



Ricerca di Sistema elettrico

Coating solari innovativi: tecnica IBAD per film sottili metallici e ceramici ad alta compattezza morfo-strutturale

A. Antonaia, S. Esposito, A. Guglielmo, M.L. Addonizio, M. Ferrara, A. Castaldo

COATING SOLARI INNOVATIVI: TECNICA IBAD PER FILM SOTTILI METALLICI E CERAMICI AD ALTA COMPATTEZZA MORFO-STRUTTURALE

A. Antonaia, S. Esposito, A. Guglielmo, M.L. Addonizio, M. Ferrara, A. Castaldo (ENEA)

Settembre 2013

Report Ricerca di Sistema Elettrico

Accordo di Programma Ministero dello Sviluppo Economico - ENEA

Piano Annuale di Realizzazione 2012

Area: Produzione di energia elettrica e protezione dell'ambiente

Progetto: Energia elettrica da fonte solare

Obiettivo: LP2a - Sviluppo di strati sottili ceramici e metallici ad alta compattezza e densità

Responsabile del Progetto: Domenico Mazzei, ENEA

Indice

SOMMARIO.....	4
1 INTRODUZIONE.....	5
2 DESCRIZIONE DELLE ATTIVITÀ SVOLTE E RISULTATI	8
2.1 STUDIO E DEFINIZIONE DEI COMPONENTI DA ACQUISIRE E DELLE MODIFICHE DA APPORTARE PER L'IMPLEMENTAZIONE DELLA TECNICA IBAD SU DI UN PREESISTENTE IMPIANTO DI SPUTTERING MULTI-CADODO	8
2.2 ACQUISIZIONE, INSTALLAZIONE E MESSA A PUNTO DELLA TECNICA IBAD.....	41
2.3 SIMULAZIONE OTTICA DI STRUTTURE INTERFERENZIALI A FILM SOTTILI A PARTIRE DA INDICI OTTICI DI MATERIALI BULK	91
2.4 PROVE DI FABBRICAZIONE DI STRATI METALLICI MOLTO SOTTILI OTTENUTI MEDIANTE TECNICA IBAD. COMPARAZIONE DEI RISULTATI CON QUELLI OTTENUTI MEDIANTE TECNICA STANDARD SPUTTERING E VALUTAZIONE PROSPETTICA DELLE POTENZIALITÀ DELLA NUOVA TECNICA.....	103
3 CONCLUSIONI.....	111
4 RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI.....	116

Sommario

Negli impianti solari termodinamici, con tecnologia a collettori parabolici lineari, il tubo ricevitore è l'elemento che, disposto sul fuoco del collettore, svolge la funzione fondamentale di assorbimento della radiazione solare concentrata e trasferimento del calore al fluido di processo. Dall'efficienza di conversione foto-termica del tubo ricevitore dipende fortemente il rendimento complessivo dell'impianto e la dimensione del campo solare e, dunque, il costo di produzione del kWh ed il costo complessivo d'impianto. Nell'ottica di una ricerca volta ad ottenere prestazioni sempre più spinte del ricevitore, grandi sforzi vengono condotti per ottenere un miglioramento dei parametri foto-termici del "coating solare" (incremento dell'assorbanza solare e diminuzione delle perdite termiche per irraggiamento) depositato sul tubo di acciaio costituente la parte interna del componente.

In quest'ambito, fra gli obiettivi finali nel Triennio 2012-2014 della Linea Progettuale 2 del Progetto B.1.3, è stato opportunamente inserito lo sviluppo di nuovi coating solari per tubi ricevitori, con la sostituzione della consolidata tecnologia del coating a base di strati "Cermet" (nano-compositi ceramico-metallici) con la più innovativa tecnologia dei "filtri ottici di tipo interferenziale" a partire da stratificazioni di film sottili ceramici e metallici fabbricati con tecnica di deposizione del tipo sputtering opportunamente modificata.

A questo scopo i ricercatori ENEA hanno effettuato uno studio sulla possibilità di ottenere strati metallici molto compatti, a bassa difettosità e con proprietà ottiche migliorate abbinando lo sputtering magnetron, tecnica principe utilizzata in ENEA per la fabbricazione dei rivestimenti solari spettralmente selettivi, alla tecnica IBAD (Ion Beam Assisted Deposition). Sono state definite le specifiche tecniche della sorgente ionica per IBAD ed individuata la sorgente end-Hall Kaufman & Robinson EH200, con neutralizzatore di tipo Hollow Cathode MHC1000, come idonea alle nostre esigenze processistiche e ad essere installata sull'impianto prototipale di sputtering multi-catodo che si voleva modificare per implementare la tecnica IBAD. Le modifiche, definite dai ricercatori ENEA, e le implementazioni hardware e software sono state progettate e realizzate con un Contratto di Appalto attivato ad hoc; l'impianto con l'up-grade IBAD è stato opportunamente messo a punto e collaudato con successo e risulta disponibile, a partire dall'inizio del mese di Settembre, per l'attività sperimentale di fabbricazione materiali.

L'attività di progettazione ottica, portata a termine nei tempi che erano stati programmati, ha avuto come primo obiettivo la simulazione di una serie di strutture multistrato dielettrico-metallo che ha consentito di valutare i valori massimi teorici dei parametri foto-termici che si potevano ottenere con queste strutture e, come secondo obiettivo, lo studio della dipendenza delle prestazioni foto-termiche dalle proprietà ottiche dei materiali utilizzati per simulare il rivestimento. L'attività condotta ha dimostrato l'importanza che sull'efficacia foto-termica del rivestimento assume la qualità ottica del film metallico e la grande potenzialità dei filtri ottici di tipo interferenziale (da adoperarsi in qualità di coating solari) che dovrà essere confermata dall'attività sperimentale di fabbricazione materiali. A questo scopo sono stati prodotti dei campioni, utilizzando la tecnica di standard sputtering, che costituiranno il riferimento per il processo di ottimizzazione degli stessi materiali prodotti con tecnica sputtering+IBAD.

1 Introduzione

Negli impianti solari termodinamici, con tecnologia a collettori parabolici lineari, il tubo ricevitore è l'elemento fondamentale che svolge la funzione di assorbimento della radiazione solare concentrata e trasferimento del calore al fluido di processo. In particolare esso deve assorbire la maggiore quantità possibile di radiazione solare su di esso concentrata e, allo stesso tempo, deve disperdere verso l'ambiente esterno la minore quantità possibile del calore immagazzinato.

Nell'ottica di una ricerca volta ad ottenere prestazioni sempre più spinte del tubo ricevitore, grandi sforzi vengono condotti per ottenere un miglioramento dei parametri foto-termici del coating solare che riveste la superficie esterna del tubo di acciaio del ricevitore. I materiali più adatti a svolgere tale funzione di rivestimento sono quelli che si comportano in maniera otticamente selettiva, le cui proprietà ottiche di riflettanza, assorbanza ed emissività emisferica si modificano apprezzabilmente con la lunghezza d'onda della radiazione passando dalla zona d'irradianza dello spettro solare alla zona dell'infrarosso termico.

La tecnologia che si è affermata a livello industriale, per ottenere un "coating" con simile comportamento ottico e per impieghi ad alta temperatura, è quella convenzionalmente definita "tecnologia Cermet". Trattasi di strutture multistrato che tipicamente comprendono:

- un riflettore IR, costituito da uno strato metallico caratterizzato da alta riflettività IR che, assicurando un basso valore di emissività, limita le perdite del ricevitore per irraggiamento termico;
- uno strato assorbitore solare, costituito da materiali "Cermet" (nano-compositi ceramico-metallici in cui cluster metallici sono dispersi in una matrice ceramica) a profilo composizionale variabile, che ha lo scopo di assorbire al meglio la radiazione solare incidente sul tubo ricevitore;
- uno o più strati antiriflesso, costituiti da materiali ceramici, per minimizzare le perdite causate dalla riflessione della radiazione solare sulla superficie esterna del coating.

La tecnologia di fabbricazione generalmente utilizzata per la fabbricazione dei coating per tubi ricevitori è un particolare metodo di deposizione che va sotto il nome di "sputtering", in particolare "magnetron sputtering". Lo sputtering è una tecnica di deposizione in vuoto in cui atomi di un materiale sono emessi dalla superficie di un solido (target), alloggiato su un catodo, per effetto del bombardamento di particelle energetiche, tipicamente ioni positivi di un gas inerte; queste particelle vanno a condensare sulla superficie del substrato costituendo il film che si vuole fabbricare.

Le tecniche di sputtering sono molteplici sia dal punto di vista dei target e dei gas utilizzati (processi non reattivi e processi reattivi) sia dal punto di vista dei generatori che alimentano i catodi (DC, RF, MF). Tutte queste diverse tecniche di sputtering sono state sperimentate con successo presso il C.R. ENEA di Portici per la messa a punto di stratificazioni a film sottili per impiego nel campo dei coating solari.

In particolare, le varie tipologie degli strati componenti i coating solari sviluppati da ENEA sono fabbricate con le tecniche di sputtering di seguito riportate:

- Strati metallici ► DC sputtering
- Strati ceramici ► RF sputtering
MF dual-magnetron reactive sputtering (oppure Bipolar DC-Pulsed dual-magnetron reactive sputtering)
- Strati CERMET ► DC/RF co-sputtering
DC/MF reactive co-sputtering (oppure DC/Bipolar DC-pulsed co-sputtering)

La migliore soluzione finora sviluppata dall'ENEA e trasferita all'industria consente buone prestazioni del tubo ricevitore (in termini di alta assorbanza solare e bassa emissività termica) ed una temperatura operativa massima del coating solare pari a 580°C adeguata per l'utilizzo affidabile del componente tubo ricevitore a 550°C.

Nonostante i risultati raggiunti consentano di affermare senza alcun dubbio che il coating solare ENEA rappresenti lo stato dell'arte per le applicazioni ad alta temperatura (con particolare riferimento agli impianti "parabolic trough" a Sali fusi), per mantenere e consolidare tale posizione di leadership tecnologica si è reputato indispensabile continuare l'attività di sviluppo di nuovi rivestimenti per tubi

ricevitori caratterizzati da un'ancora migliore efficienza di conversione foto-termica (alta assorbanza solare e bassa emissività termica).

Per far ciò la strategia individuata dai ricercatori ENEA e proposta fra gli obiettivi finali del Triennio 2012-2014 della *"Linea Progettuale 2: Solare Termodinamico"* del *"Progetto B.1.3: Energia elettrica da fonte solare"* dell'AdP fra ENEA e MSE, è la sostituzione della consolidata tecnologia del coating a base di strati "Cermet" con la più innovativa tecnologia di "filtri ottici del tipo interferenziale" a partire da stratificazioni di film sottili ceramici e metallici fabbricati con tecnica di deposizione del tipo sputtering opportunamente modificata.

Con particolare riferimento all' *"Obiettivo LP2a - Sviluppo di strati sottili ceramici e metallici ad alta compattezza e densità"* previsto all'annualità 2012, i ricercatori ENEA del C.R. di Portici hanno espletato le attività cui il presente documento si riferisce e conformi ai risultati/deliverables previsti dal PAR 2012.

- Nel paragrafo 2.1, si riporta quanto emerso dalle attività relative al deliverable: *"Studio e definizione dei componenti da acquisire e delle modifiche da apportare per l'implementazione della tecnica IBAD (Ion Beam Assisted Deposition) su di un preesistente impianto di sputtering multi-catodo"*. Dal momento che la qualità dei filtri ottici interferenziali dipende fortemente dalle proprietà degli strati metallici, lo scopo dello studio preliminare condotto e della relativa ricerca bibliografica era evidenziare la possibilità di ottenere un miglioramento delle proprietà ottiche e strutturali di film metallici fabbricati con tecnica magnetron sputtering abbinata ad una sorgente IBAD. Per IBAD si intende una tecnica di deposizione in vuoto in cui un film in fase di crescita fabbricato mediante tecniche di deposizione fisica da vapore (PVD - Physical Vapor Deposition) viene bombardato, in modo continuo o intermittente, da un fascio ionico generato da una sorgente ionica indipendente. Ci sono varie tecniche di deposizione PVD "standard" che possono essere "assistite" da fascio ionico; di particolare interesse per possibili applicazioni industriali è lo sputtering, in particolare magnetron sputtering, che è la nostra tecnica d'elezione. Risultava necessario individuare i componenti, ed in particolare la sorgente ionica, idonei per realizzare opportune modifiche ad un preesistente impianto prototipale di sputtering dell'ENEA per renderlo idoneo all'attività sperimentale di fabbricazione materiali con tecnica IBAD, finalizzata allo sviluppo e messa a punto di coating solari a tecnologia filtri ottici del tipo interferenziale.
- Per l'espletamento delle attività relative al deliverable *"Acquisizione, installazione e messa a punto della tecnica IBAD"* sull'impianto di sputtering prototipale multi-catodo dell'ENEA, si attivava apposito Contratto di Appalto con la ditta specializzata del settore degli impianti di deposizione da vuoto, in particolare di tipo sputtering, che aveva realizzato l'impianto dell'ENEA. Nella fase operativa del Contratto, di cui si rende conto nel paragrafo 2.2, i ricercatori ENEA hanno espletato, fra l'altro, attività di supporto tecnico-scientifico alle attività svolte dalla ditta Appaltatrice con lo scopo di consolidare le specifiche tecniche richieste. Lo scopo era non solo implementare la tecnica IBAD sull'impianto, ma avere un'up-grade con ampia flessibilità di configurazione e variabilità dei parametri di processo (pressione in camera di processo, corrente e tensione erogata dalla sorgente, energia degli ioni del fascio, sequenza temporale deposizione/compattamento ed infine, ma di fondamentale importanza, angolo d'incidenza del fascio e distanza della sorgente dal substrato).
- Per quanto attiene al deliverable *"Simulazione ottica di strutture interferenziali a film sottili a partire da indici ottici di materiali bulk"* (paragrafo 2.3) l'attività di progettazione ottica (condotta con software commerciale Mclod) aveva come primo obiettivo la simulazione di una serie di strutture multistrato dielettrico-metallo al fine di valutare i valori massimi teorici dei parametri foto-termici che si potevano ottenere con queste strutture e, come secondo obiettivo, lo studio della dipendenza delle prestazioni foto-termiche dalle proprietà ottiche dei materiali utilizzati per simulare il rivestimento stesso.
- Nel paragrafo 2.4 è riportata e discussa una prima parte delle attività sperimentali riconducibili al deliverable *"Prove di fabbricazione di strati metallici molto sottili ottenuti mediante tecnica IBAD. Comparazione dei risultati con quelli ottenuti mediante tecnica standard sputtering e valutazione prospettica delle potenzialità della nuova tecnica"*. Infatti, il completamento dell'implementazione della tecnica IBAD sul preesistente impianto di sputtering dell'ENEA è avvenuto solo in prossimità della scadenza dell'annualità di progetto (inizio settembre 2013) e questo ritardo non ha consentito l'ottimizzazione di campioni prodotti con tecnica sputtering+IBAD. Ad ogni modo i risultati ottenuti su

Tungsteno, Argento e su un materiale ceramico di nostro interesse (Ossido di Silicio), prodotti con classica tecnica di sputtering magnetron sull'impianto ancora "non up-gradato", costituiranno il riferimento per il processo di ottimizzazione degli stessi materiali che saranno prodotti con tecnica sputtering+IBAD.

2 Descrizione delle attività svolte e risultati

2.1 Studio e definizione dei componenti da acquisire e delle modifiche da apportare per l'implementazione della tecnica IBAD su di un preesistente impianto di sputtering multi-cadodo

Tecniche di deposizione di strati metallici sottili

Per quanto riguarda il tubo ricevitore, è noto che, al fine di ottenere una sempre maggiore efficienza degli impianti solari termodinamici, il materiale di rivestimento del tubo di acciaio costituente la parte interna del componente deve presentare un comportamento quanto più prossimo a quello ideale cioè: riflettanza nulla (assorbanza unitaria) nella regione spettrale della radiazione solare (0,3-2,0 μm), e riflettanza unitaria (assorbanza ed emissività nulla) nella regione dell'infrarosso termico (2,0-40 μm), con un passaggio a gradino tra le due regioni.

Per ottenere un simile comportamento ottico, i materiali di rivestimento presentano generalmente strutture complesse che prevedono più strati sottili opportunamente selezionati di materiali diversi ciascuno con proprietà ottiche differenti. Tali strutture multistrato sono tipicamente formate da:

- uno strato metallico con alta riflettività nella regione dell'infrarosso atto ad assicurare un basso valore di emittanza;
- uno strato "Cermet" in grado di assorbire al meglio la radiazione solare incidente sul tubo ricevitore; le configurazioni Cermet più interessanti sono due, la prima a profilo variabile, cioè con contenuto metallico decrescente in maniera quasi continua al crescere dello spessore, la seconda a doppio strato, cioè un primo strato ad alto contenuto metallico seguito da uno a basso contenuto metallico;
- un antiriflesso formato da uno o più strati di materiale ceramico per minimizzare le perdite causate dalla riflessione della radiazione solare.

Questa tipologia di materiale di rivestimento a struttura multistrato si è dimostrata efficace in termini di buone prestazioni, cioè alta assorbanza solare accoppiata a bassa emissività. La tecnologia utilizzata per realizzarli è un particolare metodo di deposizione in vuoto dei materiali che va sotto il nome di sputtering. Le tecniche di sputtering sono molteplici dal punto di vista dei target e dei gas utilizzati (processo non reattivo e processo reattivo), sia dal punto di vista dei generatori utilizzati (DC, RF, MF).

Con questa tipologia di rivestimenti si realizzano coating per tubi ricevitori da impiegare in impianti solari termodinamici di tipo parabolic trough a olio diatermico con assorbanza solare fra il 95.5 e il 96% ed emissività emisferica intorno al 10 % alla temperatura operativa di 400°C, e rivestimenti per tubi ricevitori da impiegare in impianti solari termodinamici di tipo parabolic trough a sali fusi con assorbanza solare intorno al 94% e emissività emisferica dell'ordine del 14% alla temperatura operativa di 580°C. Migliorare questi valori costituirebbe, per il tubo ricevitore, un traguardo tecnologico di grande impatto sull'efficienza complessiva del campo solare e sulle prospettive future dell'intera tecnologia solare termodinamica. Pertanto, l'obiettivo di questo progetto è di passare a valori di eccellenza del 97% e 7% per l'assorbanza e l'emissività emisferica di rivestimenti realizzati per la temperatura operativa di 400°C e a valori del 95% e 12% per l'assorbanza e l'emissività emisferica di rivestimenti realizzati per la temperatura operativa di 580°C.

Uno degli approcci più promettenti per conseguire questo importante risultato è rappresentato dall'impiego di coating solari a base di strati ceramici alternati a strati metallici. La Figura 1 illustra lo schema di principio di un assorbitore solare multistrato.



Figura 1. Schema di principio di un assorbitore solare multistrato

Il primo che ha proposto questo schema di principio per i rivestimenti solari spettralmente selettivi da impiegare in impianti termodinamici ad alta temperatura è stato il ricercatore americano E. C. Kennedy del National Renewable Energy Laboratory (NREL) che nel 2009 ha registrato un brevetto internazionale dal titolo “High temperature solar selective coatings” in cui veniva descritta in dettaglio la struttura dell’assorbitore multistrato, i possibili materiali di tipo metallico e ceramico da utilizzare e le diverse tecniche di deposizione da impiegare per realizzarli [1].

L’idea di base di questo progetto è quella di utilizzare la struttura proposta da Kennedy per realizzare rivestimenti spettralmente selettivi con prestazioni foto-termiche migliori rispetto a quelle ottenute con i rivestimenti realizzati basandosi sulla tecnologia Cermet.

In questo tipo di stratificazione che vede l’alternanza di film dielettrico-metallo, grande importanza sull’efficacia foto-termica del rivestimento assume la qualità ottica del film metallico. Come sarà illustrato nel paragrafo 2.3, le prestazioni del rivestimento multistrato dielettrico-metallo sono fortemente dipendenti dalle proprietà ottiche del primo strato metallico incontrato dalla radiazione solare. Questo strato è generalmente molto sottile, pochi nanometri, e deve avere proprietà ottiche quanto più prossime a quelle del materiale bulk per assicurare ottime prestazioni foto-termiche al rivestimento solare. In realtà, film molto sottili di metallo mostrano proprietà ottiche abbastanza diverse da quelle dello stesso metallo in forma di bulk. In particolare, i film metallici sottili mostrano valori spettrali dell’indice di rifrazione e del coefficiente d’estinzione più bassi di quelli del materiale di bulk e questo discostamento è la causa principale del deterioramento delle prestazioni ottiche del rivestimento solare multistrato. Il discostamento dei parametri ottici del film sottile da quelli del materiale bulk può essere maggiore o minore a seconda della tecnica utilizzata per la fabbricazione del suddetto film metallico, tecnica che può determinare maggiore o minore compattamento (densità) e/o inclusione di difetti nel materiale.

L’Atomic Layer Deposition (ALD) è la tecnica migliore per ottenere un film metallico sottile con la più alta densità possibile e con la minore quantità di difetti. Questa tecnica si basa sull’immissione nella camera di processo di piccole quantità di precursori gassosi in maniera alternata in modo che ciascun precursore reagisca superficialmente con i prodotti già depositati sul substrato durante la reazione del ciclo precedente; in questo modo è possibile realizzare film molto sottili depositando strato atomico per strato atomico. I vantaggi di questa tecnica sono la buona riproducibilità e controllabilità del processo di deposizione, la facilità di controllo dello spessore del film e le eccellenti proprietà del materiale, quali l’alta densità e la purezza. Sebbene l’ALD sia la tecnica più efficiente per realizzare strati metallici sottili con le proprietà ottiche molto simili a quelle del materiale bulk, essa poco si adatta alla produzione industriale su larga scala a causa della bassa velocità di deposizione.

Altre due tecniche invece molto interessanti per depositare strati sottili metallici sono suggerite dallo stesso Kennedy nel suo brevetto [1]. La prima tecnica è quella dell’evaporazione mediante fascio elettronico (e-beam evaporation) assistita nella deposizione da un fascio ionico (Ion Beam Assisted Deposition, IBAD) secondo lo schema riportato in Figura 2.

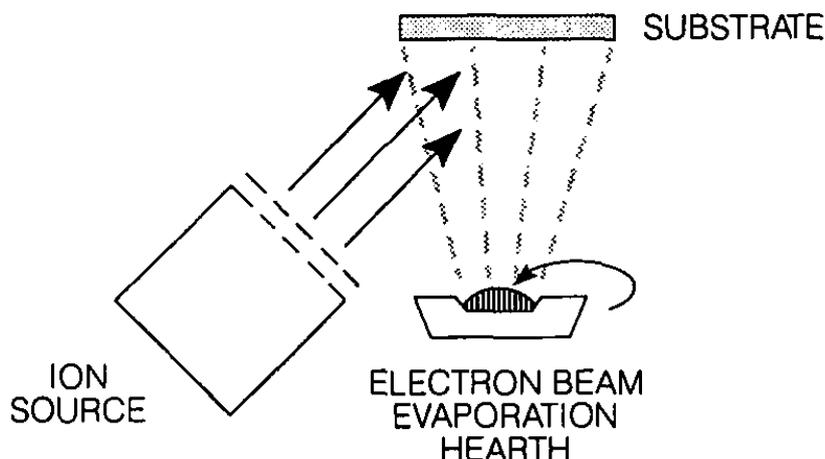


Figura 2. Schema di principio della tecnica di deposizione mediante e-beam evaporation assistita da IBAD

La funzione del fascio ionico è quella di fornire un'energia addizionale alle particelle evaporate nella fase di condensazione sul substrato. Questo surplus di energia consente di aumentare la densità di impaccettamento del film e, quindi, di migliorare le proprietà strutturali del film. La tecnica di deposizione dell'e-beam evaporation si sposa molto bene con la tecnica dell'IBAD poiché entrambe le tecniche hanno le stesse pressioni di funzionamento. Lo svantaggio principale della tecnica e-beam evaporation è legata alla difficoltà di scalare il processo di deposizione su larga area conservando un fine controllo sull'uniformità dello spessore e delle proprietà ottiche degli strati depositati.

L'altra tecnica molto interessante per depositare film sottili metallici, vede la sostituzione del cannone elettronico con una sorgente magnetron sputtering secondo lo schema riportato in Figura 3. Questa configurazione offre la possibilità di lavorare con livelli energetici più alti rispetto a quelli della tecnica dell'evaporazione essendo in genere lo sputtering una tecnica più energetica dell'evaporazione.

Partendo dal presupposto che la tecnica principe utilizzata in ENEA per la fabbricazione dei rivestimenti solari spettralmente selettivi è la tecnica magnetron sputtering, e che questa tecnica si è dimostrata particolarmente adatta ad essere scalabile su impianti industriali di produzione, è sembrato piuttosto scontato sviluppare un sistema di deposizione per film sottili metallici che abbinasse una convenzionale sorgente di sputtering ad una sorgente IBAD. Sebbene la scelta di integrare queste due sorgenti per depositare film metallici sottili ad alta densità e purezza sembra quella più ovvia, bisogna essere consapevoli che una serie di problemi potrebbero nascere a causa dei diversi parametri di deposizione delle due tecniche. Ad esempio, una difficoltà nascerà quando bisognerà individuare la pressione ottimale di processo poiché le due tecniche sono caratterizzate da pressioni di processo molto diverse, ed esiste solo un piccolo intervallo di lavoro comune in corrispondenza della zona di massima pressione di esercizio dell'IBAD e di minima pressione di esercizio dello sputtering.

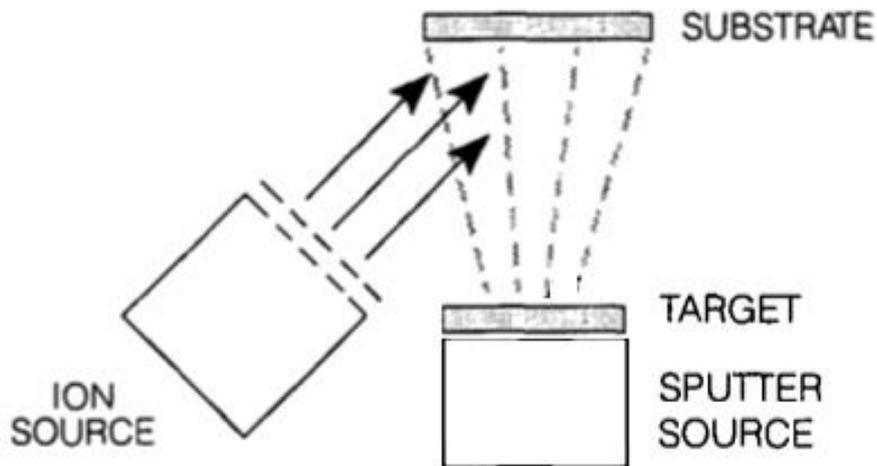


Figura 3. Schema di principio della tecnica di deposizione di sputtering assistita da IBAD

Pertanto, è sembrato opportuno, viste le possibili difficoltà che si possono incontrare integrando due sorgenti dai parametri di processo così diversi tra loro, effettuare un'attività di ricerca bibliografica per verificare, in primo luogo, la fattibilità di sottili strati metallici ad alta densità e purezza con la tecnica proposta e, quindi, per individuare le specifiche tecniche che deve possedere la sorgente IBAD per rendere efficace il processo di deposizione. Solo terminata questa fase, si potrà passare alla scelta della sorgente IBAD ed alla fase di ideazione e definizione delle modifiche da apportare alla configurazione di un preesistente impianto di sputtering per rendere disponibile ed efficace la tecnica IBAD.

Stato dell'arte sulla tecnica magnetron sputtering assistita da fascio ionico nella fabbricazione di film metallici di proprietà ottiche e strutturali migliorate

L'attività di ricerca bibliografica ha permesso di selezionare una serie di articoli e alcuni brevetti molto interessanti in cui veniva applicata la tecnica del magnetron sputtering abbinata ad un sistema IBAD. Gli articoli studiati evidenziavano il miglioramento delle proprietà ottiche e strutturali dei film metallici derivante dall'assistenza fornita dalla tecnica IBAD durante la deposizione anche se in tutti i casi esaminati i film metallici depositati avevano spessori molto maggiori di quelli d'interesse per questo progetto. In particolare, l'attenzione si è focalizzata su tre lavori, i primi due in cui si affrontava il problema della deposizione di film di Cu mentre nel terzo si presentavano i risultati ottenuti dalla deposizione di nitruri metallici. Nel primo dei due articoli sul Cu [2], gli autori mettevano a confronto le proprietà ottiche di un film di Cu depositato con le seguenti tre tecniche: la tecnica dell'evaporazione e-beam, la tecnica del magnetron sputtering e la tecnica del magnetron sputtering assistita con l'IBAD. I tre campioni sono stati depositati su un wafer di Si lappato su cui era stato evaporato in precedenza per e-beam un film di 300 nm di CaF₂ e successivamente un film di 200 nm di Cu. Su questa superficie iniziale è stato quindi depositato un film di circa 500 nm con le tre tecniche appena menzionate. Tutte le deposizioni sono state condotte con una pressione di processo di circa 1 μbar e la riflettanza emisferica dei tre campioni più quella della superficie iniziale sono state misurate e riportate in Figura 4 [2]. Come si può vedere da questa figura, le proprietà ottiche del film di Cu depositato con la tecnica del magnetron sputtering assistita da IBAD migliorano significativamente rispetto a quelle ottenute con le tecniche di deposizione senza IBAD.

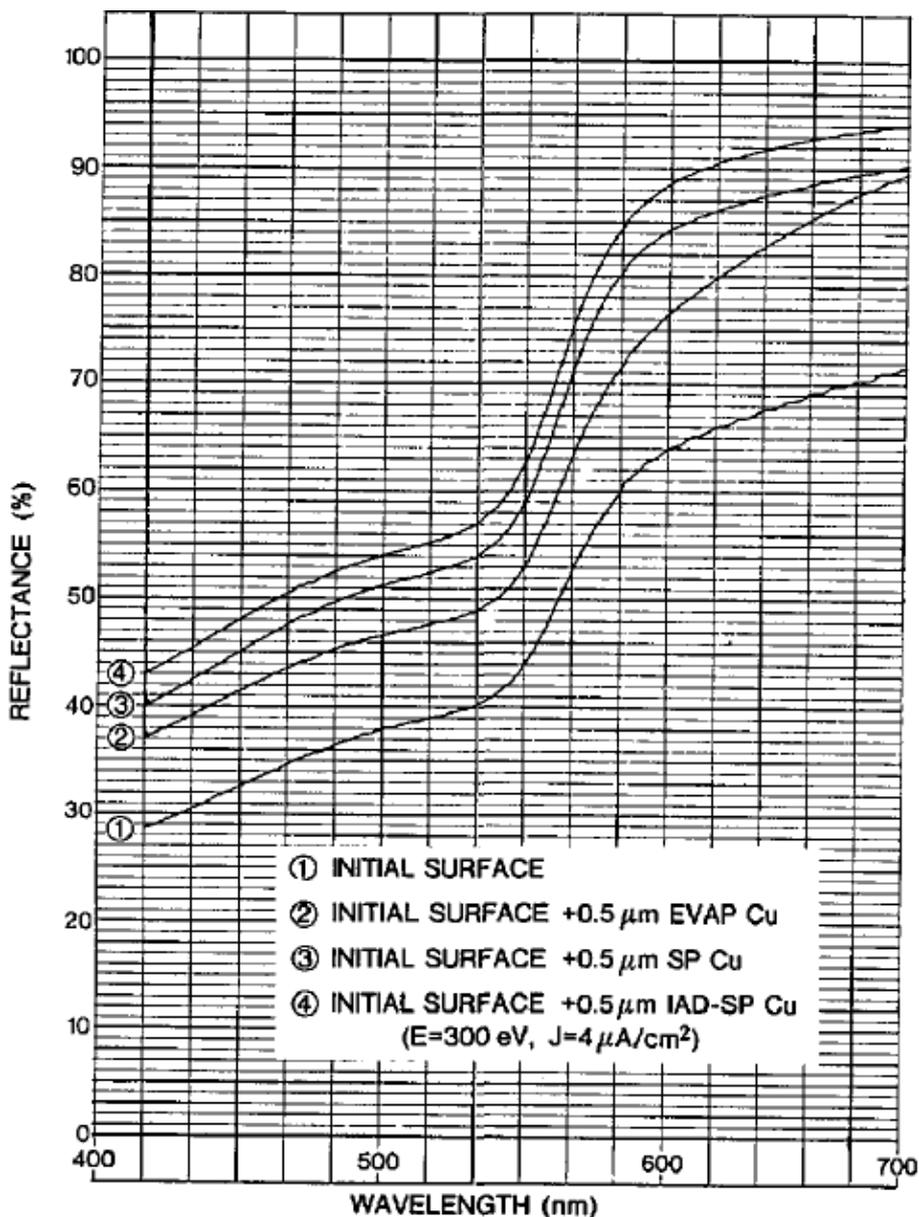


Figura 4. Riflettanza emisferica di un film di Cu depositato per evaporazione e-beam (EVAP), magnetron sputtering (SP) e magnetron sputtering assisto da IBAD (IAD-SP)

Gli stessi autori dell'articolo [2] hanno proseguito la loro attività di ricerca andando a studiare come si modificavano le proprietà ottiche di un substrato di Cu depositandoci sopra un film di 200 nm di Cu con la tecnica del magnetron sputtering senza assistenza IBAD e con l'assistenza di due diversi fasci di ioni Argon, il primo con una densità di corrente di $3 \mu\text{Acm}^{-2}$ e il secondo con una densità di corrente di $10 \mu\text{Acm}^{-2}$ [3]. La pressione di processo anche in questo caso era circa 1 μbar. La Figura 5 riporta la riflettanza emisferica del substrato di Cu e dei tre campioni realizzati nelle diverse condizioni di deposizione. Da questa figura risulta chiaramente che si ottiene il film con le migliori prestazioni ottiche impiegando una densità di corrente pari a $10 \mu\text{Acm}^{-2}$ mentre con densità di corrente pari a $3 \mu\text{Acm}^{-2}$ le prestazioni ottiche migliorano rispetto al caso di substrato di Cu senza film solo per lunghezze d'onda minori di 600 nm. Questo risultato è molto interessante poiché mette in evidenza la dipendenza delle proprietà ottiche del film metallico dai parametri di deposizione scelti per la tecnica IBAD.

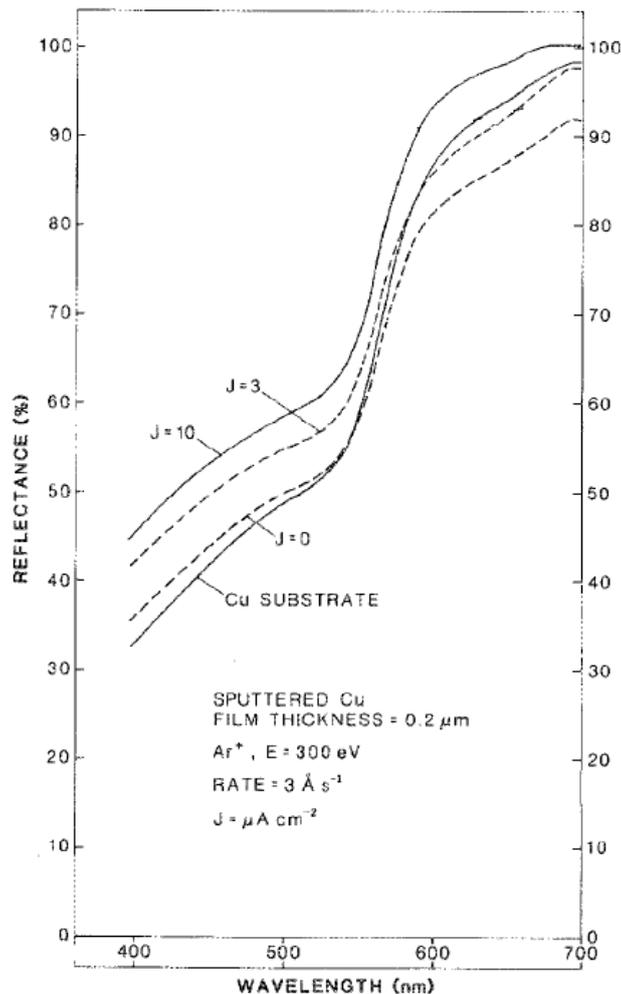


Figura 5. Riflettanza emisferica di un substrato di Cu e dello stesso substrato ricoperto da un film di Cu depositato con processi di magnetron sputtering con e senza IBAD

L'ultimo articolo esaminato è quello di K.-H. Bäther, U Herrmann and A. Schröer [4] che mostra come le proprietà dei nitruri metallici si modificano se il processo di deposizione è assistito dalla tecnica IBAD. Nella maggior parte dei casi gli autori osservano che il bombardamento del film da parte del fascio ionico influenza solo la velocità di deposizione del film che risulta più bassa a causa della parziale rimozione di particelle con più bassa forza di legame. In pratica, la rimozione delle particelle a più bassa energia da parte del fascio ionico conferisce alla struttura finale una densità maggiore con tutti i benefici che ne conseguono in termini di miglioramento delle proprietà strutturali. Pertanto, secondo gli autori il processo IBAD produce in genere significativi cambiamenti nella struttura del materiale che tende verso una struttura microcristallina più densa e con meno difetti.

Una ulteriore conferma dei vantaggi introdotti dalla tecnica della deposizione assistita da fascio ionico è data dalla presenza in letteratura di una serie di brevetti internazionali in cui la tecnica IBAD viene abbinata alle tecniche di deposizione convenzionali per migliorare le proprietà strutturali ed ottiche dei metalli. Oltre al brevetto di Kennedy i cui punti di forza sono stati dettagliatamente illustrati in precedenza, sono stati individuati altri due brevetti molto interessanti. Nel primo [5] gli inventori hanno come obiettivo quello di brevettare un impianto in grado di depositare con la tecnica del magnetron sputtering assistita dall'IBAD senza l'utilizzo del neutralizzatore. Il neutralizzatore è una sorgente di fascio elettronico che generalmente opera in simultanea con la sorgente ionica in modo da neutralizzare il surplus di carica spaziale positiva immessa in camera di processo dalla sorgente ionica. A parte l'innovazione tecnologica introdotta dal non

utilizzo del neutralizzatore, questo brevetto è molto interessante per l'approfondita analisi che gli inventori fanno sullo stato dell'arte. Dalla loro analisi risulta che la tecnica IBAD può agire sulle proprietà di un film sottile migliorando la sua densità e la sua durezza, modificando il suo stress, promovendo un miglior allineamento cristallino e/o un legame molecolare preferenziale, migliorando la sua adesione al substrato e, infine, promovendo la formazione di un particolare composto mediante il bombardamento da ioni di gas reattivo, come l'ossigeno e l'azoto. Numerosi riferimenti bibliografici sono forniti dagli inventori a supporto di quanto affermato. Altre informazioni interessanti ricavate dal brevetto sono i valori d'energia e di corrente degli ioni utilizzati per ottenere i benefici strutturali in precedenza elencati. La tecnica IBAD in questo caso è catalogata come una tecnica a bassa energia per cui i valori tipici dell'energia e della corrente non superano mai rispettivamente 100 eV e 1 A. Infine, le pressioni utilizzate in fase di processo sono sempre intorno a 1 μ bar.

Il secondo brevetto è stato invece valutato interessante perché fa riferimento direttamente all'utilizzo del fascio ionico per trattare i metalli riflettenti nell'infrarosso al fine di migliorare la loro proprietà di bassa emissività [6]. I metalli presi in considerazione sono l'argento e l'oro. Gli inventori asseriscono che il trattamento con fascio ionico di un film metallico riflettente nell'infrarosso come l'Ag o l'Au può migliorare la riflettanza del film sempre che i parametri di processo siano scelti in modo opportuno. Inoltre, essi dichiarano che il bombardamento ionico del film causa un cambio dello stress interno del materiale, da tensile a compressivo, e che questo nuovo stato compressivo dona al film maggiore resistenza chimica e meccanica. Tre configurazioni diverse suggeriscono gli autori per depositare il film metallico. Nella prima configurazione, conosciuta con il nome di "peening", il bombardamento mediante fascio ionico è eseguito dopo la deposizione per sputtering del film metallico per cui il film metallico è realizzato depositando e bombardando in sequenza sottili strati metallici. Nella seconda configurazione si depositano prima per sputtering alcuni nuclei di cristallizzazione del metallo sul substrato e poi simultaneamente si deposita e si bombarda con fascio ionico il film. Nell'ultima configurazione si eseguono simultaneamente la deposizione del metallo per sputtering e il bombardamento del film mediante fascio ionico mantenendo molto bassa l'energia del fascio ionico all'inizio della formazione del film; solo dopo la formazione dei primi strati metallici, l'energia del fascio ionico viene aumentata. E' chiaro che in tutte le configurazioni appena descritte, i parametri di processo devono essere scelti accuratamente in modo da realizzare un metallo con le proprietà strutturali e ottiche desiderate alla massima velocità di deposizione possibile.

L'ultima osservazione interessante da fare su questo brevetto riguarda l'angolo con cui il fascio ionico impatta il substrato. Quest'angolo, misurato rispetto alla normale al substrato, ha la sua importanza nel trattamento delle superfici per cui nei sistemi proposti può essere variato. Le configurazioni suggerite dagli autori prevedono due possibili intervalli di variazione per l'angolo d'incidenza, il primo da 5 a 30 gradi e il secondo da 1 a 50 gradi. In entrambi i casi, l'alloggiamento nella camera di processo della sorgente IBAD e della sorgente di sputtering è stato studiato in modo che le due sorgenti non si oscurassero reciprocamente.

Prima di terminare l'analisi sullo stato dell'arte, vale la pena illustrare i risultati del lavoro di revisione condotto da H.R Kaufman and J.M.E. Harper sulle applicazioni assistite da fascio ionico largo [7]. Gli autori organizzano le diverse applicazioni assistite da fascio ionico in tre gruppi, il gruppo a energia del fascio ionico molto bassa (<25 eV), il gruppo a energia del fascio ionico bassa (>25 eV e <100 eV) e il gruppo a energia del fascio ionico alta (>100 eV e <1000 eV). L'applicazione di interesse per questo progetto è inserita nell'gruppo delle applicazioni a bassa energia per cui sono sufficienti valori d'energia del fascio ionico inferiori a 100 eV. Altro parametro interessante riportato dagli autori nel loro lavoro è l'angolo d'incidenza del fascio ionico che a meno di applicazioni particolari risulta sempre essere compreso nell'intervallo 20-30 gradi.

Specifiche tecniche della sorgente IBAD

Lo studio dello stato dell'arte della tecnica magnetron sputtering assistita da IBAD ha permesso di individuare una serie di parametri di sistema utili per scegliere la sorgente IBAD da montare sull'impianto

prototipale di sputtering presente nei laboratori ENEA. I parametri di sistema più importante sono l'energia degli ioni del fascio, la corrente del fascio ionico e la divergenza del fascio ionico. A questi parametri di sistema bisogna aggiungere una serie di vincoli dimensionali e strutturali che deve possedere la sorgente per essere compatibilmente con i carichi massimi che può sostenere l'impianto e con le dimensioni della flangia su cui dovrà essere montata, visto che la flangia è stata in origine progettata per l'installazione di catodi magnetron (standard e duali) del tipo "MRC/KDF". In base a quanto detto, parametri come la forma e la dimensione della sorgente ionica svolgeranno un ruolo determinante nella scelta del sistema più adatto da montare sull'impianto di sputtering ENEA tenuto conto anche del fatto che bisognerà prevedere la possibilità di operare con la sorgente ionica inclinata rispetto al substrato.

Il primo parametro di sistema che si può fissare è l'energia che devono avere gli ioni: secondo quanto riportato in precedenza quest'energia deve essere compresa tra 25 e 100 eV il che equivale a scegliere una sorgente con tensione di scarica DC compresa tra 37.5 e 150 V, visto che il fattore di conversione tra tensione di scarica ed energia degli ioni è pari a circa 1.5 in questo intervallo d'energia. Il secondo parametro di sistema che si può fissare è la divergenza del fascio ionico che non deve essere né collimato né troppo largo, in prima approssimazione valori maggiori di 30 gradi e minori di 60 gradi potrebbero essere compatibili con l'applicazione da implementare. L'ultimo parametro di sistema da fissare è la corrente del fascio ionico: in genere si desidera avere sorgenti in grado di fornire elevati livelli di ionizzazione del gas e, quindi, alte densità di corrente ionica. Nelle applicazioni del brevetto [5] la corrente non superava mai 1 A, pertanto si potrebbe assumere come soddisfacente una corrente di 1 A alla massima tensione di scarica. All'analisi appena fatta si potrebbe obiettare che più del valore della corrente sarebbe interessante fissare il valore massimo della densità di corrente che impatta sul substrato. Questo valore dipende sia dalla distanza substrato-sorgente ionica sia dalla forma del fascio ionico per cui in questa fase risulterebbe abbastanza complesso fissarne il valore. Tuttavia, per minimizzare la possibilità di non soddisfare i requisiti sulla densità di corrente, la distanza substrato-sorgente ionica sarà inserita tra i parametri di processo da ottimizzare, per cui bisognerà prevedere la possibilità di avvicinare e allontanare la sorgente dal substrato in modo da aumentare o diminuire la densità di corrente che impatta sul film.

Il substrato "standard" su cui depositare il film sottile di metallo è un tubo di acciaio inox di 600 mm di lunghezza e 70 mm di diametro. Il tubo è montato su un carrello con l'asse parallelo sia al senso di marcia del carrello sia alla dimensione minore del catodo standard magnetron su cui è montato il target metallico. Il tubo può ruotare intorno al proprio asse e traslare davanti target di metallo che è largo circa 12 cm e alto 38 cm, per cui in prima approssimazione la zona utile di sputtering è di 12 cm larga, larghezza del target, e 70 mm alta, diametro del tubo. Vista la forma della zona utile di sputtering, è preferibile scegliere una sorgente ionica a cannone che consenta di trattare simultaneamente la stessa zona interessata dal deposito per magnetron sputtering. La soluzione proposta è probabilmente quella più versatile e più compatibile con l'impianto ENEA a causa delle dimensioni ridotte che hanno in genere i cannoni ionici, ed è anche quella più economica visti i costi contenuti di queste sorgenti.

L'altro parametro da definire è il peso massimo che può avere la sorgente in modo da non alterare la stabilità dell'impianto e, soprattutto, la funzionalità e l'integrità delle cerniere che consentono l'apertura e la chiusura della lastra/portello su cui si vuole installare il sistema. Valutazioni, che saranno esplicitate con qualche dettaglio in una sezione successiva del presente documento, portano a fissare un carico massimo complessivo di tutta sicurezza per il sistema "sorgente + interflangia d'installazione + meccanica di movimentazione" nell'ordine dei 100 kg. Si può considerare un peso massimo accettabile per la sola sorgente con eventuali accessori annessi pari a 40 kg ipotizzando, in prima istanza, che la meccanica di fissaggio e movimentazione contribuisca per il 60% al peso complessivo del sistema che si vuole installare.

Altro parametro da tenere in considerazione nella fase di scelta della sorgente ionica è la massima pressione di esercizio della sorgente che non dovrà essere troppo bassa per poter consentire di operare simultaneamente con la sorgente del magnetron sputtering. Un valore tipico della pressione di processo è 1 μ bar per cui, per potersi riservare un margine di sicurezza, si può fissare a 4 μ bar la massima pressione d'esercizio della sorgente.

Infine, bisognerà scegliere il tipo di neutralizzatore da montare insieme alla sorgente ionica: da una prima analisi il neutralizzatore di tipo "Hollow Cathode Electron Source (HCES)" si fa preferire al filamento

neutralizzatore standard in quanto garantisce maggiore affidabilità e minore necessità di interventi di manutenzione oltre che un minore irraggiamento termico del substrato.

La Tabella 1 riassume le specifiche tecniche della sorgente ionica da installare sull'impianto di sputtering ENEA.

Tabella 1. Specifiche tecniche della sorgente ionica

Specifiche tecniche della sorgente ionica	
Tipo di sorgente ionica	Cannone
Tensione di scarica (V)	37.5-150
Corrente del fascio ionico (A)	≤1
Larghezza del fascio elettronico (°)	≥ 30 e ≤ 60
Peso sistema "sorgente+interflangia+meccanica" (kg)	≤ 100
Peso della sola sorgente (kg)	≤ 40
Pressione massima di lavoro (μbar)	≥ 4
Neutralizzatore	HCES

Scelta della sorgente IBAD

La definizione delle specifiche tecniche della sorgente ionica ha permesso d'identificare una serie di ditte produttrici di sorgenti ioniche che potrebbero fornire un prodotto utile agli scopi di questo progetto; di seguito è riportato l'elenco di queste ditte:

1. GENCOA Ltd
2. CCR Technology GmbH
3. Kaufman & Robinson, Inc

La Gencoa Ltd è uno dei principali produttori di sorgenti ioniche al mondo, anche se negli anni si è specializzata soprattutto nel pre e post trattamento delle superfici. Il prodotto che fornisce la GENCOA è un mezzo robusto e flessibile per la pulizia di substrati polimerici e di vetro prima della deposizione di film sottili.

La GENCOA mette a disposizione del cliente un servizio di progettazione per soddisfare le diverse richieste sulle caratteristiche che deve possedere la sorgente in termini di intervalli energetici di funzionamento, di dimensioni, di peso e di configurazione di montaggio.

La tipologia di sorgente suggerita dalla Gencoa per questo progetto è la sorgente IM a modalità diffusa dove il plasma è principalmente intrappolato all'interno della sorgente e solo una piccola quantità viene immessa nella camera di processo. Il fascio ionico estratto è principalmente di tipo diffuso con una bassa energia degli ioni (vedi Figura 6).

Questa modalità potrebbe essere utile ma ad un esame più approfondito delle energie in gioco effettuato sulla base del diagramma riportato in Figura 7, risulta che le tensioni di scarica non sono mai inferiori a 500 V, valori troppo alti per gli scopi di questo progetto.

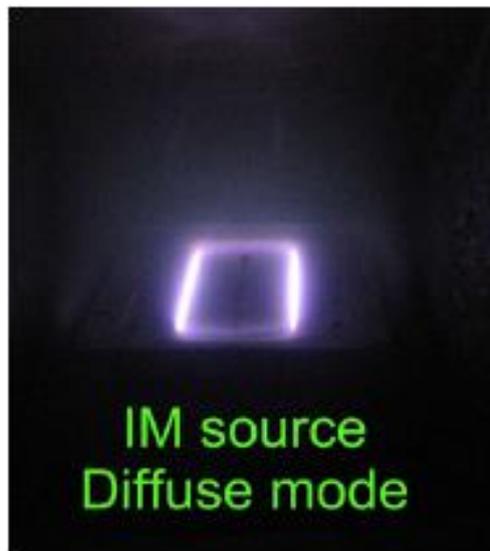


Figura 6. Fascio ionico estratto da una sorgente IM a modalità diffusa

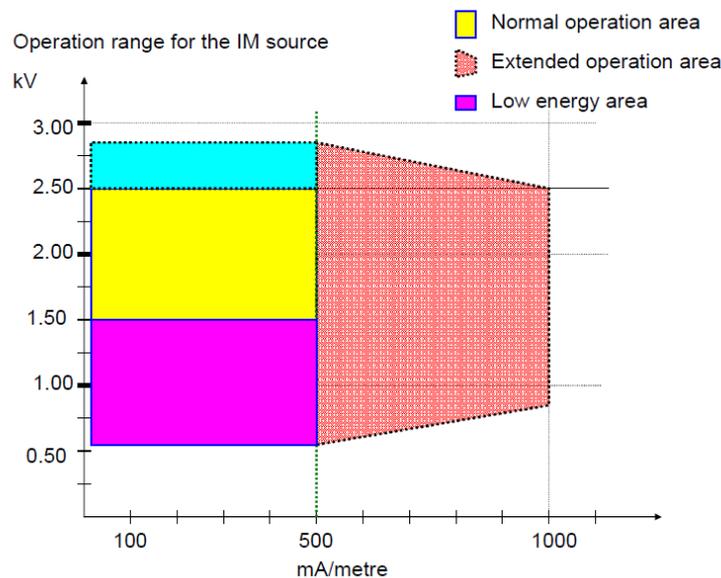


Figura 7. Intervalli operativi della sorgente IM a modalità diffusa

La seconda ditta di cui abbiamo preso in considerazione le sorgenti ioniche è la tedesca CCR Technology GmbH. La CCR da sempre sviluppa sorgenti ioniche sia per depositare film sottili sia per effettuare l'etching di superfici. Più in generale la CCR definisce la sua sorgente un reattore a plasma controllato (COPRA) in cui è possibile controllare indipendentemente la densità della corrente ionica, l'energia ionica e il grado di dissociazione in un ampio intervallo operativo.

L'elevato grado di dissociazione che si raggiunge con una sorgente COPRA è ottenuto mediante un efficiente trasferimento dell'energia del generatore RF al plasma. Questo migliore trasferimento dell'energia rispetto alle sorgenti convenzionali è reso possibile da una particolare geometria degli elettrodi della sorgente e dall'utilizzo di una matching network sintonizzabile. Il grado massimo di dissociazione che si può raggiungere è dell'ordine del 90% e dipende fortemente dal tempo di residenza del gas nel plasma che può essere controllato mediante la velocità di immissione del gas nella sorgente, la velocità di pompaggio e la pressione del gas. Altra caratteristica importante della sorgente COPRA è che il fascio è

quasi-neutro, cioè contiene un numero equivalente di ioni ed elettroni, pertanto può essere utilizzato per depositare sia materiali conduttivi sia materiali isolanti senza problemi di accumulo di carica. In pratica, le sorgenti della CCR non hanno bisogno di nessun dispositivo aggiuntivo per neutralizzare il fascio ionico. Ultimo aspetto interessante è che il fascio generato dalla sorgente è poco divergente per cui in prima approssimazione la dimensione utile del fascio è pari alla dimensione della bocca d'apertura della sorgente. La sorgente ionica della COPRA con le dimensioni più piccole possibili è la DN160CF che è capace di generare un fascio ionico di forma circolare con un diametro pari a 84 mm. In Figura 8 è riportato sia l'immagine sia lo schema dimensionale della sorgente in questione

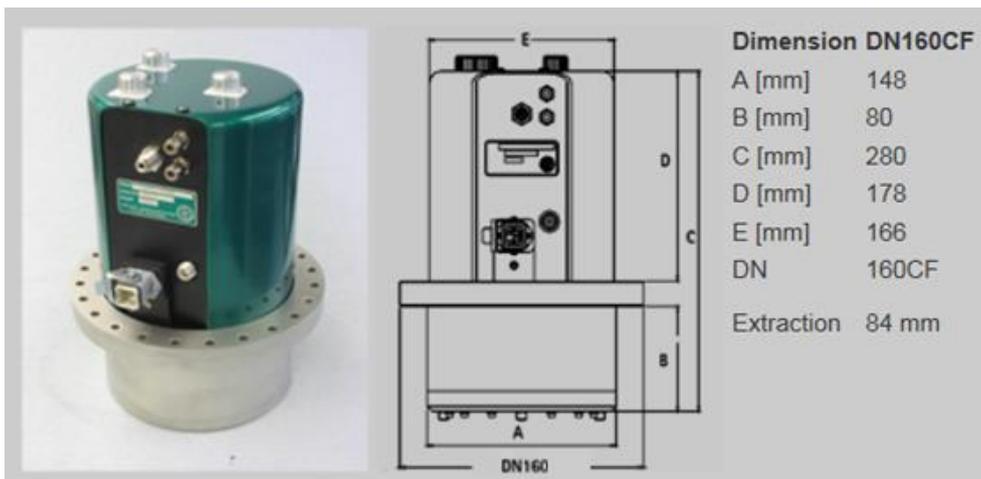


Figura 8. Sorgente ionica DN160CF della CCR

La Tabella 2 riporta le caratteristiche principali della sorgente ionica DN160CF della CCR. Questa tabella va completata con il dato del peso della sorgente che è pari a 10 kg. Da una prima analisi sono tre i fattori principali che limitano l'utilizzo di questa sorgente sull'impianto di sputtering ENEA, il primo è la pressione massima d'esercizio che è troppo bassa rispetto a quella richiesta da specifica, il secondo è la dimensione del fascio ionico che è leggermente inferiore a quello dell'area depositata per sputtering, il terzo è l'ingombro che è tale da rendere complessa un'efficace integrazione della sorgente sull'impianto (tenuto conto anche dell'esigenza di non pregiudicarsi la possibilità di realizzare la movimentazione angolare dell'elettrodo).

Tabella 2. Principali caratteristiche tecniche della sorgente ionica DN160CF della CCR

Substrate Size	up 3 inch
Pressure Range	1E-4 to 1mbar
Gases	any
RF-Power	max. 600 Watt
Matching	manual
Ion Energy	up to 200 eV
Current Density	up to 0.5 mA/cm ²

La terza ditta che è stata presa in considerazione è la Kaufman & Robinson Inc. (KRI). La KRI da molti anni sviluppa sorgenti ioniche sia per depositare film sottili sia per effettuare l'etching di superfici. Le sorgenti considerate più adatte agli scopi di questo progetto sono quelle che si basano sulla tecnologia end-Hall (eH)

e appartengono alla linea di prodotti gridless. La tecnologia eH produce e controlla specie ioniche con una fissata energia, reattività chimica, densità di corrente e traiettoria. Le sorgenti eH possono essere utilizzate sia per applicazioni standard sia per quelle più innovative poiché la loro abilità a lavorare a livello atomico le rende particolarmente adatte al trattamento di film e superfici con precisione nanometrica. Inoltre, la tecnologia eH è in grado di produrre molti benefici sulle proprietà dei materiali, ad esempio migliorare il compattamento del materiale, controllare lo stress, migliorare le proprietà ottiche, ridurre la rugosità delle superfici e migliorare l'adesione. Infine, la KRI dichiara esplicitamente che i prodotti eH possono essere impiegate come sorgenti ioniche a supporto della deposizione con la tecnica del magnetron sputtering. La sorgente che sembra più adatta ad essere alloggiata sull'impianto di sputtering ENEA è quella di dimensioni più piccole, la EH200. Questa sorgente ionica ha un'altezza di 5 cm e un diametro di 6.4 cm per un peso di 680 gr. La Figura 9 riporta l'immagine della sorgente ionica.



Figura 9. Sorgente ionica EH200 della KRI

Nella Tabella 3 sono riportate le principali caratteristiche della sorgente ionica EH200 mentre nella Tabella 4 è riportata l'intensità della corrente del fascio ionico per diversi valori della tensione di scarica.

Tabella 3. Principali caratteristiche tecniche della sorgente ionica EH200 della KRI

Models	eH200
Cathode / Neutralizer	Filament or Filamentless
Discharge	DC magnetic confinement
Discharge voltage	40-300V VDC
Discharge size @ source	~ 2cm
Anode construction	Modular assembly
Beam divergence	> 45° (hwhm)
Typical process gases	Ar, Xe, Kr, O ₂ , N ₂ , organic precursors
Power controller	eHx-3005A
Options	
Anode	None
Water cooling	None
Gas handling	4 gas channels & blending
Cathode / Neutralizer	Sidewinder or MHC1000
Mount	Remote or direct flange

Tabella 4. Corrente del fascio ionico per diversi valori della tensione di scarica

V_d , volts	I_d , amps
300	1.0
230	1.3
200	1.5
176	1.7
150	2.0

Dallo studio di alcuni documenti presenti sul sito della KRI si evince che la sorgente EH200 è stata utilizzata in combinazione con una sorgente magnetron sputtering fino a una pressione massima di esercizio di 4 μ bar. In questo caso la sorgente ha continuato a lavorare correttamente solo che l'energia massima degli ioni era inferiore a 50 eV come c'era d'aspettarsi. Riportando la pressione di lavoro intorno a 1 μ bar l'energia del fascio ionico ritornava ad assumere un valore conforme alla specifica.

Per quanto riguarda la scelta del neutralizzatore di tipo "hollow cathode", la KRI propone tre diverse versioni perfettamente compatibili con la sorgente EH200, la SHC1000, la MHC1000 e la LHC1000. In Figura 10 sono illustrati alcuni neutralizzatori forniti dalla KRI mentre la Tabella 5 riporta le principali caratteristiche tecniche dei tre neutralizzatori proposti dalla KRI. La scelta del neutralizzatore dovrebbe orientarsi verso quelli a più bassa corrente, viste le massime correnti di fascio ioniche emesse dalla sorgente EH200. Scegliendo il neutralizzatore tra quelli a più bassa corrente, si avrebbero anche meno problemi nell'alloggiare la sorgente sull'impianto, poiché minori sono le correnti massime da emettere minori sono le dimensioni del neutralizzatore. Inoltre, vale la pena osservare che nei casi in cui la pressione di processo è dell'ordine del μ bar non è detto che serva il neutralizzatore poiché gli stessi elettroni prodotti dal magnetron sputtering potrebbero essere sufficienti a neutralizzare la carica spaziale. Infine, per quanto riguarda il peso del neutralizzatore, qualunque tipo di scelta si faccia il contributo del neutralizzatore al peso finale della sorgente è del tutto irrilevante.



Figura 10. Alcuni esempi di neutralizzatori

Tabella 5. Principali caratteristiche tecniche dei neutralizzatori forniti dalla KRI

Product	SHC 1000	MHC 1000	LHC 1000
Source gas	Inert (Ar, Xe)	Inert (Ar, Xe)	Inert (Ar, Xe)
Emission Current (max)	> 1A	> 5A	> 10A
Length (nominal)	2.9"	3.6"	4.6"
Width (nominal)	1.5"	2.3"	2.3"
Process Gases	Inert, Reactive, Blends	Inert, Reactive, Blends	Inert, Reactive, Blends
Power Controller	HC12015A	HC12015A	HC12015A
Mount	Internal remote	Internal remote	Internal remote
Options	Disposable version		Disposable version

Dall'analisi appena fatta risulta chiaro che la sorgente EH200 più neutralizzatore è adatta agli scopi del progetto per cui si è deciso di approvvigionare questo tipo di sorgente. A legittimare ulteriormente questo tipo di scelta vi è il fatto che le sorgenti ioniche della KRI sono tra le più diffuse al mondo e tra le più citate in pubblicazioni scientifiche e in brevetti, sono tra le più utilizzate nei lavori scientifici riportati nello "Stato dell'arte", e, infine, sono utilizzate dagli stessi titolari della KRI nei brevetti che hanno pubblicato per realizzare impianti innovativi per processi di deposizioni con finalità analoghe a quelle di questo progetto. Si sarebbero potuti esaminare i prodotti offerti da altre ditte sul mercato, quali quelli della Veeco Instruments Inc. e della General Plasma Inc., ma si è deciso di non approfondire ulteriormente la ricerca di mercato poiché le sorgenti della KRI sono state considerate quelle che potenzialmente potevano offrire una maggiore possibilità di successo a questo progetto.

Studio preliminare per l'"up-grade IBAD" di un impianto di sputtering prototipale multi-catodo dell'ENEA

Il preesistente impianto di sputtering dell'ENEA su cui si voleva implementare la tecnica IBAD è un apparato prototipale in scala da laboratorio ad alta flessibilità di configurazione ma di filosofia funzionale di tipo industriale, altamente innovativo, che ha pochi riscontri nel mercato degli impianti di deposizione. L'impianto, d'ideazione ENEA, è installato nella hall tecnologica del Centro Ricerche ENEA di Portici (NA) ed è stato ideato e sviluppato per consentire lo studio, lo sviluppo e la messa a punto sia di processi di sputtering in solo gas Argon (processi non reattivi) che di processi di sputtering di tipo reattivo (sia in saturazione, ossia con target "avvelenato", che processi "controllati" ad elevato deposition rate).

Di seguito si descrive l'apparato nei suoi aspetti fondamentali.

La macchina di sputtering è costituita, fundamentalmente, da una load-lock (camera per il caricamento, scaricamento ed il pre-trattamento dei substrati), da una camera di processo (nella quale si effettuano le deposizioni) e da un telaio inferiore di supporto. Le due camere comunicano mediante una grossa valvola gate della VAT (MONOVAT serie 024) di apertura pari a 150x1050 mm. La load-lock ha dimensioni approssimativamente pari a 1300x1300x450 mm, mentre la camera di processo ha dimensioni approssimativamente pari a 3600x1200x300 mm. In Figura 11 si può osservare la configurazione generale dell'impianto così come descritta subito sopra.

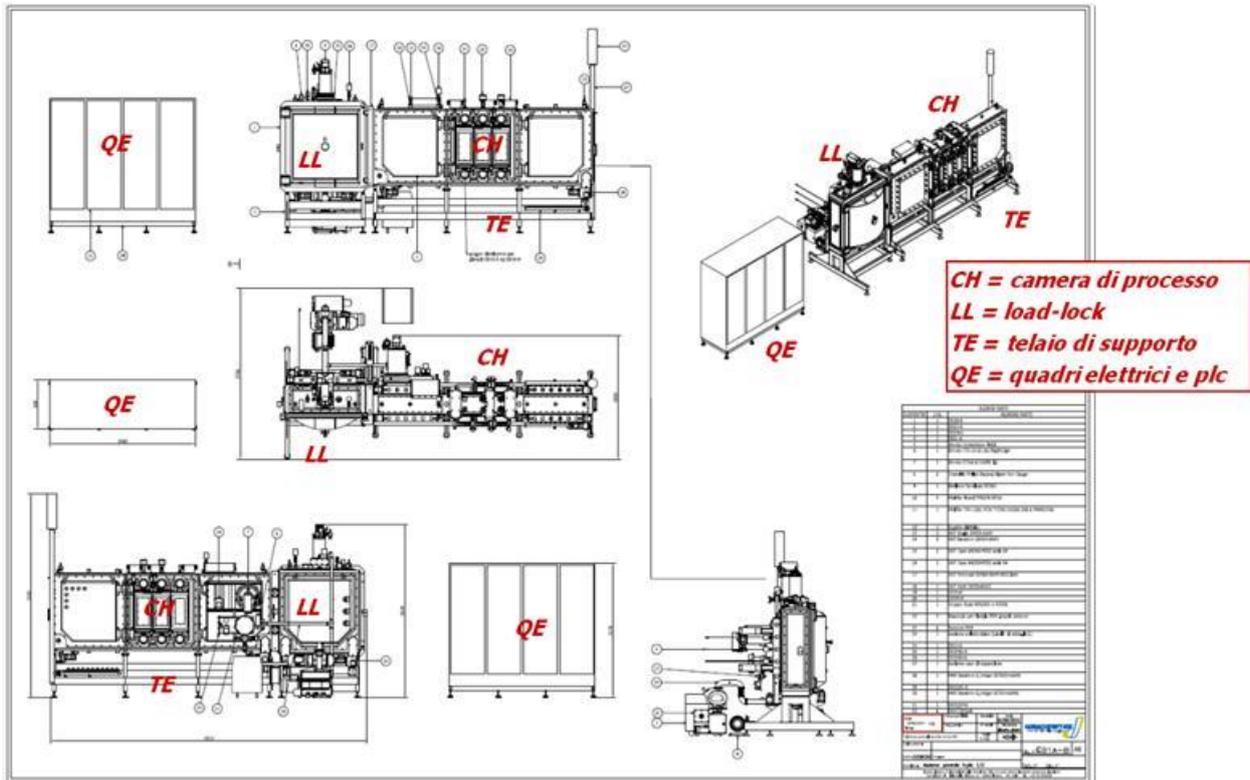


Figura 11. Layout generale dell'impianto di sputtering multi-catodo dell'ENEA su cui si voleva realizzare l'"up-grade IBAD"

Con l'attuale set-up la macchina è in grado di processare substrati tubolari (di diametro esterno da 70 a 100 mm, lunghezza 600 mm e spessore di parete da 2 a 10 mm) e flat panel (di lunghezza massima 1000 mm ed altezza massima di 380 mm). In genere vengono adoperati, in qualità di substrati, tubi di acciaio in quanto aventi geometria idonea per un'efficace messa a punto dei materiali e delle tecniche di fabbricazione per i coating solari dei tubi ricevitori. Nella fattispecie, il tipo di substrato più usato è costituito da tubi di acciaio con alloggiamenti idonei per campioni in forma di lastre (generalmente in acciaio AISI 321 o vetro Corning) di dimensioni adatte per le strumentazioni di caratterizzazione ottica dell'ENEA (dimensioni nominali dei campioni pari a 76 mm di lunghezza, 26 mm di larghezza e spessore di 1 mm). La camera di processo ha una geometria tale da fornire una distanza di sputtering intorno ad 80 mm fra target e tubo-substrato da 70 mm.

Un solo tubo-substrato per volta è collocato in posizione orizzontale su di un pallet (che a sua volta è installato su di un carrello) che provvede a trasportarlo dalla camera di caricamento alla camera di processo. Il tubo subisce, oltre la traslazione, anche una rotazione: i due movimenti (traslazione e rotazione) sono fra di loro indipendenti. La velocità di avanzamento del carrello è regolabile tra 0 e 10 m/min mentre la velocità di spinning del tubo intorno al proprio asse è regolabile tra 0 e 120 giri/min.

In camera di processo si possono individuare 3 zone: nel primo ed ultimo terzo della camera sono presenti due zone di parking del sistema carrello+pallet; nel terzo medio è presente la zona di deposizione vera e propria con le sorgenti di sputtering (catodi). La configurazione impiantistica e di processo della macchina è ascrivibile alla tipologia "in scansione": in camera di processo il substrato viene fatto "pendolare" (cioè traslare per un numero opportuno di volte) e ruotare, nel caso di substrato tubolare, davanti ai catodi disposti verticalmente da entrambe le parti della sezione centrale della camera.

Il tubo-substrato è posto fra altri 4 tubi (2 montati sopra e 2 sotto al tubo-substrato). Tali tubi, che non sono dotati del movimento di spinning sul proprio asse, sono detti "tubi-simulacro" perché la loro funzione è simulare la presenza di altri tubi-substrato sul pallet in processo: un impianto industriale ottenuto

scalando a grandi dimensioni l'impianto prototipo che stiamo descrivendo processerà, infatti, più tubi per volta per un'alta produttività; da cui la necessità di avere i tubi-simulacro sull'impianto sperimentale ENEA. In Figura 12 si può osservare il sistema carrello+pallet con il tubo-substrato e i 4 tubi-simulacro nella camera di caricamento (con il portello di carico aperto) ed in fase di processo in camera di deposizione.

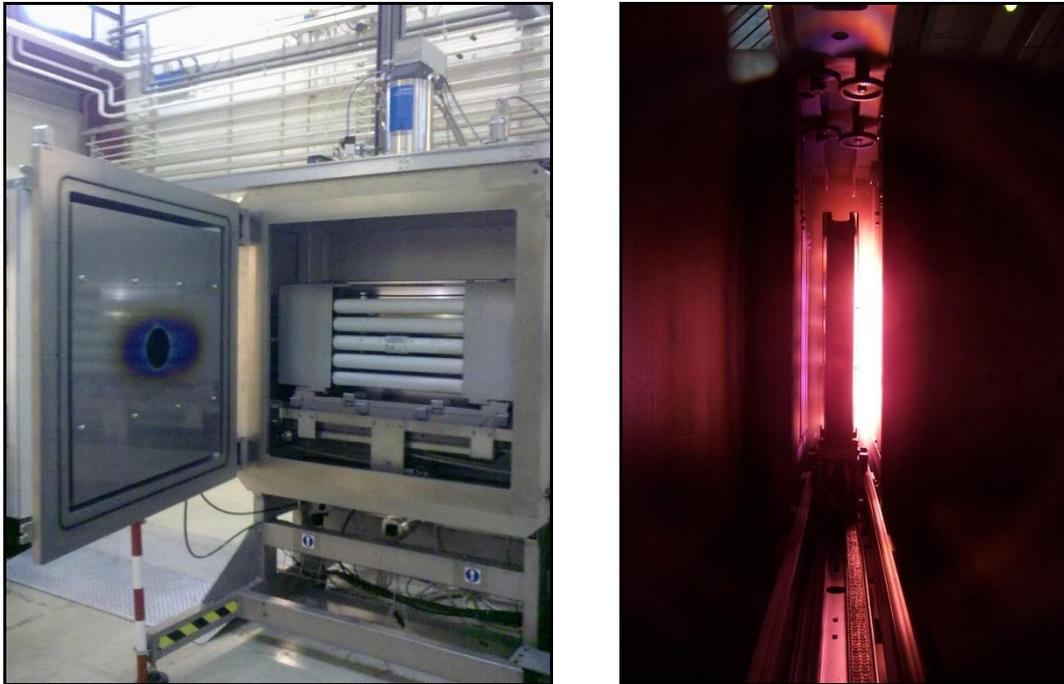


Figura 12. Sistema "carrello+pallet porta-substrato" in load-lock ed in camera di processo

La costruzione di ognuna delle due camere da vuoto (load-lock e camera di processo) è realizzata a partire da un telaio in acciaio inossidabile AISI 316 saldato, ottenuto a partire da semilavorati di tipo commerciale. I telai sono opportunamente lavorati su tutte le facce esterne per ottenere superfici lisce idonee alla tenuta da O-ring. I telai delle due camere da vuoto sono chiusi da lastre (in AISI 304) avvitate ai telai stessi e fornite di O-ring sul lato vuoto e, per quanto riguarda le lastre di dimensione maggiore, di opportune nervature di irrigidimento poste sul lato atmosferico. Le lastre laterali sono provviste di cerniere che ne consentono un'agevole apertura per poter effettuare le operazioni di manutenzione programmata e straordinaria; in tal modo tali lastre si configurano come veri e propri portelli.

E' attualmente possibile alloggiare fino ad un massimo di 6 catodi montati, in gruppi da 3, sulle flange verticali delle due lastre quadrate collocate da parti opposte rispetto alla camera di processo ed in posizione centrale rispetto alla lunghezza della camera di processo stessa. Uno dei vincoli della progettazione originaria dell'impianto è stato adottare quanti più componenti standard possibile. In tale ottica la geometria delle lastre quadrate centrali "porta-catodi" è stata disegnata in modo che le lastre risultino idonee all'installazione di catodi del tipo MRC/KDF su apposite flange (3 flange per ognuna delle 2 lastre centrali). I catodi, forniti dalla Angstrom, sono del tipo "standard magnetron", per la deposizione di metalli e di nitruri a carattere metallico, e "dual magnetron", adoperati per la deposizione di nitruri non metallici e di ossidi. Mediante la deposizione contemporanea di materiali metallici e ceramici (co-sputtering) è possibile la fabbricazione dei materiali Cermet. I catodi possono operare in tutti i modi standard previsti per le diverse tipologie di catodi (previa alimentazione con opportuno generatore) e cioè DC, DC-pulsed, Bipolar DC-pulsed, RF, MF. Sull'impianto sono attualmente installati 2 catodi "standard mag" alimentati da 2 generatori della Advanced Energy: un generatore DC Pinnacle da 10 kW e da un DC impulsivo Pinnacle Plus da 5 kW; sono inoltre installati 3 catodi "dual mag" alimentati da 3 generatori della

Huttinger da 10 kW: 2 generatori Mid Frequency del tipo TruPlasma MF 3010 ed un generatore Bipolar DC-pulsed modello TruPlasma Bip. 4010.

Il sistema di pompaggio e d'immissione gas costituiscono un aspetto critico per la messa a punto di processi di sputtering (in particolare di tipo reattivo) controllabili, ripetibili e veloci e per la fabbricazione di materiali di alta qualità. Per quanto concerne la camera di processo, attualmente il sistema è configurato col sistema di pompaggio d'alto vuoto ad un'estremità della camera di deposizione ed un sistema di gas-ring intorno ai catodi (per ogni catodo sono presenti 2 gas-ring: uno più prossimo al catodo, con fori indirizzati radenti alla superficie del target per l'immissione del gas Argon di sputtering, ed uno più esterno al catodo, con fori indirizzati verso il substrato per l'immissione del gas reattivo che può essere ossigeno o azoto).

Sempre con riferimento alle pompe della camera di processo, la macchina è attrezzata come descritto di seguito: su una delle grandi lastre quadrate della camera di processo, ed in particolare sulla lastra posteriore sinistra (quella collocata lato load-lock), è saldata una grande flangia ISO 320 per l'installazione della pompa criogenica CTI 10 On-board e la valvola motorizzata regolabile VAT per la chiusura e la strozzatura (parzializzazione) della criogenica. Sulla stessa lastra, al di sotto della flangia ISO 320, è presente una flangia ISO 200 idonea per il montaggio della pompa turbomolecolare Pfeiffer mod. TPH 1201 e della valvola gate VAT di regolazione. E' possibile condurre processi di deposizione (o evacuare la camera fino al vuoto base) con pompaggio effettuato con la sola pompa criogenica oppure con la sola pompa turbomolecolare o con entrambe le pompe. La macchina è predisposta per la realizzazione di un pompaggio localizzato nella zona centrale di sputtering: su ognuna delle due lastre centrali porta-catodi sono predisposte sei aperture per flange ISO 100, idonee all'installazione di pompe turbo da 300 l/s e relative valvole.

Il vuoto primario è realizzato nelle due camere con un gruppo costituito da una rotativa ad olio e da una roots, tale da garantire il rapido svuotamento delle due camere da vuoto partendo dalla pressione atmosferica; in particolare il gruppo di pompaggio rotativa+roots scelto riesce a svuotare la camera di caricamento (0,85 m³ circa) in un tempo inferiore a 5 min (passato il quale si innesca il pompaggio d'alto vuoto con la criogenica installata in load-lock). Una pompa meccanica dry del tipo multi-roots è invece disponibile per realizzare un vuoto pulito in camera di processo, per effettuare la rigenerazione delle pompe criogeniche (anche in presenza di ossigeno criocondensato nella pompa), per realizzare la piena compressione della turbo molecolare; la multi-roots è stata scelta in modo da avere idonee caratteristiche in termini di throughput per la conduzione di processi di deposizione anche ad alti flussi (800 sccm) tramite la turbo e per un rapido ritorno alla pressione base iniziale alla conclusione dei processi.

Il pompaggio d'alto vuoto in load-lock è realizzato mediante una crio-pompa CTI 8 On-board dotata di valvola gate regolabile con flangia ISO 200 installata sulla parte superiore della camera di caricamento. In tal modo il retro della camera è stato mantenuto libero per l'installazione di un riscaldatore per costituito da 3 resistenze riscaldanti del tipo corazzato che possono raggiungere, in condizioni di sicurezza per la meccanica dell'impianto, temperature dell'ordine dei 400°C. Il riscaldatore in questione può essere impiegato efficacemente per pre-condizionare (riscaldare) i substrati.

Il movimento di traslazione del carrello e dunque del substrato è realizzato, sia in camera di processo che in load-lock, tramite un sistema costituito da una catena nella quale ingranano due "pettini" solidali al carrello che quindi viene fatto traslare dal movimento della catena. Un sistema costituito da una catena ed un meccanismo a pignoni garantisce, invece, la rotazione del substrato. A differenza che in camera di processo, in load-lock la rotazione del tubo è possibile solo quando il carrello è fermo, ad esempio nella posizione per l'esecuzione della glow del substrato.

In camera di caricamento è infatti possibile realizzare sul tubo-substrato un pre-trattamento in plasma con scarica ionica tipo "glow discharge" DC ad alta potenza con un accoppiamento elettrico del tubo-substrato ad un'alimentazione di 1200V-6.6A o ad un'alimentazione da 4 kV; i due generatori per il pre-condizionamento del tubo-substrato in load-lock sono della Alintel. Il gas di processo, nella fase di condizionamento del substrato, è Argon ed il pompaggio è condotto mediante la crio installata in load-lock. Invertendo la polarità conferita al substrato, è possibile effettuare, in luogo del Reactive Ion Etching (RIE), un riscaldamento tramite bombardamento di elettroni.

Le due lastre di chiusura collocate nella parte superiore ed inferiore del telaio in corrispondenza della zona di sputtering, sono attrezzate ognuna con 6 flange per l'installazione di apparecchiature per l'analisi del plasma (sistema Plasma Emission Monitoring della Plasus) indispensabili per effettuare processi reattivi controllati.

Allo scopo di condurre i processi partendo da target sempre puliti, l'opzione del pre-sputtering è stata prevista sull'impianto. Sono stati installati 6 shutter in camera di processo: il singolo shutter ha la funzione di proteggere un catodo dalla contaminazione durante deposizioni condotte con altri catodi. Il pre-sputtering può essere effettuato anche sugli schermi a "bandiera" presenti sui lati terminali del pallet-portasubstrato.

In Figura 13 è riportata una vista prospettica dell'impianto di sputtering: in primo piano la camera di processo con le due stazioni di parking necessarie per far oscillare il carrello per la sua intera lunghezza davanti alla sezione centrale di deposizione (evidenziata in rosso) dotata, come si può osservare, di tre catodi per sputtering sul lato frontale della camera; altri due catodi sono installati sul lato posteriore della camera di processo.



Figura 13. Vista generale dell'impianto di sputtering multi-catodo dell'ENEA con evidenziata la sezione di deposizione

Da quanto detto risulta chiaro che, nella configurazione originaria appena descritta, una delle 6 flange destinate all'installazione di un catodo o di altro device risultava libera e, quindi, disponibile per il montaggio di una sorgente per IBAD. In Figura 14 è riportata una vista della parte posteriore della macchina, ed in particolare della camera di processo, con il sistema di pompaggio d'alto vuoto della camera di processo e le pompe "primarie"; si può osservare, adiacente ai due catodi montati sul lato posteriore della camera di processo, la flangia libera e disponibile per l'installazione del cannone ionico.

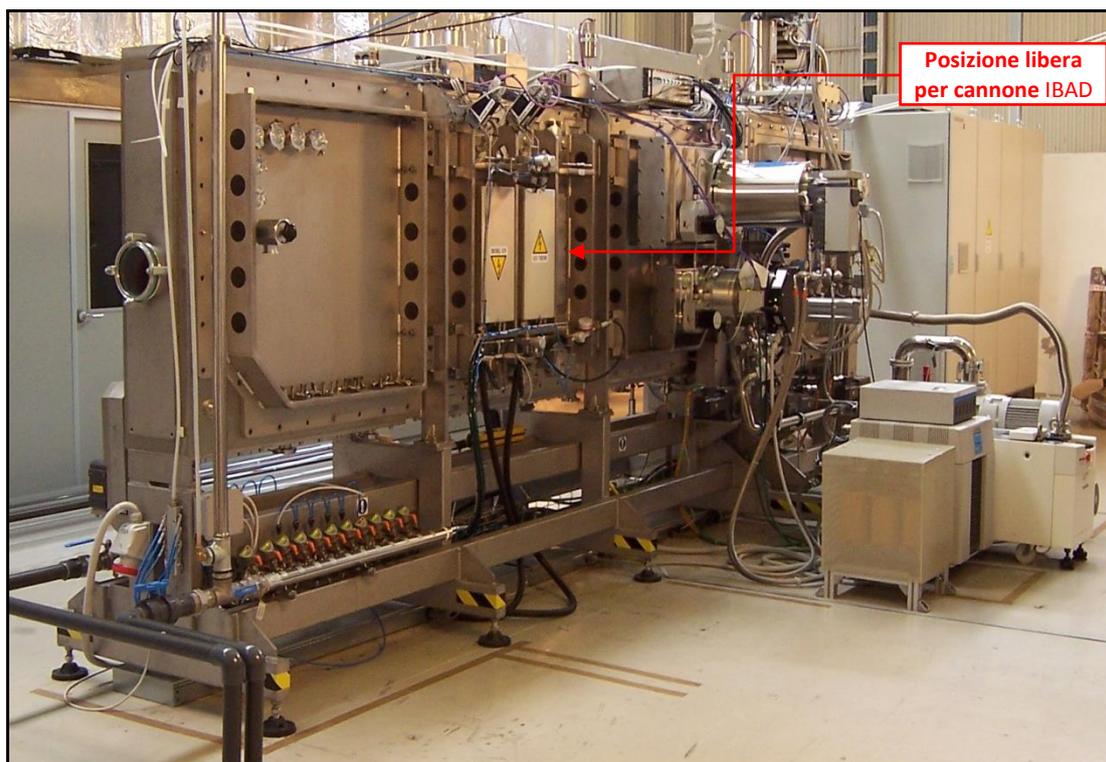


Figura 14. Vista dell'impianto con evidenziata, vicino a due catodi per sputtering, la flangia libera sulla quale era possibile installare un cannone ionico per IBAD

In Figura 15, è riportata un'immagine di dettaglio della flangia suddetta: è visibile una lastra piana rettangolare, con superfici interne (non visibili) lavorate a tenuta di vuoto, che veniva usata per chiudere la flangia, e parte delle nervature d'irrigidimento disposte intorno alla flangia e che costituiscono un vincolo per l'installazione dei device sulla flangia stessa.



Figura 15. Flangia libera e disponibile per l'installazione della sorgente ionica

Nella Tabella 6 sono riassunte, in sintesi, le principali caratteristiche tecniche dell'impianto di sputtering descritto e i processi di deposizione del tipo "standard magnetron sputtering" adoperati per la fabbricazione delle stratificazioni costituenti i coating solari "a tecnologia Cermet" che l'ENEA ha fin qui sviluppato, messo a punto e brevettato in precedenti programmi di ricerca.

Tabella 6. Caratteristiche tecniche dell'impianto di sputtering multi-catodo di cui si voleva realizzare l'"up-grade IBAD" e tipologie di processi di deposizione "standard sputtering"

Caratteristiche tecniche	
➤ Tipologie di substrato:	a) substrati tubolari: D_{est} = da 70 a 100 mm; L = 600 mm; s = da 2 a 10 mm b) flat-panel: L = max 1000 mm; H = max 380 mm ca
➤ Pompaggio primario:	- gruppo rotativa-roots e meccanica dry multiroots
➤ Pompaggio d'alto vuoto:	- turbomolecolare Pfeiffer TPH 1201 - pompe criogeniche CTI 8 e CTI 10 on-board (risp. in LL e CH)
➤ Pretrattamenti in LL:	1) riscaldamento con resistenze corazzate ($T_{max, resistenze} = 400^{\circ}C$) 2) plasma etching con alimentazione ad alta tensione (4 kV x 0,5 A) 3) bombardamento elettronico con alimentazione ad alta corrente (1,2 kV x 6,6 A)
➤ Numero e tipologia catodi:	max 6; installati 5 "Magnetron" (N° 2 Standard Mag; N° 3 Dual Mag)
➤ Generatori di "processo":	- N° 1 DC: Advanced Energy Pinnacle, 10 kW - N° 1 DC-Pulsed: Advanced Energy Pinnacle Plus, 5kW - N° 1 Bipolar DC-Pulsed: Huttinger TruPlasma Bip. 4010, 10 kW - N° 2 MF: Huttinger TruPlasma MF 3010, 10 kW
➤ Sistema di controllo flussimetri gas reattivi:	- Plasma Emission Monitoring (Plasus) - Cathode Voltage
Processi di deposizione	
➤ Strati metallici	▶ DC sputtering
➤ Strati ceramici	▶ MF dual-mag reactive sputtering (oppure Bipolar DC-Pulsed dual-mag reactive sputtering)
➤ Strati CERMET	▶ DC/MF reactive co-sputtering (oppure DC/Bipolar DC-pulsed co-sputtering)

Come si intuisce da quanto accennato poco sopra, l'idea di massima per realizzare l'implementazione della tecnica IBAD sull'impianto dell'ENEA descritto consisteva, fondamentalmente, nell'installazione di una sorgente a fascio ionico e del relativo neutralizzatore in camera di processo in prossimità di una delle "stazioni di sputtering", sfruttando il fatto che delle 6 flange presenti nella sezione di deposizione della camera solo 5 erano già occupate da catodi per sputtering e, quindi, una sesta flangia risultava libera e disponibile. Tale flangia si trova sulla lastra quadrata che funge da portello centrale posteriore (dalla parte dove sono installati i sistemi di pompaggio) della camera di processo. Il disegno esecutivo di tale lastra è riportato in Figura 16.

L'installazione del sistema IBAD doveva rendere possibile la conduzione del processo di assistenza del fascio ionico sul substrato tubolare rotante, disposto orizzontalmente e con asse parallelo a quello delle flangia porta-elettrodo e traslante davanti a questa: da ciò deriva che si doveva montare la sorgente in corrispondenza del piano di mezzeria orizzontale della flangia.

In fase di selezione della sorgente, alcune delle specifiche tecniche fissate (dimensioni e peso) erano dovute proprio a vincoli geometrici e meccanici connessi all'idea di adoperare per l'installazione del nuovo componente la flangia in questione. Come chiarito nelle sezioni precedenti del presente paragrafo, la scelta di una sorgente di tipo "cannone ionico" e, in particolare, la geometria (ingombro) e le caratteristiche fisiche (peso) della sorgente IBAD selezionata (KRI EH200 con neutralizzatore HCES) erano compatibili con:

- le ridotte dimensioni della flangia che, ripetiamo, era stata progettata per il montaggio di catodi a geometria "standard" MRC/KDF e quindi aveva un'apertura di dimensioni intorno a 158 mm x 415 mm;
- le dimensioni indicative della zona utile di sputtering, approssimabili in 12 cm di larghezza per 70 mm di altezza (derivanti dalle dimensioni in larghezza dei target montati sui catodi di tipo standard magnetron con cui fabbrichiamo metalli e che vogliamo far lavorare assieme alla sorgente IBAD, dalle dimensioni

del substrato tubolare standard da 70 mm di diametro e dal fatto che la macchina opera “in scansione”);

- il peso massimo fissato per i materiali e componenti installabili sulla flangia.

Spendiamo qualche parola sull'ultimo punto per spiegare le valutazioni che ci hanno portato a stabilire un carico massimo complessivo di tutta sicurezza per il sistema “sorgente IBAD + meccanica di montaggio e movimentazione” intorno a 100 kg.

Il portello su cui si trova la flangia, che si pensava di sfruttare per l'installazione del sistema IBAD, è una lastra in AISI 304 opportunamente lavorata ed irrigidita mediante nervature saldate “lato aria”, di peso pari a circa 300 kg. Le verifiche strutturali condotte, in occasione della progettazione originaria dell'impianto di deposizione, per valutare la stabilità del telaio interno della camera di processo sotto i carichi statici (dovuti al peso delle lastre di chiusura e dei componenti su queste montate) e sotto gli elevati carichi dinamici (dovuti fondamentalmente alla messa in vuoto della macchina) consentivano di affermare che in corrispondenza dei montanti verticali della zona centrale del telaio (sui quali sono installate le cerniere delle lastre porta-catodo) si era in condizioni di ampia sicurezza per la presenza di nervature stabilizzatrici interne (avvitate al telaio) ed esterne (saldate al telaio) progettate ad hoc. Pertanto, dal punto di vista del carico dei portelli con nuovi materiali e/o componenti questo aspetto non risultava critico.

Nemmeno l'equilibrio dell'impianto si poteva considerare come aspetto limitante, in quanto i telai inferiori di supporto delle camere da vuoto assicuravano su un ampio sbilanciamento possibile sui 2 lati della macchina; d'altro canto l'asimmetria d'installazione del sistema di pompaggio della macchina, disposto come si vede confrontando le Figure 13 e 14, risultava possibile proprio in virtù dei margini piuttosto ampi che si avevano da questo punto di vista.

Il carico massimo installabile su ognuno dei 2 portelli deriva, invece, dalle forti sollecitazioni (in particolare di taglio) che si scaricano su alcuni elementi del sistema di cerniere che consente l'apertura e la chiusura della lastra/portello e che ne potrebbero compromettere la funzionalità e l'integrità. Da questo punto di vista, la progettazione esecutiva dell'impianto ed in particolare del sistema di cerniere, fu condotta con l'obiettivo di caricare, con un certo margine di sicurezza, su ognuno dei portelli i seguenti materiali e componenti:

- sulle 3 flange rettangolari: N° 3 catodi di tipo MRC/KDF e relativi target (ogni catodo pesa circa 80 lb, cioè circa 36 kg, peso che sommato al peso del target porta ad un peso complessivo di un catodo provvisto di target intorno a 40 kg);
- sulle 6 flange DN100 ISOF: N° 6 sistemi di pompaggio turbomolecolare (uno per flangia) ognuno costituito da una turbo da 300 l/s, da una valvola gate e da un eventuale raccordo fra flangia DN100 e gate; visto che per la stima dei pesi furono presi in considerazione una turbo Pfeiffer HiPace 300 flangiata DN100 ISOF (che pesa circa 7 kg), una valvola VAT HV Series 091 - PN 09140-PE44 (che pesa circa 8 kg) ed un raccordo di circa 3 kg, si arriva ad un peso per singolo sistema “turbo” di 18 kg circa.

Da quanto sopra, per ogni portello la progettazione originaria ha previsto di poter caricare in totale circa 230 kg. Sul portello su cui si voleva installare il sistema IBAD erano installati solo 2 catodi con i relativi target per un totale di 80 kg: rimaneva la possibilità di caricare altri 150 kg circa. Tuttavia, dal momento che si reputava importante conservare la possibilità d'installare almeno 2 gruppi turbo+gate+raccordo (per un peso, con riferimento ai materiali indicati, pari a circa 36 kg) e dal momento che era opportuno conservare un certo margine per le approssimazioni sui pesi indicati, in particolare qualora si volesse cambiare il modello di pompa e/o di valvola o adottare un raccordo diverso (per ingombro o forma) a quelli considerati per le valutazioni, è stato fissato un peso massimo per il sistema “sorgente IBAD + meccanica di montaggio e movimentazione” nell'ordine dei 100 kg.

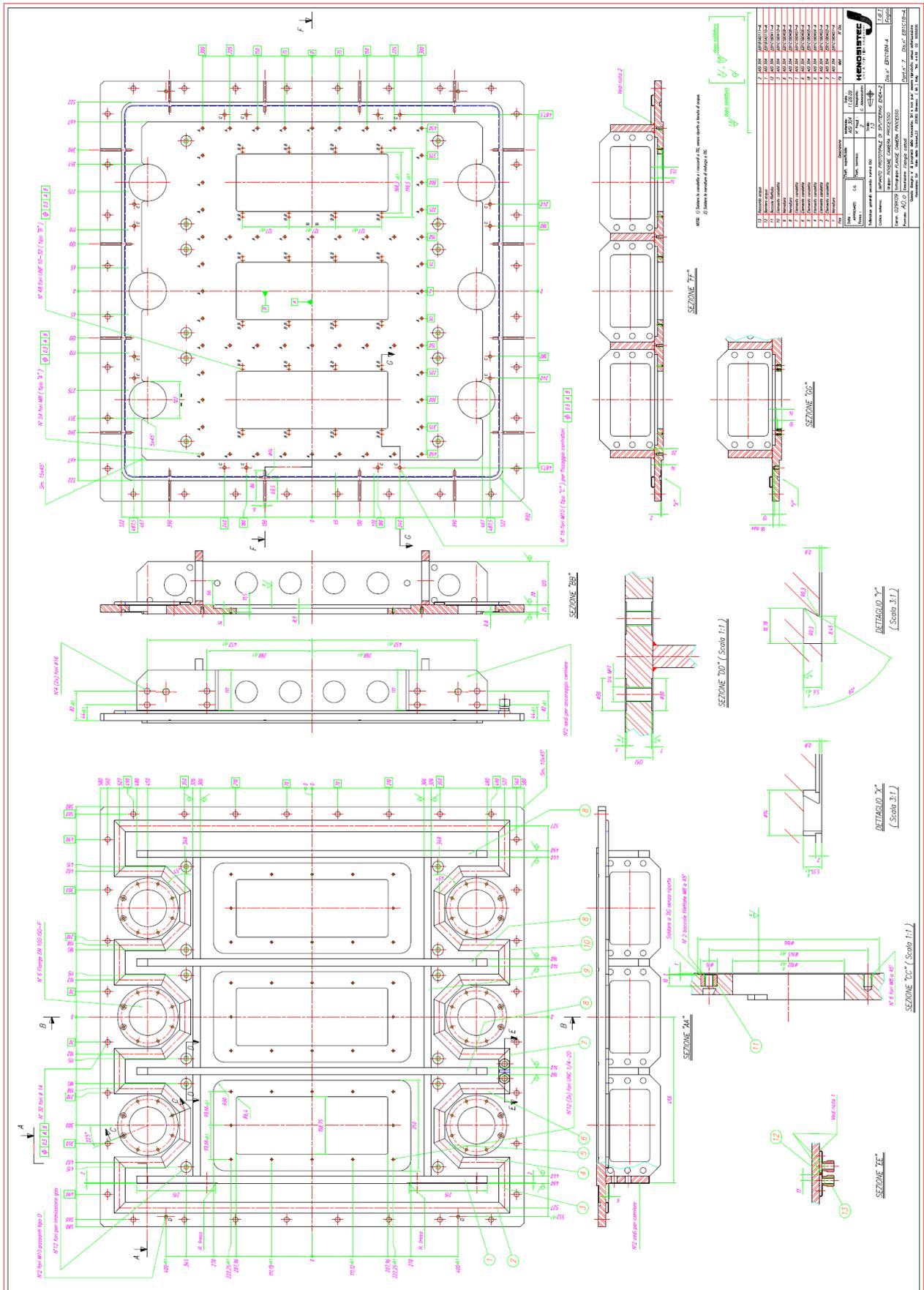


Figura 16. Lastra/portello della camera di processo con le 3 flange per catodi di tipo MRC/KDF

Come precedentemente accennato, lo studio di letteratura aveva fatto emergere che un efficace processo di assistenza con fascio ionico per il compattamento tramite IBAD dei materiali depositati per sputtering potrebbe comportare angoli d'inclinazione della sorgente e distanze sorgente/substrato diversi anche in dipendenza dello specifico materiale che si vuole fabbricare. In particolare, l'angolo d'incidenza del fascio ionico della sorgente, a meno di applicazioni particolari, dovrebbe essere compreso in un intervallo non superiore a 0-50 gradi e, più probabilmente, fra 0 e 30 gradi. Dal momento che l'impianto di sputtering ENEA è una macchina da ricerca molto versatile ed ampiamente riconfigurabile e vista la poca esperienza di sperimentazione della tecnica IBAD, è risultato ovvio l'obiettivo di realizzare un up-grade d'impianto che consentisse la più ampia variazione possibile della configurazione geometrica del sistema (anche superiore a quella consigliata dagli studi di letteratura condotti) in termini di distanza e posizione angolare del cannone ionico rispetto al substrato processato. In tale ottica è stato effettuato uno studio "geometrico" finalizzato a stabilire i margini che si avevano per il puntamento del fascio ionico, tenuti in debito conto i vincoli della macchina di deposizione e gli ingombri del sistema IBAD. In altre parole, si voleva valutare la massima escursione angolare e la possibilità di realizzare una corsa in avvicinamento/allontanamento del sistema IBAD da distanze piuttosto prossime al substrato a una situazione con sorgente lontana dal substrato.

Mediante software commerciale di progettazione 2D (AutoCAD), è stata disegnata una sezione della zona di deposizione della camera di processo con il substrato tubolare standard da 70 mm e la sorgente scelta KRI EH200/HCES per effettuare una valutazione preliminare di quanto sopra. Si sottolinea che come neutralizzatore fra i due candidati KRI ad essere scelti, il SHC1000 e il MHC1000, è stato preso in considerazione e disegnato inclinato a 45° rispetto alla sorgente (montaggio molto diffuso per neutralizzatori HCES) il secondo in quanto, avendo ingombro maggiore del primo, conduceva a valutazioni più conservative. Il sistema è stato disposto in varie posizioni in modo da verificare interferenze evidenti con parti dell'impianto e valutare i possibili margini.

I risultati dello studio sono riportati nelle Figure da 17 a 22. Si sottolinea in modo esplicito che le valutazioni da noi effettuate non hanno preso in considerazione la parte del cablaggio ed alimentazione gas del sistema KRI EH200+MHC1000 perché in tale fase delle attività non erano disponibili disegni costruttivi completi dei componenti e, pertanto, le indicazioni di seguito riportate avevano carattere solo preliminare. Alla fase di progettazione vera e propria della meccanica d'installazione e movimentazione della sorgente (vedere paragrafo 2.2) venivano rinviate valutazioni più precise.

Ad ogni modo si è arrivati alle seguenti conclusioni che illustreremo con il supporto dei disegni riportati, nei quali è stato ipotizzato un plasma (in giallo) del catodo per sputtering affiancato alla sorgente IBAD di divergenza nulla (dritto per dritto di fronte al target), che è una schematizzazione ma non ha reale riscontro nelle sorgenti per sputtering nonostante queste siano generalmente definite come "direzionali", e un fascio ionico di apertura pari a 90° (ovvero divergenza di 45°), come ci risulta essere quello del cannone KRI EH200. Ovviamente il fascio ionico avrà un proprio profilo di emissione in funzione dell'angolo (massimo ortogonalmente alla bocca del cannone).

Si sottolinea che il range di distanze sorgente/substrato considerato era compreso fra 90 mm e 250 mm che, dalle informazioni fornite dal produttore della sorgente, era ampiamente idoneo per il cannone ionico EH200; peraltro i 90 mm erano derivanti anche dalla scelta di continuare ad adoperare in sicurezza lo shutter mobile già presente sull'impianto predisposto a protezione della "posizione di deposizione" su cui si è stabilito di installare la sorgente.

- La Figura 17 rappresenta la situazione relativa al sistema KRI EH/HCES posto ad una distanza di 250 mm dal substrato ed asse del cannone ortogonale al substrato (tilt = 0°). La configurazione in questione non presenta particolari problemi e il cannone può essere disposto, in linea di principio, in asse con l'asse della flangia su cui si vuole effettuare l'installazione.
- In Figura 18 il sistema IBAD è posizionato sempre a 250 mm dal substrato e tiltato di 45°. Dal punto di vista della possibilità che la parte più energetica del fascio ionico (quella centrale) colpisca almeno in parte il substrato, come si vede dal disegno, risulta indispensabile che la sorgente sia spostata quanto più a sinistra possibile e quindi dotata, oltre che della corsa avanti/dietro e del movimento di tilt, anche della possibilità di essere movimentata lateralmente.

- La Figura 19 dimostra che, di fatto, la configurazione distanza pari a 250 mm con tilt = 60° (che comunque necessita del movimento laterale) non dovrebbe avere interesse processistico in quanto il fascio intercetta quasi esclusivamente l'hardware dell'impianto.
- La Figura 20 è relativa alla minima distanza (90 mm) e tilt della sorgente nullo: il sistema è praticamente in camera di deposizione e gli ingombri sembrerebbero al limite della realizzabilità di questa configurazione che, peraltro, necessita della possibilità di disassare il cannone dalla flangia (movimento laterale).
- In Figura 21 si vede come è possibile posizionare, sembrerebbe senza particolari problemi, il sistema KRI EH/HCES ad una distanza di 90 mm con asse del cannone ionico inclinato di 45°.
- La Figura 22 è particolarmente interessante: da questa si capisce che la realizzazione di una configurazione prossima a quella "confocale" della sorgente IBAD con quella di sputtering sembrerebbe possibile geometricamente per una distanza cannone/substrato pari a 90 mm e con un tilt "estremo" prossimo a 60°. Una prima valutazione "meccanica" ci ha spinto a valutare questa configurazione piuttosto difficile da realizzare se da abbinare anche alle altre descritte; dal punto di vista processistico, angoli d'inclinazione della sorgente rispetto al substrato così grandi potrebbero comportare scarsa efficacia del fascio nella modificazione dei materiali sputterati per gli eccessivi rimbalzi di particelle. Ad ogni modo avere la possibilità di testare una configurazione prossima a questa potrebbe risultare importante.

Da quanto detto risultava evidente che la situazione descritta restituiva valori massimi, in particolare per l'escursione angolare del sistema IBAD, su cui ragionare in fase di progettazione. Si prevedeva che, in fase di progettazione, si sarebbero definite soluzioni costruttive idonee per angoli minori a causa degli ingombri non considerati relativi al cannone+neutralizzatore (dovuti, come detto, all'adduzione gas e ai cavi di alimentazione e controllo) ed agli ingombri della stessa meccanica d'installazione e movimentazione del sistema.

Detto ciò, rimaneva il fatto che la possibilità di movimentare il sistema IBAD era fondamentale per l'attività di sviluppo e messa a punto dei materiali d'interesse, dei processi e relative tecniche di fabbricazione di tipo "magnetron sputtering assisted deposition"; pertanto è stato stabilito che la progettazione (paragrafo 2.2), tenuti in debito conto i vincoli geometrici e meccanici dell'impianto, avrebbe avuto come obiettivo principale, per quanto concerne la meccanica di movimentazione, la massima escursione angolare ed in avvicinamento/allontanamento della sorgente e del neutralizzatore rispetto al substrato tubolare processato. Nella fattispecie, per la progettazione della meccanica d'installazione e movimentazione della sorgente ionica scelta (KRI EH200 + HCES) è stata fissata come "target minimo da realizzare" un'escursione angolare da ortogonale a 45° rispetto al substrato ed una distanza della "bocca" del cannone ionico rispetto ad un tubo-substrato di 70 mm di diametro compresa fra 90 e 250 mm.

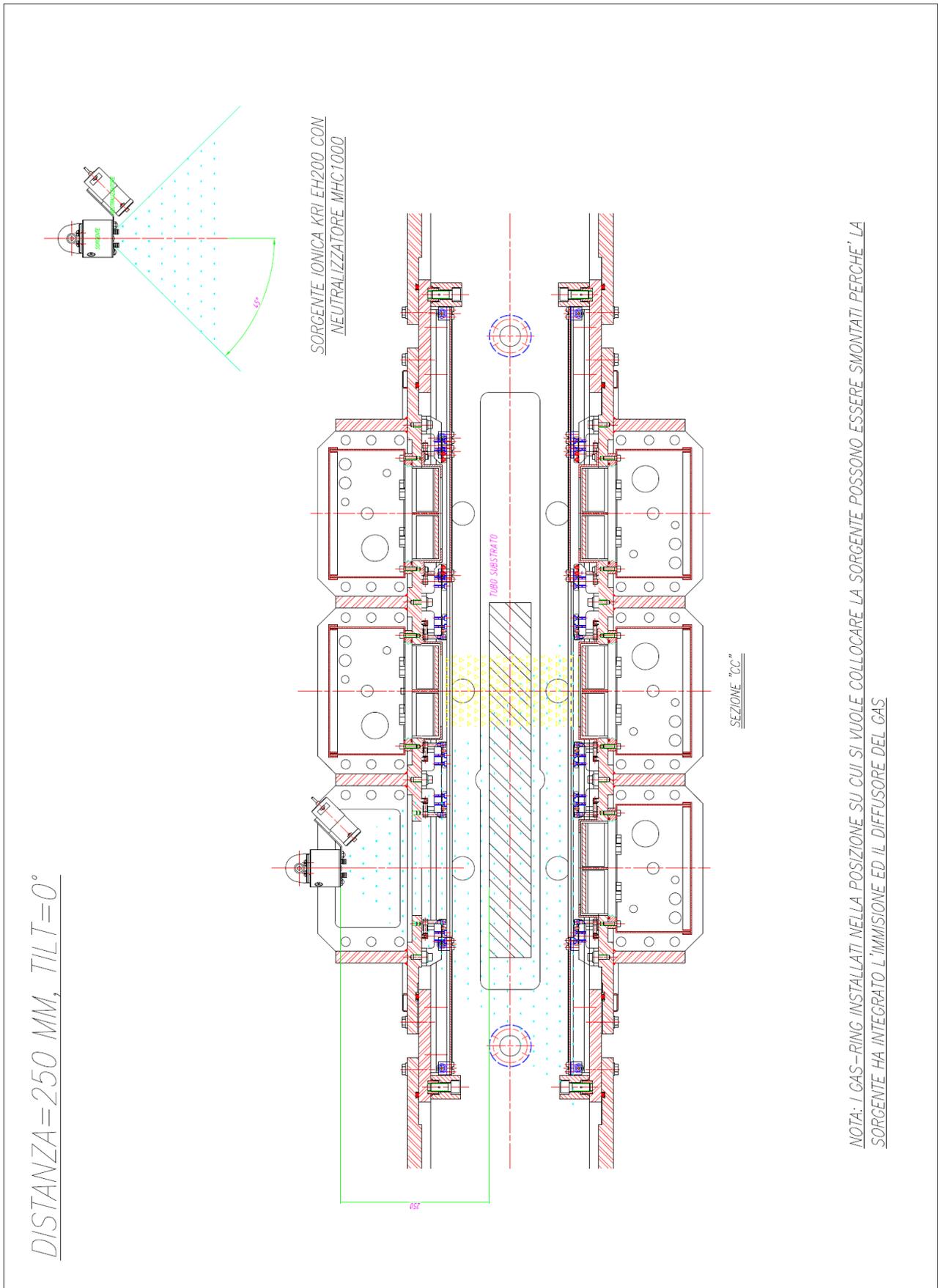


Figura 17. Studio vincoli geometrici per installazione KRI EH200/HCES: distanza = 250 mm, tilt = 0°

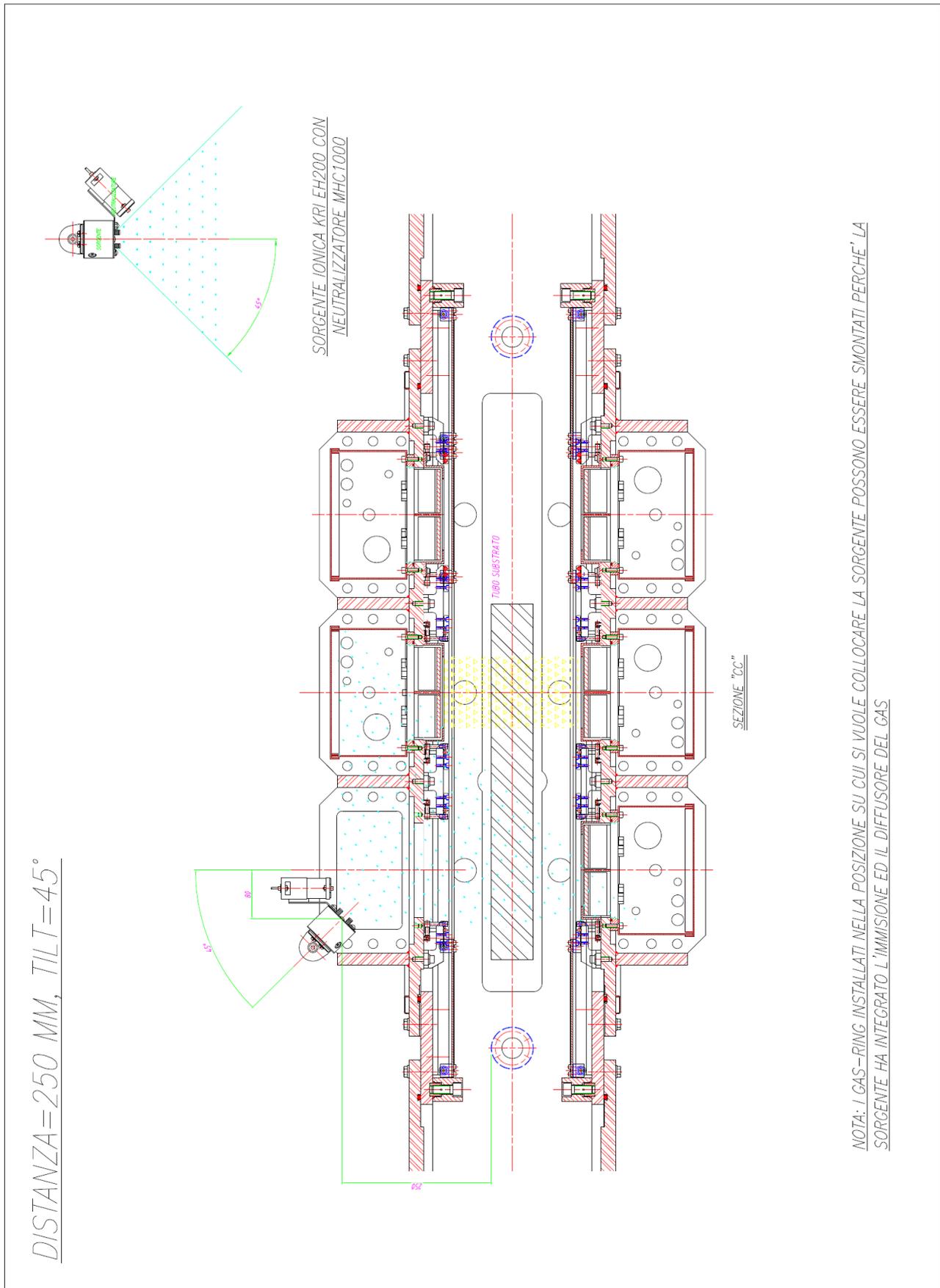


Figura 18. Studio vincoli geometrici per installazione KRI EH200/HCES: distanza = 250 mm, tilt = 45°

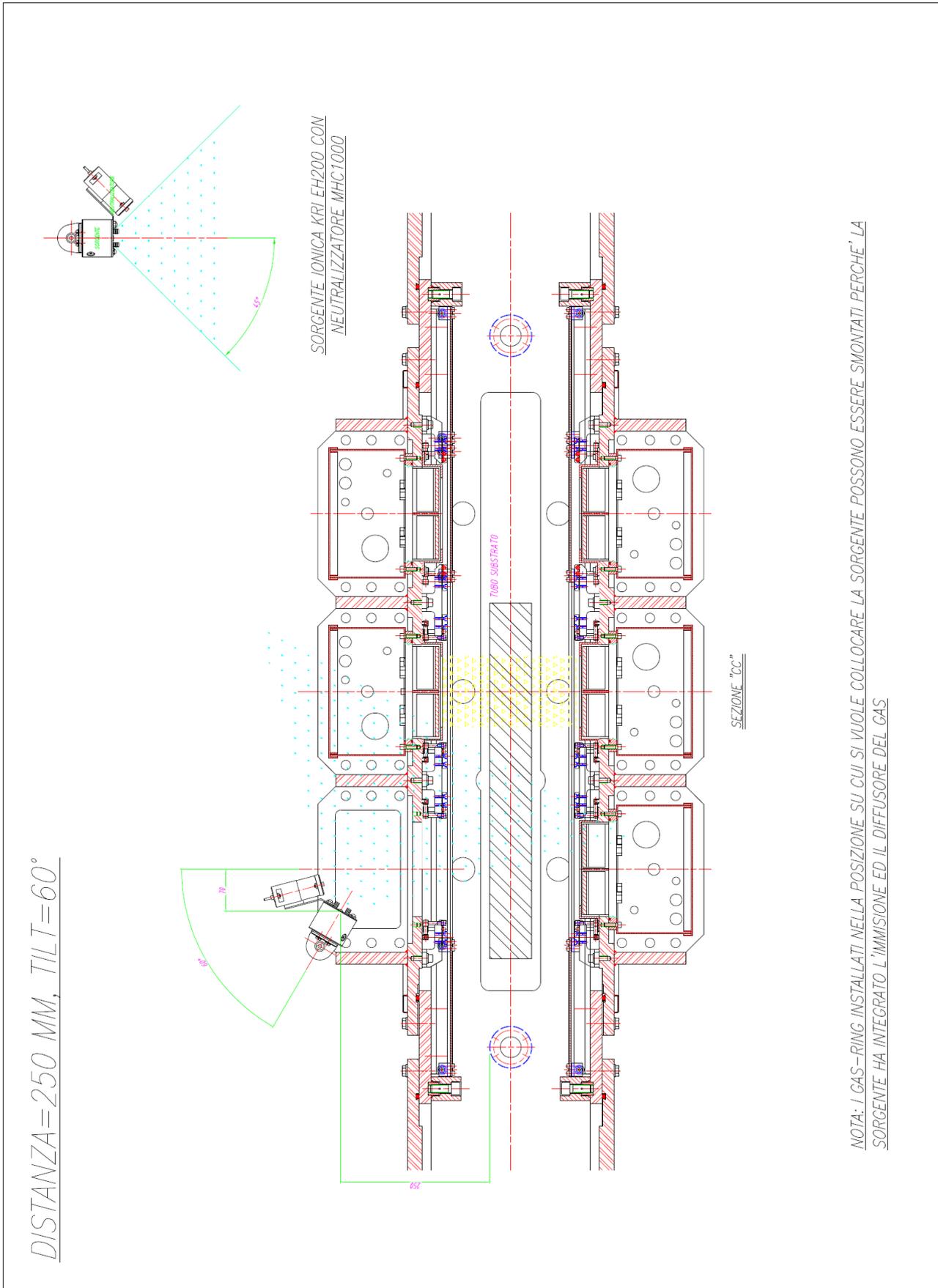


Figura 19. Studio vincoli geometrici per installazione KRI EH200/HCES: distanza = 250 mm, tilt = 60°

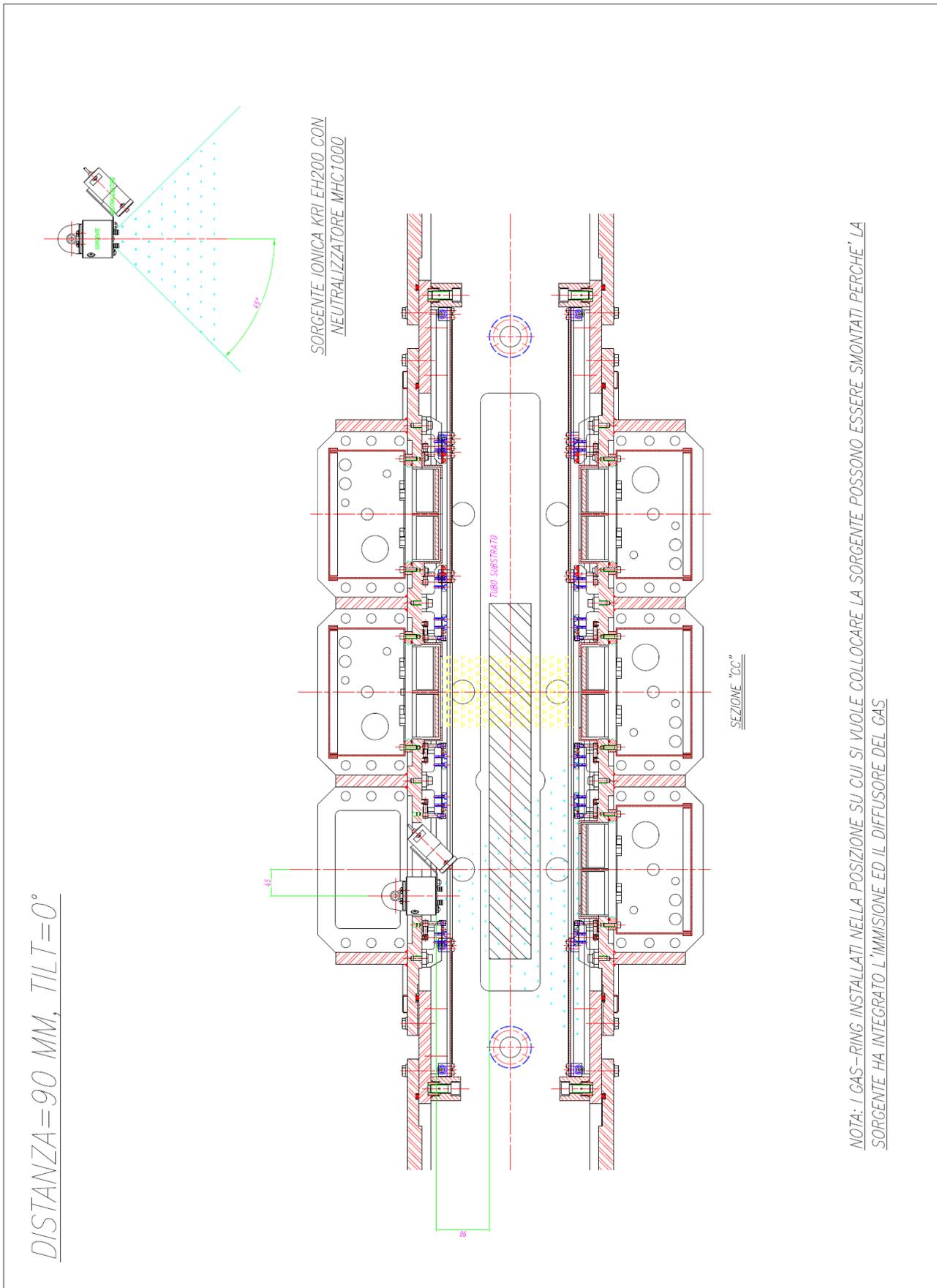


Figura 20. Studio vincoli geometrici per installazione KRI EH200/HCES: distanza = 90 mm, tilt = 0°

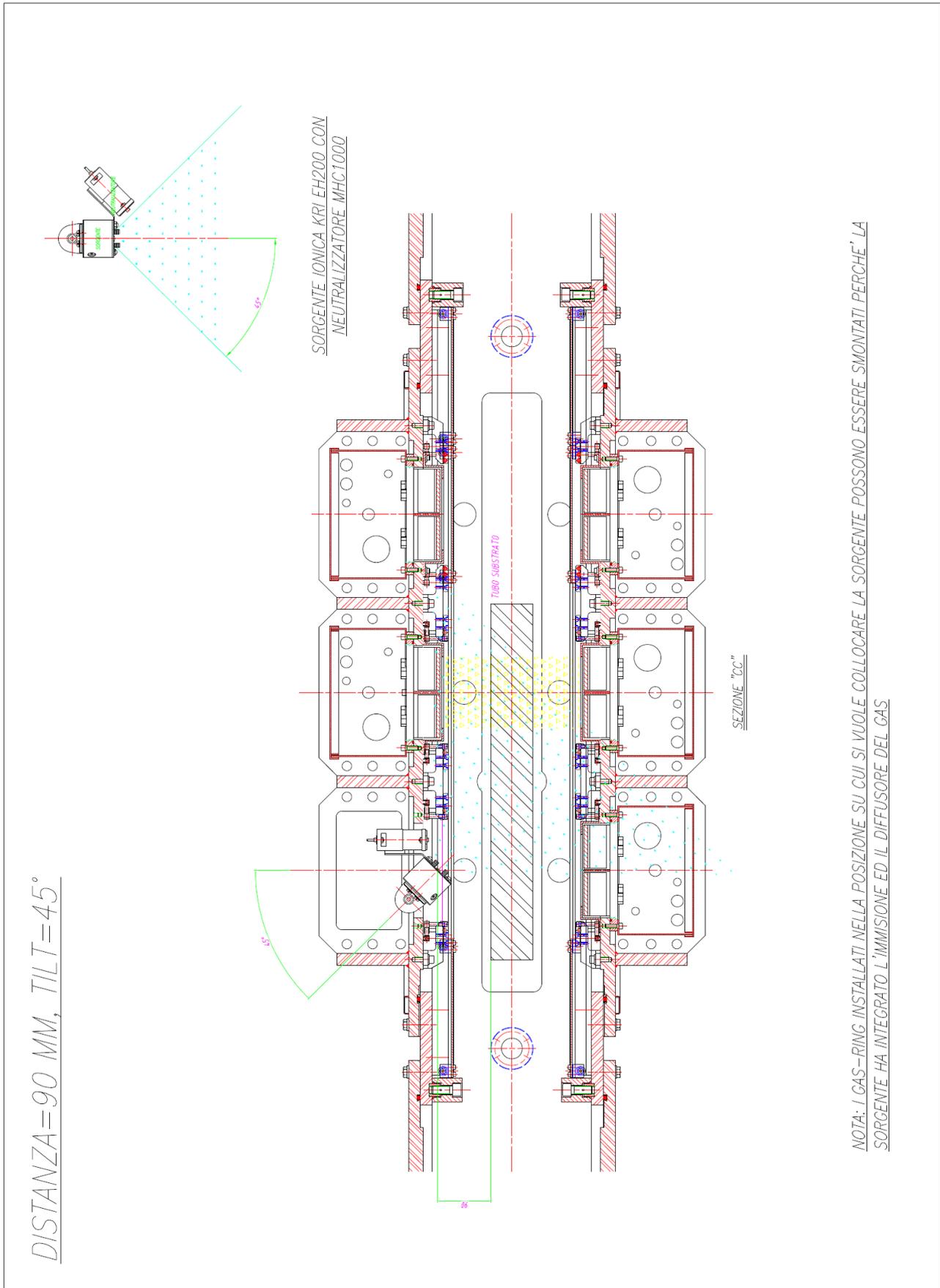


Figura 21. Studio vincoli geometrici per installazione KRI EH200/HCES: distanza = 90 mm, tilt = 45°

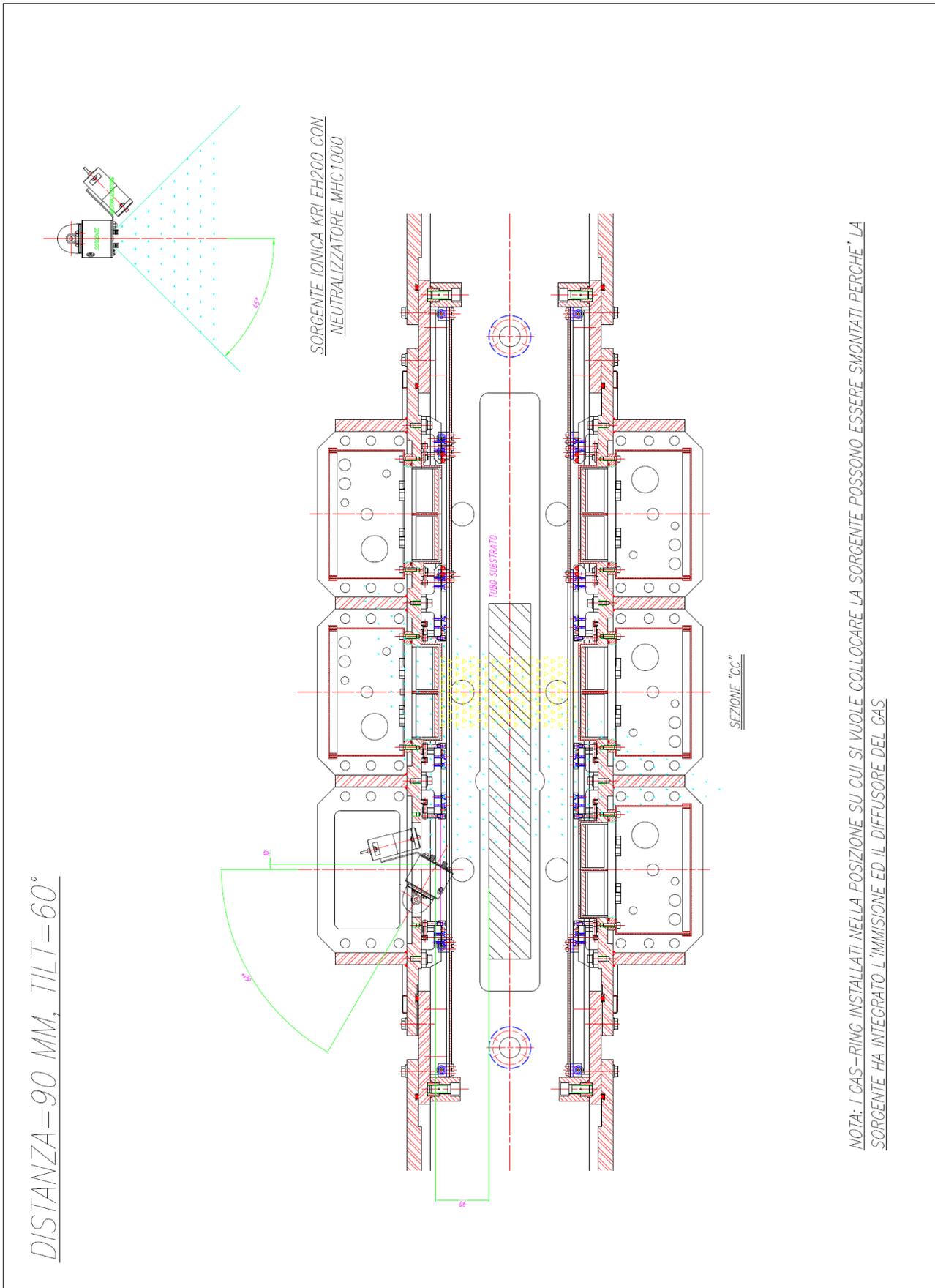


Figura 22. Studio vincoli geometrici per installazione KRI EH200/HCES: distanza = 90 mm, tilt = 60°

Dal punto di vista in esame si chiarisce in modo esplicito che l'interflangia e la meccanica di movimentazione del sistema IBAD dovevano essere concepiti, progettati e realizzati, oltre che con lo scopo di garantire la massima flessibilità di configurazione geometrica del sistema, anche in funzione di una movimentazione agevole della sorgente ed in modo da minimizzare l'intercettamento del fascio ionico da parte della flangia o di altra meccanica dell'impianto. Come è evidente dallo studio "geometrico" riportato nelle figure precedenti, per minimizzare l'intercettamento del fascio (il fascio del cannone KRI EH200 risulta abbastanza defocalizzato) risultava indispensabile la possibilità di una movimentazione laterale del sistema. In via preliminare sono state individuate 3 possibili soluzioni concettuali per la meccanica di movimentazione del sistema IBAD. Le elenchiamo di seguito, sottolineandone vantaggi e limiti:

1. Utilizzo di un soffiutto lamellare COMVAT (eventualmente progettato e costruito ad hoc), abbinato a guide esterne alla macchina, per la realizzazione di una movimentazione del sistema IBAD completamente "lato atmosfera" e, dunque, a camera in vuoto. Il vantaggio è che il sistema si presentava ergonomico per l'utilizzatore che non aveva la necessità di mettere in aria l'impianto per movimentare il cannone. Il limite maggiore era l'elevatissimo costo dei soffiutti lamellari, nella fattispecie se custom. Le incognite da vagliare in fase di progettazione erano individuate nella disponibilità, o possibilità di realizzare un soffiutto idoneo per le ampie movimentazioni richieste: si tenga conto che adoperare un soffiutto fuori dai range delle combinazioni di "axial stroke", "lateral stroke" ed "angular stroke" di progetto del soffiutto compromette la tenuta da vuoto del costoso componente anche dopo pochi cicli (un soffiutto usato in specifica è garantito, invece, anche per centinaia di migliaia di cicli); inoltre da una prima sommaria analisi, una combinazione "minima distanza cannone/substrato" + "massimo angolo d'inclinazione", risultava difficilmente realizzabile. Ad ogni modo si vuole sottolineare che, dal momento che le regolazioni del puntamento della sorgente sono operazioni da condurre sporadicamente una valutazione preliminare conduceva a considerare gli svantaggi legati ad una minore affidabilità, maggior costo ed, eventualmente, limiti nei movimenti possibili, non controbilanciati dalla maggiore ergonomia.
2. Un sistema tipo quello rappresentato in Figura 23, già adoperato su altre macchine di deposizione per movimentare un cannone KRI EH200 con neutralizzatore "standard" a filo. Il sistema in questione è costituito da colonnine di varia lunghezza per realizzare l'avvicinamento e allontanamento della sorgente dal substrato e da una piastra forata provvista di vite di fissaggio che consente la rotazione della sorgente ad angoli variabili in modo discreto. Il vantaggio è che il sistema si presentava semplice ed economico; gli svantaggi ravvisati erano legati al fatto che così come proposto non consentiva la movimentazione laterale della sorgente (che, come detto, per noi è importante) e che tutte le movimentazioni erano da eseguirsi "lato vuoto" (cioè con la camera in aria).
3. Una terza soluzione individuata era quella di predisporre un sistema, dal lato in vuoto dell'interflangia d'installazione del cannone, costituito da una guida lineare per la corsa laterale e una piastra forata analoga a quella di Figura 23 per la rotazione della sorgente IBAD; un attuatore lineare, con un passante da vuoto, da movimentare lato aria, poteva essere adoperato per variare la distanza sorgente/substrato. Un sistema del tipo prefigurato con la guida e la piastra forata solidali all'attuatore, sembrava consentire almeno uno dei tre movimenti con la camera in vuoto (avvicinamento/allontanamento della sorgente dal substrato) e gli altri due (movimento laterale ed angolare) con camera in aria. Tale terza soluzione si presentava come un buon compromesso costi/benefici.

Fatto salvo le valutazioni di massima cui sopra, la progettazione preliminare dell'interflangia d'installazione e della meccanica di movimentazione del sistema IBAD, prendendo spunto dalle tre idee di riportate, ne avrebbe dovuto valutare la fattibilità tecnica ed economica, l'ergonomia in esercizio ed in fase di manutenzione del sistema e, non ultima, l'affidabilità nel tempo dal punto di vista della tenuta del vuoto della camera di processo dell'impianto (che doveva essere non peggiorativa rispetto a quella ad "up-grade IBAD" non implementato) con lo scopo di scegliere la soluzione più adeguata o individuarne altre possibili e maggiormente vantaggiose.

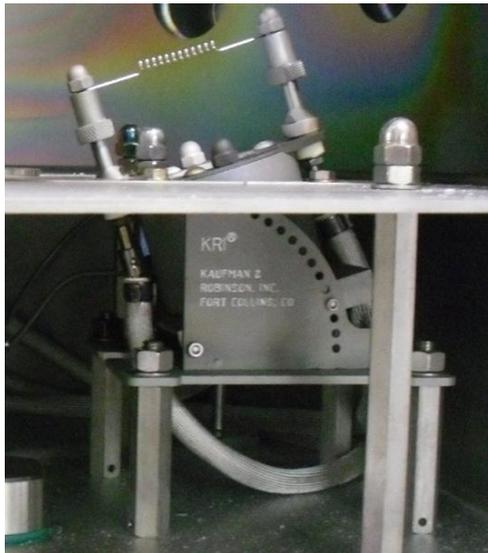


Figura 23. Una delle possibili soluzioni per la movimentazione della sorgente KRI EH200, in fotografia con il neutralizzatore “standard” a filamento

Si chiude la presente sezione con l’elenco di massima dei componenti e materiali individuati come necessari per l’implementazione della tecnica IBAD sull’impianto di sputtering dell’ENEA.

Componenti standard:

- Sorgente ionica, neutralizzatore, relativi alimentatori ed elettronica di controllo - Componenti “Kaufman & Robinson, Inc.”:
 - 1a) Sorgente ionica Kaufman&Robinson modello EH200/HCES; trattasi della sorgente ionica ad effetto Hall con magneti permanenti, “gridless” e con possibilità di operare sia con neutralizzatore standard a filamento (fornito a corredo della sorgente ma che noi non utilizzeremo) che con neutralizzatore HCES (che è il neutralizzatore che sarà da noi adoperato, per i motivi chiariti nella sezione “Specifiche tecniche della sorgente IBAD” del presente paragrafo).
 - 1b) Alimentatore ed elettronica di controllo della sorgente indicata in “1a”).
 - 2a) Neutralizzatore opzionale del tipo “hollow cathode electron source” per sorgente ionica Kaufman&Robinson modello EH200/HCES. Nella gamma di prodotti della KRI compatibili con la sorgente scelta, abbiamo individuati come idonei le versioni dei neutralizzatori a più bassa corrente, vale a dire la SHC1000 e la MHC1000. Lo studio preliminare sugli ingombri e sui vincoli geometrici, come detto, è stato condotto prendendo in considerazione l’MHC1000 (montato a 45° rispetto al cannone ionico EH200) che, avendo dimensioni leggermente maggiori dell’SHC1000, ci consentiva valutazioni maggiormente cautelative. Per la scelta definitiva del neutralizzatore, è stato previsto di richiedere il parere tecnico della Kaufman&Robinson.
 - 2b) Alimentatore ed elettronica di controllo del neutralizzatore indicato in “2a”).
- Misuratori vuoto di processo, flussimetri e valvole:
 - 3a) N° 1 misuratore Baratron MKS per la misura della pressione in camera di processo. Si reputa opportuna l’installazione di un ulteriore baratron di processo in camera di deposizione, oltre quello già presente (adoperato come baratron di controllo della parzializzazione delle gate delle pompe d’alto vuoto in fase di deposizione), per monitorare le eventuali disuniformità di pressione in camera dovute alla configurazione di pompaggio sbilanciata dell’impianto (pompe turbo e criogenica installate sulla lastra posteriore sinistra

della camera di processo) ed al pendolamento del sistema carrello + pallet davanti alle sorgenti di sputtering ed IBAD. A tal proposito si tenga presente che la pressione, per i motivi che dovrebbero essere ormai chiari, è un parametro fondamentale in processi di magnetron sputtering assistiti da fascio ionico da cui la necessità di un ulteriore baratron, disposto simmetricamente al primo rispetto alla mezzeria della camera.

3b) Valvola ad angolo per l'isolamento del misuratore di pressione (tipo VAT serie 25 DN 16 KF mod. 26424-KA41).

4a) N° 1 Mass Flow Controller MKS per il controllo del flusso di gas da immettere nella sorgente ionica KRI EH200.

4b) Valvola intercettazione gas Nordival/Nupro SS-4BK-1C.

5a) N° 1 Mass flow Controller MKS per immissione gas nel neutralizzatore hollow cathode SHC1000 ovvero MHC1000.

5b) Valvola intercettazione gas Nordival/Nupro SS-4BK-1C.

Per quanto attiene i componenti 4a) e 5a), si prevedeva di definire la loro "taglia" (cioè flusso massimo in sccm) una volta visionati i manuali dell'hardware KRI e su indicazione della KRI stessa.

Componenti derivanti da lavorazioni meccaniche speciali:

6) Interflangia per l'installazione della sorgente KRI EH200 e del neutralizzatore HCES sulla flangia libera dell'impianto e meccanica per la movimentazione manuale della sorgente (variazione dell'angolo della sorgente, della distanza sorgente/substrato e spostamento laterale del sistema IBAD), realizzati con lavorazioni da vuoto condotte a regola d'arte.

Ovviamente risultavano necessari per realizzare l'integrazione elettrica e meccanica dei componenti e strumentazioni sopra indicati sull'impianto di sputtering dell'ENEA tutta una serie di schede elettriche ed elettroniche per i quadri elettrici e il PLC SIEMENS dell'impianto, cavi, connettori, moduli di controllo e materiale di consumo vario quali tubazioni gas e raccordi, tubazioni acqua etc.

2.2 *Acquisizione, installazione e messa a punto della tecnica IBAD*

Per l'espletamento delle pianificate attività di acquisizione, installazione e messa a punto della tecnica IBAD sull'impianto di sputtering prototipale multi-catodo dell'ENEA è stato attivato apposito Contratto di Appalto tra l'ENEA e la società KENOSISTEC Srl (che aveva, in precedenza, curato la progettazione esecutiva su progetto preliminare dell'ENEA, la realizzazione e l'installazione presso il C.R. ENEA di Portici dell'impianto di deposizione in questione). Il Contratto inerente l'"up-grade IBAD" aveva per oggetto la *"Progettazione delle modifiche, fornitura ed installazione dei materiali e componenti per rendere idoneo un impianto prototipale di sputtering, presente presso il C.R. ENEA di Portici (NA), per processi di deposizione di tipo IBAD (Ion Beam Assisted Deposition)"*.

Nel periodo di riferimento, il personale di ricerca ENEA (coadiuvato dal personale dell'Amministrazione del C.R. Portici) ha, in una prima fase, curato la stesura della documentazione tecnica ed amministrativa necessaria all'attivazione del Contratto; quindi, nella fase operativa del Contratto, i ricercatori ENEA hanno espletato l'attività di controllo tecnico-amministrativo dell'Appalto e di continuo supporto tecnico-scientifico alle attività svolte dalla ditta KENOSISTEC dando parere vincolante sulle scelte tecniche, anche di dettaglio, che venivano prese nel corso dell'intervento.

Visto che i tempi di approvvigionamento dei componenti IBAD della ditta Kaufman&Robinson Inc. potevano essere piuttosto lunghi e costituire il collo di bottiglia per il regolare espletamento delle attività, è stato chiesto da subito parere alla KRI sul neutralizzatore Hollow Cathode che era preferibile abbinare alla sorgente KRI modello EH200/HCES scelta dall'ENEA. Fra quelli compatibili con il cannone ionico EH200, ricordiamo che erano stati preselezionati dall'ENEA i due a più bassa corrente, vale a dire i modelli SHC1000 ed MHC1000, come idonei all'applicazione; fra i due la Kaufman ha consigliato il secondo, cioè l'MHC1000, che a fronte di un ingombro leggermente superiore aveva la possibilità di operare a correnti maggiori del primo e la cosa era ritenuta preferibile per una maggiore flessibilità operativa in particolari condizioni di processo. Inoltre il montaggio suggerito era con angolazione del neutralizzatore a 45° rispetto alla sorgente. Per inciso lo studio preliminare sugli ingombri, come impostato dall'ENEA (e di cui si è dato conto nel paragrafo precedente), risultava particolarmente utile come punto di partenza per la progettazione meccanica dal momento che veniva ipotizzato l'utilizzo di un hardware IBAD costituito proprio dal sistema KRI EH200+MHC1000 con neutralizzatore disposto a 45° rispetto al cannone ionico.

Sempre dal punto di vista del materiale da acquisire, la ditta appaltatrice proponeva all'ENEA una lista completa dei materiali e componenti. La distinta base, riportata di seguito in Tabella 7, veniva approvata dall'ENEA.

Come previsto dai documenti contrattuali, l'intervento realizzato con l'Appalto ha previsto una fase di studio preliminare in cui sono state sviluppate le idee di massima dell'ENEA (riportate nel paragrafo 2.1) per realizzare l'up-grade d'impianto ad "architettura IBAD".

E' stata individuata la configurazione processistica più idonea degli elettrodi (catodi magnetron, sorgente ionica con il neutralizzatore) e dei device ad essi asserviti (principalmente generatori, flussimetri e valvole per immissione gas) in camera di processo; nella fattispecie è stata stabilita la posizione degli elettrodi in questione sulle 6 flange presenti, 3 per ognuno dei 2 portelli di chiusura zona centrale di deposizione della camera di processo, con l'obiettivo di realizzare un efficace e corretto processo di assistenza del fascio ionico al processo di magnetron sputtering. Il catodo standard magnetron alimentato dal generatore DC impulsivo Advanced Energy Pinnacle Plus da 5 KW (già presenti sull'impianto) con installato il target del metallo che si voleva compattare doveva essere spostato ed affiancato al sistema "cannone ionico + neutralizzatore" (di nuova fornitura) per evitare seri problemi d'inquinamento e di affidabilità ed integrità dei componenti in fase di "fabbricazione materiali". Infatti nella configurazione originaria della macchina, il magnetron in questione era montato sul portello della sezione di deposizione della camera di processo opposto al portello sul quale era presente la flangia libera e disponibile che si voleva adoperare per installare la sorgente ionica: qualora la sorgente di sputtering e quella IBAD fossero stati lasciati uno di fronte all'altro, in fase di processo (e quindi a shutter aperti) il magnetron avrebbe depositato sulla

sorgente ionica mentre il fascio ionico della sorgente avrebbe interessato il target installato sul magnetron alterandone il materiale. Connesso allo spostamento del catodo standard "mag" in questione, era quello del catodo dual magnetron che si trovava in origine sulla flangia affiancata a quella libera e che doveva essere, quindi, spostato nella posizione occupata dal catodo standard.

In Figura 24 è riportato lo schema funzionale relativo al nuovo layout processistico stabilito per l'impianto di sputtering; da questo schema è stato estratto lo schema dei gas di processo (Figura 25): i due schemi risultavano importanti perché in base a questi doveva essere realizzata la configurazione stabilita che comportava, fra l'altro, la modifica delle linee gas della parte "sputtering" e lo spostamento delle alimentazioni dei catodi oltre che l'implementazione dei nuovi materiali e componenti strettamente connessi all'installazione del sistema KRI EH200/MHC1000.

Tabella 7. Distinta base fornita da KENOSISTEC Srl ed approvata da ENEA nell'ambito del Contratto per l'implementazione della tecnica IBAD sull'impianto di sputtering

KENOSISTEC S.r.l.		ELENCO COMPONENTI			059K13 Upgrade Camione Ionico							
		KS 500 CONF OCAL										
SF FUNZIONALE DI RIFERIMENTO	Dispositivo	Progressivo	Codice KENOSISTEC	Descrizione Funzione	Q _u	Flangia	Note	Descrizione Componente	MODELLO	Fornitore	Codice Fornitore	
GAS DI PROCESSO	IMFC	1	7000237	Fluissmetro 50 SCCM	1	1/4 SW		FLUSSIMETRO 0.50 SCCM INZ	1179B01361CS14V	MIS INSTRUMENTS DEUTSCHLAND GMBH	1179B01361CS14V	
	IMFC	2	7000237	Fluissmetro 50 SCCM	1	1/4 SW		FLUSSIMETRO 0.50 SCCM INZ	1179B01361CS14V	MIS INSTRUMENTS DEUTSCHLAND GMBH	1179B01361CS14V	
	VGAS	1	5040049	Valvola inibizione gas	1	1/4 SW	NORM. CHLUSA, FEMMINA	VALVOLA B BELLOW	SS-4BF-1C	NORDVAL	SS-4BF-1C	
	VGAS	2	5040049	Valvola inibizione gas	1	1/4 SW	NORM. CHLUSA, FEMMINA	VALVOLA B BELLOW	SS-4BF-1C	NORDVAL	SS-4BF-1C	
VUOTO	SFCA	1	7000211	BARATRON	1	D.N.16 KF		BARATRON 0.1 mbar	627D-1MD-D4B	MIS INSTRUMENTS DEUTSCHLAND GMBH	627D-1MD-D4B	
	VBAR	1	7010014	Valvola Protezione Baratron	1	D.N.16 KF		Valvola ad angolo UHV in alluminio con finecorsa	29424-1A21	VAT	29424-1A21	
ELECTRIC				EH 200 ION SOURCE	1				EH 200F	Garnetti	EH 200F	
				Feedthrough	2					Garnetti		
			1	8000131	Discharge Controller DC3005	1				6HF2006A	Garnetti	6HF2006A
					Filament cathode controller FC1206	1					Garnetti	
					In-vacuum cables	2					Garnetti	
				8000132	HOLLOW CATHODE ELECTRON SOURCE	1				MHC 1000	Garnetti	MHC 1000
COMPRESSED AIR			7070070	UNITA ANALOGICA SM 351	1				6ES7351-7KF02-0AB0	Siemens	6ES7351-7KF02-0AB0	
			7070071	CONNETTORE FRONTALE 20 POLI	3				6ES7382-1A00-0AA0	Siemens	6ES7382-1A00-0AA0	
		1..3		Valvola 5/2 monostabile	3				6ES7382-1A00-0AA0	Siemens	6ES7382-1A00-0AA0	
				completori	3			CONN. 15X15 INT.8.V08.24 AC DC	A019-C-1-V0-R24	APE	A019-C-1-V0-R24	
				alppo	3			RACLIST. 60MM TO FIL.MASC. 0.M6.F1	K02105-01AS	APE	K02105-01AS	

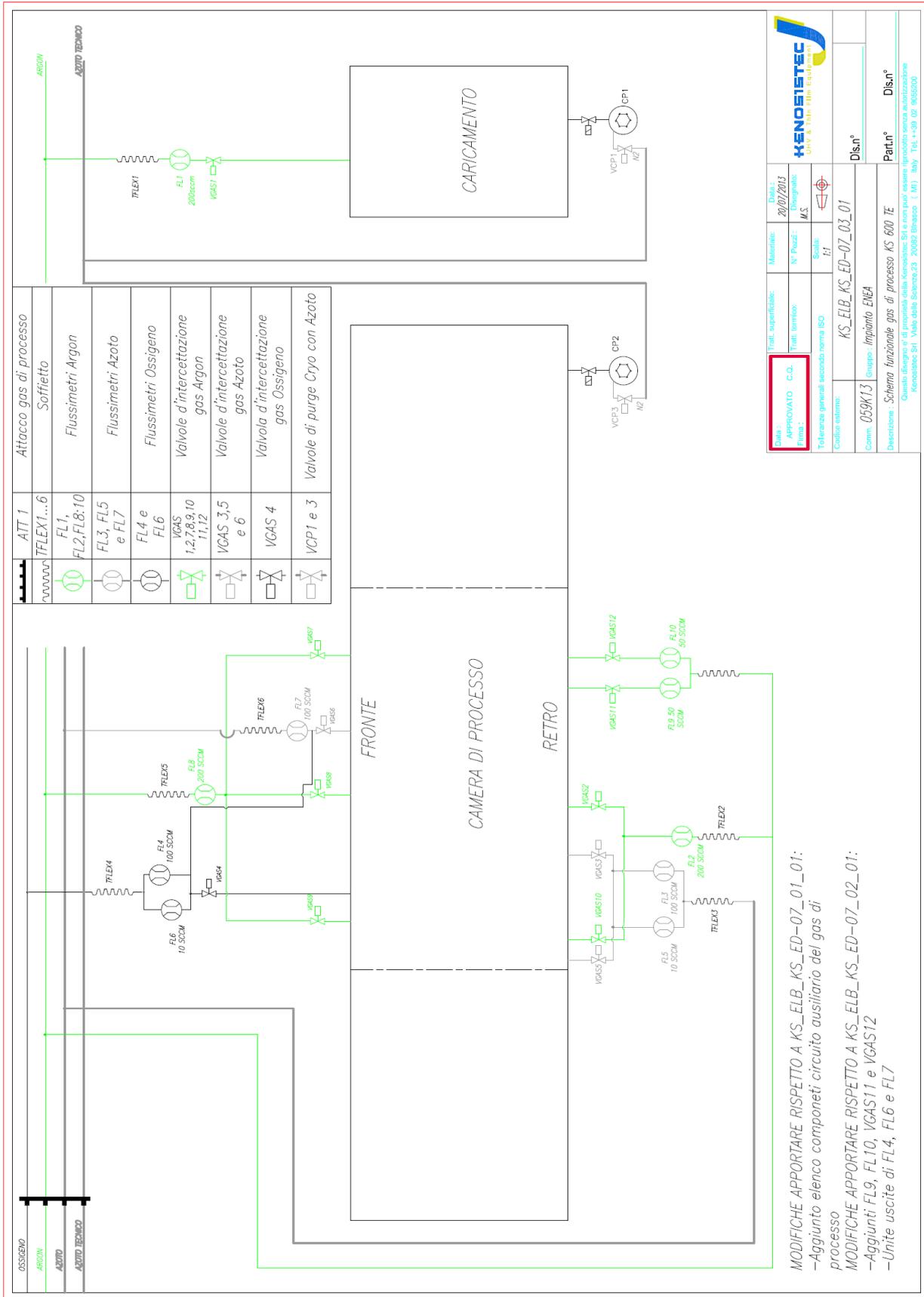


Figura 25. Schema gas di processo dell'impianto di sputtering ENEA con implementazione IBA

I progettisti della ditta KENOSISTEC, sulla base delle idee e delle valutazioni dei ricercatori ENEA, hanno realizzato la progettazione meccanica di un'interflangia per l'installazione della sorgente Kauffmann&Robinson EH200 e del neutralizzatore MHC1000 e di una meccanica di movimentazione di questi componenti che, tenuti in conto gli stringenti vincoli geometrici e meccanici dell'impianto (che erano stati messi in evidenza dallo studio preliminare effettuato dagli ingegneri dell'ENEA), fosse in grado di garantire la massima escursione angolare e la prestabilita corsa in avvicinamento/allontanamento della sorgente e del neutralizzatore rispetto al substrato processato. L'escursione angolare che si è riusciti a realizzare è variabile da ortogonale a 45° rispetto al substrato, mentre la distanza del cannone ionico rispetto ad un tubo-substrato di 70 mm di diametro esterno è compresa fra 90 e 250 mm circa. Angoli compresi fra 45° e 60°, necessari per realizzare processi con fascio ionico intersecanti il plasma del processo sputtering (processo IBAD confocale), sono pure possibili ma per tali angoli il neutralizzatore non potrà essere puntato in camera (in quanto di fronte all'Hollow Cathode ci sarà parte della meccanica di montaggio del sistema IBAD) e pertanto sarà necessario verificare le implicazioni che questo avrà sulla fabbricazione delle varie tipologie di materiali effettuata con assistenza del fascio ionico.

Nella figura precedente è riportato lo schema di montaggio del sistema progettato sulla camera di processo dell'impianto con tre esempi di possibile posizionamento del cannone ionico.

Con riferimento al disegno N° 940130 dell'assieme meccanico (riportato in Figura 27), si descrivono brevemente le soluzioni progettuali adottate per la meccanica d'installazione e movimentazione del sistema IBAD che, peraltro, scaturivano dallo sviluppo della terza proposta realizzativa dell'ENEA (vedere paragrafo 2.1). Tali soluzioni consentono un'agevole movimentazione manuale "esterna" ("lato atmosfera", cioè a portello della camera di processo chiusa e quindi con l'impianto in vuoto) del sistema sorgente+neutralizzatore per quanto riguarda la corsa di allontanamento/avvicinamento al substrato, e la rotazione e traslazione trasversale manuali "lato vuoto" (a camera "in aria") dei due elettrodi per IBAD.

La "sorgente ionica KRI EH200 con neutralizzatore MHC1000", in posizione 20 del disegno, è avvitata sull'"angolare supporto sorgente" 37 tramite la vite 22 dotata di rosetta antisvitamento 21: il sistema rende la sorgente girevole per consentire la regolazione della posizione angolare della sorgente rispetto al tubo-substrato. Il supporto 37 è provvisto di una scala goniometrica (con incremento di 5°) per consentire il posizionamento angolare con sufficiente precisione. L'angolare 37 è avvitato, sempre tramite la vite 22, sul "morsetto scorrevole per ancoraggio sorgente" 23 che può scorrere sulla "guida" 16 consentendo la traslazione laterale del sistema KRI (traslazione che lo studio "geometrico" preliminare condotto dall'ENEA dimostrava indispensabile). E' possibile bloccare l'assieme "sorgente 20 + angolare 37 + morsetto 23" in una determinata posizione sulla guida 16 mediante le viti senza testa 35. Il dettaglio disegnato nella *Sezione "EE"*, riporta i particolari del passante assiale da vuoto che consente la traslazione relativa alla corsa (corsa massima pari a 159 mm) di avvicinamento/allontanamento della sorgente IBAD dal substrato: il sistema (che sottolineiamo doveva essere a tenuta d'Alto Vuoto) si basa sul movimento traslazionale dell'"albero passante assiale" 12 (cui è collegata la guida 16) nel "corpo passante assiale" 3; la tenuta da vuoto del passante è garantita dagli "O-ring" 2 e dall'"elemento pressione O-ring" 4, in una tipica costruzione "da vuoto". Il movimento assiale del sistema si attua dall'esterno mediante la "maniglia a leva Elesà" 9. Dal momento che il pompaggio da vuoto tenderebbe a far spostare il sistema verso la camera, è stato previsto il bloccaggio dell'albero 12 tramite il "morsetto" 33. Inoltre per evitare indesiderati movimenti diversi dalla traslazione quando si muove il sistema dall'esterno tramite la maniglia 9, è stata prevista la "spina antirotazione" 15 che trovandosi "in vuoto" non abbisogna di particolari accorgimenti costruttivi (non necessita di passante da vuoto, ma solo del "guscio" 13).

Quella descritta è di fatto la meccanica di movimentazione progettata per movimentare il sistema IBAD; la meccanica d'installazione/montaggio è costituita, fondamentalmente dal "raccordo catodo compatibile" 10 (dotato di opportuna flangia idonea per l'installazione sulla flangia tipo "MRC/KDF" del portello dell'impianto), dalla "tubazione DN 160 ISO-K" 27 e dalla "flangia DN 160 ISO-K" 30 su cui sono installati il "passante elettrico Kaufman" 31 ed il "passante gas Kaufman" 32: la progettazione prevede che i pezzi in questione siano dotati di opportuni O-ring in Viton per realizzare la tenuta da vuoto e siano costruiti in acciaio AISI 304.

In Tabella 8 è riportato l'elenco dei disegni esecutivi elaborati dai progettisti KENOSISTEC ed approvati (dopo attenta verifica ed, in alcuni casi, richiesta di opportune modifiche) dagli ingegneri dell'ENEA. I disegni (che sono integralmente riportati dalla Figura 27, analizzata sopra, alla Figura 49) costituiscono, de facto, la progettazione meccanica dell'up-grade IBAD dell'impianto di sputtering.

Per un'analisi di dettaglio delle soluzioni costruttive e delle lavorazioni (tipiche della Tecnologia del Vuoto) previste dalla progettazione per le varie parti costituenti la meccanica di montaggio e movimentazione del sistema IBAD, si rimanda proprio a questi disegni.

Si vuole sottolineare che le soluzioni meccaniche progettate (soprattutto dal punto di vista della configurazione geometrica e possibili movimentazioni) ed il layout generale d'impianto stabilito (posizione sorgente IBAD e catodo per sputtering etc), vista la peculiarità della tecnica di deposizione che si voleva implementare, sono stati sottoposti su richiesta dell'ENEA agli esperti della ditta Kaufman&Robinson Inc. che hanno fornito parere tecnico positivo sulla idoneità funzionale dell'up-grade d'impianto ideato e progettato allo scopo di condurre, sviluppare e mettere a punto processi di magnetron sputtering assistiti da fascio ionico.

Tabella 8. Elenco dei disegni della progettazione esecutiva

DISEGNO N°:	DESCRIZIONE:	FIGURA:
940130	<i>Insieme</i>	27
940131	<i>Corpo passante assiale</i>	28
940132	<i>Elemento di pressione OR</i>	29
940133	<i>Distanziale</i>	30
940134	<i>Maniglia a leva ELESA Cod. 232151; Descr. ERF. 78N-C1</i>	31
940135	<i>Raccordo catodo compatibile</i>	32
940136	<i>Albero passante assiale</i>	33
940137	<i>Guscio</i>	34
940138	<i>Spina antirotazione</i>	35
940139	<i>Guida</i>	36
940140	<i>Vite speciale</i>	37
940141	<i>Morsetto supporto sorgente</i>	38
940142	<i>Tubazione DN 160 ISO-K</i>	39
940143	<i>Flangia DN 160 ISO-K</i>	40
940144	<i>Morsetto</i>	41
940145	<i>Angolare supporto sorgente</i>	42
940146	<i>Rondella</i>	43
940147	<i>Flangia rettangolare</i>	44
940148	<i>Scatola rettangolare</i>	45
940149	<i>Flangia rettangolare</i>	46
940150	<i>Boccola</i>	47
940151	<i>Flangia rettangolare</i>	48
940152	<i>Tubazione DN 160 ISO-K</i>	49

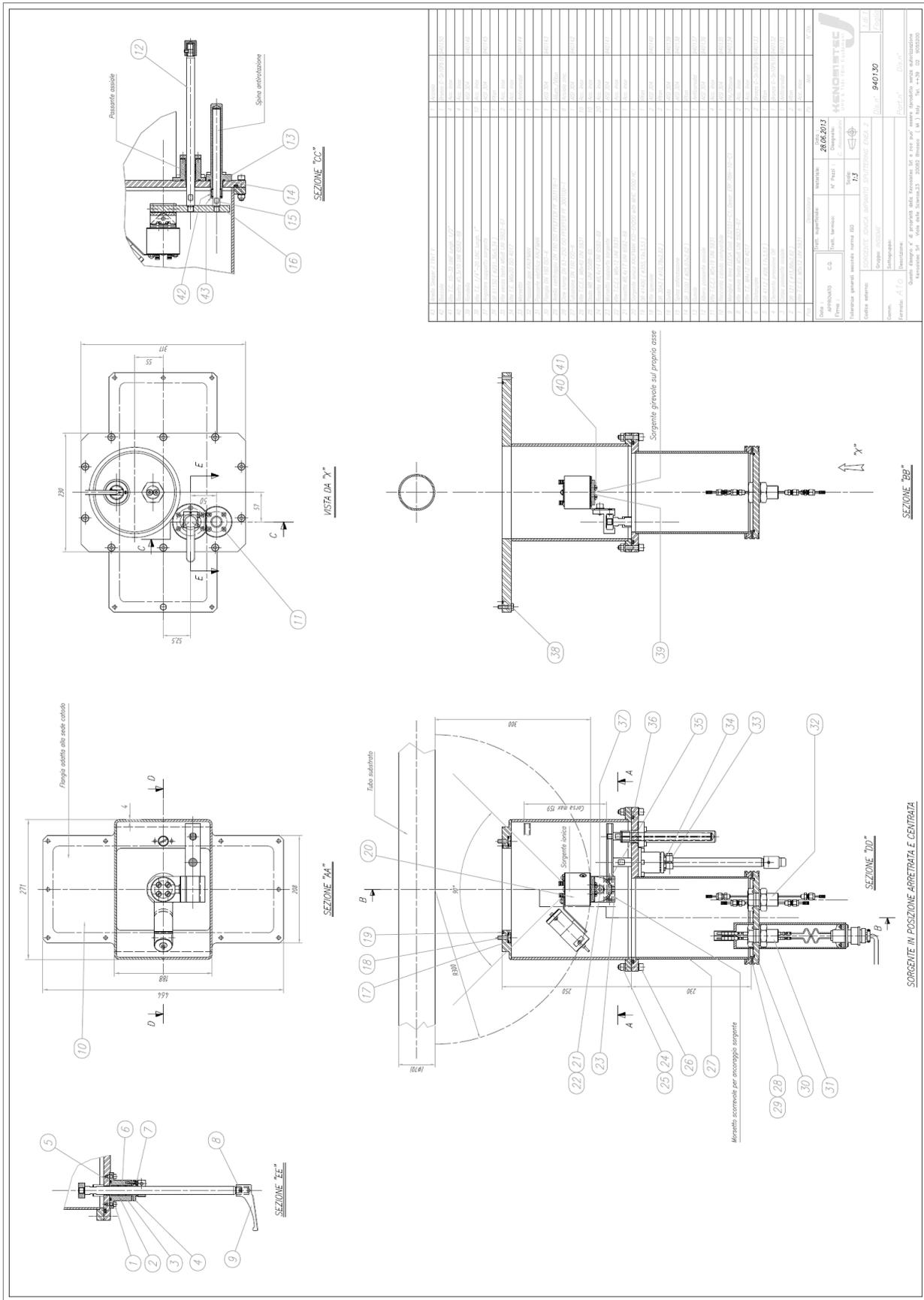


Figura 27. Disegno 940130 - Assieme della meccanica d'installazione e movimentazione sorgente IBA D KRI EH200/HCS

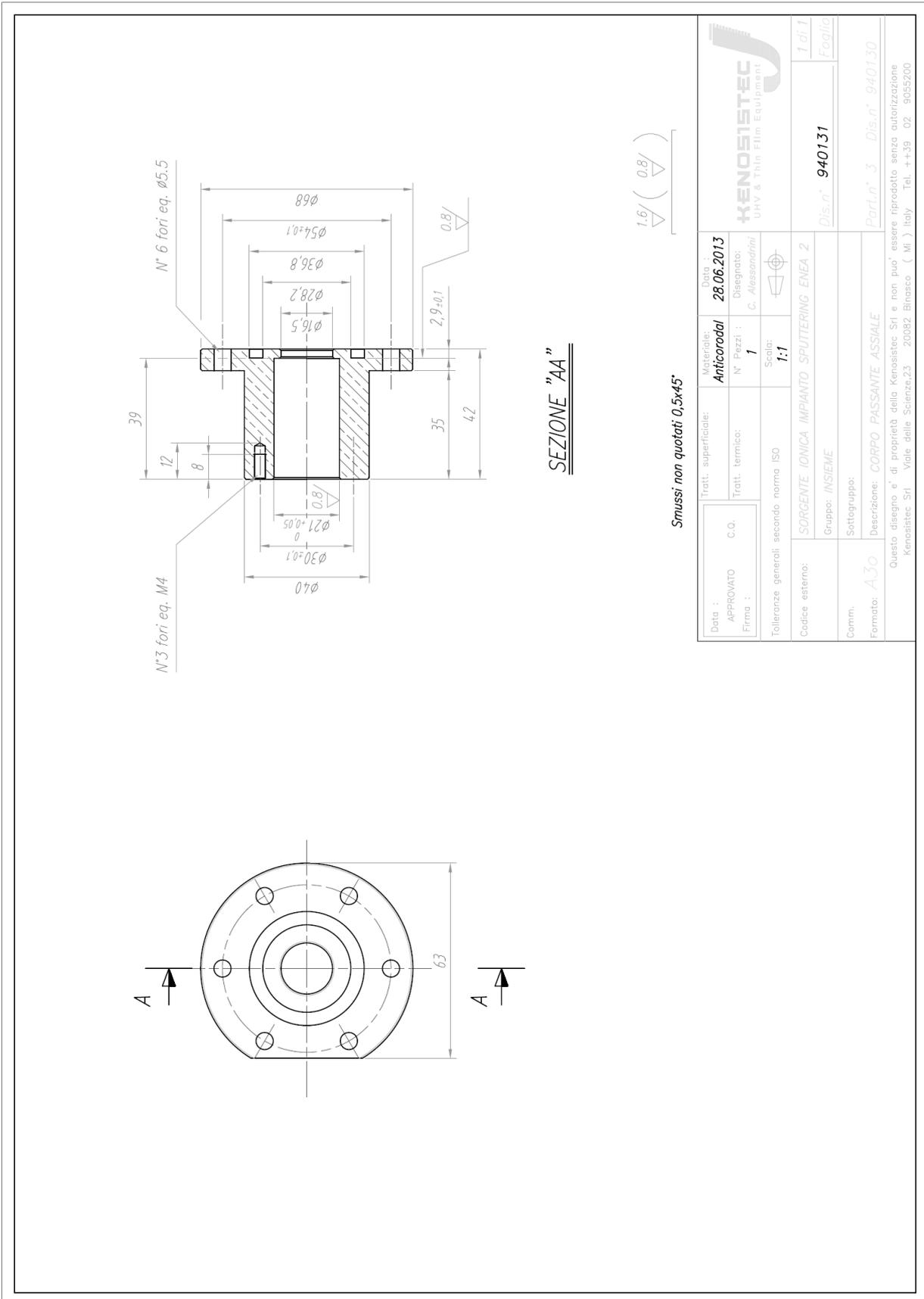


Figura 28. Disegno 940131 - Corpo passante assiale

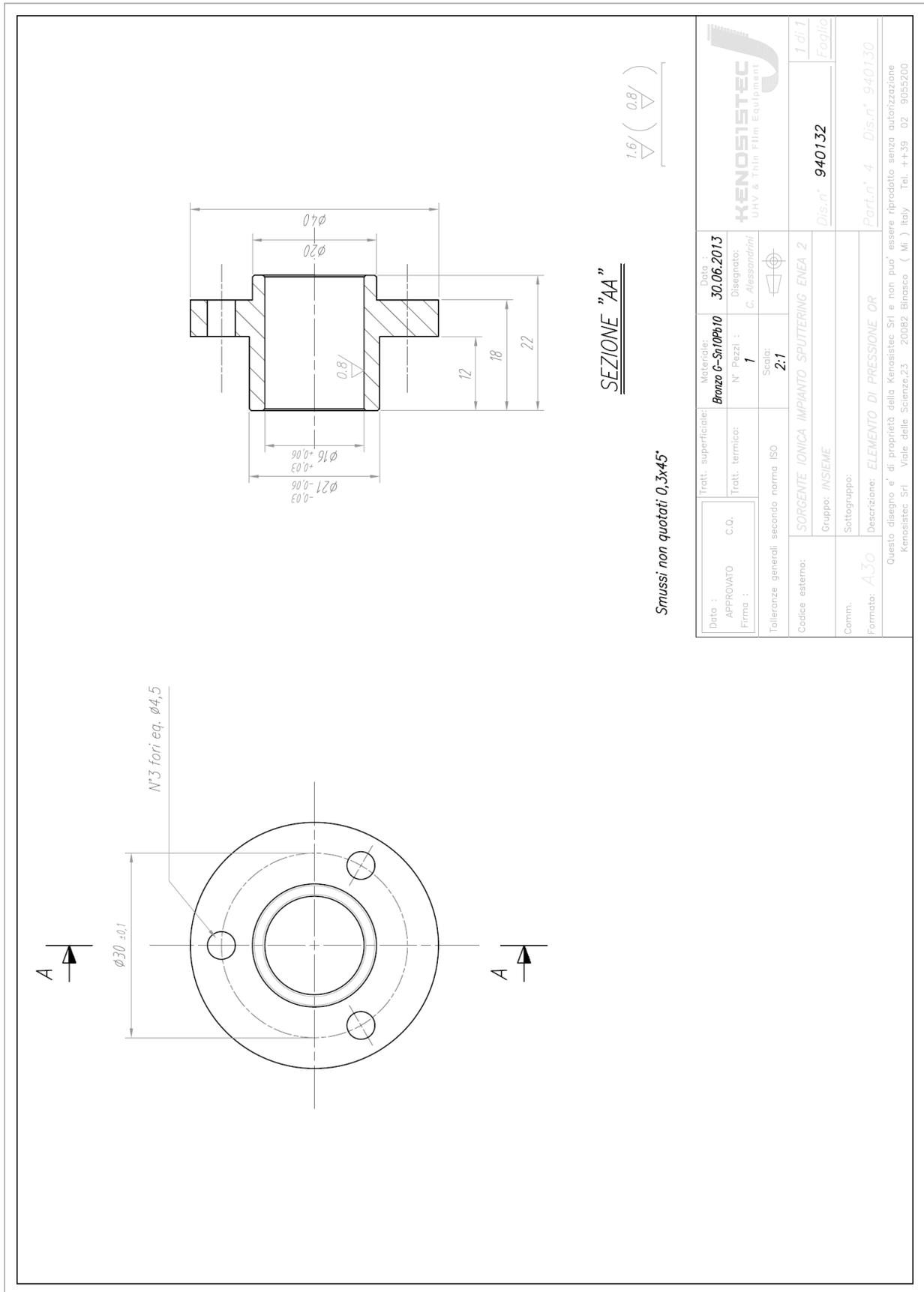
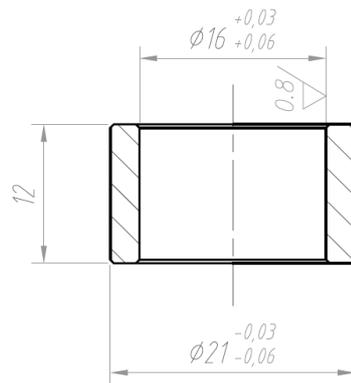


Figura 29. Disegno 940132 - Elemento di pressione OR

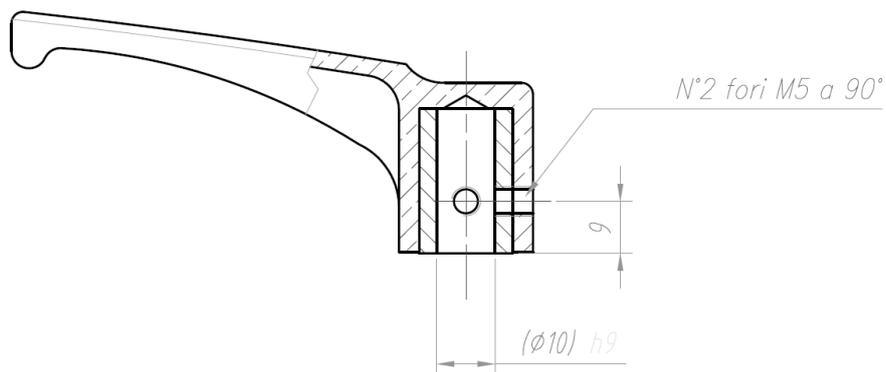


Smussi non quotati 0,3x45°



Data : APPROVATO C.Q. Firma :		Tratt. superficiale:	Materiale: Bronzo G-Sn10Pb10	Data : 01.07.2013	 UHV & Thin Film Equipment
		Tratt. termico:	N° Pezzi : 2	Disegnato: <i>C. Alessandrini</i>	
Tolleranze generali secondo norma ISO			Scala: 2:1		
Codice esterno:	<i>SORGENTE IONICA IMPIANTO SPUTTERING ENEA 2</i>			<i>Dis.n° 940133</i>	<i>1 di 1</i>
	Gruppo: <i>INSIEME</i>				<i>Foglio</i>
Comm.	Sottogruppo:				
Formato: <i>A4v</i>	Descrizione: <i>DISTANZIALE</i>			<i>Part.n° 6 Dis.n° 940130</i>	
Questo disegno e' di proprietà della Kenosistec Srl e non puo' essere riprodotto senza autorizzazione Kenosistec Srl Viale delle Scienze,23 20082 Binasco (Mi) Italy Tel. ++39 02 9055200					

Figura 30. Disegno 940133 - Distanziale



RICAVARE DA MANIGLIA A LEVA ELESA Cod. 232151-C1; Descr. ERF.78 N-10-C1

Data : APPROVATO C.Q. Firma :		Tratt. superficiale:	Materiale: PA/Ottone	Data : 01.07.2013	
		Tratt. termico:	N° Pezzi : 1	Disegnato: <i>C. Alessandrini</i>	
Tolleranze generali secondo norma ISO			Scala: 1:1		
Codice esterno:	<i>SORGENTE IONICA IMPIANTO SPUTTERING ENEA 2</i>			<i>Dis.n° 940134</i>	<i>1 di 1</i>
	Gruppo: <i>INSIEME</i>				<i>Foglio</i>
Comm.	Sottogruppo:				
Formato: <i>A4v</i>	Descrizione: <i>MANIGLIA A LEVA ELESA Cod. 232151; Descr. ERF. 78N-C1</i>			<i>Part.n° 9 Dis.n° 940130</i>	
<p>Questo disegno e' di proprietà della Kenosistec Srl e non puo' essere riprodotto senza autorizzazione Kenosistec Srl Viale delle Scienze,23 20082 Binasco (Mi) Italy Tel. ++39 02 9055200</p>					

Figura 31. Disegno 940134 – Maniglia a leva ELESA Cod. 232151; Descr. ERF. 78N-C1

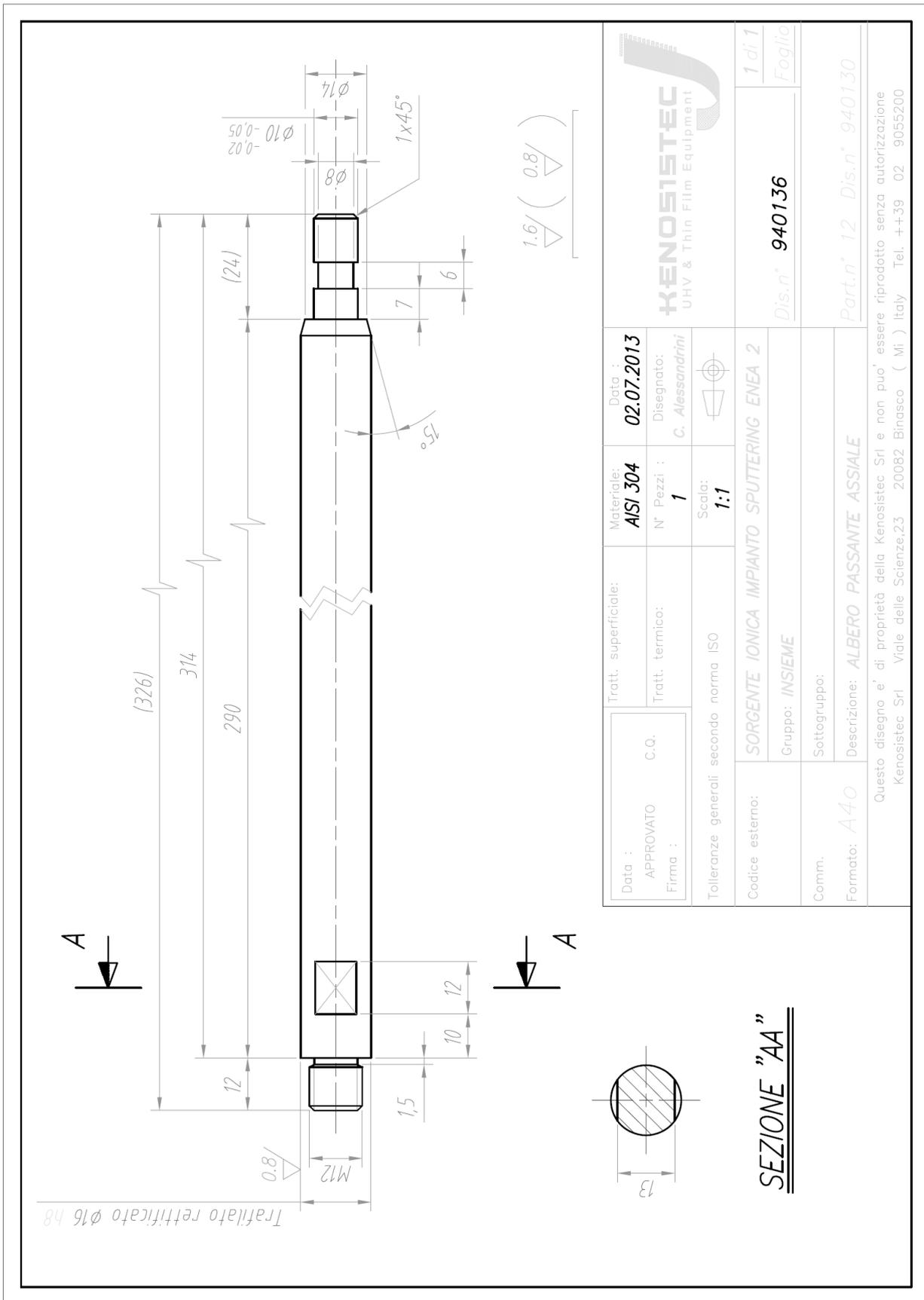


Figura 33. Disegno 940136 – Albero passante assiale

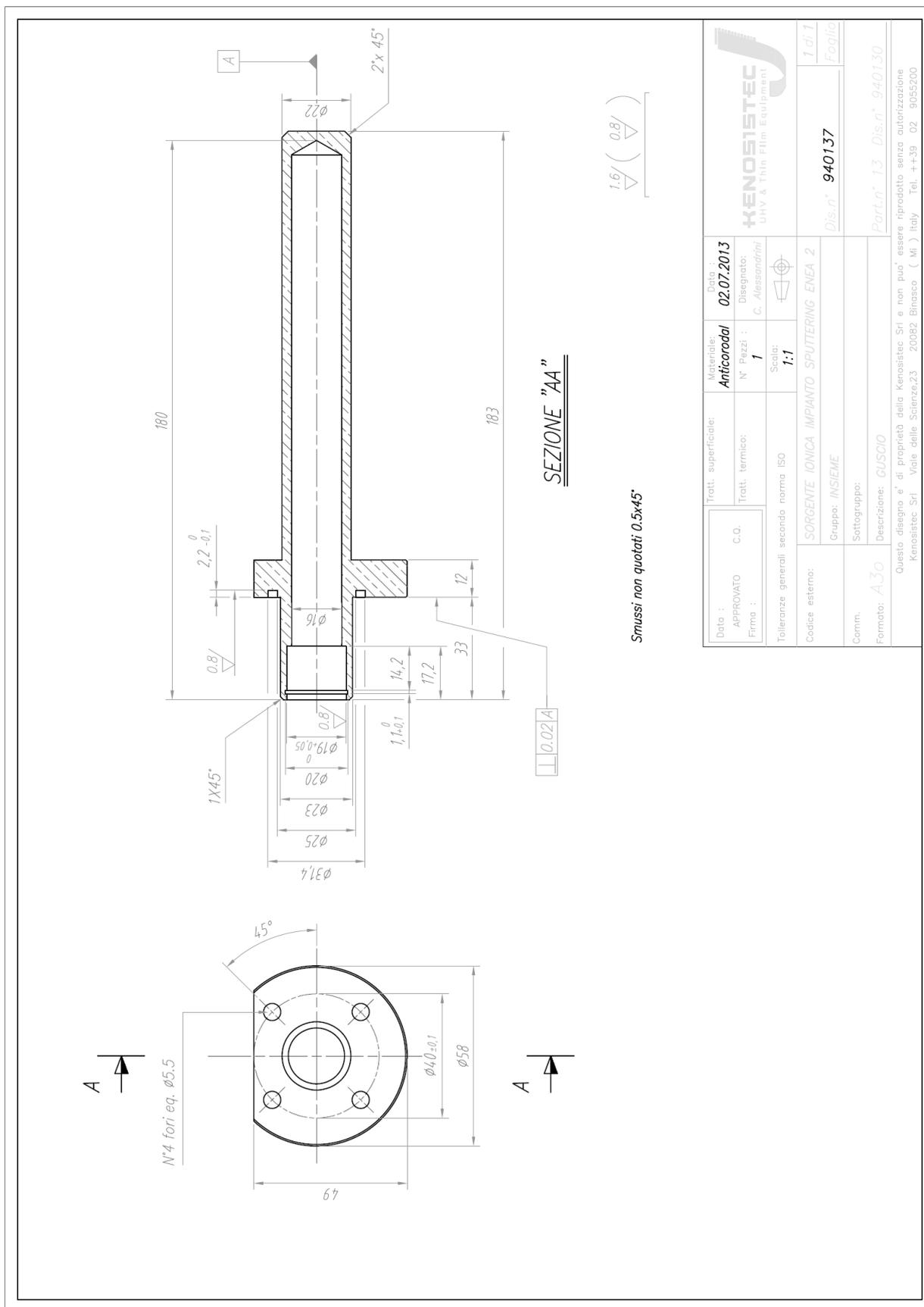


Figura 34. Disegno 940137 – Guscio

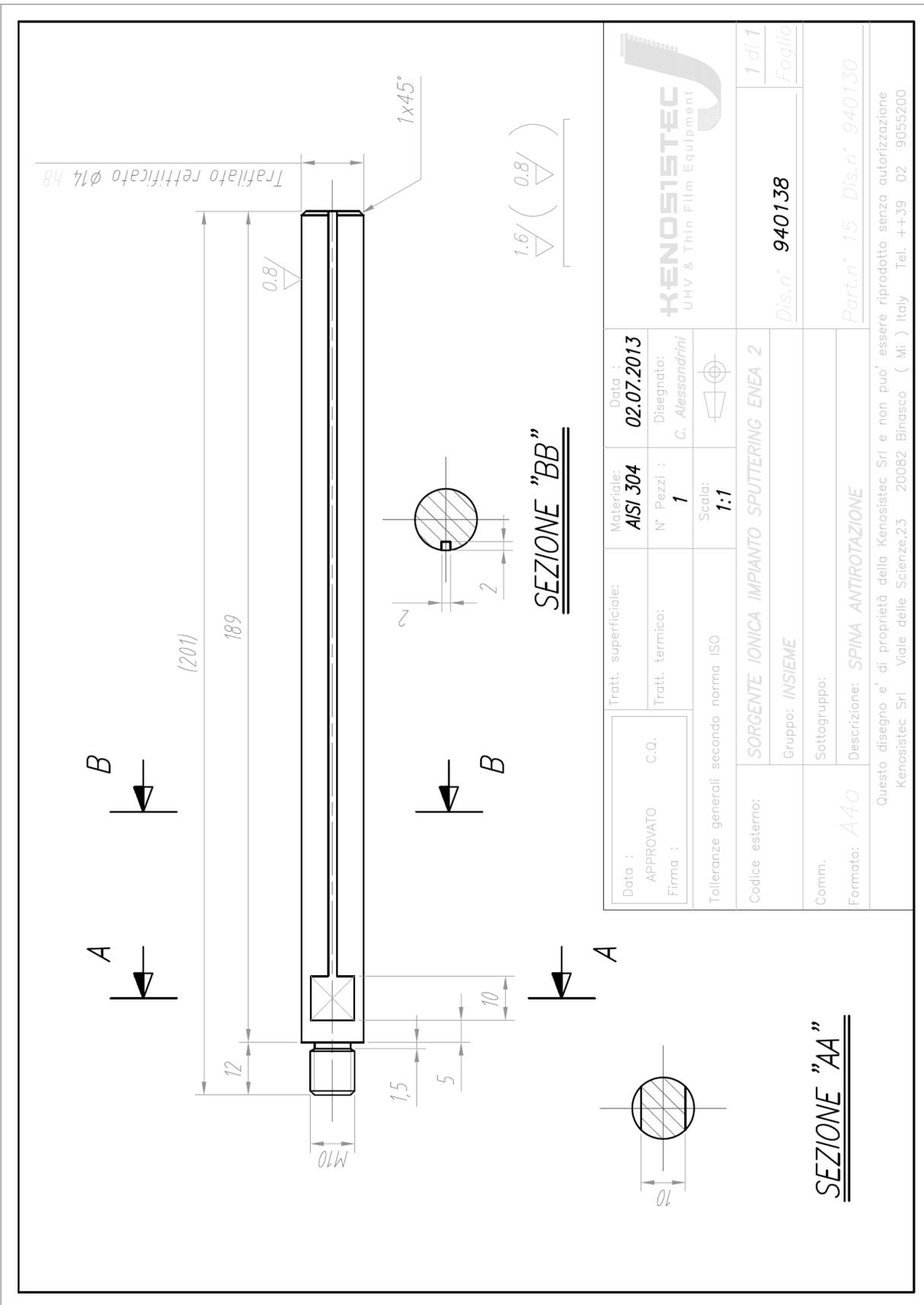


Figura 35. Disegno 940138 – Spina antirotazione

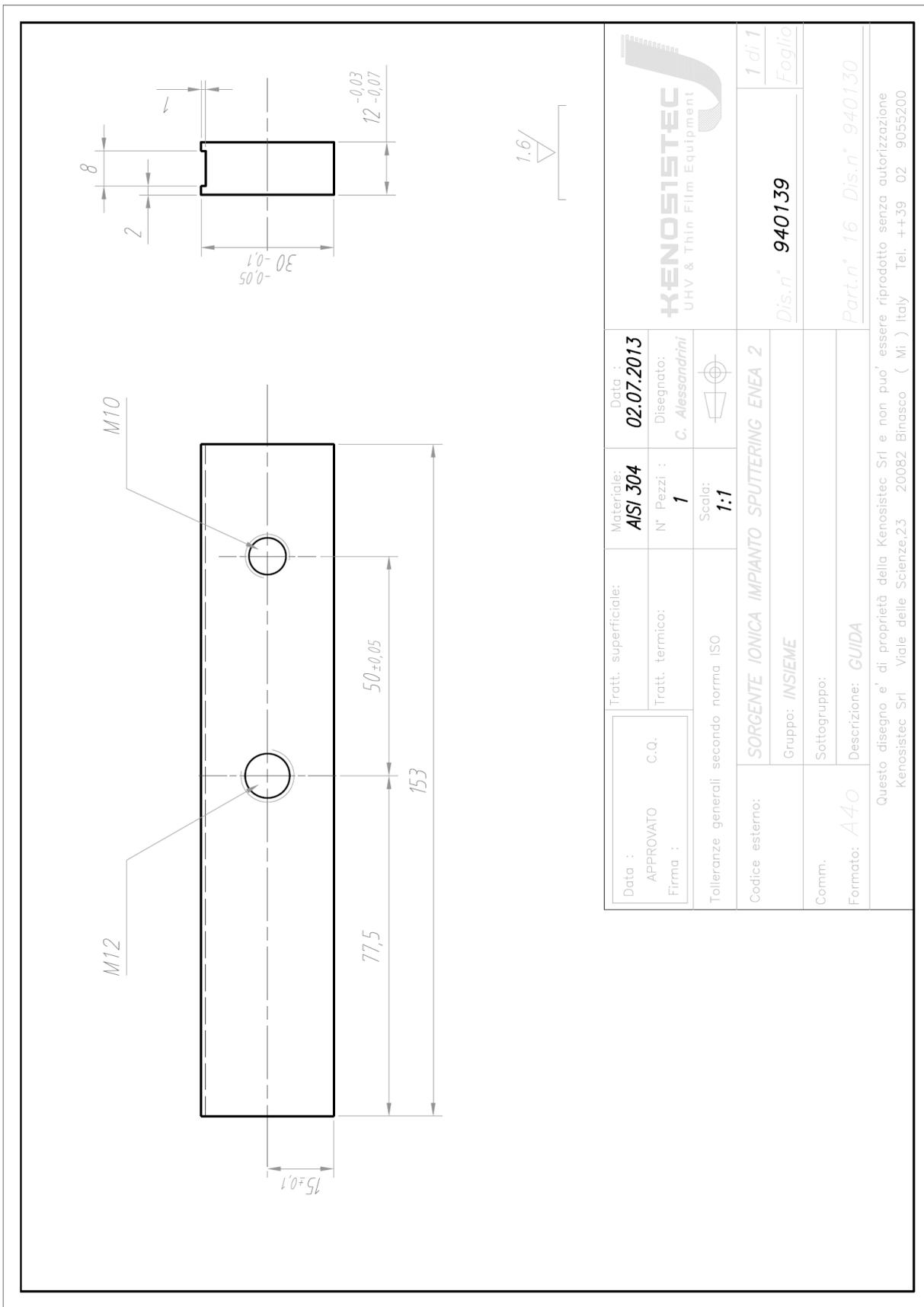
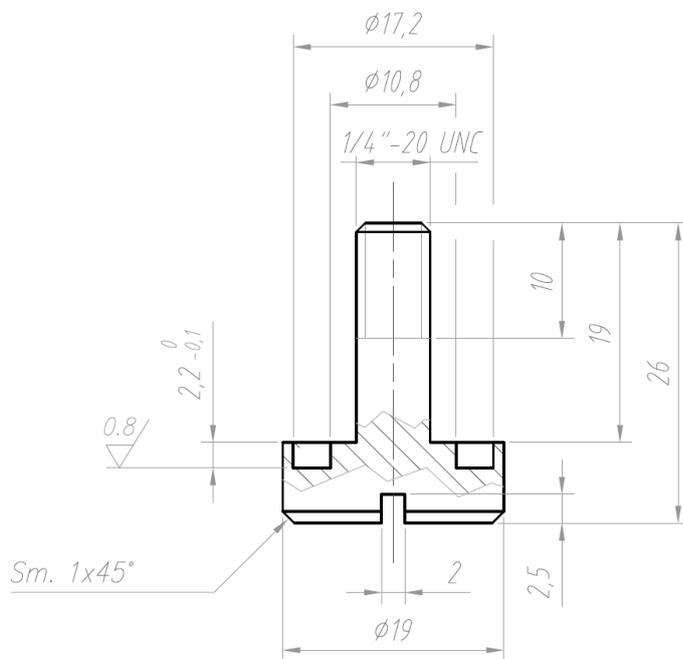


Figura 36. Disegno 940139 – Guida



Data : APPROVATO C.Q. Firma :	Tratt. superficiale:	Materiale: AISI 304	Data : 02.07.2013	
	Tratt. termico:	N° Pezzi : 2	Disegnato: C. Alessandrini	
Tolleranze generali secondo norma ISO		Scala: 2:1		
Codice esterno:	SORGENTE IONICA IMPIANTO SPUTTERING ENEA 2			1 di 1
	Gruppo:	INSIEME	Dis.n° 940140	Foglio
Comm.	Sottogruppo:			
Formato: A4v	Descrizione:	VITE SPECIALE	Part.n° 18 Dis.n° 940130	
<p>Questo disegno e' di proprietà della Kenosistec Srl e non puo' essere riprodotto senza autorizzazione Kenosistec Srl Viale delle Scienze,23 20082 Binasco (Mi) Italy Tel. ++39 02 9055200</p>				

Figura 37. Disegno 940140 – Vite speciale

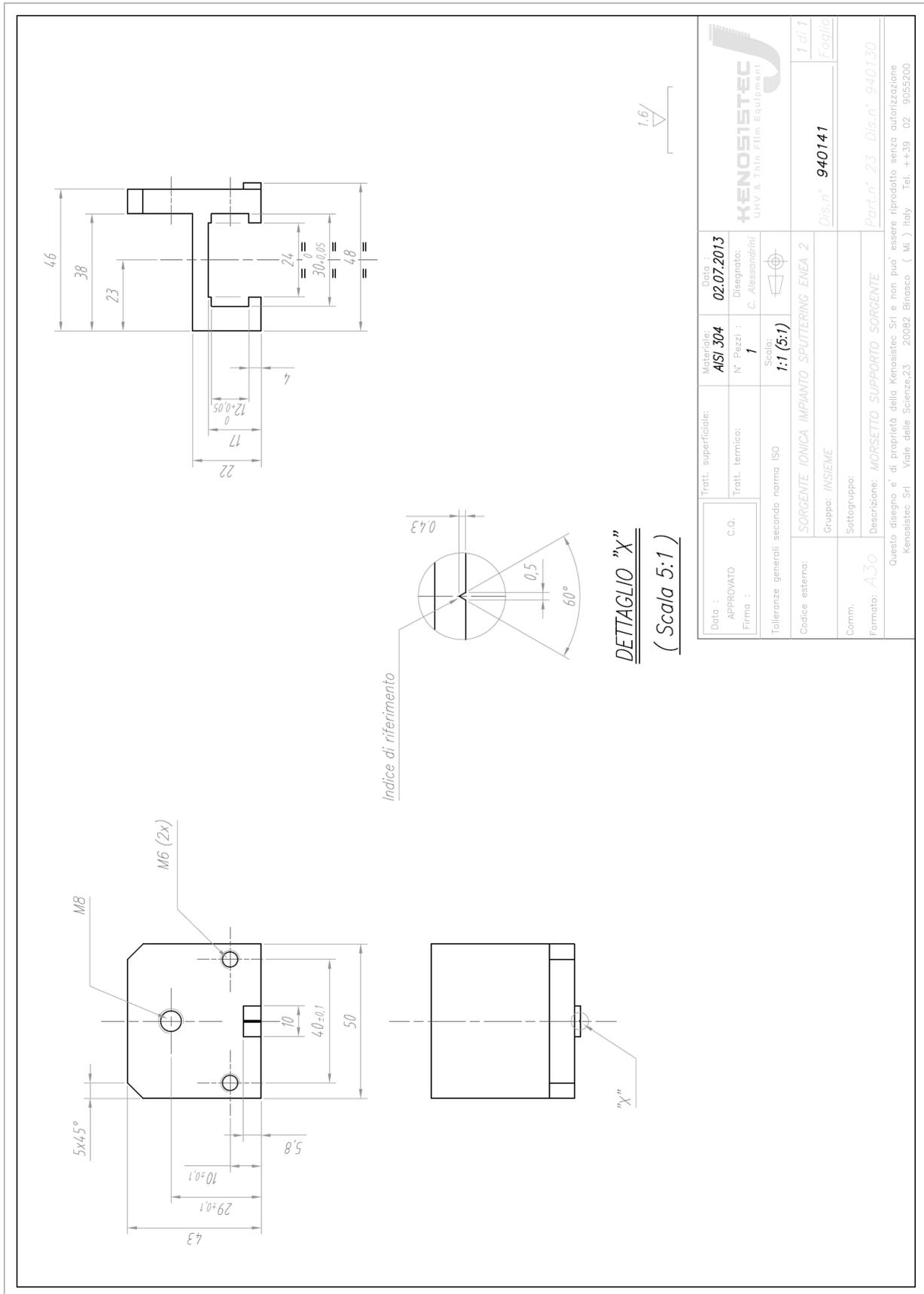


Figura 38. Disegno 940141 – Morsetto supporto sorgente

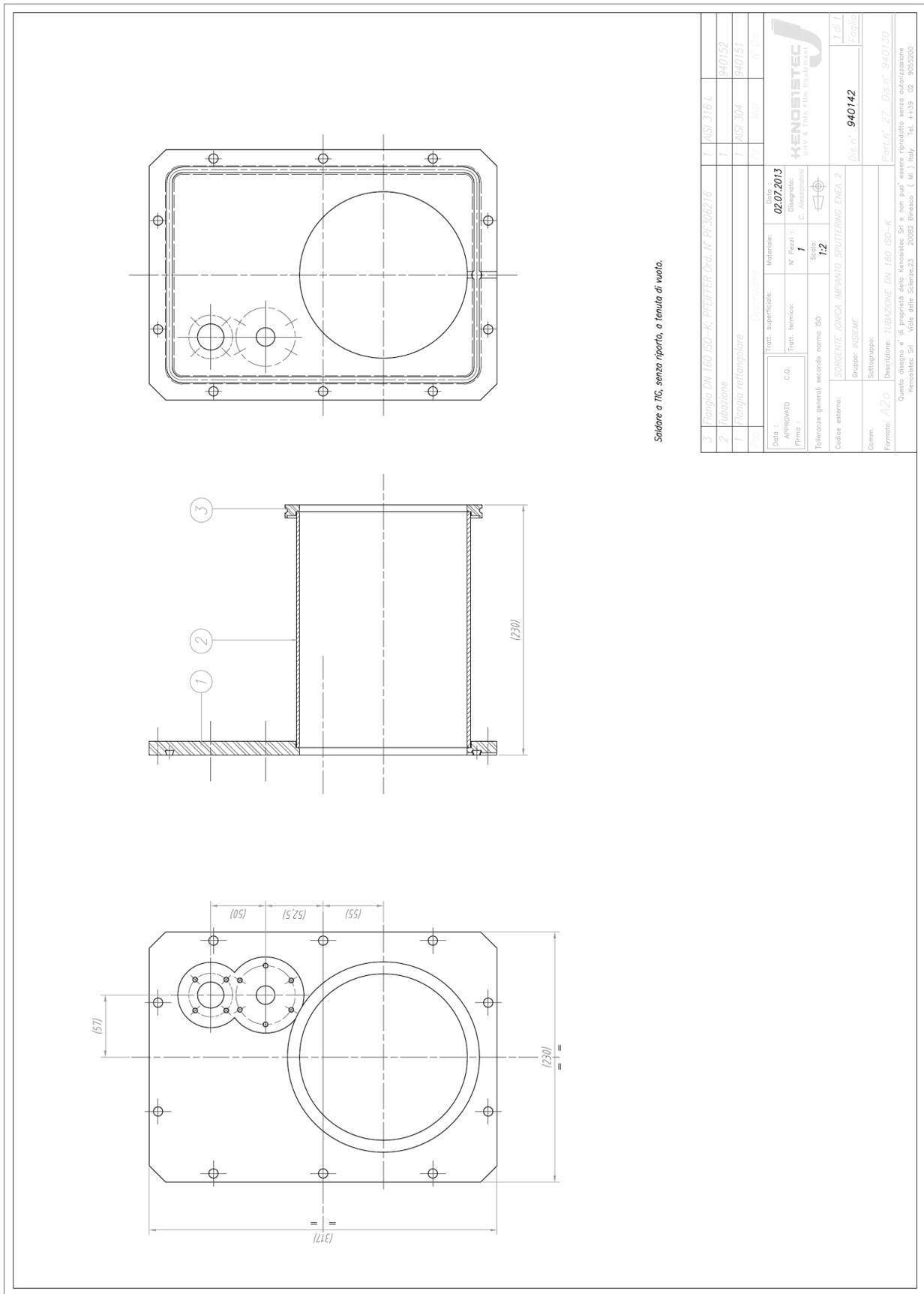


Figura 39. Disegno 940142 – Tubazione DN 160 ISO K

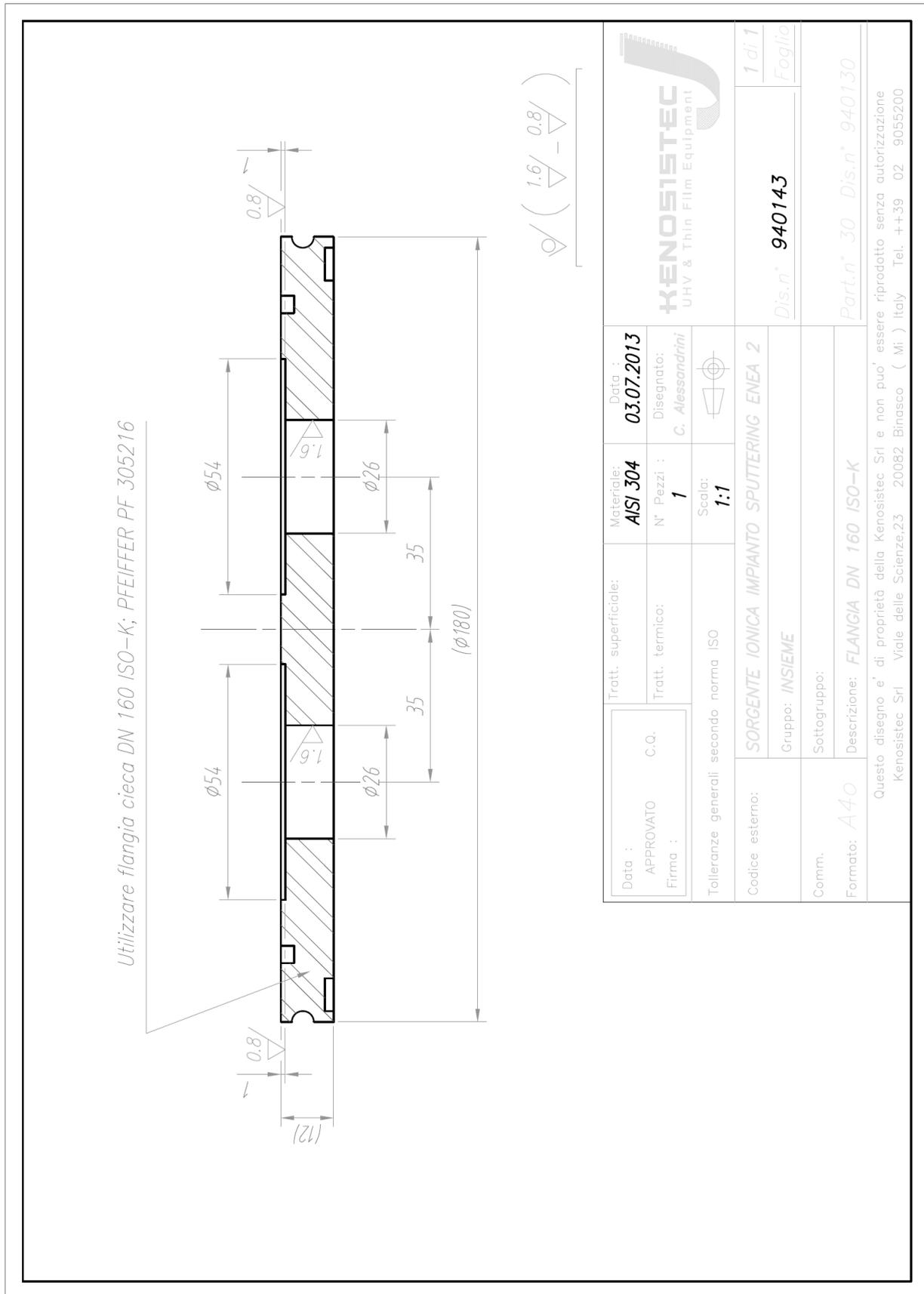


Figura 40. Disegno 940143 – Flangia DN 160 ISO K

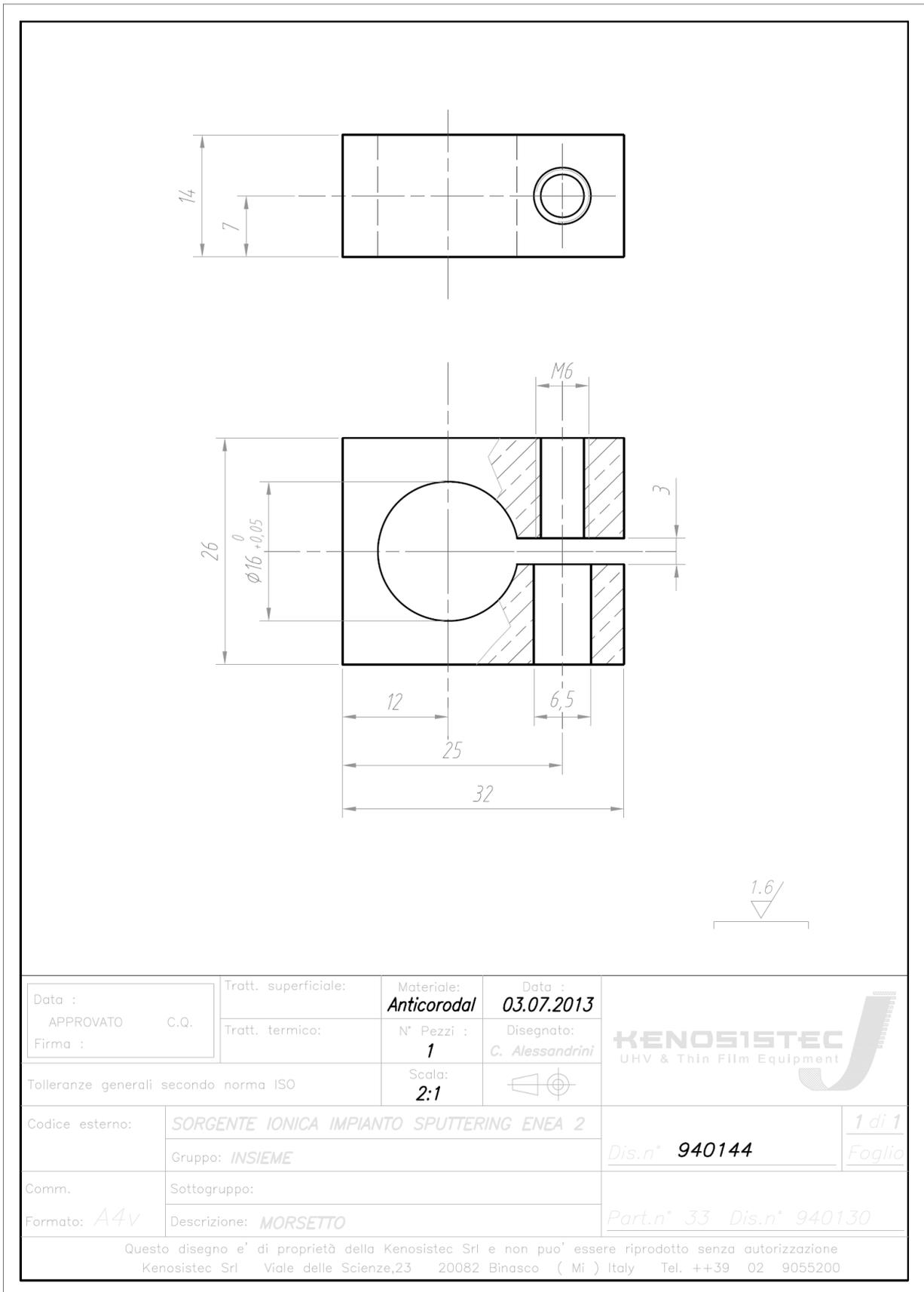


Figura 41. Disegno 940144 – Morsetto

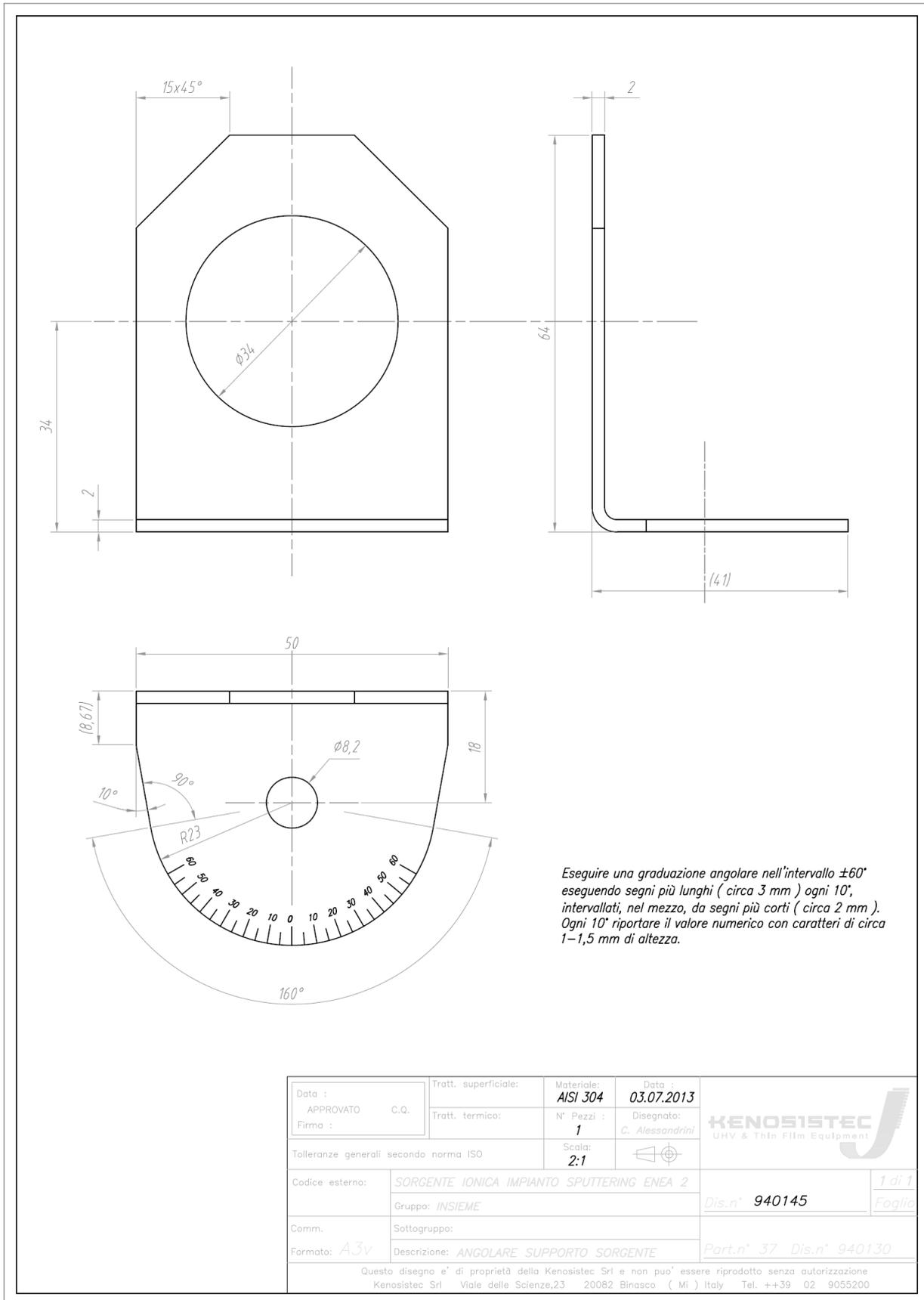
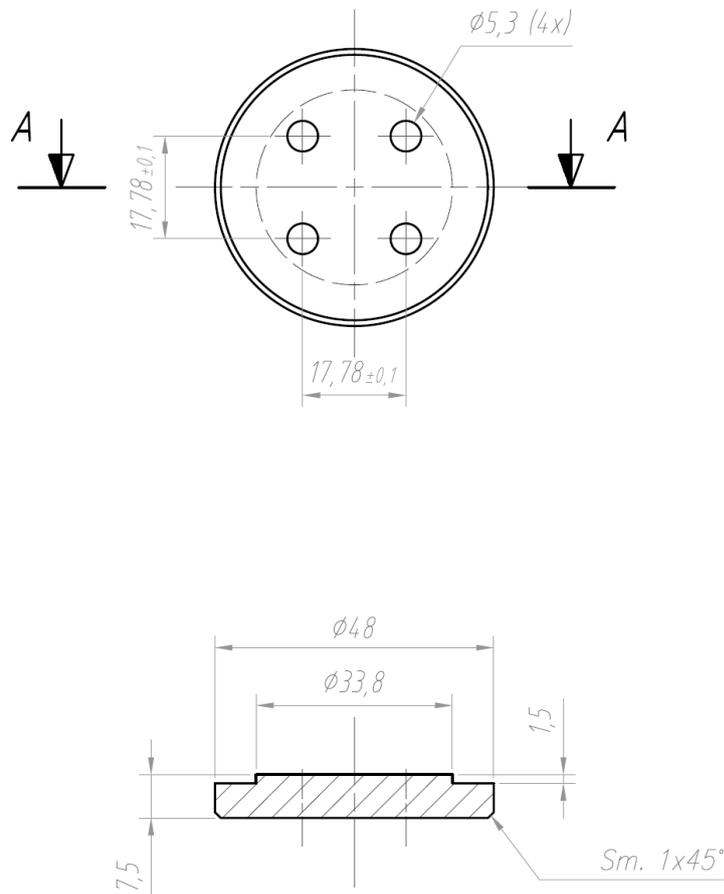


Figura 42. Disegno 940145 – Angolare supporto sorgente

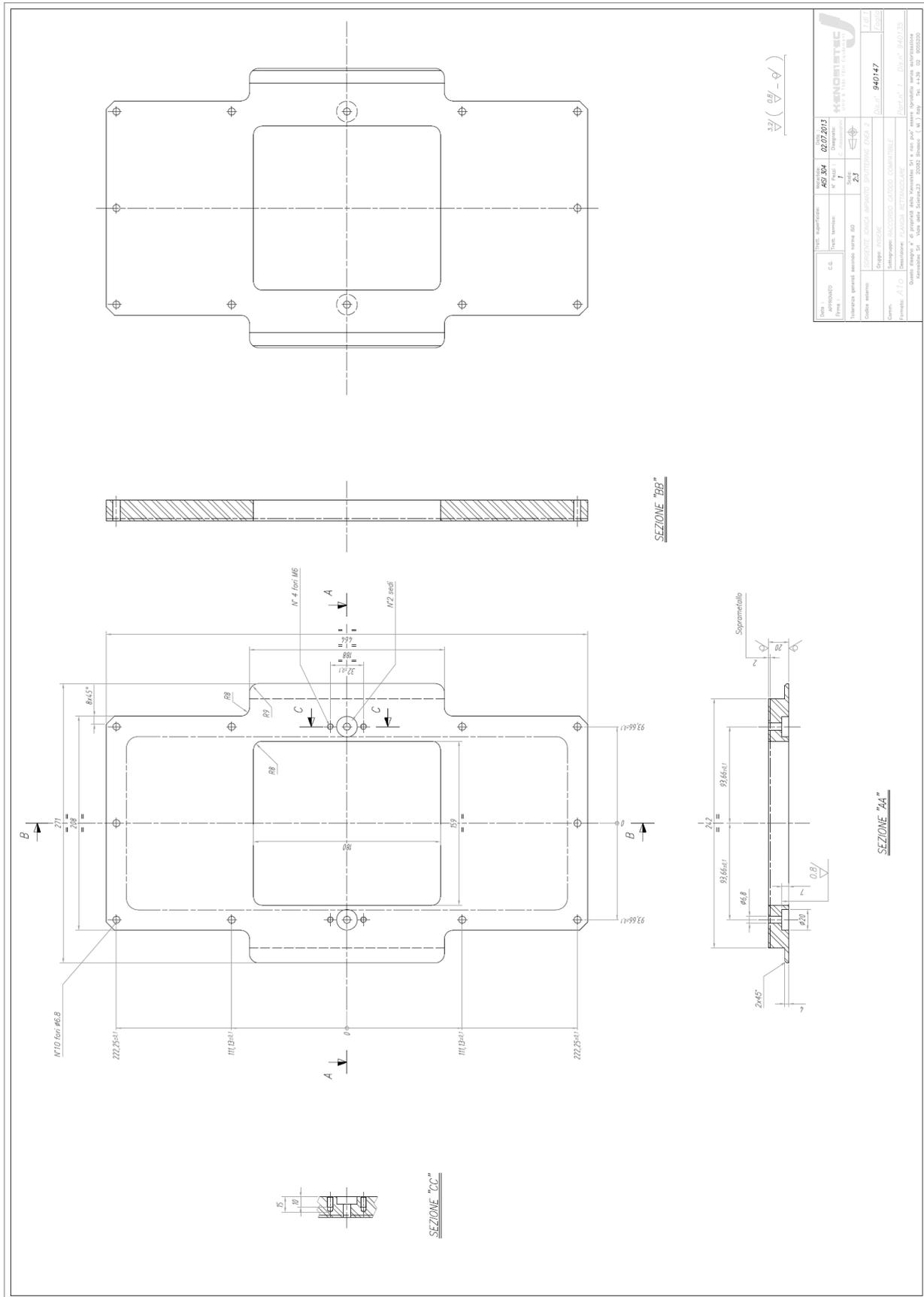


SEZIONE "AA"



Data : APPROVATO C.Q. Firma :		Tratt. superficiale:	Materiale: AISI 304	Data : 03.07.2013	 UHV & Thin Film Equipment
		Tratt. termico:	N° Pezzi : 1	Disegnato: <i>C. Alessandrini</i>	
Tolleranze generali secondo norma ISO			Scala: 1:1		
Codice esterno:	SORGENTE IONICA IMPIANTO SPUTTERING ENEA 2			1 di 1	
	Gruppo: INSIEME			Dis.n° 940146	Foglio
Comm.	Sottogruppo:				
Formato: A4v	Descrizione: RONDELLA			Part.n° 39 Dis.n° 940130	
Questo disegno e' di proprietà della Kenosistec Srl e non puo' essere riprodotto senza autorizzazione Kenosistec Srl Viale delle Scienze,23 20082 Binasco (Mi) Italy Tel. ++39 02 9055200					

Figura 43. Disegno 940146 – Rondella



Tipo: APPENDICE Forma: 1 Versione: 1	Titolo: 940147 Data: 02/07/2013 Autore: ... Modificatore: ...	Descrizione: Flangia rettangolare Materiale: S235JR Stato: ...	Disegnato: ... Verificato: ... Approvato: ...
---	--	---	--

Figura 44. Disegno 940147 – Flangia rettangolare

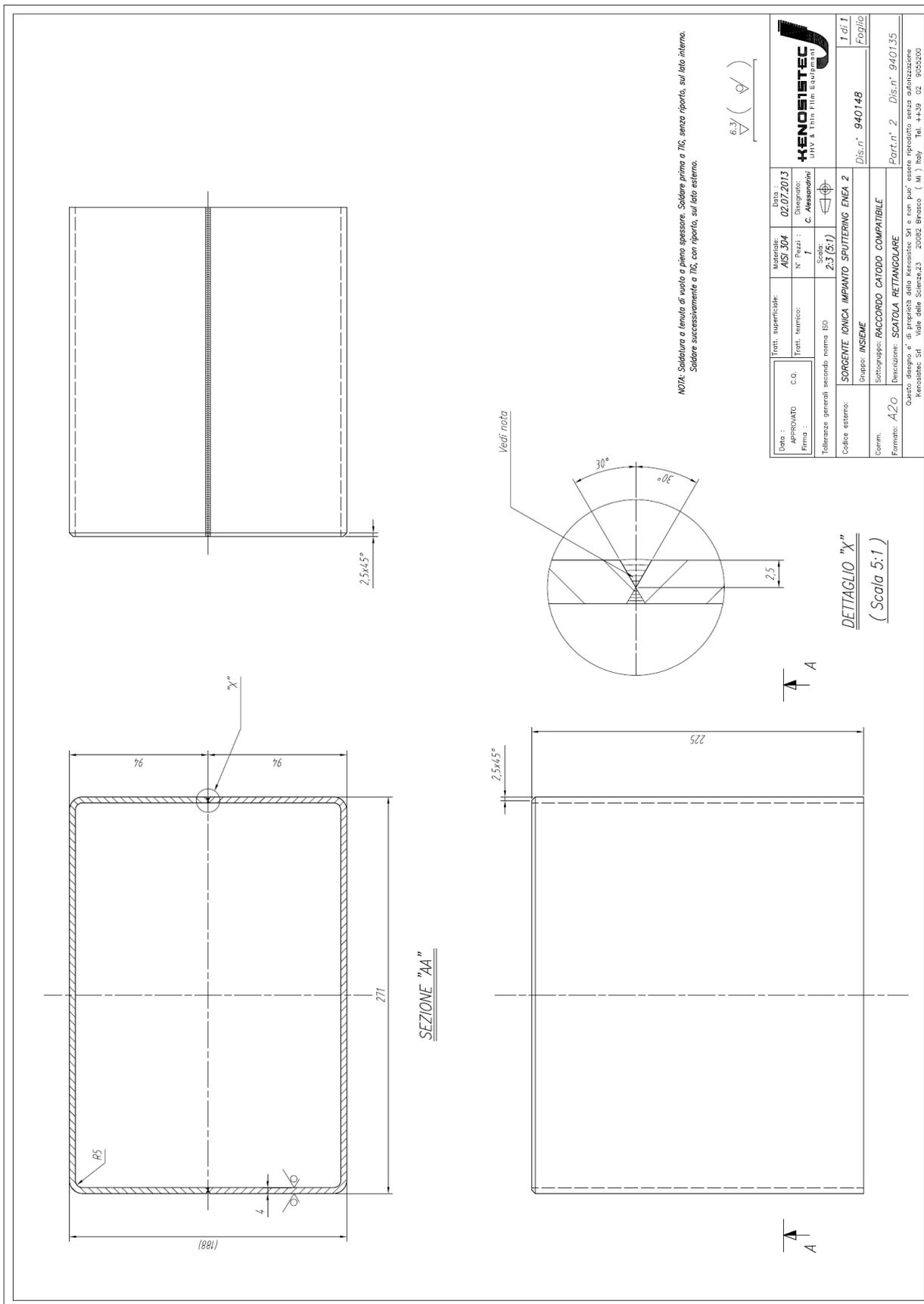


Figura 45. Disegno 940148 – Scatola rettangolare

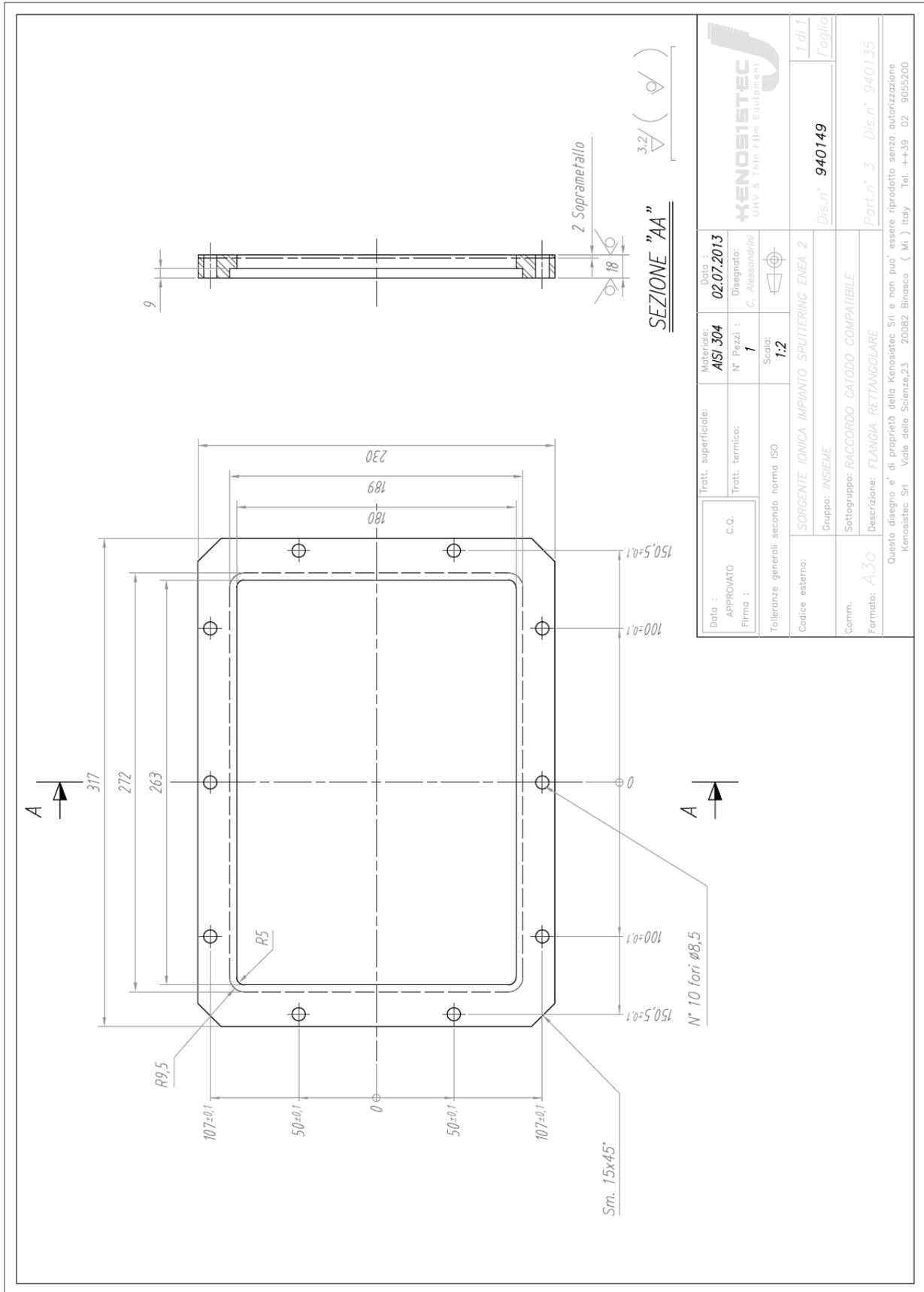
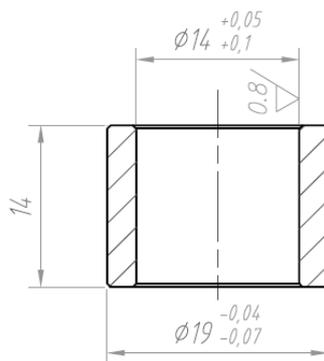


Figura 46. Disegno 940149 – Flangia rettangolare



Smussi non quotati 0.3x45°



Data : APPROVATO C.Q. Firma :		Tratt. superficiale:	Materiale: Bronzo G-Sn10Pb10	Data : 03.07.2013	
		Tratt. termico:	N° Pezzi : 1	Disegnato: <i>C. Alessandrini</i>	
Tolleranze generali secondo norma ISO			Scala: 2:1		
Codice esterno:	SORGENTE IONICA IMPIANTO SPUTTERING ENEA 2			1 di 1	
	Gruppo: INSIEME			Dis.n° 940150	
Comm.	Sottogruppo:				
Formato: A4v	Descrizione: BOCCOLA			Part.n° 42 Dis.n° 940130	
<p>Questo disegno e' di proprietà della Kenosistec Srl e non puo' essere riprodotto senza autorizzazione Kenosistec Srl Viale delle Scienze,23 20082 Binasco (Mi) Italy Tel. ++39 02 9055200</p>					

Figura 47. Disegno 940150 – Boccola

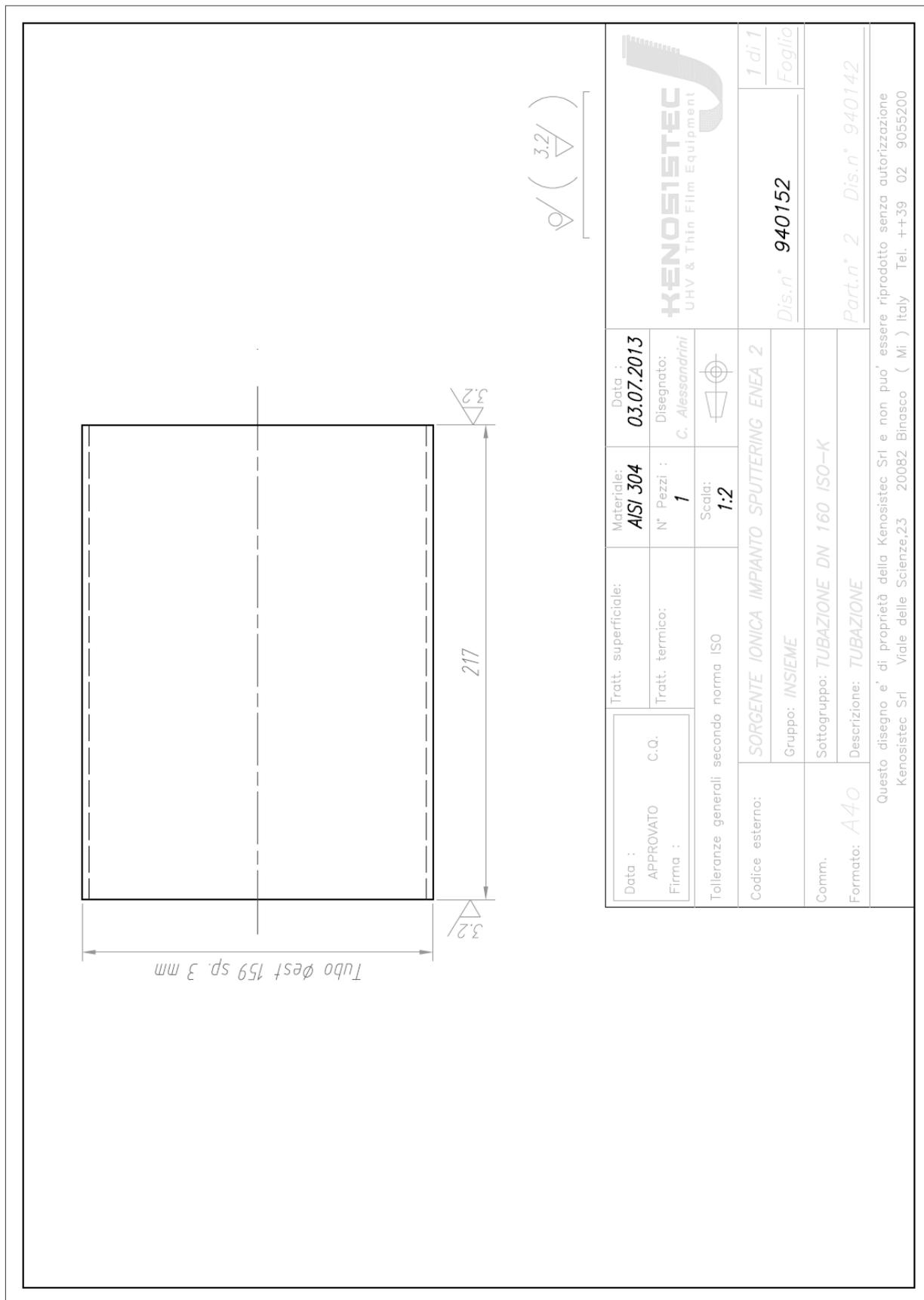


Figura 49. Disegno 940152 – Tubazione DN 160 ISO-K

I componenti meccanici “speciali”, realizzati su disegno con lavorazioni meccaniche da vuoto condotte “a regola d’arte”, ed i componenti e materiali “commerciali” necessari all’up-grade, conformi a quelli riportati in distinta base, sono stati installati da personale specializzato della KENOSISTEC sull’impianto di sputtering dell’ENEA.

In questa fase sono state anche apportate le adeguate modifiche hardware per realizzare il layout “processistico” stabilito (posizione della sorgente ionica con neutralizzatore e dei catodi per sputtering) e sono state realizzate le opportune modifiche ai quadri elettrici della macchina di deposizione per rendere possibile l’alimentazione, l’interfacciamento ed il controllo dei componenti e materiali di nuova installazione; tali modifiche alla parte elettrica dell’impianto erano state precedentemente stabilite da KENOSISTEC mediante opportuna progettazione elettrica e revisione degli schemi elettrici e controllistici dell’impianto interessati dalle modifiche ed implementazioni.

Nelle Figure 50 e 51 sono riportate alcune fotografie dell’esterno del portello posteriore di chiusura della sezione di deposizione della camera di processo dell’impianto ad installazione terminata: si distinguono chiaramente le scatole di protezione dei due catodi per sputtering e l’hardware IBAD di nuova installazione (meccanica come visibile “lato aria” con, in Figura 51, ben riconoscibile la maniglia per la movimentazione della sorgente, i flussimetri, le linee gas ed, in blu, dell’aria compressa etc).

Nelle figure 52 e 53, si vede il risultato dell’intervento d’installazione dal “lato vuoto” della lastra porta-elettrodi: in Figura 52, sulla sinistra, il sistema KRI EH200/HCES inclinato (in fase di messa a punto e testing) a 45° e, sulla destra, il target del catodo standard magnetron che si vuol far lavorare insieme alla sorgente IBAD; dalla Figura 53, che è un primo piano del cannone ionico KRI EH200 (sulla sinistra) e del neutralizzatore MHC1000 (sulla destra), si intuisce come fossero stringenti i vincoli geometrici e, quindi, critica la progettazione della movimentazione.

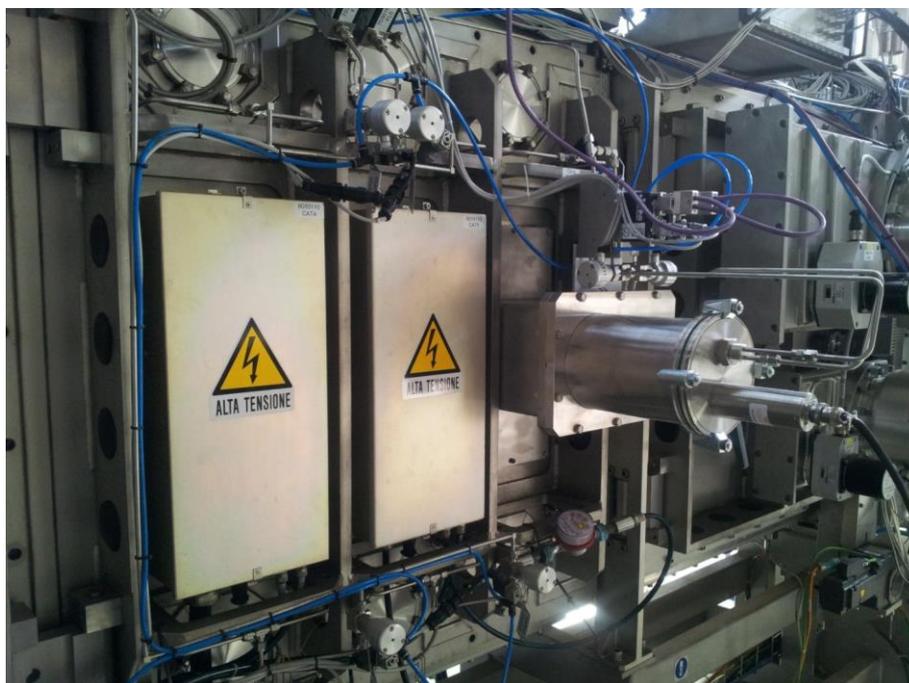


Figura 50. Sezione di deposizione dell’impianto ENEA con 2 catodi per sputtering affiancati, sulla destra, dall’hardware IBAD di nuova installazione

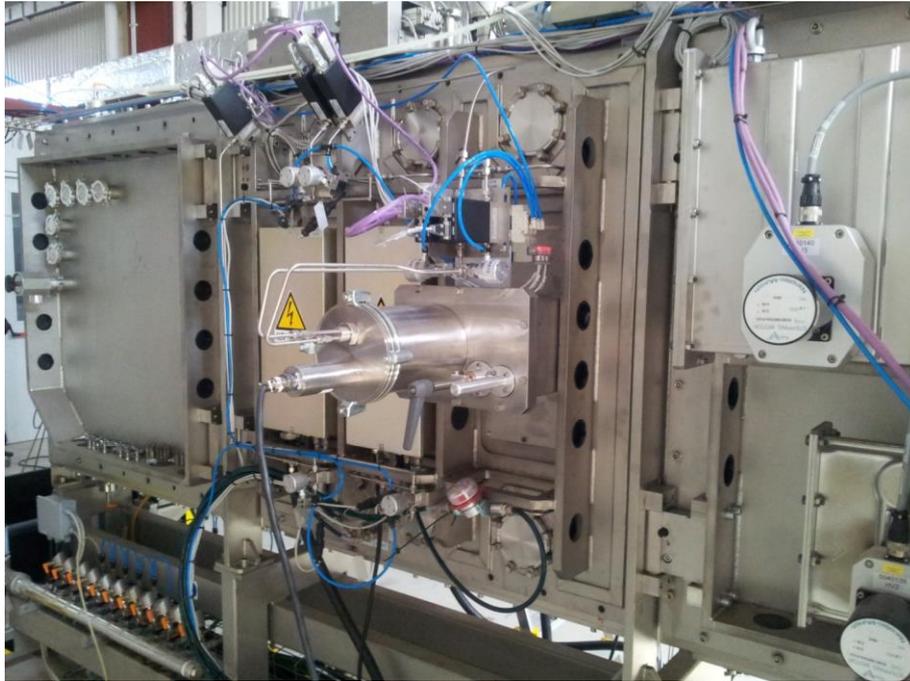


Figura 51. Sezione di deposizione dell'impianto ENEA: in primo piano l'interflangia per l'installazione della sorgente KRI EH200/HCES, l'adduzione gas ed aria compressa e la maniglia per la traslazione della sorgente



Figura 52. Vista frontale lato vuoto della lastra centrale su cui è installato l'hardware IBAD: sulla sinistra il sistema KRI EH200/HCES inclinato, in fase di messa a punto e testing, a 45° e sulla destra il target del catodo standard magnetron che si vuol far lavorare insieme alla sorgente



Figura 53. Primo piano del cannone ionico KRI EH200 (sulla sinistra) e del neutralizzatore MHC1000 (sulla destra) installati sull'impianto di sputtering dell'ENEA

Di seguito si descrive, facendo riferimento alla Figura 54, come modificare il puntamento della sorgente, ossia movimentare la sorgente:

- Movimento perpendicolare al portello (corsa in avvicinamento/allontanamento dal substrato): per muovere la sorgente in direzione perpendicolare rispetto al portello bisogna svitare la vite contrassegnata con il numero 2, allentare il morsetto 1, muovere la sorgente fino alla posizione desiderata, stringere il morsetto 1 e serrare la vite 2.
- Movimento trasversale: per muovere la sorgente in direzione parallela rispetto al riparo è necessario accedere alla sorgente ionica dalla flangia frontale, svitare entrambi i grani 3, muovere la sorgente fino alla posizione desiderata, serrare entrambi i grani 3.
- Movimento angolare: per modificare l'angolo della sorgente ionica è necessario accedere alla sorgente ionica dalla flangia frontale, svitare la vite 4 ruotare la sorgente fino a raggiungere l'angolo desiderato, serrare la vite 4.

Le operazioni di movimentazione di traslazione verso il substrato del sistema IBAD possono essere condotte, in linea di principio, con l'impianto in vuoto (la meccanica è stata progettata anche con questo scopo). Tuttavia si vuole sottolineare che per tutte le movimentazioni le operazioni, se condotte con poca attenzione o da personale con limitata conoscenza della macchina (che giova ripeterlo è un prototipo da ricerca!), potrebbero portare la sorgente ionica ad interferire o toccare con altri elementi della sorgente stessa, del portello o della camera in generale e, quindi, in caso di dubbio vanno effettuate con il riparo della camera aperto.

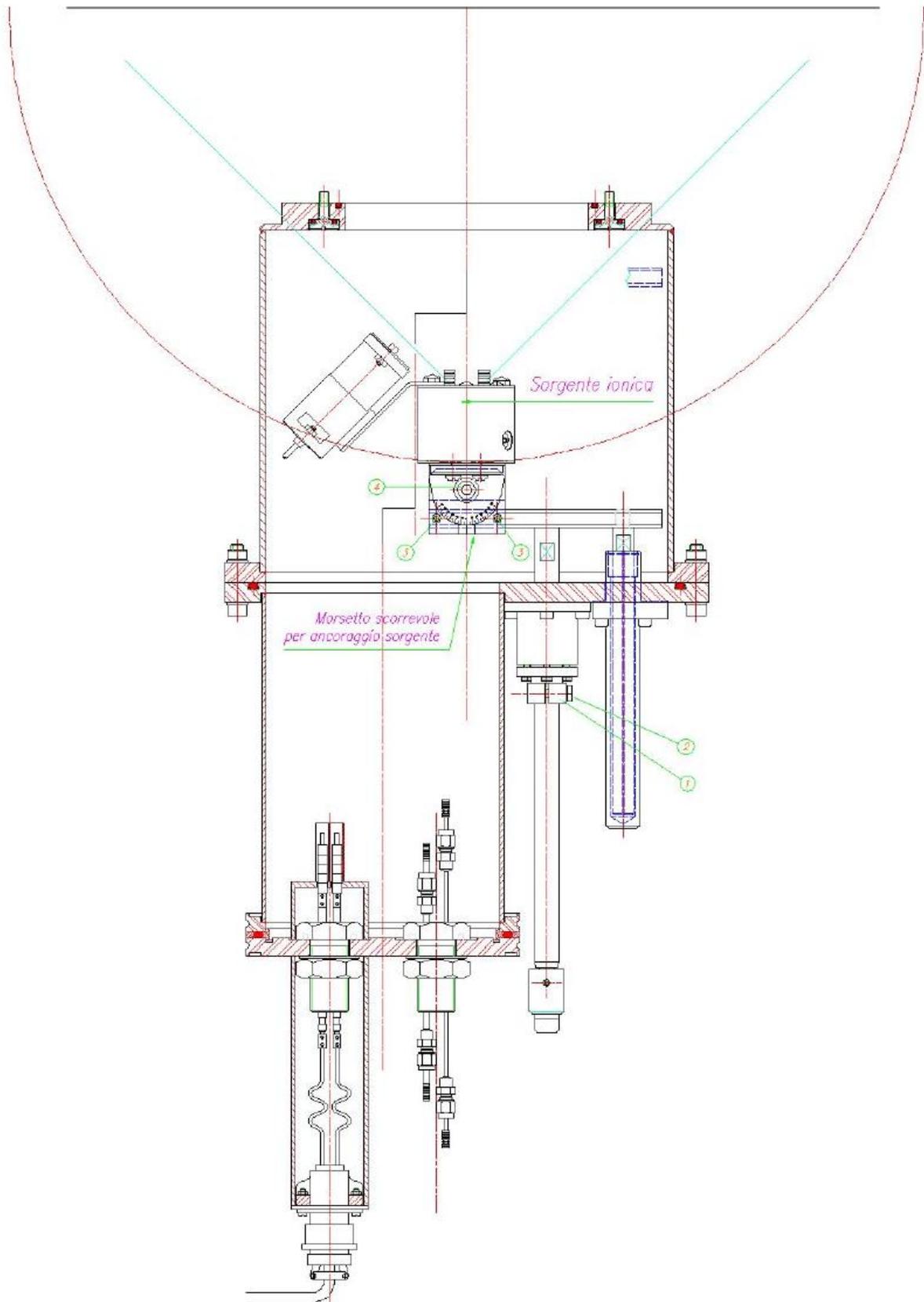


Figura 54. Schema d'insieme semplificato dell'hardware IBAD installato sull'impianto dell'ENEA



Figura 55. Alimentazione e controllo elettronico della sorgente KRI EH200/MHC1000: sistema d'innesco del neutralizzatore MHC1000 (Keeper Controller), alimentazione e controllo del neutralizzatore MHC1000 (Emission Controller) ed alimentazione e controllo del cannone ionico EH200 (Discharge Controller)

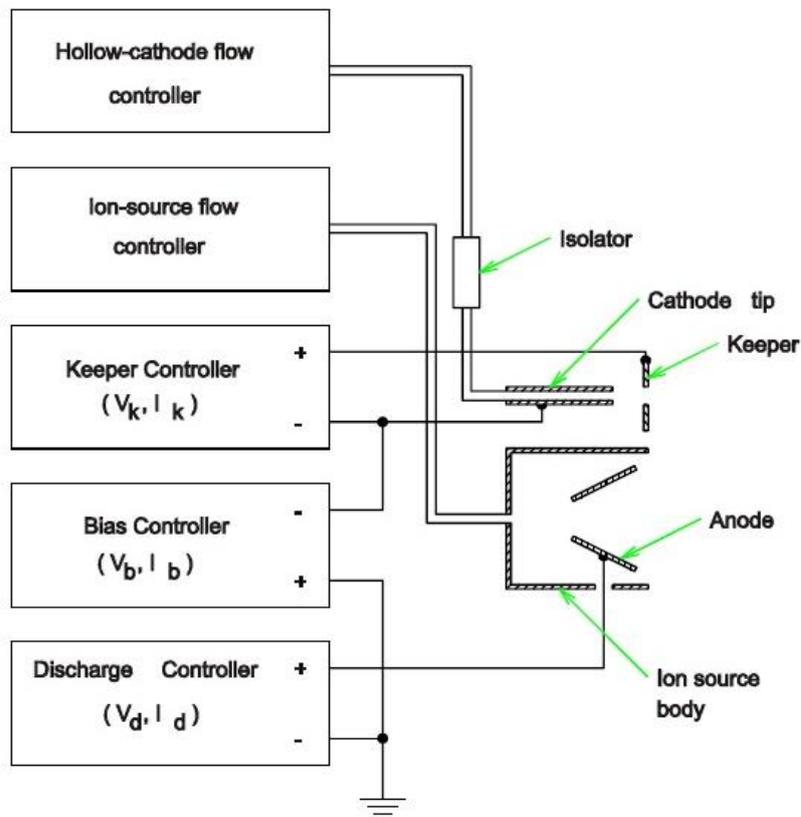


Figura 56. Schema di funzionamento IBAF dal manuale del cannone ionico KRI EH200/HCES (KRI™ Copyright © by Kaufman & Robinson, Inc. 1306 Blue Spruce Drive, Unit A, Fort Collins, CO 80524)

Lo schema di principio che descrive il funzionamento del sistema IBAD KRI EH200/MHC1000 integrato nell'impianto dell'ENEA è riportato in Figura 56. Il sistema è formato da:

1. Hollow-Cathode flow controller: serve per fluire Argon attraverso il catodo;
2. Ion-Source flow controller: serve per fluire Argon attraverso la sorgente ionica;
3. Keeper Controller: serve per generare una tensione d'innesco tra il catodo e il Keeper;
4. Bias Controller (detto altresì Emission Controller): applica una tensione negativa al catodo e permette l'emissione di elettroni al di fuori del Keeper;
5. Discharge Controller: serve per applicare una tensione all'anodo dell'Ion-Source in modo da far fluire gli elettroni verso l'anodo della Ion-Source e permettere la fuoriuscita di ioni positivi dal cannone (creazione del fascio ionico).

Il corrispondente hardware di alimentazione e controllo dei componenti KRI, di cui ai punti 3., 4., 5., sono stati installati in un rack del quadro elettrico dell'impianto e sono visibili in Figura 55.

Nelle fasi di messa a punto e testing (espletate dal personale KENOSISTEC con il fondamentale supporto dei ricercatori ENEA) dell'implementazione realizzata, è stata verificata e stabilita la corretta procedura per l'accensione e stabilizzazione del sistema IBAD. Tale procedura è di seguito riportata.

Inizialmente vengono fatti fluire nell'Ion-Source, circa 5 sccm di Argon e nell'Hollow-Cathode 50 sccm di Argon ed impostata una pressione pari ad 1 μ bar in camera di processo. Vanno poi impostati i valori massimi di corrente (2 Ampere) e si tensione (800 Volt) sul Keeper prima di attivarlo. Una volta attivato il Keeper si riduce il valore di corrente a circa 1.5 Ampere e si abbassa il flusso di Argon all'interno dell'Hollow-Cathode da 50 sccm a 10 sccm. A questo punto si devono impostare i seguenti valori di tensione e corrente sul Bias Controller: 120 Volt e 5 Ampere. Una volta acceso il Bias possiamo andare ad impostare e accendere il Discharge Controller. I valori che dobbiamo settare sono il valore massimo di tensione (300 Volt) e il valore di corrente desiderato.

In queste condizioni il fascio ionico del sistema IBAD KRI è innescato e stabile e si possono variare i parametri (flussi, tensioni e, in conseguenza, corrente) dei componenti KRI, con particolare riferimento alla tensione e corrente del cannone ionico EH200, in funzione del processo che si vuole sviluppare e mettere a punto.

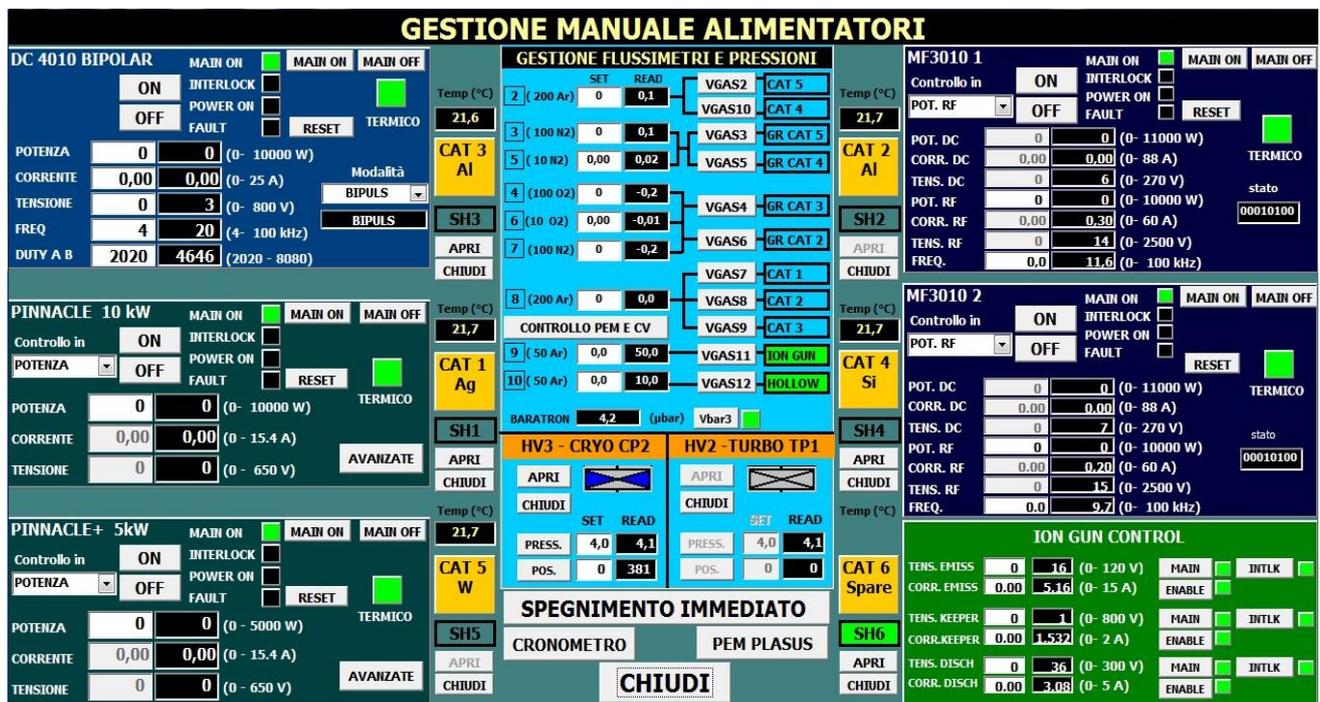


Figura 57. Software Human Machine Interface: finestra per la gestione manuale della camera di processo

L'impianto di cui è stato realizzato l'up-grade per renderlo idoneo per processi di deposizione di tipo Ion Beam Assisted Deposition è una macchina ad elevato grado di automazione dotata, in origine, di un software di PLC di gestione e controllo ed un software d'interfaccia uomo/macchina (HMI - Human Machine Interface) che presiedono al completo controllo di tutti i parametri funzionali e processistici.

Più nel dettaglio, si sottolinea che tramite appropriati interfacciamenti tra strumenti dell'impianto di sputtering e PLC e tramite opportuna programmazione elettronica, tutte le funzioni fondamentali di gestione, monitoraggio e controllo dell'impianto sono gestibili in automazione. Se si fa esclusione del caricamento/scaricamento del tubo-substrato sul carrello, che si effettua manualmente, tutte le altre operazioni sono gestite in automazione sequenziale: pompaggio e raggiungimento del vuoto limite, condizionamento del substrato in load-lock tramite glow-discharge e resistenze riscaldanti, carico del tubo-substrato dalla campana di caricamento alla camera di deposizione, esecuzione della "ricetta" di processo (deposizione di più strati in sequenza) e contemporanea gestione dei movimenti di traslazione del carrello e della rotazione del substrato per effettuare il deposito in scansione, scarico del tubo dall'unità di sputtering alla campana di caricamento. Anche il movimento degli shutter viene comandato via software. Per ciascun processo, tutti i parametri significativi possono essere automaticamente registrati in un file (in formato "Access") attraverso acquisizione da PC. Le operazioni di "service" più complesse sono gestite dall'operatore esperto, in possesso delle opportune password, accedendo all'area di controllo "manuale" dell'impianto. In questo modo è possibile interagire con ogni singolo dispositivo presente nell'impianto.

Oltre gli interventi sull'hardware dell'apparato di sputtering, sono state apportate da KENOSISTEC e su specifica ENEA opportune modifiche ai software PLC ed HMI. La nuova release del sw HMI risulta "user friendly" per un esercizio della macchina di sputtering efficiente, flessibile (l'impianto è un apparato da ricerca), oltre che ergonomico e sicuro. Tutte le "funzioni" ed i "comandi" del software originario (prima dell'up-grade) sono state pienamente conservate e risultano affidabili; è possibile controllare e gestire i componenti di nuova installazione (in tutte le loro potenzialità e i loro parametri operativi) in modo simile ed integrato a quelli già presenti sull'impianto e soggetti a logiche di controllo e gestione analoghe.

In Figura 57 è riportata, a titolo di esempio, la finestra del sw HMI modificata da cui è possibile controllare e comandare manualmente l'alimentazione delle sorgenti di sputtering e i valori di corrente e tensione dei tre alimentatori del sistema IBAD Kaufman&Robinson EH200/MHC1000 oltre che gestire l'immissione gas e le pressioni di processo. Il sw prevede la possibilità di effettuare processi "standard sputtering" e/o "IBAD sputtering" in modo automatico da "ricette" di deposizione multi-step opportunamente compilate.

Ovviamente il debug del software del PLC e di gestione e HMI è iniziato durante la fase d'installazione e messa a punto dell'up-grade e continuerà, se le circostanze lo richiederanno, per tutto il periodo di garanzia dell'intervento realizzato.

Al termine della fase di messa a punto da parte del personale KENOSISTEC (con la stretta collaborazione e supervisione dei ricercatori ENEA) dell'up-grade hardware e software realizzato, il personale della ditta ha effettuato un training per il personale ENEA in modo da rendere efficace, sicuro ed ergonomico l'utilizzo dell'impianto di sputtering "up-gradato" sia nelle normali fasi di gestione che in quelle di manutenzione ordinaria. Inoltre è stata consegnata la documentazione (disegni esecutivi, schemi elettrici e controllistici, schemi funzionali vari) e la manualistica previste che risultavano complete.

Finita la messa a punto della macchina, sono stati condotti con esito positivo i test e le verifiche di collaudo finale dell'impianto previsti e descritti nella documentazione tecnica che era stata allegata al Contratto di Appalto. Le fotografie riportate in Figura 58 e 59, sono state scattate nel corso di tali verifiche.

Dei test finali di collaudo si rende conto in modo dettagliato allegando di seguito il "Rapporto Tecnico di collaudo" siglato dalle Parti.

L'impianto con l'up-grade realizzato e funzionante risultava infine disponibile per la pianificata attività sperimentale di fabbricazione materiali con tecnica IBAD.



Figura 58. Fascio ionico della sorgente KRI-EH200 installata sull'impianto di sputtering durante i test di collaudo finale come visibile dalla finestra della camera di deposizione

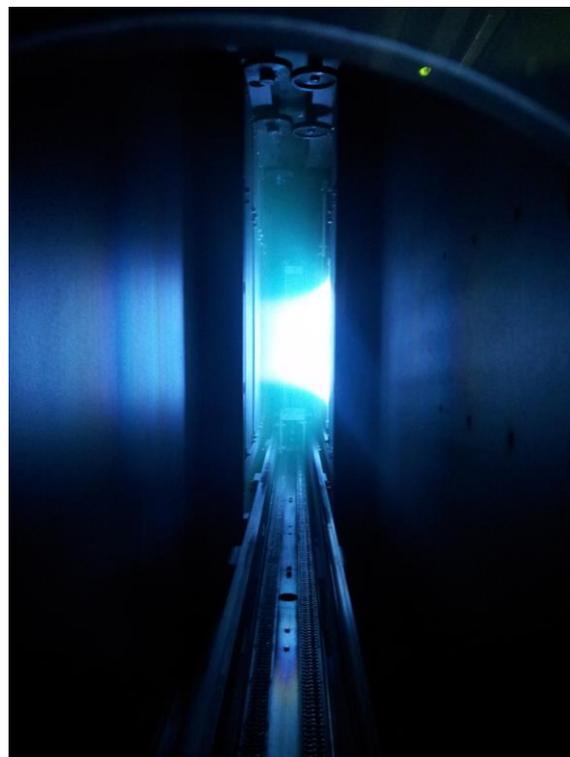


Figura 59. Processo Ion Beam Assisted Sputtering condotto durante i test di collaudo finale come visibile dalla finestra della camera di deposizione



AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

**RAPPORTO TECNICO DI COLLAUDO DELL'“UP-GRADE IBAD”
DI UN IMPIANTO PROTOTIPALE DI SPUTTERING DELL'ENEA**

Relativo al Contratto di Appalto tra l'ENEA e la Società KENOSISTEC Srl stipulato in data 27 Maggio 2013 e registrato in data 28 Maggio 2013 al N° 1730 serie 3 presso l'Agenzia delle Entrate – Ufficio di Abbiategrasso, avente per oggetto: “Progettazione delle modifiche, fornitura ed installazione dei materiali e componenti per rendere idoneo un impianto prototipale di sputtering, presente presso il C.R. ENEA di Portici (NA), per processi di deposizione di tipo IBAD (Ion Beam Assisted Deposition)”.

Lista di distribuzione:

AZIENDA	NOME
ENEA	A. Antonaia
	S. Esposito
	A. Guglielmo
	M. Ferrara
Kenosistec	M. Tescari
	M. Rovati
	S. Perugini
	C. Aliberti
	C. Alessandrini



AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

Pag. 2 di 11

Indice:

1. SCOPO DEL DOCUMENTO.....	3
1.1. DOCUMENTI APPLICABILI E DI RIFERIMENTO.....	3
2. VERIFICA CORRISPONDENZA COMPONENTI	3
3. VERIFICA TENUTA DEL VUOTO DELLA CAMERA DI PROCESSO	3
4. VERIFICA GESTIONE MASS FLOW CONTROLLER E DELLE LETTURE DELLE PRESSIONI DI PROCESSO.....	4
5. VERIFICA ACCENSIONE PLASMA SUI CATODI.....	5
6. VERIFICA ACCENSIONE, FUNZIONAMENTO, GESTIONE E CONTROLLO SISTEMA PER PLASMA IONICO KRI EH200/MHC1000	6
7. VERIFICA CONTEMPORANEA ACCENSIONE, FUNZIONAMENTO, GESTIONE E CONTROLLO SISTEMA PER PLASMA IONICO KRI EH200/MHC1000 E CATODO STANDARD MAGNETRON AFFIANCATO AL SISTEMA KRI.....	7
8. VERIFICA FUNZIONALITÀ DELL'UP-GRADE DEL SOFTWARE DI GESTIONE E CONTROLLO E D'INTERFACCIA UOMO-MACCHINA	9
9. CONCLUSIONI.....	10



AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

Pag. 3 di 11

1. Scopo del documento

In questo documento sono riportate le verifiche ed i test finali (effettuati presso il Centro Ricerche ENEA di Portici) che costituiscono, a tutti gli effetti, il collaudo tecnico dell'intervento oggetto del Contratto di Appalto fra l'ENEA e la ditta Kenosistec srl consistente, in sintesi, della progettazione delle modifiche, fornitura ed installazione dei materiali e componenti per realizzare l'implementazione della tecnica IBAD su un preesistente impianto di sputtering dell'ENEA.

1.1. Documenti applicabili e di riferimento

Sono da considerarsi, ai fini del presente Rapporto Tecnico di Collaudo, applicabili e di riferimento i seguenti documenti:

1. Contratto di Appalto (stipulato in data 27/05/2013 e registrato in data 28/05/2013 al N° 1730 serie 3 presso l'Agenzia delle Entrate – Ufficio di Abbiategrasso);
2. Allegato Tecnico A al Contratto;
3. Distinta Base KS_059K13_KS_ED-01_02.
4. Schema funzionale impianto KS_ELB_KS_ED-02_08_01;
5. Schema funzionale gas KS_ELB_KS_ED-07_03_01;
6. Schema elettrico quadro gestione KS_ELB_KS_ES-01_05;
7. Insieme meccanico disegno N° 940130.

2. Verifica corrispondenza componenti

I componenti installati sull'impianto risultano conformi a quelli previsti dalla Distinta Base KS_059K13_KS_ED-01_02 fornita da Kenosistec ed approvata da ENEA. I test eseguiti non hanno evidenziato evidenti malfunzionamenti dei suddetti componenti.

E' stata consegnata all'ENEA tutta la documentazione tecnica e la manualistica prevista dall'Allegato Tecnico A al Contratto.

3. Verifica tenuta del vuoto della camera di processo

Lo scopo dei test condotti era verificare che la tenuta del vuoto della camera di processo CH risultasse non peggiorativa rispetto a quella precedente all'installazione dei nuovi materiali e componenti per l'implementazione della tecnica IBAD sull'impianto.

La tabella seguente riporta il grado di vuoto raggiunto in funzione del tempo di pompaggio. Le misure sono state effettuate con tutte le valvole parzializzatrici delle pompe da vuoto completamente aperte (massima velocità di pompaggio dell'impianto). Dal momento che la messa in aria della camera di processo è vincolata alla messa in aria dell'intero impianto (e dunque anche della load lock LL nella quale è installata, di fatto, la valvola di venting), nella tabella seguente è riportata, per completezza, anche la situazione in load lock

Tempo	Grado di vuoto LL	Grado di vuoto CH	Note
-24 h	$8,02 \times 10^{-7}$ mbar	$4,20 \times 10^{-7}$ mbar	
Leak Rate Test	$3,5 \times 10^{-4}$ mbar/s	$4,5 \times 10^{-5}$ mbar/s	Riferimento = 5×10^{-4} mbar/s. Leak Test superato
Vent	Tempo necessario (5')	Tempo necessario (5')	
0	1000 mbar	1000 mbar	Start procedura automatica pompaggio
5'	0,18 mbar	0,18 mbar	
10'	$3,32 \times 10^{-4}$ mbar	$5,85 \times 10^{-4}$ mbar	Il sistema di pompaggio HV risulta già innescato; CH e LL isolate
15'	$8,70 \times 10^{-5}$ mbar	$8,70 \times 10^{-5}$ mbar	Fondo Scala Pirani (Ion Gauge spenti)
1h	$5,94 \times 10^{-6}$ mbar	$1,25 \times 10^{-5}$ mbar	Misure effettuate con Ion Gauge
3h	$1,95 \times 10^{-6}$ mbar	$2,53 \times 10^{-6}$ mbar	"
10h	$8,40 \times 10^{-7}$ mbar	$4,75 \times 10^{-7}$ mbar	"
Leak Test	$3,3 \times 10^{-4}$ mbar/s	$6,2 \times 10^{-5}$ mbar/s	Riferimento = 5×10^{-4} mbar/s. Leak Test superato

L'esito del testing ci consente di affermare che la tenuta di vuoto della camera di processo ed il funzionamento del sistema di pompaggio risultano adeguate ed in linea con la situazione precedente l'intervento di "up-grade IBAD".

4. Verifica gestione Mass Flow Controller e delle letture delle pressioni di processo

In "modalità manuale" sono stati impostati valori tipici di processo per l'immissione di gas e la regolazione della pressione di lavoro tramite la gate VAT motorizzata della pompa criogenica CTI 10 on-board della camera di processo.

Sono stati adoperati, e dunque testati, tutti i flussimetri dei catodi per sputtering (in particolare di quelli che erano stati spostati per realizzare la nuova configurazione di processo) indicati nel documento di riferimento "Schema funzionale impianto KS_ELB_KS_ED-02_08_01"; i flussimetri della sorgente e del neutralizzatore sono stati adoperati (e dunque provati) successivamente in occasione del testing della sorgente (vedere paragrafo 7) perché non si avevano dati di riferimento pregressi da confrontare con quelli acquisiti nel corso del collaudo.



Camera di Processo: pompaggio con la sola Cryo; posizione gate Cryo tutta aperta (1000 %)

Flusso complessivo gas di sputtering + gas reattivo (scm)	Pressione CH letta con baratron CG2 (μ bar)	Pressione CH letta con baratron CG3 (μ bar)	Note
100	-	-	I baratron non riescono ad effettuare la misura perché la pressione è troppo bassa
200	0,8	0,8	
400	1,9	2,0	
600	8,1	8,5	



AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

Mantenimento pressione in Camera di Processo tramite gate motorizzata Cryo comandata da baratron CG2

Flusso complessivo gas di sputtering + gas reattivo (sccm)	Posizione gate Cryo CH per $p_{CH} = 10 \mu\text{bar}$ (in %)	Pressione CH letta con baratron CG3 (μbar)	Note
100	341	10,5	La risposta delle gate motorizzate risulta molto veloce
200	388	10,5	“
400	435	10,5	“
600	468	10,5	“

Il funzionamento del sistema d'immissione gas (flussimetri) della sezione sputtering e di controllo e misura della pressione della camera di processo risulta corretto in quanto conforme al comportamento registrato precedentemente all'intervento oggetto dell'Appalto. Si fa notare che le letture del baratron CG3 di nuova installazione, disposto simmetricamente al CG2 in CH ma da parte opposta rispetto alle flange del sistema di pompaggio HV, risultano regolarmente e limitatamente maggiori rispetto a quelle misurate/comandate dal baratron CG2: tale aspetto è conforme alle attese per la presenza di un'impedenza (seppur limitata) fra i due punti d'installazione dei vacuometri di processo.

5. Verifica accensione plasma sui catodi

Per testare il corretto funzionamento della “sezione sputtering” dell'impianto a seguito delle modifiche alla configurazione hardware e software apportate (spostamento catodo dual magnetron da posizione 5 a posizione 2 e catodo standard magnetron da posizione 2 a 5), sono stati effettuati test atti a verificare la corretta accensione e la stabilità del plasma su tutti i catodi.

Tutti i test sono stati eseguiti a pressioni di processo pari a 4×10^{-3} mbar ottenute immettendo 200 sccm di gas Argon e settando la posizione delle gate della criogenica della CH a 499%.

I test sono stati condotti:

- a) senza il carrello davanti al relativo catodo;
- b) con il carrello in scansione ed il tubo in rotazione davanti al catodo.

Per quanto riguarda il caso a), ogni test ha avuto una durata di 10 minuti.

Per quanto riguarda il caso b), il carrello è stato fatto oscillare davanti al catodo “acceso” con una corsa tale che all'inizio del movimento di traslazione la bandiera sinistra (lato LL) del carrello era posizionata davanti al catodo da testare ed alla fine della scansione la bandiera destra (opposta alla LL) era posizionata davanti al catodo in questione. Per quanto riguarda la velocità di scansione del carrello, di rotazione del tubo ed il numero di “pendolamenti”, i valori (validi per ogni livello di potenza e pressione settati per ogni catodo) sono stati riportati nella seguente tabella.

Velocità di traslazione (m/min)	Velocità di spinning (rpm)	Numero di dondolamenti (1 dondolamento=A+R)
1	10	5
1	30	5
5	10	5
5	30	5



AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

Pag. 6 di 11

Di seguito, in tabella, i livelli di potenza, per tipologia di catodo/generatore/target. La posizione riportata è quella relativa alla nuova configurazione di sputtering realizzata (definita nello "Schema funzionale impianto KS_ELB_KS_ED-02_08_01").

Posizione / Catodo / Generatore / Target	Potenza (Watt)	Plasma acceso e stabile
1 / Standard Mag 5" / AE Pinn. (DC 10 kW) / Ag	1000	X
	2000	X
	4000	X
2 / Dual Mag 2" / Hutt. TruPlasma 3010 (MF 10 kW) / Al	1000	X
	2000	X
	4000	X
3 / Dual Mag 2" / Hutt. TruPlasma 4010 (Bipolar DC-Pused) / SS AISI 310S	1000	X
	2000	X
	4000	X
4 / Dual Mag 2" / Hutt. TruPlasma 3010 (MF 10 kW) / Si	500	X
	1000	X
	1500	X
5 / Standard Mag 3" / AE Pinn. Plus DC-Pused 5 kW / W	1000	X
	2000	X
	2500	X

L'esito delle verifiche, come si desume dalla precedente tabella, è pienamente positivo: il plasma è risultato acceso e stabile e non è stata riscontrata alcuna anomalia e/o malfunzionamento.

6. Verifica accensione, funzionamento, gestione e controllo sistema per plasma ionico KRI EH200/MHC1000

Per verificare il corretto funzionamento della "sezione IBAD" dell'impianto a seguito delle implementazioni hardware e software realizzate, sono stati effettuati test atti a verificare la corretta accensione e la stabilità del plasma sia della sorgente End-Hall mod. EH200 che del neutralizzatore Hollow Catode mod. MHC1000. I test sono stati condotti dopo opportuno warm-up dei componenti secondo la procedura descritta nei manuali operativi del sistema KRI EH200/MHC1000, sistema che è stato installato in camera di processo in posizione 6 (vedere "Schema funzionale impianto KS_ELB_KS_ED-02_08_01").

I test sono stati condotti:

- senza il carrello davanti al sistema sorgente+neutralizzatore;
- con il carrello in scansione ed il tubo in rotazione davanti al sistema.

Per quanto riguarda il caso a), ogni test ha avuto una durata di 10 minuti.

Per quanto riguarda il caso b), il carrello è stato fatto oscillare davanti al cannone ionico con una corsa tale che all'inizio del movimento di traslazione la bandiera sinistra (lato LL) del carrello era posizionata davanti al cannone ed alla fine della scansione la bandiera destra (opposta alla LL) era posizionata davanti al cannone. Per quanto riguarda le velocità di scansione del carrello, di rotazione del tubo e per quanto riguarda il numero di "pendolamenti", i valori (validi per ogni condizione di prova) sono stati riportati nella seguente tabella.





AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

Velocità di traslazione (m/min)	Velocità di spinning (rpm)	Numero di dondolamenti (1 dondolamento=A+R)
1	10	5
1	30	5
5	10	5
5	30	5

Di seguito i parametri operativi relativi alle prove effettuate:

		Parametri Operativi		
		Alta Corrente Bassa Tensione	Alta Corrente Alta Tensione	Bassa Corrente Bassa Tensione
Scarica sorgente EH200	Discharge (I), (Ampere)	3.0	1.0	0.50
	Discharge (V), (Volt)	38.0	300	42.0
Innesco neutralizzatore MHC1000	Keeper (I), (Ampere)	1.5	1.5	1.5
	Keeper (V), (Volt)	10.0	14.0	16.0
"Emission" neutralizzatore MHC1000	Bias (E), (Ampere)	3.0	1.0	0.5
	Bias (V), (Volt)	9.0	13.0	12.0
Flussi Ar e pressione di processo	Flusso Ar MHC1000, (sccm)	10	10	10
	Flusso Ar EH200, (sccm)	100	5	100
	Pressione CG2, (mbar)	1,1x10 ⁻³	0,3x10 ⁻³	1,1x10 ⁻³
Plasma ionico acceso e stabile	Senza carrello	X	X	X
	Con carrello	X	X	X

In tutte le condizioni definite dai parametri operativi di cui sopra, il plasma è risultato acceso e stabile; non è stata riscontrata alcuna anomalia e/o malfunzionamento. L'esito delle verifiche è dunque da ritenersi pienamente positivo.

7. Verifica contemporanea accensione, funzionamento, gestione e controllo sistema per plasma ionico KRI EH200/MHC1000 e catodo standard magnetron affiancato al sistema KRI

Sono stati effettuati opportuni test per verificare il corretto funzionamento dell'HW e SW dell'impianto nel caso di processo IBAD propriamente detto (contemporaneo utilizzo del sistema KRI EH200/MHC1000 e del catodo standard magnetron, largo 3" ed alimentato da generatore Advanced Energy Pinnacle Plus da 5 kW, ad esso affiancato).

Il sistema KRI EH200/MHC1000 è stato installato in “posizione 6” in camera di processo mentre il catodo standard magnetron in questione (con montato un target di tungsteno) è stato installato in “posizione 5” (vedere documento di riferimento “Schema funzionale impianto KS_ELB_KS_ED-02_08_01”).

I test sono stati condotti:

- a) senza il carrello davanti sistema sorgente+neutralizzatore;
- b) con il carrello in scansione ed il tubo in rotazione davanti al catodo.

Per quanto riguarda il caso a), ogni test ha avuto una durata di 10 minuti.

Per quanto riguarda il caso b), il carrello è stato fatto oscillare con corsa massima in camera di processo (da un estremo della stessa a quello opposto). Per quanto riguarda le velocità di scansione del carrello e rotazione del tubo e per quanto riguarda il numero di “pendolamenti”, i valori (validi per ogni condizione di prova) sono stati riportati nella seguente tabella.

Velocità di traslazione (m/min)	Velocità di spinning (rpm)	Numero di dondolamenti (1 dondolamento=A+R)
1	10	5
1	30	5
5	10	5
5	30	5

Di seguito le condizioni operative testate:

		Parametri Operativi
Scarica sorgente EH200	Discharge (I), (Ampere)	3.0
	Discharge (V), (Volt)	31.0
Innesco neutralizzatore MHC1000	Keeper (I), (Ampere)	1.5
	Keeper (V), (Volt)	9.0
“Emission” neutralizzatore MHC1000	Bias (E), (Ampere)	5.0
	Bias (V), (Volt)	16.0
Potenza alimentazione catodo SM 3”	AE Pinnacle Plus (P), (Watt)	2500
Flussi Ar e pressione di processo	Flusso Ar MHC1000, (scm)	10
	Flusso Ar EH200, (scm)	50
	Flusso Ar catodo SM 3”, (scm)	200
	Pressione CG2, (mbar)	4.0x10 ⁻³
Plasma ionico e plasma sputtering accesi e stabili	Senza carrello	X
	Con carrello	X





AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

In tutte le condizioni definite dai parametri operativi di cui sopra, il plasma è risultato acceso e stabile; non sono state riscontrate anomalie e/o malfunzionamenti. L'esito delle verifiche è dunque da ritenersi pienamente positivo.

8. Verifica funzionalità dell'up-grade del software di gestione e controllo e d'interfaccia uomo-macchina

Funzionalità	Verifica di funzionamento		Note
	SI	NO	
Pagine di controllo manuale	X		
Pagine di setup	X		
Funzioni semiautomatiche	X		
Scrittura ricette	X		
Gestione automatica ricette	X		

L'up-grade del software di gestione, controllo ed interfaccia è ben strutturato, di agevole ed intuitivo utilizzo e consente di lavorare allo sviluppo dei processi ed alla corretta definizione delle ricette.



AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

Pag. 10 di 11

9. Conclusioni

I risultati delle ispezioni, verifiche e test sull'impianto di sputtering dell'ENEA, sul quale è stata implementata la tecnica IBAD, hanno condotto alle seguenti conclusioni.

L'hardware di nuova installazione si presenta completo e funzionante in ogni sua parte ed assemblato meccanicamente in modo corretto.

Il riscontro della corrispondenza fra i componenti dell'impianto e quelli della Distinta Base, fornita da Kenosistec ad ENEA ed approvata da ENEA, ha avuto esito positivo.

L'up-grade del software di controllo e gestione dell'impianto (gestione del vuoto, della meccanica, dei processi e di tutto l'hardware sia di vecchia che di nuova installazione) risulta completo nelle funzionalità richieste e di agevole utilizzo.

I test di funzionamento dell'impianto hanno avuto esito positivo. In particolare vale, in sintesi, quanto segue:

1. La verifica della tenuta del vuoto della camera di processo ha evidenziato un comportamento analogo alle condizioni precedenti l'intervento ed, in particolare, non evidentemente distinguibile dalla situazione precedente l'installazione dei nuovi materiali e componenti. Nella fattispecie è stato verificato che:
 - il tempo necessario all'innesco delle pompe HV da condizioni di pressione atmosferica (con prevuoto realizzato con gruppo rotativa ad olio + roots) risulta inferiore a 10 min;
 - il Leak Test automatico, condotto mediante l'apposito tool del sw dell'impianto, ha avuto esito positivo;
 - il vuoto base in camera di processo risulta inferiore a $5 \cdot 10^{-7}$ mbar dopo circa 10 ore di pompaggio.
2. La verifica della gestione dei flussimetri e delle letture delle pressioni mediante i vacuometri di processo ha avuto esito positivo.
3. Il plasma si accende regolarmente ed è stabile su tutti i catodi (compresi i catodi che sono stati spostati per realizzare la richiesta modifica alla configurazione processistica della "sezione sputtering" della macchina). Per ogni elettrodo i test sono stati condotti ad un livello di potenza di alimentazione basso, medio ed alto.
4. Il plasma in Argon del sistema sorgente+neutralizzatore Kaufman&Robinson EH200/MHC100 s'innesca, si accende e risulta stabile; sono state condotte prove con flussi di gas Argon e pressioni di funzionamento nel range previsto per il sistema e su 3 livelli di tensione/corrente di alimentazione della sorgente scelti nel range indicato nel manuale della sorgente (alta corrente/bassa tensione, alta corrente/alta tensione, bassa corrente/bassa tensione).
5. E' stata verificata la gestione e controllo del sistema sorgente+neutralizzatore Kaufman&Robinson EH200/MHC100 sia mediante i quadri di alimentazione, comando e controllo elettronico KRI che per mezzo del software dell'impianto di sputtering modificato ad hoc.
6. E' stata verificata la contemporanea e regolare accensione e stabilità del fascio ionico del sistema KRI EH200/MHC100 e del plasma del catodo standard magnetron installato di fianco alla sorgente (processo Ion Beam Assisted Sputtering).

I test di cui ai punti 4., 5. e 6. sono stati effettuati sia senza carrello porta-substrato presente in zona di deposizione della camera di processo che con pallet traslante in zona di deposizione e tubo-substrato rotante (velocità di traslazione = 1 m/min e 5 m/min; velocità di rotazione = 10 rpm e 30 rpm).



AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE,
L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

Pag. 11 di 11

In sintesi: la valutazione di tutte le verifiche ed i test funzionali oggetto di collaudo (verifiche e test descritti in dettaglio nel presente documento) permette di formulare un giudizio di esito positivo. In particolare, possiamo dichiarare che:

- la fornitura è completa;
- tutti i componenti (sia standard che speciali, cioè realizzati ad hoc), i materiali e le strumentazioni installati per la realizzazione dell'implementazione della tecnica IBAD sull'impianto di sputtering dell'ENEA sono qualitativamente rispondenti alle specifiche richieste;
- il collaudo funzionale finale ha dato esito positivo.

Per l'ENEA

Ing. Alessandro Antonaia
(Responsabile Unico di Procedimento)

Ing. Antonio Guglielmo

Visto ed accettato per Kenosistec S.r.l.

Dott. Mario Tescari
(Legale Rappresentante dell'Impresa)

Dott. Stefano Perugini

2.3 Simulazione ottica di strutture interferenziali a film sottili a partire da indici ottici di materiali bulk

Come è stato sottolineato nei paragrafi precedenti, l'obiettivo di questo progetto è quello di migliorare i parametri fototermici dei rivestimenti solari realizzati con la tecnologia Cermet utilizzando la configurazione multistrato suggerita dai ricercatori dell'NREL. Le prestazioni che si intendono raggiungere con questa nuova configurazione sono del 97% e 7% per l'assorbanza (α) e l'emissività emisferica (ε) di rivestimenti realizzati per la temperatura operativa di 400°C e del 95% e 12% per l'assorbanza e l'emissività emisferica di rivestimenti realizzati per la temperatura operativa di 580°C. Una volta fissati questi valori d'eccellenza per i parametri fototermici, è nata l'esigenza di verificare se da un punto di vista puramente teorico erano realizzabili rivestimenti multistrato in grado di soddisfare questi requisiti tecnici. E' stata quindi condotta un'attività di progettazione ottica che ha avuto come primo obiettivo la simulazione della risposta spettrale di una serie di strutture multistrato dielettrico-metallo al fine di valutare i valori massimi teorici dei parametri fototermici che si potevano ottenere con queste strutture e, come secondo obiettivo, lo studio della dipendenza delle prestazioni fototermiche del rivestimento multistrato dalle proprietà ottiche dei materiali utilizzati per simulare il rivestimento stesso.

Di seguito sono presentati i risultati scaturiti da questo lavoro di simulazione che è stato condotto utilizzando il software di progettazione ottica Macleod, lo stesso utilizzato dai ricercatori NREL. In particolare, le simulazioni sono state condotte su due gruppi diversi di materiali, il primo formato dai materiali proposti da Kennedy nel suo brevetto e il secondo formato dai materiali testati nell'ultimo decennio nei laboratori ENEA che hanno dimostrato un'eccellente stabilità ottica e strutturale ad alta temperatura (580°C).

Progettazione ottica dei rivestimenti NREL

Il lavoro di simulazione condotto dall'NREL e presentato nel loro brevetto può essere riassunto nella progettazione ottica di 2 strutture. La prima struttura, individuata dalla sigla NREL#6A, è composta da strati metallici di siliciuro di titanio (TiSi) alternati a strati ceramici di biossido di titanio (TiO₂) e biossido di silicio (SiO₂). La struttura è composta da 9 strati secondo lo schema riportato in Tabella 9. Gli indici di rifrazione complessi dei diversi materiali che compongono il rivestimento sono stati presi dalla banca dati fornita insieme al software di simulazione ottica Macleod.

La Figura 60 mostra la curva di riflettanza del multistrato NREL#6A nell'intervallo spettrale 0.3-16 μm . Questo rivestimento è stato ottimizzato per operare alle basse temperature ($T < 400^\circ\text{C}$) presentando la curva di riflettanza una frequenza di taglio molto alta. Il valore dell'assorbanza solare risulta pari al 96.62% mentre i valori dell'emissività emisferica, riportati in Tabella 10, confermano l'ipotesi di un rivestimento ottimizzato per la bassa temperatura.

Tabella 9. Schema della struttura a 9 strati del rivestimento NREL#6A

Incident Angle (deg): 0.00
 Reference wavelength (nm) 510.00

Layer	Material	Refractive Index	Extinction Coefficient	Optical Thickness (FWOT)	Physical Thickness (nm)	Geometric Thickness
Medium	Air	1.00000	0.00000			
1	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.20614278	71.92	0.14101961
2	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.02606008	4.41	0.00864706
3	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.09028778	31.50	0.06176471
4	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.18141595	30.70	0.06019608
5	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.06403158	14.77	0.02896078
6	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.30087329	104.97	0.20582353
7	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.06498534	14.99	0.02939216
8	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.65399885	228.17	0.44739216
9	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	8.08016141	1863.83	3.65456863
Substrate	Air	1.00000	0.00000			
				9.66795706	2365.26	4.63776471

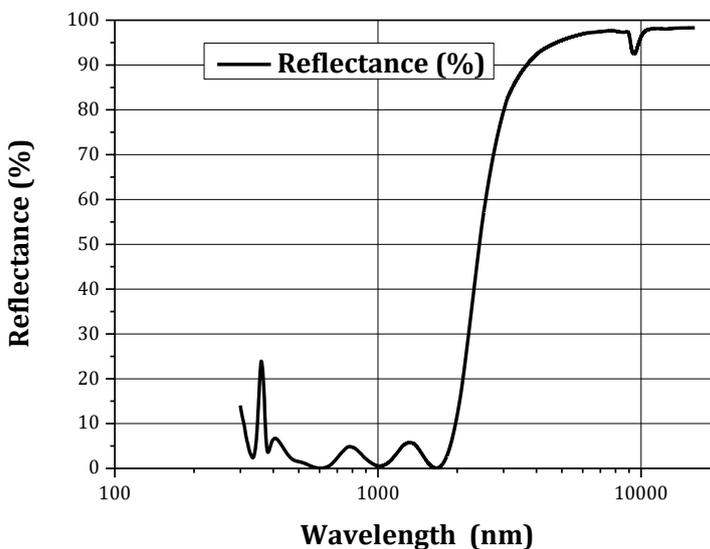


Figura 60. Riflettanza della struttura multistrato NREL#6A

Tabella 10. Valori dell'emissività del rivestimento NREL#6A

Temperatura (°C)	ϵ (%)
300	5.49
400	7.92
500	11.23
600	15.27

Utilizzando la stessa struttura a 9 strati e gli stessi materiali proposti dall’NREL si è proceduto all’ottimizzazione di una struttura per i 400°C e di una struttura per i 580°C.

La prima struttura ottimizzata è stata quella a 400°C: in Tabella 11 è riportato lo schema realizzativo di questo rivestimento mentre in Figura 61 è mostrata la curva di riflettanza. In questo caso l'assorbanza solare è pari al 97.32% mentre l'emissività emisferica risulta pari al 6.55%, pertanto, almeno dal punto di vista puramente teorico, i requisiti tecnici stabiliti in fase progettuale sono soddisfatti.

Tabella 11. Schema della struttura a 9 strati del rivestimento NREL#6A ottimizzato per i 400°C

Incident Angle (deg): 0.00
Reference wavelength (nm) 510.00

Layer	Material	Refractive Index	Extinction Coefficient	Optical Thickness (FWOT)	Physical Thickness (nm)	Geometric Thickness
Medium	Air	1.00000	0.00000			
1	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.24720294	86.25	0.16910833
2	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.04032771	6.82	0.01338124
3	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.06064658	21.16	0.04148754
4	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.15640444	26.47	0.05189695
5	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.07846021	18.10	0.03548669
6	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.27780895	96.92	0.19004551
7	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.09261155	21.36	0.04188719
8	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.60879777	212.40	0.41647068
9	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.56358197	130.00	0.25490196
Substrate	Air	1.00000	0.00000			
				2.12584212	619.48	1.21466610

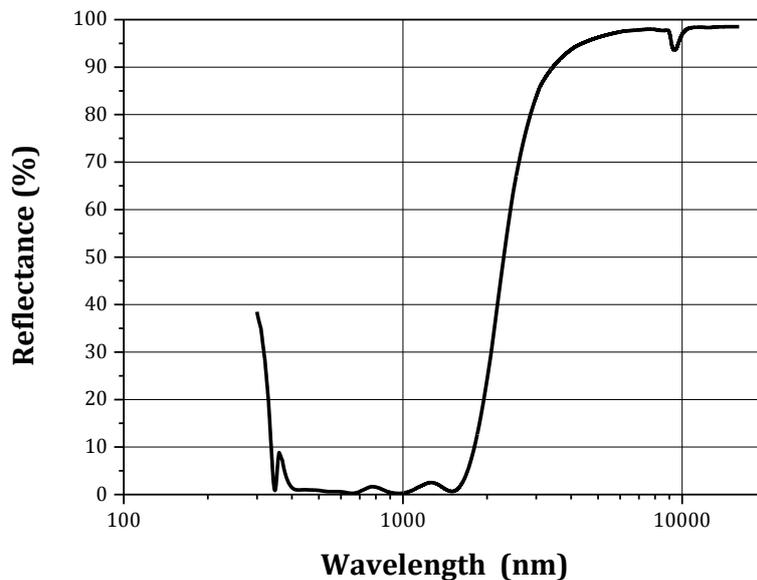


Figura 61. Riflettanza della struttura multistrato NREL#6A ottimizzata per i 400°C

Il secondo rivestimento ottimizzato è stato quello a 580°C: la Tabella 12 illustra la struttura del rivestimento mentre la Figura 62 riporta la curva di riflettanza. L'assorbanza solare e l'emissività emisferica a 580°C risultano pari rispettivamente a 95.25% e 8.18%. Ancora una volta i requisiti tecnici stabiliti in fase progettuali sono soddisfatti almeno dal punto di vista teorico.

Tabella 12. Schema della struttura a 9 strati del rivestimento NREL#6A ottimizzato per i 580°C

Incident Angle (deg): 0.00
Reference wavelength (nm) 510.00

Layer	Material	Refractive Index	Extinction Coefficient	Optical Thickness (FWOT)	Physical Thickness (nm)	Geometric Thickness
Medium	Air	1.00000	0.00000			
1	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.22261321	77.67	0.15228682
2	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.03144082	5.32	0.01043246
3	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.05075943	17.71	0.03472387
4	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.11056657	18.71	0.03668737
5	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.07829964	18.06	0.03541407
6	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.21510938	75.05	0.14715355
7	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.31570843	72.82	0.14279147
8	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	1.17221063	408.97	0.80189414
9	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.49143661	113.36	0.22227140
Substrate	Air	1.00000	0.00000			
				2.68814474	807.66	1.58365515

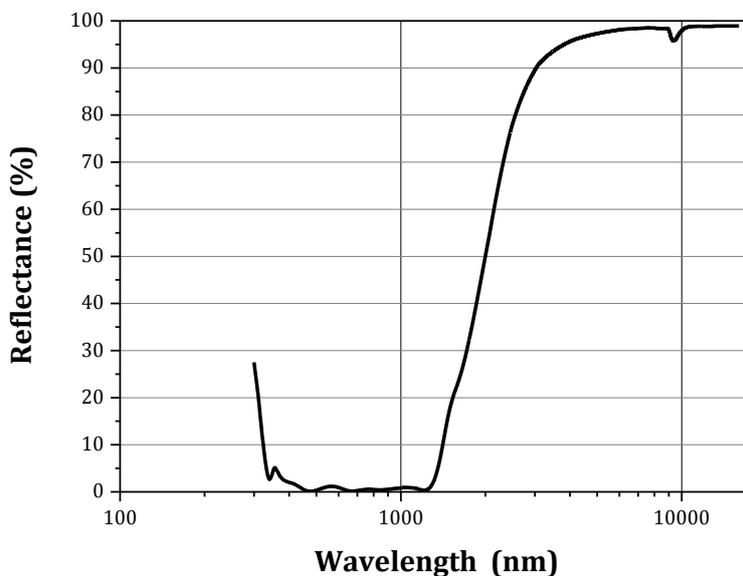


Figura 62. Riflettanza della struttura multistrato NREL#6A ottimizzata per i 580°C

La seconda struttura presentata dall’NREL nel loro brevetto e individuata dalla sigla NREL#6B è composta da strati metallici di platino (Pt) e siliciuro di titanio (TiSi) alternati a strati ceramici di biossido di titanio (TiO₂) e biossido di silicio (SiO₂). La struttura è composta da 9 strati secondo lo schema riportato in Tabella 13. Anche l’indice di rifrazione complesso del platino è stato preso dalla banca dati fornita insieme al software di simulazione ottica Macleod.

Tabella 13. Schema della struttura a 9 strati del rivestimento NREL#6B

Incident Angle (deg): 0.00
Reference wavelength (nm) 510.00

Layer	Material	Refractive Index	Extinction Coefficient	Optical Thickness (FWOT)	Physical Thickness (nm)	Geometric Thickness
Medium	Air	1.00000	0.00000			
1	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.19436237	67.81	0.13296078
2	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.02588280	4.38	0.00858824
3	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.08197558	28.60	0.05607843
4	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.21238075	35.94	0.07047059
5	Pt (palik)	2.00768	3.50174	0.01291215	3.28	0.00643137
6	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.21090342	35.69	0.06998039
7	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.08982630	20.72	0.04062745
8	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.22938830	80.03	0.15692157
9	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	8.95562097	2065.77	4.05052941
Substrate	Air	1.00000	0.00000			
				10.01325263	2342.22	4.59258824

In Figura 63 è mostrata la curva di riflettanza della struttura multistrato NREL#6B: l'assorbanza solare di questo rivestimento è pari a 95.96% mentre l'emissività emisferica alle diverse temperature operative di 300, 400, 500 e 600°C è riportata in Tabella 14.

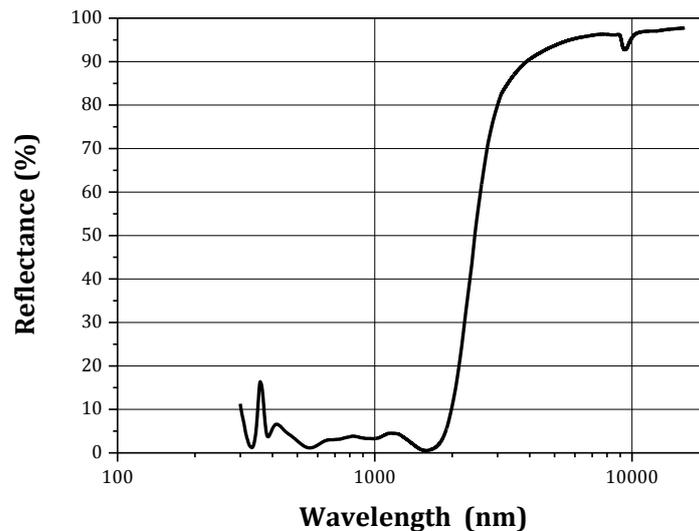


Figura 63. Riflettanza della struttura multistrato NREL#6B

Tabella 14. Valori dell'emissività del rivestimento NREL#6B

Temperatura (°C)	ϵ (%)
300	6.76
400	7.92
500	12.47
600	16.48

Dall'analisi dei parametri fototermici è evidente che il rivestimento NREL#6B ha prestazioni peggiori rispetto al rivestimento NREL#6A e questo è dovuto essenzialmente alla sostituzione del TiSi nello strato 5 del rivestimento NREL#6A con il Pt nello stesso strato del rivestimento NREL#6B. In particolare, fissata la temperatura di lavoro, l'emissività emisferica del rivestimento NREL#6B è molto maggiore di quella del rivestimento NREL#6A poiché nella regione del vicino infrarosso e dell'infrarosso la curva di riflettanza della struttura NREL#6B è più bassa di quella della struttura NREL#6A avendo il Pt in queste regioni un potere riflettente più basso rispetto al TiSi. A conferma di quanto detto in Figura 64 è riportata la riflettanza a confronto dei due rivestimenti NREL e in Figura 65 la riflettanza di uno strato spesso di Pt a confronto con quella di uno strato spesso di TiSi.

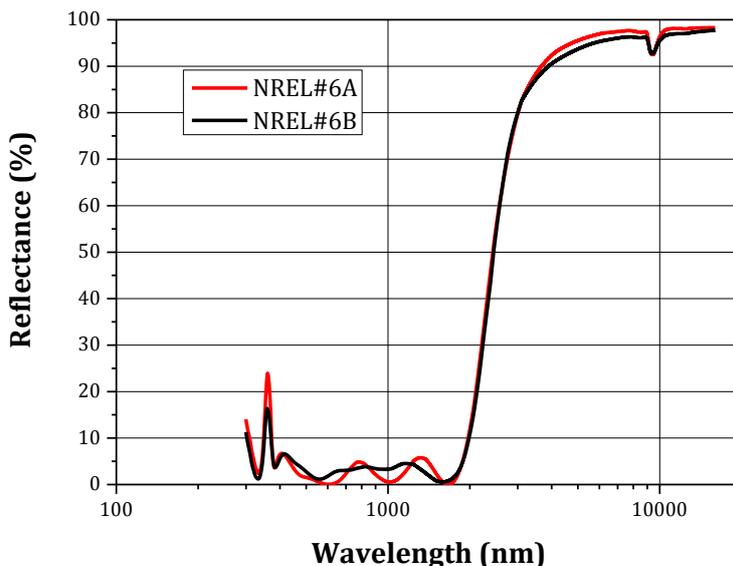


Figura 64. Riflettanza a confronto dei rivestimenti NREL#6A e NREL#6B

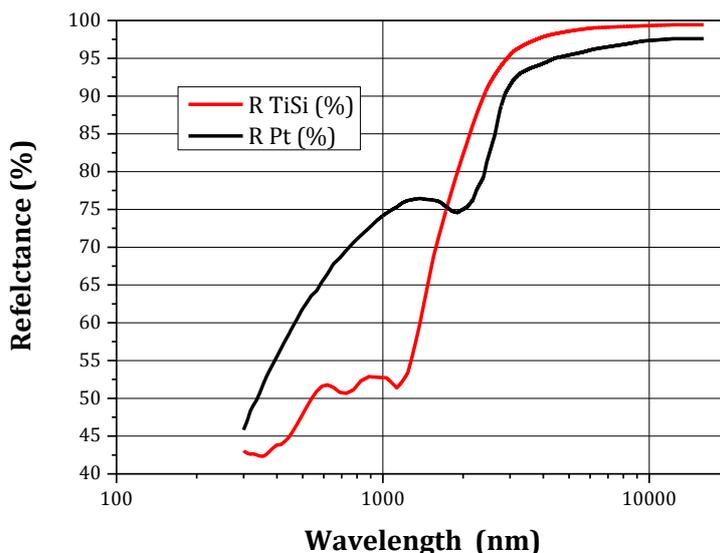


Figura 65. Riflettanze di uno strato spesso di TiSi a confronto con quella di uno strato spesso di Pt

Un'altra caratteristica interessante del multistrato NREL#6B è che lo strato 5 di Pt è molto più sottile di quello omologo di TiSi questo perché nella regione del visibile il comportamento riflettente dei due materiali si ribalta completamente, come si può vedere dalla Figura 65, per cui affinché risulti confrontabile la componente di segnale trasmessa dallo strato 5 e, quindi, efficace il meccanismo interferometrico, c'è bisogno che lo strato di Pt sia molto più sottile dello strato di TiSi.

Il passo successivo dell'attività di simulazione ha riguardato l'ottimizzazione di due strutture multistrato rispettivamente per le temperature operative di 400°C e 580°C secondo lo schema del rivestimento NREL#6B. La Tabella 15 riporta lo schema della struttura a 9 strati del rivestimento NREL#6B ottimizzato per i 400°C mentre in Figura 66 è illustrata la curva di riflettanza di questo rivestimento. Nel caso in esame l'assorbanza solare risulta pari a 97.02% mentre l'emissività emisferica risulta pari a 7.37%. Anche in questo caso risulta evidente l'effetto del Pt che tende ad innalzare l'emissività emisferica del rivestimento rispetto a quella dell'omologo rivestimento con il TiSi.

Tabella 15. Schema della struttura a 9 strati del rivestimento NREL#6B ottimizzato per i 400°C

Incident Angle (deg): 0.00
Reference wavelength (nm) 510.00

Layer	Material	Refractive Index	Extinction Coefficient	Optical Thickness (FWOT)	Physical Thickness (nm)	Geometric Thickness
Medium	Air	1.00000	0.00000			
1	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.24352315	84.96	0.16659104
2	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.04356736	7.37	0.01445619
3	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.05670820	19.78	0.03879335
4	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.12962506	21.94	0.04301122
5	Pt (palik)	2.00768	3.50174	0.01171249	2.98	0.00583384
6	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.07202601	12.19	0.02389913
7	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.06730879	15.53	0.03044303
8	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.24828117	86.62	0.16984594
9	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.56358197	130.00	0.25490196
Substrate	Air	1.00000	0.00000	1.43633420	381.37	0.74777569

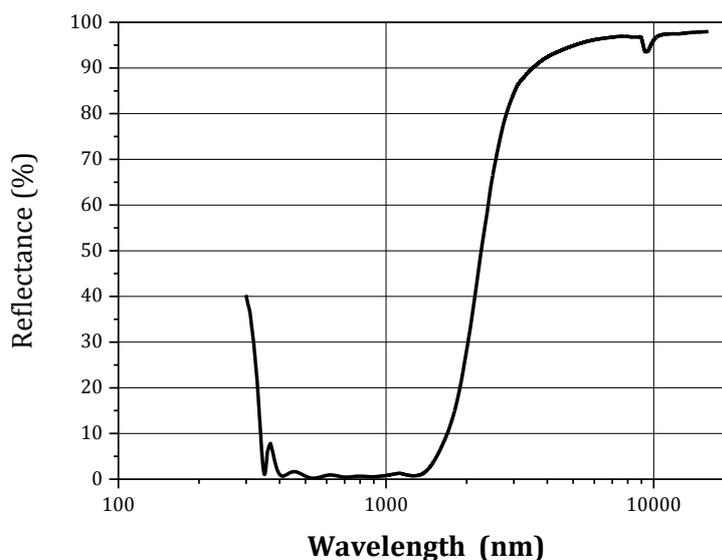


Figura 66. Riflettanza della struttura multistrato NREL#6B ottimizzata per i 400°C

L'ultima struttura ottimizzata seguendo lo schema del rivestimento NREL#6B è stata quella per la temperatura operativa di 580°C. La Tabella 16 riporta lo schema della struttura a 9 strati del rivestimento mentre in Figura 67 è illustrata la curva di riflettanza di questo rivestimento. In questo caso l'assorbanza solare risulta pari a 95.45% mentre l'emissività emisferica risulta pari a 11.98%. Ancora una volta risulta evidente l'effetto del Pt che tende ad innalzare l'emissività emisferica del rivestimento rispetto a quella dell'omologo rivestimento con il TiSi.

Tabella 16. Schema della struttura a 9 strati del rivestimento NREL#6B ottimizzato per i 580°C

Incident Angle (deg): 0.00
Reference wavelength (nm) 510.00

Layer	Material	Refractive Index	Extinction Coefficient	Optical Thickness (FWOT)	Physical Thickness (nm)	Geometric Thickness
Medium	Air	1.00000	0.00000			
1	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.16610226	57.95	0.11362841
2	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.02368009	4.01	0.00785735
3	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.06780702	23.66	0.04638591
4	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.13188852	22.32	0.04376226
5	Pt (palik)	2.00768	3.50174	0.01755048	4.46	0.00874166
6	TiO2 (sopra)	3.01375	0.00000	0.02072186	3.51	0.00687577
7	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.05160043	11.90	0.02333831
8	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.24160412	84.29	0.16527825
9	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.56358197	130.00	0.25490196
Substrate	Air	1.00000	0.00000			
				1.28453675	342.09	0.67076989

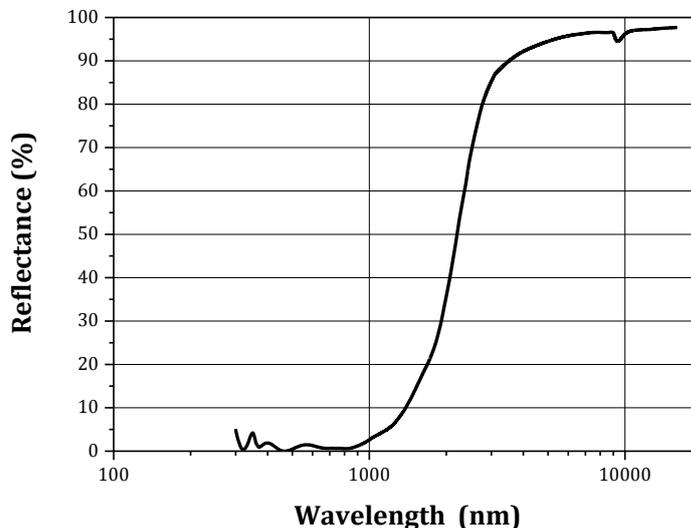


Figura 67. Riflettanza della struttura multistrato NREL#6B ottimizzata per i 580°C

Progettazione ottica dei rivestimenti ENEA

Nel 2009 i ricercatori dell'ENEA hanno pubblicato un brevetto [8] per la fabbricazione di un innovativo rivestimento spettralmente selettivo con processi di sputtering reattivo per impiego ad alta temperatura con elevate prestazioni di stabilità termo-meccanica e chimica ed elevate prestazioni foto-termiche. L'idea brevettuale consisteva nell'utilizzo dell'azoto come gas reattivo per la sua capacità di formare sia nitruri metallici sia nitruri ceramici, permettendo in questo modo di ottenere stabili ed efficaci strati CERMET con

processi reattivi ad alta velocità di deposizione e a basso costo, particolarmente adatti per essere impiegati su sistemi di produzione industriale. In particolare, la stratificazione del rivestimento secondo brevetto ENEA che è stata realizzata e testata in temperatura era composta da quattro strati depositati su un substrato nel seguente ordine:

- STRATO N° 1: Riflettore a Infrarossi di W;
- STRATO N° 2: Multistrato di CERMET di WN-AIN;
- STRATO N° 3: Primo antiriflesso di AIN;
- STRATO N° 4: Secondo antiriflesso di SiO₂.

Questi materiali hanno dimostrato un'elevata stabilità ottica e termica fino alla temperatura di 580°C, pertanto, si è deciso di partire da questi materiali per simulare alcune strutture multistrato ottimizzate per le temperature operative di 400 e 580°C. Il primo rivestimento, individuato dalla sigla ENEA15L-1, è stato ottimizzato per i 400°C e come obiettivo dell'ottimizzazione si è mirato ad avere un rivestimento con un'assorbanza solare superiore al 97%. I materiali utilizzati sono stati il tungsteno, il nitruro d'alluminio e il biossido di silicio che combinati opportunamente secondo lo schema di Tabella 17 hanno consentito di raggiungere un valore di assorbanza solare pari a 97.16%. Tuttavia, l'emissività emisferica di questo rivestimento è risultata pari a 9.54%, un valore molto più alto rispetto a quello atteso da progetto.

Tabella 17. Schema della struttura multistrato ENEA15L-1 ottimizzata per i 400°C

Incident Angle (deg): 0.00
Reference wavelength (nm) 510.00

Layer	Material	Refractive Index	Extinction Coefficient	Optical Thickness (FWOT)	Physical Thickness (nm)	Geometric Thickness
Medium	Air	1.00000	0.00000			
1	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.25839203	90.15	0.17676265
2	AIN	2.13400	0.00064	0.21425936	51.21	0.10040270
3	W (palik)	3.43114	2.71371	0.03349489	4.98	0.00976202
4	AIN	2.13400	0.00064	0.20963353	50.10	0.09823502
5	W (palik)	3.43114	2.71371	0.04763573	7.08	0.01388334
6	AIN	2.13400	0.00064	0.24339918	58.17	0.11405772
7	W (palik)	3.43114	2.71371	0.04592923	6.83	0.01338598
8	AIN	2.13400	0.00064	0.29281609	69.98	0.13721466
9	W (palik)	3.43114	2.71371	0.05126995	7.62	0.01494253
10	AIN	2.13400	0.00064	0.27781257	66.39	0.13018396
11	W (palik)	3.43114	2.71371	0.06502399	9.67	0.01895111
12	AIN	2.13400	0.00064	0.44026909	105.22	0.20631167
13	W (palik)	3.43114	2.71371	0.09829769	14.61	0.02864867
14	AIN	2.13400	0.00064	0.50509074	120.71	0.23668733
15	W (palik)	3.43114	2.71371	0.87460509	130.00	0.25490196
Substrate	Air	1.00000	0.00000			
				3.65792915	792.71	1.55433134

Il secondo rivestimento progettato sempre per i 400°C è stato invece ottimizzato con l'obiettivo di avere un'emissività emisferica minore o uguale al 7%. Questo rivestimento è individuato dalla sigla ENEA11L-2 e lo schema realizzativo è riportato in Tabella 18. I valori dell'assorbanza solare e dell'emissività emisferica sono risultati pari rispettivamente a 95.79% e a 6.82%. Infine, i tentativi effettuati per cercare di soddisfare contemporaneamente entrambi i requisiti di progetto ($\alpha \geq 97\%$, $\epsilon \leq 7\%$) non sono andati a buon fine. Per capire perché con il tungsteno non si riescono a soddisfare contemporaneamente i requisiti tecnici di progetto, in Figura 68 sono state riportate le riflettanze spettrali dei rivestimenti ENEA15L-1 e ENEA11L-2 a confronto con quella del rivestimento NREL#6A ottimizzato per i 400°C. Come si può vedere da questa figura, nonostante il rivestimento NREL#6A presenti una transizione tra visibile e infrarosso ritardata e meno ripida rispetto a quella del rivestimento ENEA11L-2, la perdita di emissività in questa zona viene completamente recuperata nella zona dell'infrarosso dove il rivestimento ha un maggior potere riflettente

a causa delle proprietà ottiche del TiSi, bassa riflettanza nel visibile e alta riflettanza nell’infrarosso. Allo stesso tempo, la transizione ritardata e la minore pendenza della curva della riflettanza del rivestimento NREL#6A consentono di ottenere un valore di assorbanza solare maggiore rispetto a quello del rivestimento ENEA11L-2 soddisfacendo così i requisiti tecnici di progetto. In pratica, le proprietà ottiche del tungsteno sono tali da non poter ottenere contemporaneamente valori di assorbanza solare ed emissività emisferica come da progetto. In realtà, basterebbe sostituire nello schema di Tabella 18 il tungsteno dello strato 3 con il TiSi, ed ottimizzare la struttura risultante per riuscire a soddisfare i requisiti tecnici di progetto; in questo caso l’assorbanza solare e l’emissività emisferica del rivestimento sono risultati pari rispettivamente al 97.00% e al 7.08%. Lo schema di questa struttura multistrato dalla sigla ENEA11L-3 è riportato in Tabella 19 mentre in Figura 69 sono mostrate le tre curve di riflettanza dei tre rivestimenti ENEA ottimizzati per i 400°C.

Tabella 18. Schema della struttura multistrato ENEA11L-2 ottimizzata per i 400°C

Incident Angle (deg): 0.00
Reference wavelength (nm) 510.00

Layer	Material	Refractive Index	Extinction Coefficient	Optical Thickness (FWOT)	Physical Thickness (nm)	Geometric Thickness
Medium	Air	1.00000	0.00000			
1	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.22480825	78.43	0.15378841
2	AIN	2.13400	0.00064	0.19956480	47.69	0.09351678
3	W (palik)	3.43114	2.71371	0.03722247	5.53	0.01084842
4	AIN	2.13400	0.00064	0.18989654	45.38	0.08898620
5	W (palik)	3.43114	2.71371	0.06278279	9.33	0.01829792
6	AIN	2.13400	0.00064	0.20242087	48.38	0.09485514
7	W (palik)	3.43114	2.71371	0.08663661	12.88	0.02525007
8	AIN	2.13400	0.00064	0.23061016	55.11	0.10806474
9	W (palik)	3.43114	2.71371	0.11035162	16.40	0.03216177
10	AIN	2.13400	0.00064	0.06873203	16.43	0.03220808
11	W (palik)	3.43114	2.71371	0.87460509	130.00	0.25490196
Substrate	Air	1.00000	0.00000			
				2.28763121	465.57	0.91287949

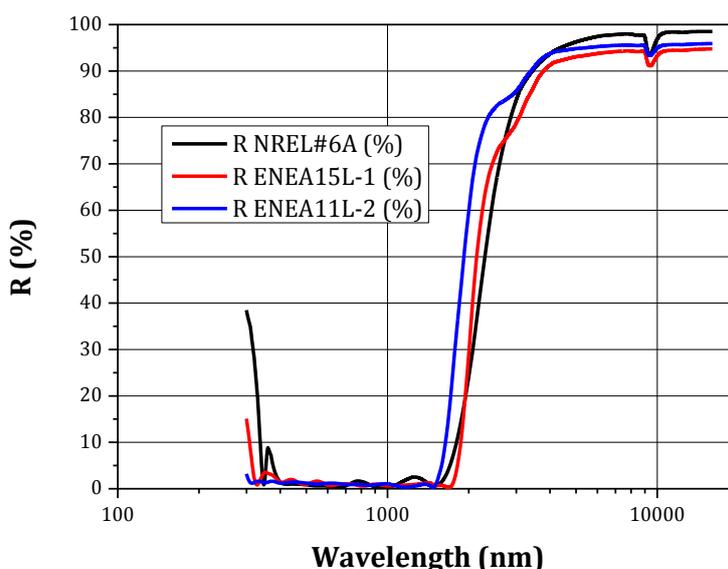


Figura 68. Riflettanze spettrali a confronto dei rivestimenti ENEA15L-1, ENEA11L-2 e NREL#6A ottimizzato per i 400°C

Tabella 19. Schema della struttura multistrato ENEA11L-3 ottimizzata per i 400°C

Incident Angle (deg): 0.00
Reference wavelength (nm) 510.00

Layer	Material	Refractive Index	Extinction Coefficient	Optical Thickness (FWOT)	Physical Thickness (nm)	Geometric Thickness
Medium	Air	1.00000	0.00000			
1	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.25153284	87.76	0.17207037
2	AIN	2.13400	0.00064	0.18019721	43.06	0.08444106
3	TiSi (sopra)	2.21098	2.61715	0.03433515	7.92	0.01552941
4	AIN	2.13400	0.00064	0.23832649	56.96	0.11168064
5	W (palik)	3.43114	2.71371	0.05510979	8.19	0.01606164
6	AIN	2.13400	0.00064	0.19805642	47.33	0.09280995
7	W (palik)	3.43114	2.71371	0.06552865	9.74	0.01909820
8	AIN	2.13400	0.00064	0.32681253	78.10	0.15314552
9	W (palik)	3.43114	2.71371	0.06134995	9.12	0.01788032
10	AIN	2.13400	0.00064	0.28035893	67.00	0.13137720
11	W (palik)	3.43114	2.71371	0.87460509	130.00	0.25490196
Substrate	Air	1.00000	0.00000	2.56621305	545.19	1.06899627

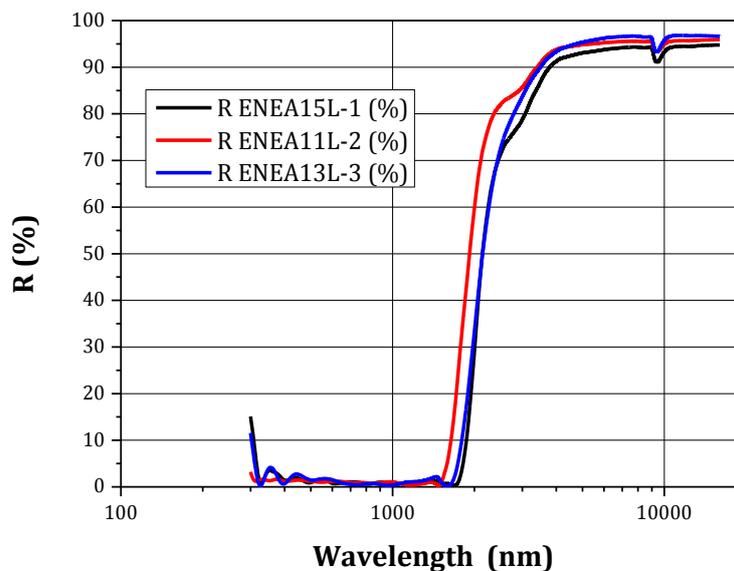


Figura 69. Riflettanze spettrali a confronto dei rivestimenti ENEA15L-1, ENEA11L-2 e ENEA11L-3

L'analisi appena fatta sulla sostituzione del primo strato metallico con un altro dalle proprietà ottiche migliori, bassa riflettanza nel visibile e alta riflettanza nell'infrarosso, ha evidenziato l'importanza che ha questo primo strato metallico sulle prestazioni ottiche del rivestimento solare. Questo strato metallico è in genere molto sottile, pochi nanometri, e deve avere proprietà ottiche quanto più prossime a quelle del materiale bulk per assicurare ottime prestazioni al rivestimento solare. Pertanto, non è solo importante che il metallo scelto abbia proprietà ottiche adatte per un rivestimento solare multistrato, bassa riflettanza nel visibile ed alta riflettanza nell'infrarosso, ma anche che il processo scelto per depositarlo sia tale da garantire la realizzazione di sottili strati metallici con proprietà ottiche prossime a quelle del materiale bulk. Pertanto, è stata fondamentale l'attività di ricerca bibliografica descritta in precedenza sulle tecniche capaci di depositare sottili strati metallici con proprietà ottiche prossime a quelle di bulk. Quest'attività è stata propedeutica per la scelta della tecnica di deposizione più idonea agli scopi del progetto e, quindi, per l'individuazione sul mercato della sorgente più adatta per attuare il processo di deposizione secondo la tecnica scelta.

Prima di concludere questo paragrafo, sono riportati i risultati scaturiti dalla simulazione di un rivestimento ENEA per i 580°C. Lo schema della struttura ottimizzata per i 580°C è mostrato in Tabella 20 mentre la Figura 70 illustra la curva di riflettanza di questo rivestimento. L'assorbanza solare e l'emissività emisferica, pari rispettivamente al 95.29% e al 9.1%, soddisfano i requisiti tecnici di progetto considerati di eccellenza per i rivestimenti operativi alla temperatura di 580°C.

Tabella 20. Schema della struttura multistrato ottimizzata per i 580°C

Incident Angle (deg): 0.00
Reference wavelength (nm) 510.00

Layer	Material	Refractive Index	Extinction Coefficient	Optical Thickness (FWOT)	Physical Thickness (nm)	Geometric Thickness
Medium	Air	1.00000	0.00000			
1	SiO2 (palik)	1.46180	0.00000	0.21510781	75.05	0.14715247
2	AlN	2.13400	0.00064	0.19178948	45.84	0.08987324
3	W (palik)	3.43114	2.71371	0.04026293	5.98	0.01173455
4	AlN	2.13400	0.00064	0.18019370	43.06	0.08443941
5	W (palik)	3.43114	2.71371	0.07212739	10.72	0.02102139
6	AlN	2.13400	0.00064	0.18961970	45.32	0.08885647
7	W (palik)	3.43114	2.71371	0.10630506	15.80	0.03098241
8	AlN	2.13400	0.00064	0.24023218	57.41	0.11257366
9	W (palik)	3.43114	2.71371	0.87460509	130.00	0.25490196
Substrate	Air	1.00000	0.00000			
				2.11024335	429.18	0.84153556

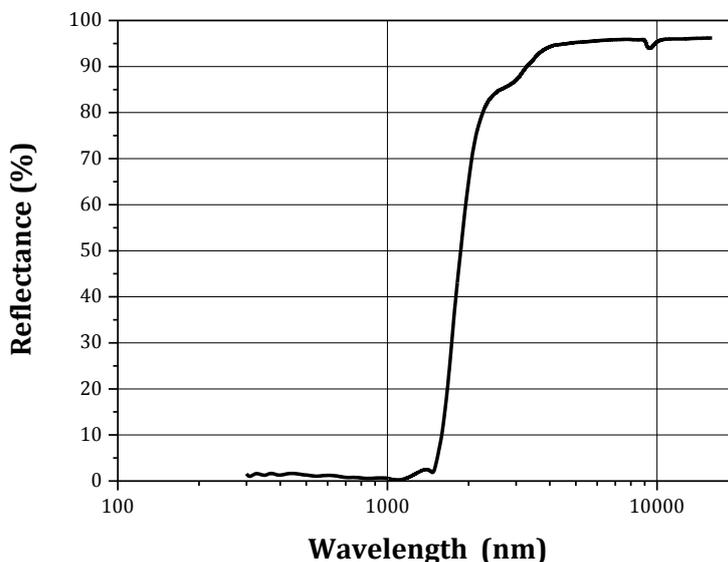


Figura 70. Riflettanza della struttura multistrato ENEA ottimizzata per i 580°C

2.4 Prove di fabbricazione di strati metallici molto sottili ottenuti mediante tecnica IBAD. Comparazione dei risultati con quelli ottenuti mediante tecnica standard sputtering e valutazione prospettica delle potenzialità della nuova tecnica

Fabbricazione e caratterizzazione di strati metallici e dielettrici prodotti con tecnica di sputtering

L'obiettivo di questo progetto è quello di migliorare i parametri foto-termici dei rivestimenti solari utilizzando la configurazione multistrato dielettrico-metallo in sostituzione della consolidata tecnologia a base di strati CERMET. Fissati alcuni valori d'eccellenza per i parametri foto-termici (97% e 7% per l'assorbanza (α) e l'emissività (ε) per coating di utilizzo a 400°C, 95% e 12% per coating di utilizzo a 580°C), la sfida tecnologica della proposta progettuale consiste nel verificare se sono realizzabili rivestimenti multistrato dielettrico-metallo in grado di soddisfare questi eccellenti requisiti tecnici.

Con riferimento all'obiettivo su esposto, grande importanza sull'efficacia foto-termica assume la qualità ottica del film metallico in forma molto sottile (< 10 nm), strato che risulterà otticamente tanto più efficace quanto più le sue proprietà si approssimeranno a quelle del materiale di bulk. Da oltre 10 anni, la tecnica principe utilizzata con successo in ENEA per la fabbricazione dei coating solari a base di strati CERMET è la tecnica magnetron sputtering. Tuttavia, questa tecnica non è in grado di produrre strati sottili altamente compatti ed a bassa densità di difetti. Per lo strato sottile metallico questo fatto dà luogo a microporosità e difetti del grano cristallino che inficiano fortemente le proprietà metalliche dello strato stesso (bassa riflettanza spettrale e bassa conducibilità elettrica). Viceversa, la deposizione per sputtering assistita da cannone ionico (sputtering+IBAD) ha tutti i requisiti per produrre materiali più compatti e meno difettati. La caratterizzazione strutturale ed ottica degli strati prodotti e la correlazione tra le proprietà derivanti è un'attività di fondamentale importanza per il perseguimento dell'obiettivo del progetto. Di conseguenza, era essenziale partire dall'attività preliminare di fabbricazione di strati sottili metallici mediante la classica tecnica di sputtering magnetron, dalla caratterizzazione degli stessi strati e dalla comparazione tra i coefficienti ottici dei materiali così prodotti e quelli relativi agli stessi materiali in forma di cristalli bulk. D'altro lato, il completamento dell'implementazione della tecnica IBAD sul nostro preesistente impianto di sputtering è avvenuto solo in prossimità della scadenza dell'annualità di progetto (inizio settembre 2013) e questo ritardo non ha consentito l'ottimizzazione di campioni prodotti con tecnica sputtering+IBAD.

Lo studio dei campioni prodotti con l'impianto di sputtering di cui sopra è stato effettuato analizzando le proprietà ottiche dei campioni (riflettanza, trasmittanza, coefficienti ottici) al fine di valutare quali condizioni di deposizione soddisfano maggiormente le specifiche richieste. La riflettanza e la trasmittanza totale dei campioni sono state misurate con l'ausilio di uno spettrofotometro UV-VIS-NIR a doppio raggio della Perkin Elmer modello Lambda 900 (L900) dotato di sfera integratrice operante nel range 200 - 2500 nm. La valutazione degli indici di rifrazione e dei coefficienti di estinzione dei singoli materiali è stata effettuata attraverso misure ellissometriche con l'ausilio di un ellissometro spettroscopico della Jobin-Yvon mod. UV ISELTM di tipo Photo-Elastic Modulator (PEM) operante nel range 200 - 1750 nm. La tecnica ellissometrica consente la misura diretta dell'indice di rifrazione e del coefficiente di estinzione sulla struttura film - substrato. Per avere informazioni sul singolo strato occorre elaborare la misura con l'ausilio del software DeltaPsi mediante tecnica interpolativa. La tecnica consiste nel modellizzare il comportamento ottico con una funzione dielettrica di forma nota che interpola i dati sperimentali: una regressione non lineare fornisce la misura indiretta dei coefficienti della funzione dielettrica e, quindi, delle proprietà ottiche del film sottile. Per validare le stime effettuate con la tecnica ellissometrica delle costanti ottiche dei diversi materiali depositati, è stato usato il software di simulazione ottica MacLeod, mediante il quale la riflettanza e la trasmittanza calcolate utilizzando gli indici stimati con la tecnica ellissometrica sono messe a confronto con la riflettanza e la trasmittanza sperimentali misurate con lo spettrofotometro lambda 900. Lo spessore dei film depositati è stato misurato attraverso l'uso di un profilometro della Tencor mod. P-10.

Tungsteno

Un lavoro di ottimizzazione è stato condotto con l'obiettivo di produrre film di tungsteno con struttura cristallina di fase α . Sono stati condotti processi di sputtering modificando i pre-trattamenti del substrato (riscaldamento, plasma etching, RIE), la potenza di catodo (da 1 a 3 kW), la pressione di processo (da 4 a 15 μ bar), la velocità di scansione del carrello porta-substrati (da 50 a 200 cm/min), la velocità di rotazione del tubo porta-campione (da 20 a 50 rpm).

I film di tungsteno che presentavano una struttura di fase α molto ordinata ed a basso valore di stress intrinseco sono stati realizzati ad una potenza di catodo di 3 kW, con un flusso di argon all'interno della camera pari a 200 sccm e ad una pressione di 10 μ bar. La velocità di scansione del carrello porta-substrato era pari a 100 cm/min e la velocità di rotazione del tubo porta-campioni era di 30 rpm. I film sono stati depositati su un substrato di vetro di tipo EAGLE XG. Il campione sottoposto a caratterizzazioni ottiche aveva uno spessore di circa 1335 Angstrom misurato tramite il profilometro della Tencor. La Figura 71 riporta la curva di riflettanza misurata sul campione ottimizzato di W mediante lo spettrofotometro L900 e, per comparazione, la curva di riflettanza del W in forma bulk ottenuta utilizzando i coefficienti ottici n e k prelevati dalla libreria del software MacLeod.

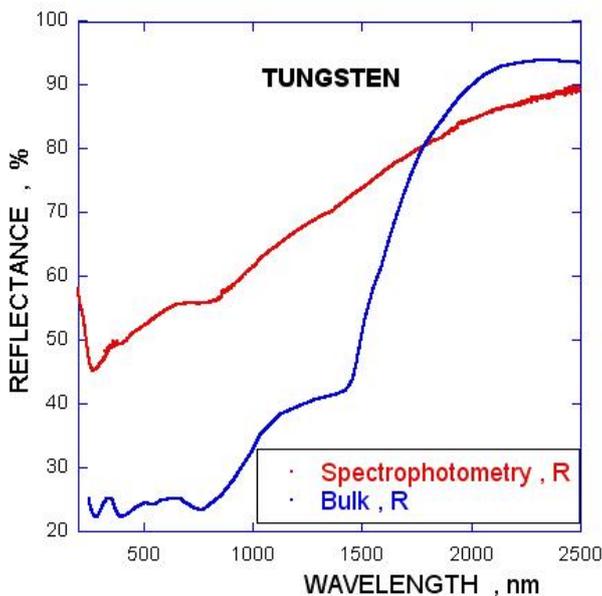


Figura 71. Riflettanza del film di tungsteno depositato per sputtering e, per comparazione, quella del tungsteno in forma bulk

Sullo stesso campione di tungsteno è stata condotta la caratterizzazione ellissometrica. La Figura 72 mostra gli spettri dell'indice di rifrazione e del coefficiente di estinzione misurati mediante tale tecnica.

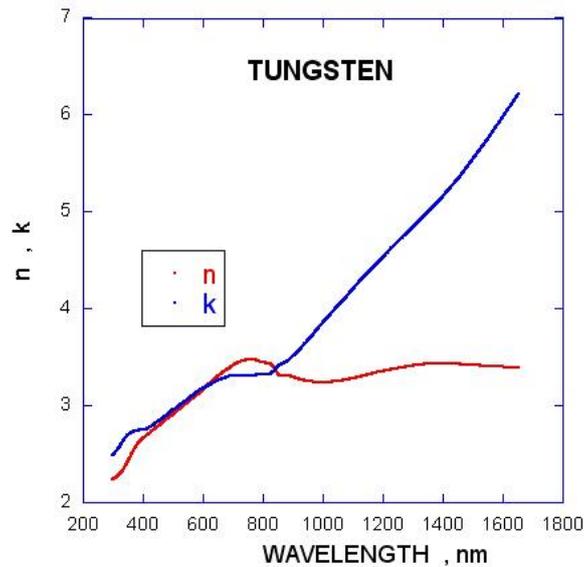


Figura 72. Spettri dell'indice di rifrazione e del coefficiente di estinzione misurati con ellissometria sul film di tungsteno depositato per sputtering

L'indice di rifrazione e il coefficiente di estinzione misurati ellissometricamente sono stati utilizzati all'interno del software MacLeod per simulare il film depositato e ricavare la relativa curva di riflettanza. Nella Figura 73 sono messe a confronto la riflettanza misurata con lo spettrofotometro e quella calcolata con il software MacLeod.

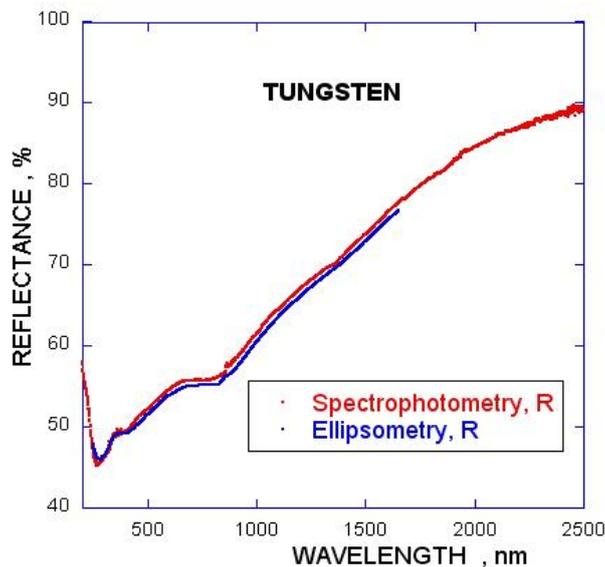


Figura 73. Confronto tra lo spettro di riflettanza misurato spettrofotometricamente e quello elaborato con indici ottici ellissometrici

Il confronto mostrato in Figura 73 ci indica soltanto un shift molto piccolo tra i due spettri di riflettanza, confortandoci sulla bontà della tecnica ellissometrica per la valutazione degli indici ottici del nostro strato metallico di tungsteno.

In Figura 74 sono stati messi a confronto gli spettri degli indici ottici ellissometrici misurati sul film sputterato e quelli dello stesso materiale in forma bulk. Dal confronto tra un film sottile poli-micro-

cristallino ed un mono-cristallo (bulk) emerge che gli andamenti spettrali degli indici ottici mostrano delle decise similitudini. Tuttavia, i valori si differenziano abbastanza (coefficiente di estinzione) o in modo marcato (indice di rifrazione).

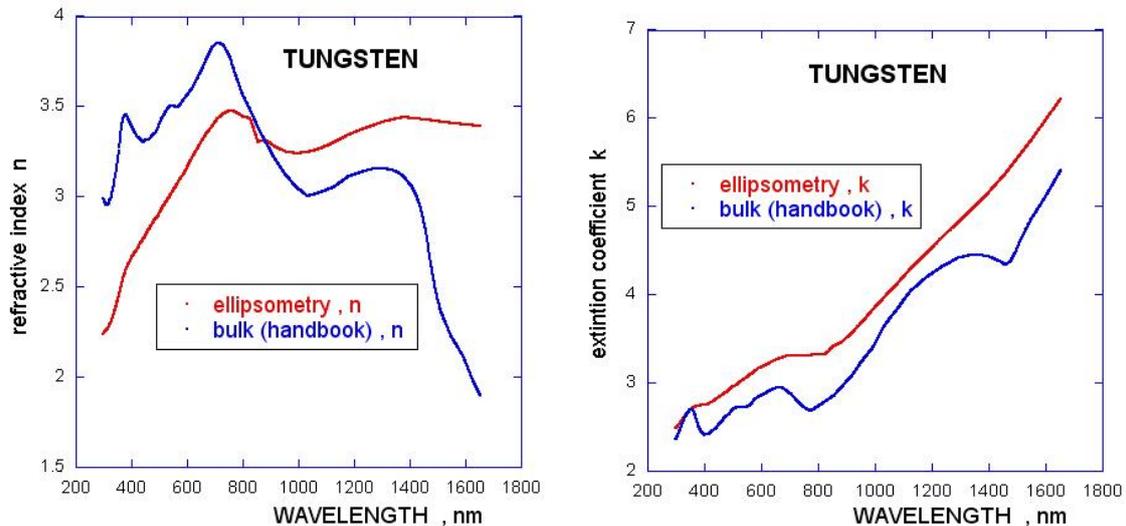


Figura 74. Spettri dell'indice di rifrazione e del coefficiente di estinzione misurati con ellissometria sul film di tungsteno depositato per sputtering e confronto con gli indici ottici dello stesso materiale in forma bulk

Argento

Un lavoro di ottimizzazione è stato condotto con l'obiettivo di produrre film di argento con struttura cubica e domini cristallini sufficientemente grandi da dar luogo a buone proprietà di adesione su vetro. Sono stati condotti processi di sputtering modificando i pre-trattamenti del substrato (riscaldamento, plasma etching, RIE), la potenza di catodo (da 0.5 a 1.5 kW), la pressione di processo (da 4 a 15 μ bar), la velocità di scansione del carrello porta-substrati (da 100 a 300 cm/min), la velocità di rotazione del tubo porta-campione (da 20 a 50 rpm).

I film di argento che presentavano una morfologia ad hoc per buone proprietà di adesione sono stati realizzati ad una potenza di catodo di 1 kW, con un flusso di argon all'interno della camera pari a 200 sccm e ad una pressione di 10 μ bar. La velocità di scansione del carrello porta-substrato era pari a 200 cm/min e la velocità di rotazione del tubo porta-campioni era di 30 rpm. I film sono stati depositati su un substrato di vetro di tipo EAGLE XG. Il campione sottoposto a caratterizzazioni ottiche aveva uno spessore di circa 1150 Angstrom misurato tramite il profilometro della Tencor. La Figura 75 riporta la curva di riflettanza misurata sul campione ottimizzato di Ag mediante lo spettrofotometro L900.

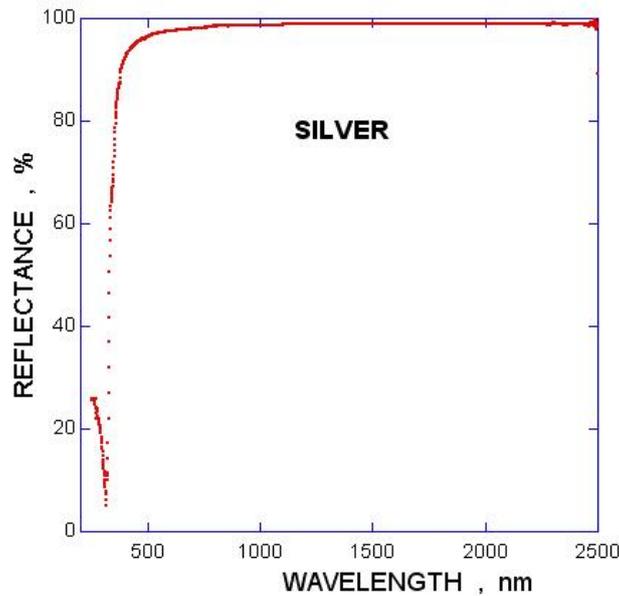


Figura 75. Riflettanza del film di argento depositato per sputtering

Sullo stesso campione di tungsteno è stata condotta la caratterizzazione ellissometrica. La Figura 76 mostra gli spettri dell'indice di rifrazione e del coefficiente di estinzione misurati mediante tale tecnica.

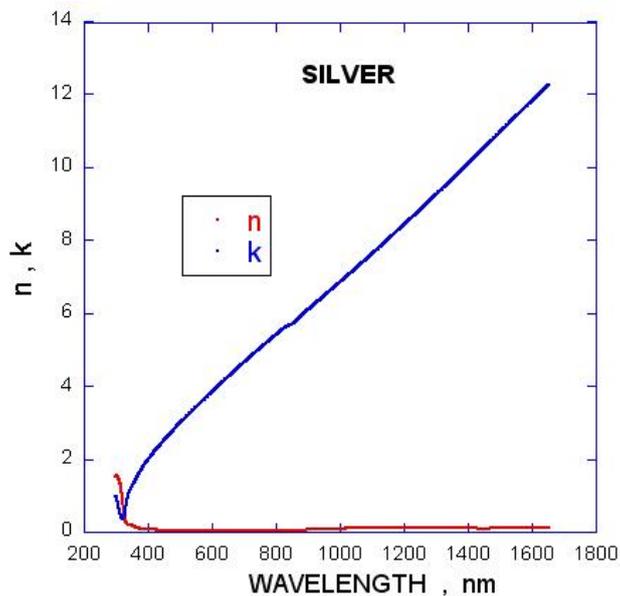


Figura 76. Spettri dell'indice di rifrazione e del coefficiente di estinzione misurati con ellissometria sul film di argento depositato per sputtering

L'indice di rifrazione e il coefficiente di estinzione misurati ellissometricamente sono stati utilizzati all'interno del software MacLeod per simulare il film depositato e ricavare la relativa curva di riflettanza. Nella Figura 77 sono messe a confronto la riflettanza misurata con lo spettrofotometro e quella calcolata con il software MacLeod.

Il confronto mostrato in Figura 77 ci indica un shift piccolo ma significativo tra i due spettri di riflettanza, indicandoci che la tecnica ellissometrica per la valutazione degli indici ottici del nostro strato di argento

soffre particolarmente per materiali il cui indice di rifrazione è tanto piccolo da avvicinarsi al valore zero. In questi casi la valutazione accurata dell'indice di rifrazione è molto problematica.

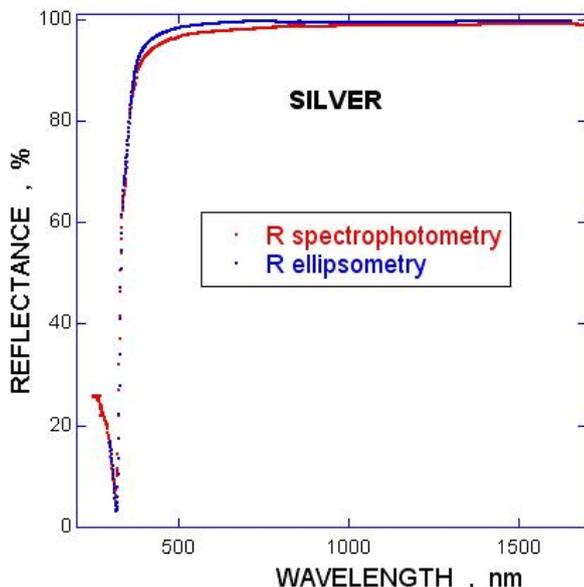


Figura 77. Confronto tra lo spettro di riflettanza misurato spettrofotometricamente e quello elaborato con indici ottici ellissometrici

In Figura 78 sono stati messi a confronto gli spettri degli indici ottici ellissometrici misurati sul film sputterato e quelli dello stesso materiale in forma bulk. Dal confronto tra un film sottile poli-microcristallino ed un mono-cristallo (bulk) emerge che gli andamenti spettrali degli indici ottici mostrano delle decise similitudini. Tuttavia, mentre i valori del coefficiente di estinzione sono praticamente sovrapponibili, per l'indice di rifrazione il discostamento è alquanto significativo.

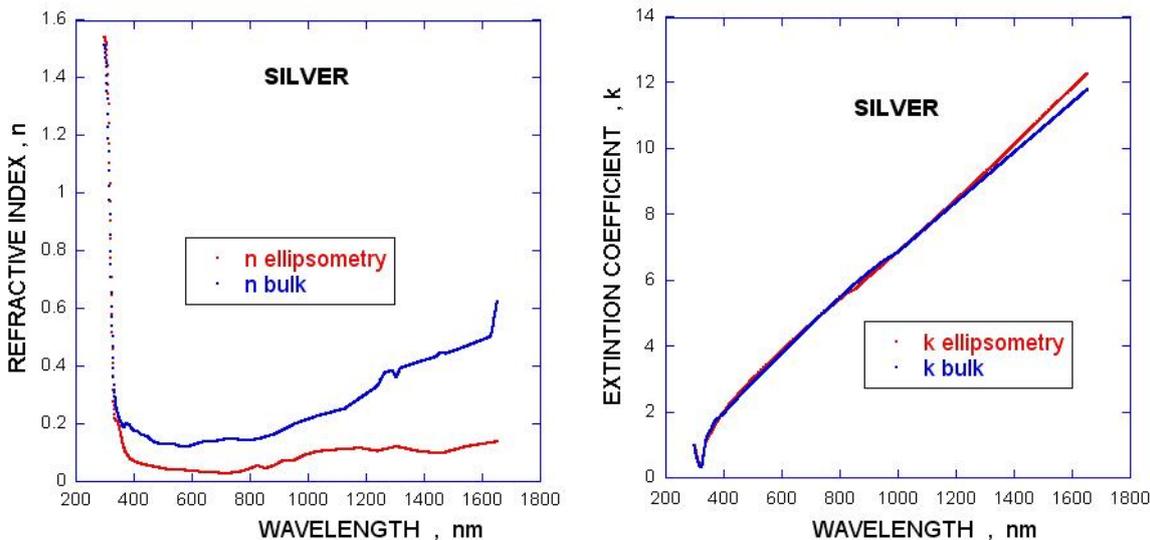


Figura 78. Spettri dell'indice di rifrazione e del coefficiente di estinzione misurati con ellissometria sul film di argento depositato per sputtering e confronto con gli indici ottici dello stesso materiale in forma bulk

Ossido di Silicio

Ossido di silicio è stato ottimizzato e depositato utilizzando la tecnica dello sputtering reattivo. Tramite tecnica di Plasma Emission Monitoring (PEM) quantità controllate di ossigeno vengono immesse in prossimità del target di Silicio con l'obiettivo di mantenere le condizioni di superficie del target in regime di transizione con alta velocità di deposito e materiale depositato quanto più prossimo alla silice stechiometrica.

A valle del lavoro di ottimizzazione (deposizioni sotto controllo PEM e caratterizzazione ottica dei film prodotti), film di SiO_2 con indice di rifrazione appropriato (prossimo a quello di bulk) e coefficiente di estinzione prossimo a zero sono stati fabbricati su vetro XG-EAGLE con un flusso di argon di 200 sccm e un flusso di ossigeno di 44 sccm, quest'ultimo selezionato attraverso la curva di isteresi realizzata con l'ausilio del PEM. La potenza applicata al target di Silicio era pari a 2 kW e la pressione di lavoro era di 6 μbar . La velocità di scansione del carrello era pari a 300 cm/min, mentre la velocità di rotazione del tubo era di 60 rpm. Il campione depositato aveva uno spessore di circa 825 Angstrom misurato tramite il profilometro della Tencor. La Figura 79 mostra le curve di riflettanza e di trasmittanza misurate con lo spettrofotometro L900.

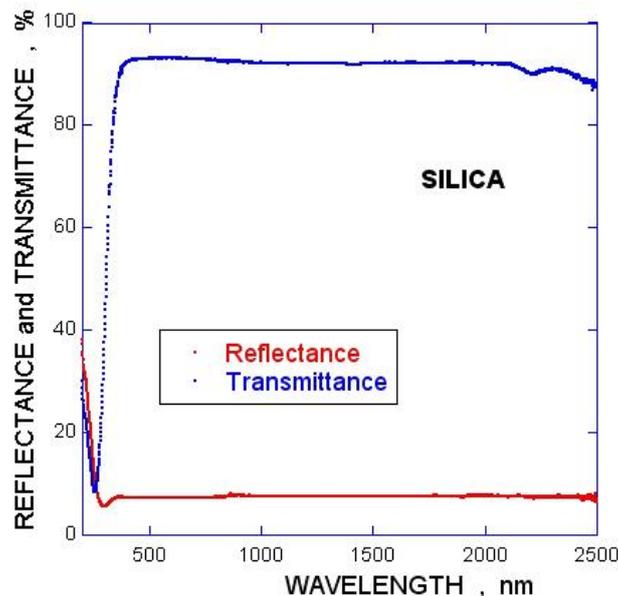


Figura 79. Riflettanza e trasmittanza del campione di SiO_2 depositato per sputtering reattivo

Sullo stesso campione di ossido di silicio è stata condotta la caratterizzazione ellissometrica. La Figura 80 mostra gli spettri dell'indice di rifrazione e del coefficiente di estinzione misurati mediante tale tecnica.

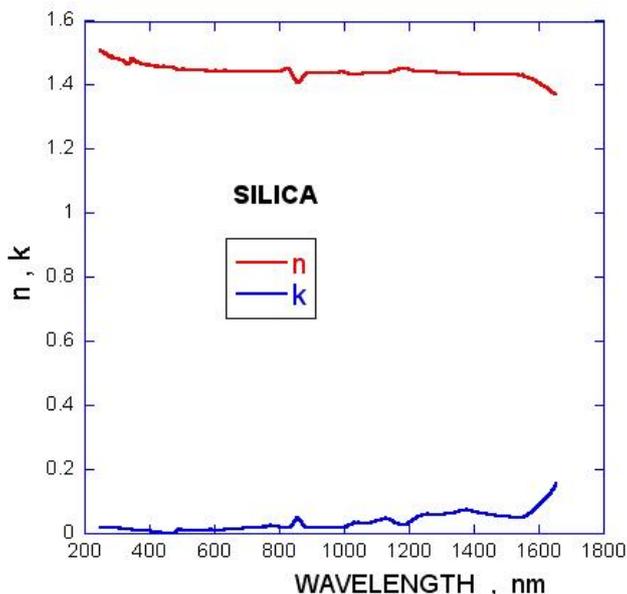


Figura 80. Spettri dell'indice di rifrazione e del coefficiente di estinzione misurati con ellissometria sul film di SiO₂ depositato per sputtering reattivo

L'indice di rifrazione e il coefficiente di estinzione misurati ellissometricamente sono stati utilizzati all'interno del software MacLeod per simulare il film depositato e ricavare le relative curve spettrali di riflettanza e di trasmittanza. Nella figura 81 sono messi a confronto gli spettri misurati con lo spettrofotometro e quelli calcolati con il software MacLeod.

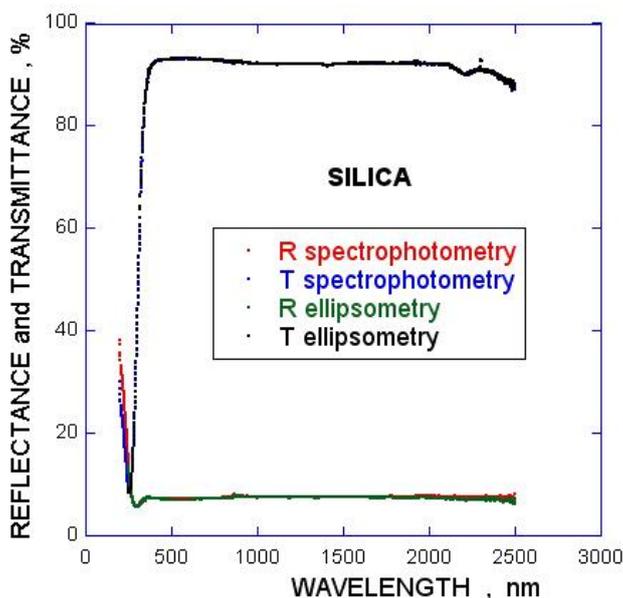


Figura 81. Confronto tra le curve di riflettanza e trasmittanza misurate spettrofotometricamente e quelle elaborate con indici ottici ellissometrici

Il confronto mostrato in Figura 81 ci indica che non è apprezzabile alcuno shift significativo tra le curve spettrofotometriche e quelle ellissometriche, confortandoci sulla bontà della tecnica ellissometrica per la valutazione degli indici ottici del nostro strato dielettrico di ossido di silicio.

3 Conclusioni

Nonostante il coating solare per tubi ricevitori sviluppato e messo a punto dall'ENEA in precedenti programmi di ricerca e la cui tecnologia è stata trasferita con successo all'industria nazionale, rappresenti lo stato dell'arte per le applicazioni ad alta temperatura (con particolare riferimento agli impianti "parabolic trough" a Sali fusi), per mantenere e consolidare tale posizione di leadership si è reputato indispensabile continuare l'attività di sviluppo di nuovi rivestimenti per tubi ricevitori caratterizzati da un'ancora migliore efficienza di conversione foto-termica (alta assorbanza solare e bassa emissività termica).

Per far ciò la strategia individuata dai ricercatori ENEA e proposta fra gli obiettivi finali del Triennio 2012-2014 della "Linea Progettuale 2: Solare Termodinamico" del "Progetto B.1.3: Energia elettrica da fonte solare" dell'AdP fra ENEA e MSE, era la sostituzione della consolidata tecnologia del coating a base di strati "Cermet" con la più innovativa tecnologia di "filtri ottici del tipo interferenziale" a partire da stratificazioni di film sottili ceramici e metallici fabbricati con tecnica di deposizione del tipo sputtering opportunamente modificata.

Con particolare riferimento all' "Obiettivo LP2a - Sviluppo di strati sottili ceramici e metallici ad alta compattezza e densità" previsto all'annualità 2012, i ricercatori ENEA del C.R. di Portici hanno espletato attività conformi a quelle previste nel PAR 2012 e di cui di seguito si rammentano i principali risultati ed i connessi sviluppi con attività di ricerca già programmate nel Triennio 2012-2014.

La prima fase delle attività espletate ha previsto uno studio preliminare sull'approccio promettente ed innovativo rappresentato dall'impiego di coating solari a base di strati ceramici alternati a strati metallici. In questo tipo di stratificazione grande importanza sull'efficacia foto-termica assume la qualità ottica del film metallico, strato che risulterà otticamente tanto più efficace quanto più le sue proprietà si approssimeranno a quelle del materiale di bulk. E' stata condotta un'analisi delle tecniche di deposizione (ALD, E-beam+IBAD, Sputtering+IBAD) utilizzabili per ottenere strati sottili altamente compatti ed a bassa densità di difetti. Partendo dal presupposto che la tecnica principe utilizzata in ENEA per la fabbricazione dei rivestimenti solari spettralmente selettivi è la tecnica magnetron sputtering, e che questa tecnica si è dimostrata particolarmente adatta ad essere scalabile su impianti industriali di produzione, nella nostra analisi sulle potenziali tecniche utilizzabili è sembrato piuttosto scontato scegliere e sviluppare un sistema di deposizione per film sottili metallici che abbinasse una convenzionale sorgente di sputtering ad una sorgente Ion Beam Assisted Deposition (IBAD). Sono state studiate in modo approfondito le possibili difficoltà che si possono incontrare integrando due sorgenti dai parametri di processo così diversi tra loro. La ricerca bibliografica condotta ci ha rassicurato sulla fattibilità di sottili strati metallici ad alta densità e purezza con la tecnica proposta ed ha consentito di individuare le specifiche tecniche che la sorgente IBAD doveva possedere per rendere efficace il processo di deposizione ed una serie di parametri di sistema utili per scegliere la sorgente IBAD più idonea da montare sull'impianto di sputtering presente nei laboratori ENEA. In particolare, sono stati individuati gli intervalli più opportuni per l'energia del fascio ionico (<100 eV) e per l'angolo di puntamento (in genere 20° - 30°) per un efficace effetto di compattamento del materiale depositato.

Lo studio effettuato ha permesso d'identificare una serie di ditte produttrici di sorgenti ioniche che avrebbero potuto fornire un prodotto utile allo scopo: GENCOA Ltd, CCR Technology GmbH, Kaufman & Robinson Inc (KRI). La scelta è ricaduta sulla sorgente "end-Hall" mod. EH200 della ditta KRI in quanto, oltre alle specifiche tecniche totalmente rispondenti ai nostri peculiari requisiti, ha pesato il fatto che le sorgenti ioniche della KRI sono tra le più diffuse al mondo e tra le più citate in pubblicazioni scientifiche e in brevetti con tipologie di applicazioni molto simili alla nostra. Un neutralizzatore di tipo "Hollow Cathode Electron Source (HCES)" mod. MHC1000 sempre della KRI, è stato preferito rispetto al filamento neutralizzatore standard in quanto in grado di garantire maggiore affidabilità e minore necessità di interventi di manutenzione oltre che un minore irraggiamento termico del substrato.

L'idea di massima per realizzare il previsto up-grade IBAD dell'impianto prototipale di sputtering multi-catodo dell'ENEA consiste, fondamentalmente, nell'installazione della sorgente a fascio ionico KRI EH200/MHC1000 in camera di processo in prossimità ad una delle "stazioni di sputtering" dell'impianto,

sfruttando il fatto che delle 6 flange presenti nella sezione di deposizione della camera, solo 5 risultavano già occupate da catodi per sputtering e, quindi, una sesta flangia risultava libera. La geometria (ingombro) e le caratteristiche fisiche (peso) della sorgente IBAD e del neutralizzatore individuati e sopra indicati erano compatibili per il montaggio, mediante un'interflangia realizzata ad hoc, su questa flangia libera. Una meccanica di movimentazione dell'hardware IBAD (sorgente+neutralizzatore) opportunamente progettata risultava indispensabile per variare la configurazione geometrica del sistema, in termini di distanza e posizione angolare del cannone ionico rispetto al substrato processato.

Per l'espletamento delle pianificate attività di acquisizione, installazione e messa a punto della tecnica IBAD sull'impianto di sputtering dell'ENEA è stato attivato apposito Contratto di Appalto tra l'ENEA e la società KENOSISTEC Srl (che aveva, in precedenza, curato la progettazione esecutiva su progetto preliminare dell'ENEA, la realizzazione e l'installazione presso il C.R. ENEA di Portici dell'impianto di deposizione in questione). Nel periodo di riferimento, il personale ENEA del C.R. ENEA di Portici ha, in una prima fase, curato la stesura della documentazione tecnica ed amministrativa necessaria all'attivazione del Contratto; quindi, nella fase operativa del Contratto, i ricercatori ENEA hanno espletato l'attività di controllo tecnico-amministrativo dell'Appalto e di supporto tecnico-scientifico alle attività svolte dalla ditta appaltatrice.

L'intervento realizzato con l'Appalto ha previsto una fase di studio preliminare in cui sono state sviluppate le idee di massima dell'ENEA per realizzare l'up-grade d'impianto ad "architettura IBAD". È stata individuata la configurazione più idonea degli elettrodi (catodi magnetron, sorgente ionica con il neutralizzatore) e dei device ad essi asserviti (principalmente generatori, flussimetri e valvole per immissione gas) in camera di processo; nella fattispecie è stata stabilita la posizione degli elettrodi in questione sulle 6 flange presenti nella zona centrale di deposizione della camera di processo con l'obiettivo di realizzare un efficace e corretto processo di assistenza del fascio ionico al processo di magnetron sputtering: il catodo standard magnetron alimentato da generatore DC impulsivo (già presenti sull'impianto) con installato il target del metallo, da depositare per sputtering e compattare con fascio ionico, doveva essere spostato ed affiancato al sistema "cannone ionico + neutralizzatore" (di nuova fornitura) per evitare seri problemi d'inquinamento e di affidabilità ed integrità dei componenti in fase di processo.

La ditta appaltatrice ha realizzato, come richiesto, la progettazione meccanica di un'interflangia per l'installazione della sorgente Kauffmann&Robinson EH200 e del neutralizzatore MHC1000 e di una meccanica di movimentazione di questi componenti che, tenuti in conto gli stringenti vincoli geometrici e meccanici dell'impianto, fosse in grado di garantire la massima escursione angolare (in via prudenziale anche maggiore rispetto a quella che i dati di letteratura indicavano) e la massima corsa in avvicinamento/allontanamento della sorgente e del neutralizzatore rispetto al substrato processato. L'escursione angolare che si è riusciti a realizzare è variabile da ortogonale a 45° rispetto al substrato, mentre la distanza del cannone ionico rispetto ad un tubo-substrato di 70 mm di diametro esterno è compresa fra 90 e 250 mm. Angoli compresi fra 45° e 60°, necessari per realizzare processi confocali con fascio ionico intersecanti il plasma del processo sputtering, sono possibili ma per tali angoli il neutralizzatore non potrà essere puntato in camera e pertanto sarà necessario verificare le implicazioni che questo avrà sulla fabbricazione delle varie tipologie di materiali effettuata con assistenza del fascio ionico. La meccanica progettata e realizzata ha previsto soluzioni che consentono un'agevole movimentazione manuale "esterna" ("lato aria", cioè a portello della camera di processo chiusa e quindi con l'impianto in vuoto) del sistema sorgente+neutralizzatore per quanto riguarda la corsa di allontanamento/avvicinamento al substrato, e la rotazione e traslazione trasversale manuali "lato vuoto" (a camera "in aria") dei due elettrodi per IBAD.

I componenti meccanici "speciali" progettati, realizzati con lavorazioni meccaniche da vuoto condotte "a regola d'arte", ed i componenti e materiali "commerciali" necessari all'up-grade sono stati installati da personale specializzato della Kenosistec sull'impianto di sputtering dell'ENEA. In questa fase sono state apportate le adeguate modifiche hardware per realizzare il layout "processistico" stabilito (posizione della sorgente ionica con neutralizzatore e dei catodi per sputtering) e sono state realizzate le opportune

modifiche ai quadri elettrici della macchina di deposizione per rendere possibile l'alimentazione, l'interfacciamento ed il controllo dei componenti e materiali di nuova installazione.

Oltre gli interventi sull'hardware dell'apparato di sputtering, sono state apportate opportune modifiche al software PLC di controllo e gestione dell'impianto ed al software d'interfaccia uomo/macchina (HMI - Human Machine Interface). La nuova release del sw prevede la possibilità di effettuare processi "standard ed IBAD sputtering" sia in modalità manuale che in modo automatico da "ricette" di deposizione multi-step opportunamente compilate.

Il personale Kenosistec, con la stretta collaborazione e supervisione dei ricercatori ENEA, ha portato a termine la messa a punto dell'up-grade realizzato. I test e le verifiche di collaudo finale dell'impianto sono stati condotti con esito positivo. L'impianto con l'up-grade realizzato e funzionante risultava infine disponibile per la pianificata attività sperimentale di fabbricazione materiali con tecnica IBAD.

In parallelo alle attività precedenti, è stata condotta un'attività di progettazione ottica che ha avuto come primo obiettivo la simulazione di una serie di strutture multistrato dielettrico-metallo al fine di valutare i valori massimi teorici dei parametri foto-termici che si potevano ottenere con queste strutture e, come secondo obiettivo, lo studio della dipendenza delle prestazioni foto-termiche dalle proprietà ottiche dei materiali utilizzati per simulare il rivestimento stesso. Allo scopo, è stato utilizzato il software di progettazione ottica Macleod.

La prima parte del lavoro di progettazione e simulazione ottica è stata condotta su strutture multistrato ideate e brevettate dai laboratori del NREL (Denver, USA).

La prima struttura, individuata dalla sigla NREL#6A, era composta da strati metallici di TiSi alternati a strati ceramici di TiO_2 e SiO_2 . La struttura era composta da 9 strati. In questo caso, ottimizzando la stratificazione, abbiamo raggiunto valori di assorbanza solare pari al 97.3 % e di emissività pari al 6.55 % per un coating solare ottimizzato per essere impiegato a 400 °C, mentre per coating operanti a 580 °C valori di 95.25 % e 8.18 %, rispettivamente, sono stati ottenuti. Pertanto, almeno dal punto di vista puramente teorico, i requisiti tecnici stabiliti in fase progettuale sono stati soddisfatti per entrambe le tipologie di impiego.

La seconda struttura individuata dalla sigla NREL#6B era composta da strati metallici di Pt e TiSi alternati a strati ceramici di TiO_2 e SiO_2 . La struttura era composta da 9 strati. In questo caso, ottimizzando la stratificazione, abbiamo raggiunto valori di assorbanza solare pari al 97.0 % e di emissività pari al 7.37 % per un coating solare ottimizzato per essere impiegato a 400 °C, mentre per coating operanti a 580 °C valori di 95.45 % e 12.0 %, rispettivamente, sono stati ottenuti. Dall'analisi dei risultati abbiamo capito che per questo multistrato i parametri foto-termici sono peggiori in quanto la presenza del Pt tende ad innalzare l'emissività emisferica del rivestimento rispetto a quella dell'omologo rivestimento con il TiSi.

La seconda parte del lavoro di progettazione e simulazione ottica di strutture multistrato dielettrico-metallo ha riguardato stratificazioni a base di materiali (W, AlN, SiO_2) da noi già impiegati con successo nella ideazione, realizzazione e brevettazione di coating solari, con tecnologia CERMET, per impiego ad alta temperatura.

Il primo rivestimento, individuato dalla sigla ENEA15L-1, è stato ottimizzato per i 400°C e come obiettivo dell'ottimizzazione si è mirato ad avere un rivestimento con un'assorbanza solare superiore al 97%. Il coating ottimizzato dava un valore di assorbanza solare pari a 97.2 %. Tuttavia, l'emissività di questo rivestimento è risultata pari a 9.54%, un valore molto più alto rispetto a quello atteso da progetto. Il successivo tentativo (ENEA11L-2) di abbassare l'emissività (6.82 %) ha tuttavia comportato un abbattimento dell'assorbanza (95.8 %). Dall'analisi dei risultati, quello che emerge chiaramente è che lo strato metallico di W ha proprietà ottiche che mal si adattano a strutture multistrato ad alta efficienza foto-termica.

Per questo motivo, nella stratificazione simulata, abbiamo sostituito il tungsteno con il TiSi per il primo strato metallico incontrato dalla radiazione e l'ottimizzazione della struttura risultante (ENEA11L-3) ha fornito assorbanza solare ed emissività pari rispettivamente al 97.0 % e al 7.08 %, rispettivamente, per la temperatura operativa di 400 °C. In questo caso i valori ottenuti rispettano le specifiche di progetto.

Un lavoro del tutto simile è stato condotto per il coating operante a 580 °C (ENEA11L-4) ed anche in questo caso i parametri foto-termici (95.3 % e 9.1 %) rispondono perfettamente ai requisiti di progetto.

In conclusione, l'attività di progettazione e simulazione ottica di strutture multistrato dielettrico-metallo ha dimostrato chiaramente la grande potenzialità di questa innovativa tipologia di coating solari.

Per valutare l'efficacia della tecnica di fabbricazione "Ion Beam Assisted Sputtering" (sputtering+IBAD) era essenziale partire dall'attività preliminare di fabbricazione di strati sottili metallici mediante la classica tecnica di sputtering magnetron, dalla caratterizzazione degli stessi strati e dalla comparazione tra i coefficienti ottici dei materiali così prodotti e quelli relativi agli stessi materiali in forma di cristalli bulk. D'altro lato, il completamento dell'implementazione della tecnica IBAD sul nostro preesistente impianto di sputtering è avvenuto solo in prossimità della scadenza dell'annualità di progetto (inizio settembre 2013) e questo ritardo non ha consentito l'ottimizzazione di campioni prodotti con tecnica sputtering+IBAD.

Strati sottili metallici di W, di Ag e di un materiale ceramico (SiO_2) d'interesse per il prosieguo del Progetto sono stati depositati utilizzando l'impianto multi-catodo di sputtering dell'ENEA ancora non "up-gradato".

Per quanto concerne i materiali metallici, i parametri di deposizione (vuoto base, pressione di processo, potenza di catodo, etc) sono stati ottimizzati in entrambi i casi, al fine di produrre W prevalentemente in fase cristallina α ed Ag a struttura cubica con domini di grano cristallino sufficientemente grandi. Successivamente, al fine di validare le misure ellissometriche, le riflettanze spettrali ottenute a partire dagli indici ottici ellissometrici sono state confrontate con le corrispondenti riflettanze spettrali spettrofotometriche. Alla fine di questo percorso, è risultato fondamentale confrontare gli indici ottici sperimentali determinati sui campioni prodotti in forma di film sottili con i corrispondenti indici ottici degli stessi materiali metallici in forma di cristalli bulk. Come avevamo prospettato nelle considerazioni iniziali del progetto, dal confronto emergono discostamenti importanti. In particolare, per quanto riguarda il W il coefficiente di estinzione del film prodotto si mantiene notevolmente basso all'aumentare della lunghezza d'onda, in comparazione a quanto accade per il W in forma bulk. Questo fatto comporta una risalita della riflettanza poco ripida nel vicino infrarosso, con grave detrimento delle proprietà spettralmente selettive necessarie alla realizzazione di un efficace coating solare.

Meno drammatica appare la situazione per l'Ag, laddove ad un coefficiente di estinzione praticamente sovrapponibile a quello del materiale bulk si abbina un indice di rifrazione sostanzialmente più basso rispetto al materiale di bulk per l'intero spettro di misura. Di conseguenza, i discostamenti delle rispettive riflettanze spettrali risultano meno marcati.

Per quanto concerne l'Ossido di Silicio (SiO_2), questo è stato fabbricato utilizzando la tecnica di deposizione dello sputtering reattivo con controllo PEM (Plasma Emission Monitoring).

Campioni fabbricati con processo ottimizzato sono stati caratterizzati mediante opportune misure spettrofotometriche ed ellissometriche. L'indice di rifrazione e il coefficiente di estinzione misurati ellissometricamente sono stati utilizzati all'interno del software MacLeod per simulare il film depositato e ricavare le relative curve spettrali di riflettanza e di trasmittanza. L'evidenza che è scaturita è che non apprezzabile alcuno shift significativo tra le curve spettrofotometriche e quelle ellissometriche, confortandoci sulla bontà della tecnica ellissometrica per la valutazione degli indici ottici del nostro strato dielettrico di ossido di silicio.

I risultati ottenuti su W, Ag e SiO_2 prodotti con classica tecnica di sputtering magnetron, costituiranno il riferimento per il processo di ottimizzazione degli stessi materiali prodotti con tecnica sputtering+IBAD.

Nel prosieguo del Progetto si prevede infatti di fabbricare, con tecnica IBAD sull'impianto di sputtering ENEA "up-gradato" ed ormai pienamente operativo, sia strati metallici che strati ceramici molto sottili. Sarà verificato sperimentalmente in che modo i parametri di processo (pressione in camera, flussi di gas immessi nel cannone ionico KRI EH200 e nel neutralizzatore Hollow Cathode MHC1000, tensione e corrente di alimentazione dei 2 componenti del sistema IBAD, inclinazione e distanza della sorgente ionica rispetto al substrato, potenza di alimentazione dei catodi per sputtering, sequenza temporale deposizione/compattamento, parametri cinematici quali velocità di scansione e spinning del substrato etc.) possono influenzare le caratteristiche dei materiali depositati.

Saranno effettuate, per le varie tipologie di materiali, opportune caratterizzazioni strutturali, ottiche ed elettriche. Nel caso dei metalli, l'obiettivo sarà l'ottimizzazione dei materiali in termini di compattazione e di indici ottici appropriati. Per gli strati ceramici sarà importante valutare, fra l'altro, le proprietà di barriera

rispetto agli agenti ossidanti. In ogni caso saranno comparate le proprietà ottico-strutturali dei materiali prodotti con tecnica IBAD con quelle degli stessi materiali fabbricati con tecnica di sputtering standard. Successivamente si potrà, quindi, procedere all'ottimizzazione, fabbricazione e caratterizzazione di filtri interferenziali del tipo a stratificazione metallo/ossido prodotti con tecnica IBAD idonei per essere adoperati in qualità di coating solari per tubi ricevitori.

4 Riferimenti bibliografici

- [1] E. C. Kennedy, "High temperature solar selective coatings", International patent No. WO2009/051595 (2009).
- [2] G.A. Al-Jumaily, S.R. Wilson, J.J. McNally, J.R. McNeil, J.M. Bennett and H.H. Hurt, "Influence of metal films on the optical scatter and related microstructure of coated surfaces", Applied Optics, Vol. 25 (1986), pp. 3631-3634.
- [3] G.A. Al-Jumaily, S.R. Wilson, L.L. DeHainaut, J.J. McNally and J.R. McNeil, "Optical properties of Cu films deposited using ion assisted deposition", J. Vac. Sci. Technol. A, Vol. 5 (1987), pp. 1909-1910.
- [4] K.-H. Bäther, U Herrmann and A. Schröer, "Ion-beam-assisted deposition of magnetron-sputtered metal nitrides", Surf. Coat. Technol., Vol. 74-75 (1995), pp.793-801.
- [5] V. V. Zhurin, H. R. Kaufman, J. R. Kahn, K. A. Thompson, "Ion-assisted Magnetron Deposition", United States Patent No. US 6,454,910 B1 (2002).
- [6] U. Kritz, J. Butz, G. Janicke and V. S. Veerasamy, "Method of forming coated article using sputtering target(s) and ion source(s) and corresponding apparatus", United States Patent No. US 2006/0008657 A1 (2006).
- [7] H. R. Kaufman and J. M. E. Harper, "Ion-assist applications of broad-beam ion sources", SPIE Proceeding, Vol. 5527 (2004), pp.50-68.
- [8] A. Antonaia, S. Esposito, M. Addonizio, A. Guglielmo; "Solar selective absorber based on double nitride composite material and process for its preparation", PCT Patent 2012/172505 (2012).