs *et al.* , *Applied Optics*, **21**, 4063 (1982).
- [75] M. Bennett *et al.* , *Applied Optics*, **22**, 4048 (1983).
- [76] M.F. Becker *et al.* , *Applied Optics*, **30**, 5239 (1991).

-
- [77] J. F. Ready, *Effect of High-power Laser Radiation*, Academic Press, New York, 1971.
- [78] R.M. Wood, Laser Induced Damage Measurement : Problems of Scaling, *Proceedings of the Symposium on Laser-Induced Damage in Optical Materials:1998*, Boulder, 1998.
- [79] R.M. Wood *et al.* , Standardisation of the Measurement of Laser Induced Damage Threshold and Material Absorption, *Optical Metrology Roadmap for the Semiconductor, Optical, and Data Storage Industries II*, (2001).
- [80] R.M. Wood, *Laser Damage in Optical Materials*, Adam Hilger, Bristol, 1986.
- [81] A. Leontyev *et al.* , Theoretical and experimental studies on molybdenum and stainless steel mirrors cleaning by high repetition rate laser beam, *Fusion Engineering and Design*, (2011).
- [82] M.Sparks *et al.* , *Journal of the Optical Society of America*, **69**, 847, (1979).
- [83] D.B. Chrisley and G. Hubbler, *Pulsed Laser Deposition of Thin Films*, John Wiley & Sons, New York (1994)
- [84] J.O. Porteus *et al.* , *National Bureau of Standards Special Publication*, **N568**, 175 (1980).
- [85] H.M. Musal *et al.* , *National Bureau of Standards Special Publication*, **N568**, 159 (1980).
- [86] N. Koumvakalis *et al.* , *Optical Engineering*, **22**, 419 (1983).
- [87] C.S. Lee *et al.* , *J. Appl. Phys.*, **54**, 5727 (1983).
- [88] V.S. Voitsenya *et al.* , Materials selection for the in situ mirrors of laser diagnostics in fusion devices, *Rev. Sci. Inst.*, **70**, (1999).

- [89] M. Himmelbauer *et al.* , UV laser induced surface topology changes in polyimide, *Appl. Phys. A*, **63**, 337 (1996).
- [90] J.F. Young *et al.* , *Phys. Rev. B*, **27**, 1155 (1983).
- [91] H.M. van Driel *et al.* , *Phys. Rev. Lett.*, **49**, 1955 (1982).
- [92] S. Watanabe *et al.* , In situ observation of self-organizing nanodot formation under nanosecond-pulsed laser irradiation on Si surface, *Journal of Applied Physics*, **108**, (2010).
- [93] B.K. Nayak *et al.* , Self-organized 2D periodic arrays of nanostructures in silicon by nanosecond laser irradiation, *Applied Optics*, **50**, 2349-2355 (2011).
- [94] E.V. Golosov *et al.* , Topological evolution of self-induced silicon nanogratings during prolonged femtosecond laser irradiation, *Appl. Phys. A*, **104**, 701-705 (2011).
- [95] J.F. Figueira *et al.* , *Journal of Quantum Electronics*, **QE-18**, 1381 (1982).
- [96] A. Gorshkov *et al.* , Frequency laser damage of Mo mirrors, *Fusion Engineering and Design*, **66-68**, 865-869 (2003).
- [97] A. Gorshkov *et al.* , Laser damage thresholds of single crystal tungsten mirror, *30th EPS Conference on Contr. Fusion and Plasma Phys., St. Petersburg, 7-11 July 2003 ECA Vol. 27A, P-2.82* (2003)
- [98] F.C. Burns *et al.* , The effect of pulse repetition rate on laser ablation of Polyimide, *J. Phys. D: Appl. Phys.*, **29**, 1349 (1996)
- [99] XiuLan Ling, Nanosecond multi-pulse damage investigation of optical coatings in atmosphere and vacuum environments, *Applied Surface Science*, **257**, 56015604 (2011).
- [100] V.K. Arora *et al.* , *Applied Optics*, **35**, 7061 (1996)

- [101] Kane D.M., A.J. Fernandes and D.R. Halfpenny, Pulsed Laser Cleaning of Particles from Surfaces & Optical Materials, in *Laser Cleaning [B.S. Luk'yanchuk]* (2002)
- [102] D. Bauerle, Laser Claning and surface modifications: applications in Nano- and Biotechnologies , in *Laser Cleaning II [B.S. Luk'yanchuk]* (2006)
- [103] R.A. Bowling, A theoretical review of particle adhesion, *Particles on surfaces: Detection, Adhesion, and Removal*, Ed. by K.L. Mittal, Marcel Dekker Inc., New York, 1995.
- [104] J.N. Israelachvili , *Intermolecular and Surface Forces Intermolecular and Surface Forces*, Academic Press (San Diego San Francisco New York) 1992
- [105] K.L. Mittal, *Particles on surfaces: Detection, Adhesion, and Removal*, Marcel Dekker Inc., New York, 1995.
- [106] F. Lang *et al.* , Near field induced defects and influence of the liquid layer thickness in steam laser cleaning of silicon wafers, *Appl. Phys.*, , 117 (2003).
- [107] H. C. Hamaker, *Physica*, **1058**, (1937)
- [108] B.V. Derjaguin, V.M. Muller and Y.P. Toporov , *J. Colloid Interface Sci.*, **53**, 314, (1975)
- [109] D. Grojo *et al.* , Influence of laser pulse shape on dry laser cleaning, *Applied Surface Science*, **252**, 47864791 (2006).
- [110] N. Arnold, *Appl. Surf. Sci.*, **197198**, 904, (2002).
- [111] C. Curran *et al.* , *Opt. Laser Eng*, **38**, 405, (2002).
- [112] B.S. Luk'yanchuk , *Laser Cleaning*, World Scientific, (New Jersey, London, Singapore, Hong Kong) 2002.

- [113] Leguern F *et al.* , *Journal of Nuclear Materials*, **335**, (2004).
- [114] Autore *et al.* , *Journal of Nuclear Materials*, , XXXXXXXX (2011).
- [115] C.H. Skinner *et al.* , *Journal of Nuclear Materials*, **301**, 98 (2002).
- [116] H.Roche *et al.* , Measurement Methods Associated to Laser Ablation Technique in Layer Removal Process on Plasma Facing Components, in *Proc. Animma Int. Conf*, Marseille, France, Jun. 710, 2009.
- [117] H.Roche *et al.* , Deposited layer removal by laser ablation: from laboratory to Tore Supra integration, *Phys. Scr.*, **T138**, (2009).
- [118] C. Hernandez *et al.* , Integration of Laser Techniques in a Remote-Handled System for Tokamak Using and Dust Management, *IEEE Transactions on plasma science*, **38**, (2010).
- [119] A. Alfier *et al.* , Optimized in-situ window cleaning system by laser blow-off through optical fiber, *14th International Symposium on Laser-Aided Plasma Diagnostics (LAPD14)*, (2010).
- [120] A. Alfier *et al.* , Impurities removal by laser blow-off from in-vacuum optical surfaces on RFX-mod experiment, *Rev. Scientific Instruments*, **81**, 123509 (2010).
- [121] Y. Zhou *et al.* , Cleaning of the first mirrors and diagnostic windows by YAG laser on HL-2A, *Phys. Scr.*, **T138**, 014066 (2009).
- [122] Narihara K. and Hirokura S. , *Rev. Sci. Instrum.*, **63**, 3527 (1992).
- [123] K. Narihara *et al.* , Titolo, *Fusion Engineering and Design*, **67**, 3435 (1997).
- [124] Simakina, AV *et al.* , Laser deposition of diamond-like films from liquid aromatic hydrocarbons, *Applied Surface Science*, **154**, 405-410, (2000).
- [125] J. Schou, *Applied Surface Science* **255**, 5191 (2009).

- [126] A.S. Kuzanyan, *Quantum Electron* **41**, 253-256 (2011).
- [127] M. Ohring, *Materials Science of Thin Films: Deposition and Structure*, Academic Press, San Diego, 2002.
- [128] P.M. Ossi, *Plasmi per Superfici*, Polipress, Milano, 2006.
- [129] M.S.Tillack, D.W.Blair, S.S.Harilal, *Nanotechnology* **15** , 390 (2004).
- [130] S.Amporuso *et al.*, *Appl.Phys.Lett.* **80**, 23, 4315.