

UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA INDUSTRIALE CORSO DI LAUREA MAGISTRALE IN INGEGNERIA DELL'ENERGIA ELETTRICA

Tesi di Laurea Magistrale in Ingegneria dell'Energia Elettrica

Realizzazione e prove di un convertitore piezoelettrico basato su AlN in configurazione a trave a sbalzo

Relatore: Prof. Daniele Desideri

Laureando: Michele Gava

Sommario

Il lavoro di questa tesi riguarda la realizzazione e le prove di un convertitore piezoelettrico per energy harvesting con film in nitruro di alluminio. La deposizione del film in nitruro di alluminio è stata realizzata presso il laboratorio di materiali micro-nanostrutturati dell'Università di Padova tramite un processo di magnetron sputtering reattivo. Sul montaggio della configurazione sono state fatte delle prove in modo da avere un sistema funzionante in modo affidabile. Una configurazione a cantilever con film in AlN è stata quindi studiata con shaker elettrodinamico.

Indice

1	Intr	Introduzione							
2	Eler	ementi di struttura cristallina							
	2.1	Elementi di fisica dello stato solido	3						
	2.2	Elementi di struttura cristallina	4						
		2.2.1 Sistemi Reticolari	5						
		2.2.2 Sistemi Cristallini	6						
3	Piez	Piezoelettricità 9							
	3.1	Materiali Dielettrici	9						
	3.2	Effetto piezoelettrico diretto	10						
	3.3	Effetto piezoelettrico inverso	11						
	3.4	Elasticità	12						
	3.5	Relazioni lineari per materiali piezoelettrici	12						
4	Mag	Iagnetron Sputtering15							
	4.1	Processo di sputtering	15						
	4.2	Efficienza di sputtering (Sputtering Yeld)	16						
	4.3	Magnetron Sputtering DC	17						
	4.4	Configurazioni Magnetron	19						
		4.4.1 Configurazione bilanciata	19						
		4.4.2 Configurazione sbilanciata (tipo 1 e 2)	19						
		4.4.3 Configurazione mista	20						
	4.5	Magnetron sputtering DC pulsato	21						
	4.6	RF Sputtering	21						
5	Modello elettromeccanico per								
	racc	oglitori d'energia piezoelettrici	23						
	5.1	Equazione circuitale	25						
	5.2	Soluzione elettromeccanica del problema	26						
	5.3	Traslazione della base alla frequenza naturale	29						
	5.4	Risposte in frequenza	30						
6	Real	lizzazione sperimentale dei film	33						
	6.1	Substrato del deposito	33						
	6.2	Nitruro di Alluminio	34						
		6.2.1 Proprietà del Nitruro di Alluminio	34						
		6.2.2 Sintesi del Nitruro di Alluminio	36						
		6.2.3 Proprietà piezoelettriche del Nitruro di Alluminio	36						

	6.3	a Magnetron Sputtering								
		6.3.1	Camera di sputtering							
		6.3.2	Catodo							
		6.3.3	Sistema di pompaggio							
		6.3.4	Sistema di raffreddamento							
		6.3.5	Sistema di alimentazione e monitoraggio							
		6.3.6	Sistema di sicurezza 40							
	6.4	Realizz	azione del deposito							
		6.4.1	Realizzazione del vuoto 41							
		6.4.2	Pre-sputtering							
		6.4.3	Sputtering							
		6.4.4	Primo deposito							
		6.4.5	Secondo deposito							
		6.4.6	Terzo deposito							
7	Mon	taggio d	lei cantilever: prima fase 49							
	7.1	Quotat	ura dell'area del deposito							
	7.2	Creazio	one dell'isolamento con nastro di carta							
	7.3	Creazio	one elettrodo superiore con nastro in rame							
	7.4	Applica	azione vernice SCP (Silver Conductive Paint)							
		7.4.1	Problematicità legate alla vernice conduttiva							
8	Montaggio dei cantilever: seconda fase 55									
	8.1	Prove d	li capacità							
		8.1.1	Lamina con vernice conduttiva							
		8.1.2	Lamina con nastro di rame							
	8.2	Modell	o per lamina con vernice conduttiva							
		8.2.1	Limiti del modello proposto							
	8.3	Montag	ggio della lamina del terzo deposito 60							
9	Prove di funzionamento 63									
	9.1	Caratte	ristiche del cantilever							
	9.2	Misure	con shaker elettrodinamico							
		9.2.1	Apparato di misura							
		9.2.2	Test sul cantilever							
		9.2.3	Considerazioni finali sulle misure							
10	Cone	clusioni	71							

Capitolo 1

Introduzione

Con il termine "energy harvesting" si intende il processo per cui l'energia proveniente dall'ambiente circostante viene raccolta tramite appositi dispositivi e in seguito convertita in energia elettrica immediatamente utilizzabile. La principale motivazione della ricerca in questo campo è collegata alla riduzione della potenza necessaria al funzionamento dei piccoli componenti elettronici, quali sensori wireless e attuatori. Grazie all'energy harvesting è quindi possibile alimentare questi dispositivi di microelettronica senza dover ricorrere a fonti esterne di energia. L'energia meccanica da vibrazioni può essere convertita in energia elettrica tramite diverse tipologie di convertitori:

- **Elettromagnetici**: sfruttano la variazione di flusso concatenato con una bobina generato dalle vibrazioni meccaniche.
- **Elettrostatici**: sfruttano la variazione di capacità dovuta al moto relativo tra due armature di un condensatore.
- Piezoelettrici: sfruttano l'effetto piezoelettrico.

Tra i vari metodi di raccolta di energia cinetica da vibrazioni è di peculiare interesse per questa tesi quello basato su raccoglitori di tipo piezoelettrico. Questi raccoglitori hanno il vantaggio di non necessitare alcun tipo di alimentazione esterna per funzionare e sono facilmente miniaturizzabili ed efficienti (alta densità di energia). Una configurazione tipica è quella a cantilever con del materiale piezoelettrico in grado di generare una tensione variabile in risposta all'eccitazione della base.



Figura 1.1: Esempio di cantilever piezoelettrico

L'ascesa della tecnologia piezoelettrica si basa su numerosi vantaggi intrinsechi. L'elevato modulo elastico di molti materiali piezoelettrici è paragonabile a quello dei metalli e questo li rende delle soluzioni molto robuste ed affidabili. Inoltre la tecnologia piezoelettrica, anche nelle condizioni più severe, non è influenzata nè da campi magnetici, nè da radiazioni. Il presente lavoro di tesi si inserisce all'interno delle ricerche riguardanti la deposizione di film in AlN (nitruro di alluminio) presso il laboratorio di materiali micro-nanostrutturati dell'Università degli Studi di Padova. Lo scopo di questa tesi è quello di fare delle prove sulla configurazione a cantilever con film in nitruro di alluminio realizzato all'interno del laboratorio.

Nel secondo capitolo saranno presentati alcuni elementi di cristallografia e fisica dello stato solido necessari a descrivere il materiale piezoelettrico.

Nel terzo capitolo sarà presentato il fenomeno della piezoelettricità. Inoltre verranno esposte le relazioni lineari fondamentali che descrivono il comportamento dei materiali piezoelettrici.

Il quarto capitolo presenta una descrizione del processo di magnetron sputtering.

Il quinto capitolo espone la trattazione analitica del modello elettromeccanico per raccoglitori di energia piezoelettrici, nella configurazione a trave a sbalzo per cantilever unimorfi.

Il sesto capitolo presenta una descrizione dettagliata delle varie componenti del sistema di magnetron sputtering del laboratorio e delle procedure seguite per la realizzazione sperimentale dei film in nitruro di alluminio.

Il settimo capitolo è dedicato alla procedura di montaggio dei cantilever (prima fase) e viene descritta una prima serie di lavorazioni effettuate per realizzare il cantilever.

L'ottavo capitolo riguarda ancora il montaggio dei cantilever (seconda fase), in cui si riporta una soluzione alternativa a quella presentata nel capitolo precedente.

Il nono capitolo riporta quindi le prove di funzionamento sul cantilever, effettuate utilizzando uno shaker elettrodinamico.

Nel decimo capitolo vengono presentate le conclusioni del lavoro di tesi ed eventuali possibilità di sviluppo future.

Capitolo 2

Elementi di struttura cristallina

Per comprendere in dettaglio il comportamento di un convertitore piezoelettrico a cantilever è necessario per prima cosa iniziare dalle basi della cristallografia e della fisica dello stato solido.

2.1 Elementi di fisica dello stato solido

La materia allo stato solido è caratterizzata da due proprietà fondamentali. Le distanze interatomiche sono molto piccole (dell'ordine di alcuni Å), e le posizioni di equilibrio degli atomi in ogni singolo solido sono fissate [7].

I solidi possono trovarsi negli stati:

- cristallino
- policristallino
- amorfo

Un solido *cristallino* è un solido caratterizzato da una disposizione ordinata degli atomi e degli ioni che lo compongono. Questa struttura si ripete in maniera regolare causando anisotropia nel materiale. Raramente i solidi in natura si presentano sotto forma di singoli cristalli: la maggior parte dei solidi cristallini è composta da un gran numero di cristalli microscopici, detti cristalliti, che hanno dimensioni dell'ordine dei nanometri. Questi solidi sono solidi *policristallini*[1].

Un solido *amorfo* è un solido in cui non c'è ordine a lungo raggio nelle posizioni degli atomi o delle molecole che lo costituiscono. Lo stato amorfo, in qualche modo intermedio tra il solido e il liquido, è relativamente poco frequente in natura. Il vetro comune è il più tipico materiale amorfo, tanto che lo stato amorfo viene talvolta anche detto "stato vetroso". Lo stato amorfo corrisponde a una condizione termodinamica di liquido sottoraffreddato [17].

2.2 Elementi di struttura cristallina

Un cristallo ideale è costituito dalla ripetizione infinita di gruppi identici di atomi. Ogni gruppo viene chiamato *base*. L'insieme di punti matematici associati alla base è chiamato *reticolo*. Il reticolo nello spazio si può definire tramite tre vettori di traslazione a_1 , a_2 e a_3 che combinati tra di loro identificano ogni punto del reticolo spaziale:

$$\mathbf{a_{123}} = n_1 \mathbf{a_1} + n_2 \mathbf{a_2} + n_3 \mathbf{a_3} \tag{2.1}$$

dove n_1, n_2 e n_3 sono numeri interi arbitrari.



Figura 2.1: Esempio di reticolo spaziale

Il parallelepipedo definito dai vettori di traslazione $a_1, a_2 \in a_3$ viene chiamato *cella primitiva*. Una cella si può definire primitiva solamente se contiene un solo punto del reticolo (se la cella è un parallelepipedo con punti reticolari in ciascuno degli 8 vertici, allora ogni punto reticolare deve essere condiviso da 8 celle in modo da avere $8 \times \frac{1}{8} = 1$ punti nella cella). Il volume di parallelepipedo con assi $a_1, a_2 \in a_3$ è dato da:

$$V_c = |\mathbf{a_1} \cdot \mathbf{a_2} \times \mathbf{a_3}| \tag{2.2}$$

Poichè ogni punto del reticolo corrisponde ad una base , la base associata ad una cella primitiva verrà chiamata *base primitiva* e rappresenta il minimo numero di atomi la cui ripetizione ordinata dà luogo al reticolo spaziale. In questo modo è possibile descrivere la struttura del cristallo come l'insieme di reticolo e base.

2.2.1 Sistemi Reticolari

È possibile ricondurre tutti i reticoli cristallini a 14 tipi fondamentali, chiamati *reticoli di Bravais*, raggruppabili, a loro volta, in 7 *sistemi reticolari* in base alle loro caratteristiche di simmetria. Per la definizione di una cella nelle tre dimensioni ci si serve dei vettori **a**, **b** e **c** e degli angoli α , $\beta \in \gamma$, come in Figura 2.2.



Figura 2.2: Cella elementare

La suddivisione in sistemi reticolari è espressa nella tabella in termini di relazioni assiali che descrivono le varie celle unitarie.

Sistema reticolare	Parametri del reticolo	Cella unitaria convenzionale
Triclino	$a \neq b \neq c$ $\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq \pi/2$	primitiva (P)
Monoclino	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \gamma = \pi/2 \neq \beta$	primitiva (P) faccia centrata A/B/C (A/B/C)
Ortorombico	$a \neq b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = \pi/2$	primitiva (P) faccia centrata A/B/C (A/B/C) corpo centrato (I) facce centrate (F)
Tetragonale	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \gamma = \pi/2$	primitiva (P) corpo centrato (I)
Esagonale	$a = b \neq c$ $\alpha = \beta = \pi/2, \gamma = 2\pi/3$	primitiva (P)
Romboedrico	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma \neq \pi/2$	primitiva (P)
Cubico	$a = b = c$ $\alpha = \beta = \gamma = \pi/2$	primitiva (P) corpo centrato (I) facce centrate (F)

Tabella 2.1: Sistemi reticolari

Si può osservare dalla Tabella 2.1 che esistono diversi tipi di celle unitarie convenzionali:

- Primitiva: i punti del reticolo sono disposti negli angoli della cella.
- Corpo Centrato: i punti del reticolo sono disposti negli angoli e uno è nel centro della cella.
- Facce Centrate: i punti del reticolo sono disposti negli angoli e al centro di ogni faccia della cella.
- Base Centrata A/B/C: i punti del reticolo sono disposti negli angoli e, presa una coppia di facce parallele, al centro di tali facce della cella.

2.2.2 Sistemi Cristallini

Le operazioni di simmetria sono dal punto di vista macroscopico un ottimo strumento per la classificazione dei cristalli e descrivono la ripetizione spaziale di celle elementari nelle tre dimensioni. Con operazione di simmetria puntuale si intende un'operazione di simmetria che, applicata ad un punto qualsiasi, trasforma il cristallo in se stesso. In tre dimensioni le operazioni di simmetria puntuale sono:

- Rotazione
- Inversione
- Riflessione Speculare
- Rotoinversione

Sistema Cristallino	Numero Gruppi Puntuali	Sistema Reticolare
Triclino	2	Triclino
Monoclino	3	Monoclino
Ortorombico	3	Ortorombico
Tetragonale	7	Tetragonale
Esagonale	7	Esagonale
Trigonale	5	Romboedrico
estation a		Esagonale
Cubico	5	Cubico

Tabella 2.2: Sistemi cristallini, reticolari e numero di gruppi puntuali

Viene definito *gruppo puntuale* l'insieme di una o più operazioni di simmetria. In tre dimensioni i cristalli sono classificati utilizzando 32 gruppi puntuali o anche detti *classi cristalline*, raggruppabili in 7 *sistemi cristallini*. Ogni classe cristallina ha un simbolo che corrisponde al proprio gruppo puntuale. In Tabella 2.2 sono riassunti i vari sistemi cristallini e reticolari e il corrispondente numero di gruppi puntuali.

Capitolo 3

Piezoelettricità

La *piezoelettricità* è la proprietà di alcuni materiali cristallini di polarizzarsi generando una differenza di potenziale elettrico quando sono soggetti a una deformazione meccanica (*effetto piezoelettrico diretto*) e allo stesso tempo di deformarsi elasticamente quando sottoposti ad un campo elettrico (*effetto piezoelettrico inverso*)[16]. Il fenomeno piezoelettrico fu scoperto da Jacques e Pierri Curie durante lo studio di cristalli di quarzo. In seguito essi rilevarono il comportamento piezoelettrico anche in altri materiali come il sale di Rochelle, la tormalina e il topazio. La prima applicazione pratica dell'effetto piezoelettrico si ha nella prima guerra mondiale, durante la quale venne sviluppato il sonar, uno strumento per la navigazione subacquea. Negli anni '40 e '50 del Novecento, la scoperta delle ceramiche piezoelettriche come il titanato di Bario (*BaTiO*₃) e del PZT (una soluzione solida di *PbTiO*₃ e *PbZrO*₃) ha portato ad un significativo incremento dell'attività di ricerca su questi materiali. Negli anni sono state sviluppate una varietà di attuatori, trasduttori e sensori usando il PZT che, ad oggi, è la piezoceramica più diffusa [15].

3.1 Materiali Dielettrici

All'interno delle 32 classi cristalline, 11 sono centrosimmetriche (cioè posseggono un proprio centro di simmetria) e le altre 21 sono non centrosimmetriche. Nei cristalli dei materiali dielettrici che appartengono a 20 di questi 21 gruppi puntuali, qualora venga applicato uno sforzo meccanico esterno, vengono generate cariche positive e negative sulla superficie: sono i materiali *piezoelettrici*. Un materiale viene definito dielettrico quando, sottoposto ad un campo elettrico esterno **E**, sviluppa al suo interno una polarizzazione finita **P**. Il vettore spostamento elettrico che si sviluppa all'interno del materiale a causa dell'azione del campo elettrico **E** è dato dalla relazione:

$$\mathbf{D} = \varepsilon_0 \mathbf{E} + \mathbf{P} \tag{3.1}$$

con $\varepsilon_0 = 8,85418781762 \cdot 10^{-12} F/m$ permittività elettrica del vuoto. **D** può anche essere espresso dalla relazione:

$$\mathbf{D} = \varepsilon \mathbf{E} = \varepsilon_0 \varepsilon_r \mathbf{E} \tag{3.2}$$

dove ε_r è la permittività relativa del materiale dielettrico. In un materiale isotropo la relazione tra polarizzazione e campo elettrico all'interno del materiale è data da:

$$\mathbf{P} = \varepsilon_0 \chi \mathbf{E} \tag{3.3}$$

dove χ è la suscettività elettrica. si ha quindi:

$$\mathbf{D} = \varepsilon_0 (1 + \chi) \mathbf{E} = \varepsilon \mathbf{E} = \varepsilon_0 \varepsilon_r \mathbf{E}$$
(3.4)

In un materiale anisotropo invece suscettività elettrica e permittività sono tensori simmetrici di rango 2. Si ha:

$$\begin{bmatrix} P_x \\ P_y \\ P_z \end{bmatrix} = \varepsilon_0 \begin{bmatrix} \chi_{11} & \chi_{12} & \chi_{13} \\ \chi_{21} & \chi_{22} & \chi_{23} \\ \chi_{31} & \chi_{32} & \chi_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{bmatrix}$$
(3.5)

e quindi:

$$\begin{bmatrix} D_x \\ D_y \\ D_z \end{bmatrix} = \varepsilon_0 \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{bmatrix} + \varepsilon_0 \begin{bmatrix} \chi_{11} & \chi_{12} & \chi_{13} \\ \chi_{21} & \chi_{22} & \chi_{23} \\ \chi_{31} & \chi_{32} & \chi_{33} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{bmatrix} = \varepsilon_0 ([I] + [\chi]) \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{bmatrix}$$

$$= \varepsilon_0 [\varepsilon_r] \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{bmatrix} = [\varepsilon] \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \\ E_z \end{bmatrix}$$

$$(3.6)$$

con [I] matrice unitaria.

3.2 Effetto piezoelettrico diretto

Quando un materiale piezoelettrico è sottoposto ad uno sforzo meccanico, i dipoli elettrici all'interno del cristallo subiscono uno spostamento, causando la separazione di cariche negative e positive sulle facce opposte del materiale e quindi generando un campo elettrico.



Figura 3.1: Formazione di momento di dipolo in seguito allo spostamento di carica

La somma dei vari momenti di dipolo che si vengono a formare nell'intero volume del materiale danno luogo ad una polarizzazione: applicando uno sforzo meccanico ad un materiale piezoelettrico si ottiene quindi una polarizzazione del materiale stesso. Considerando un modello lineare, si può scrivere fra la polarizzazione P dovuta all'azione meccanica e lo sforzo T la relazione:

$$P = dT \tag{3.7}$$

con *d* costante piezoelettrica. La polarizzazione è un vettore, identificato dalle sue tre componenti, mentre lo sforzo T è un tensore simmetrico di rango 2. Poichè il tensore degli sforzi è simmetrico, è possibile semplificarlo come una singola colonna di 6 elementi e quindi la relazione tensoriale diventa la seguente:

$$\begin{bmatrix} P_1 \\ P_2 \\ P_3 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} d_{11} & d_{12} & d_{13} & d_{14} & d_{15} & d_{16} \\ d_{21} & d_{22} & d_{23} & d_{24} & d_{25} & d_{26} \\ d_{31} & d_{32} & d_{33} & d_{34} & d_{35} & d_{36} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} T_1 \\ T_2 \\ T_3 \\ T_4 \\ T_5 \\ T_6 \end{bmatrix}$$
(3.8)

Questa relazione descrive l'effetto piezoelettrico diretto.

3.3 Effetto piezoelettrico inverso

I materiali piezoelettrici che vengono sottoposti ad un campo elettrico esterno, subiscono una deformazione meccanica causata dallo spostamento asimmetrico delle cariche all'interno del cristallo. Considerando un modello lineare, si può scrivere fra la deformazione S dovuta al campo elettrico e il campo elettrico E la relazione:

$$S = dE \tag{3.9}$$

tra grandezze scalari, dove d è la costante piezoelettrica. In generale, il campo elettrico è un vettore di tre componenti mentre la deformazione S è un tensore simmetrico di rango 2 e può pertanto essere semplificato in un vettore colonna di 6 componenti. La notazione generale diventa:

$$\begin{bmatrix} S_1\\S_2\\S_3\\S_4\\S_5\\S_6 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} d_{11} & d_{21} & d_{31}\\d_{12} & d_{22} & d_{32}\\d_{13} & d_{23} & d_{33}\\d_{14} & d_{24} & d_{34}\\d_{15} & d_{25} & d_{35}\\d_{16} & d_{26} & d_{36} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x\\E_y\\E_z \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} d \end{bmatrix}^T \begin{bmatrix} E_x\\E_y\\E_z \end{bmatrix}$$
(3.10)

É importante notare che si utilizza la trasposta della matrice [d] presente nell'effetto diretto.

3.4 Elasticità

Si considera una relazione lineare tra deformazione e sforzo:

$$[T] = [c][S] \tag{3.11}$$

$$[S] = [s][T] (3.12)$$

dove [c] è la *matrice di rigidezza* e [s] la *matrice di cedevolezza*. Le matrici [s] e [c] sono dei tensori simmetrici 6×6 e valgono le seguenti relazioni:

$$[s]^{-1} = [c] \tag{3.13}$$

$$[c]^{-1} = [s] \tag{3.14}$$

3.5 Relazioni lineari per materiali piezoelettrici

Combinando le relazioni precedentemente dei paragrafi precedenti e nell'ipotesi di temperatura costante è possibile notare come lo spostamento elettrico D e la deformazione S dipendano entrambi dal campo elettrico E e dallo sforzo applicato sul materiale T. Considerando piccole variazioni attorno ad un punto di lavoro è possibile scrivere la seguente relazione:

$$\begin{cases} \Delta S = \frac{\partial S}{\partial T} \Delta T + \frac{\partial S}{\partial E} \Delta E \\ \Delta D = \frac{\partial D}{\partial T} \Delta T + \frac{\partial D}{\partial E} \Delta E \end{cases}$$
(3.15)

Da considerazioni termodinamiche è possibile individuare una relazione tra le derivate parziali presenti nella 3.15:

$$\frac{\partial S}{\partial E} = \frac{\partial D}{\partial T} = d \tag{3.16}$$

Mentre le altre due derivate parziali non sono altro che la cedevolezza *s* (calcolata con campo elettrico costante) e la permittività ε (calcolata a sforzo costante):

$$s^{E} = \frac{\Delta S}{\Delta T}\Big|_{E=cost}$$
(3.17)

$$\varepsilon^{T} = \frac{\Delta D}{\Delta E} \Big|_{T=cost}$$
(3.18)

quindi la 3.15 integrando diventa:

$$\begin{cases} S = s^E T + dE \\ D = dT + \varepsilon^T E \end{cases}$$
(3.19)

In notazione tensoriale si ottiene la seguente espressione generale delle relazioni lineari per materiali piezoelettrici:

$$\begin{cases} [S] = [s^{E}][T] + [d]^{T}[E] \\ [D] = [d][T] + [\varepsilon^{T}][E] \end{cases}$$
(3.20)

Nella relazione dello spostamento elettrico è ora possibile individuare il contributo alla polarizzazione dell'effetto piezoelettrico diretto, mentre nella relazione dell'elasticità è presente il contributo alla deformazione dell'effetto piezoelettrico inverso.

Capitolo 4

Magnetron Sputtering

Il *magnetron sputtering* è una tecnica di deposizione fisica da vapore (PVD), in cui il materiale sorgente è depositato atomo per atomo. I processi di tipo PVD sono processi di deposizione nei quali il materiale viene vaporizzato sotto forma di atomi o molecole e trasportato sotto forma di vapore, all'interno di una camera a vuoto, fino al substrato sul quale avviene il deposito. La tecnica dello *sputtering* ("spruzzamento") è una delle tecniche maggiormente utilizzate per la creazione di film sottili ed è di particolare interesse per questa tesi. Tramite questa tecnica è possibile ottenere dei film con elevato grado di purezza e un'ottima struttura cristallina.

4.1 Processo di sputtering

La rimozione fisica degli atomi durante il processo di sputtering avviene a causa del bombardamento di una superficie (*target*) ad opera di particelle ionizzate. Le particelle di gas ionizzate (solitamente Argon) vengono prodotte in seguito ad una scarica tra due elettrodi (anodo e catodo) all'interno della camera a vuoto. Questa ionizzazione genera un *plasma* composto da ioni ad alta energia cinetica. L'impatto di questi ioni con la superficie del target causa l'emissione di atomi (*adatomi*) dal target stesso, i quali possono depositarsi direttamente sul substrato o reagire con il gas presente nel plasma. La combinazione di una configurazione a "specchio magnetico" del campo magnetico



Figura 4.1: Fenomeno dello sputtering

con la tecnologia di sputtering ha come risultato l'aumento del tasso di ionizzazione del gas di processo e quindi il tasso di deposizione grazie al maggior numero di impatti sul target.

4.2 Efficienza di sputtering (Sputtering Yeld)

Uno dei parametri fondamentali del processo è dato dall'efficienza di sputtering (Sputtering Yeld) che è definita come:

$$SY = \frac{n^o \text{ particelle emesse dal target}}{\text{ione incidente}}$$
(4.1)

Questo parametro dipende da diversi fattori come l'angolo d'incidenza, il materiale di cui è composto il target, l'energia cinetica degli ioni ed il tipo di gas di processo utilizzato [8]. La maggior parte dei processi di sputtering ha mediamente un'efficienza compresa tra 0.1 e 10. L'effetto di massa, energia cinetica e angolo di incidenza è descritto dalla relazione:

$$\frac{E_t}{E_i} = \frac{4m_t m_i cos^2 \theta}{(m_t + m_i)^2}$$
(4.2)

dove E_t è l'energia cinetica della particella del target, E_i è l'energia cinetica della particella incidente, m_t è la massa della particella del target, m_i è la massa della particella incidente e θ è l'angolo di incidenza rispetto alla superficie del target. La massima energia



Figura 4.2: Angolo di incidenza ione-target

trasferita si ha quando $cos\theta = 1$ e cioè per un angolo di incidenza nullo e $m_t = m_i$: tuttavia questa non è la condizione di efficienza massima come mostrato dalla figura 4.3. Al fine di ottimizzare il processo di deposizione è molto più importante che le masse delle due specie siano confrontabili.



Figura 4.3: Efficienza di sputtering in funzione dell'angolo di incidenza

4.3 Magnetron Sputtering DC

La tecnica magnetron sputtering DC consiste, come già detto, nella combinazione delle tradizionali tecniche di sputtering con una configurazione magnetica in modo da ottenere un importante aumento dell'efficienza. Grazie all'applicazione di un campo magnetico, gli elettroni possono essere deviati in modo da rimanere in prossimità del target, aumentando così il numero di ionizzazioni per urto con il gas di scarica. Tipicamente si viene a creare una configurazione a specchio magnetico, grazie ad un'appropriata disposizione di magneti: gli elettroni, deviati dalla forza di Lorentz, vengono "intrappolati" in prossimità della superficie del target. La grande quantità di elettroni genera un'alta densità di plasma e quindi di ioni che possono collidere contro il target [11]. La configurazione a specchio magnetico è generata tipicamente dalla disposizione di magneti permanenti sotto al catodo. Viene posto un magnete (o più di uno) al centro con una certa polarità e, regolarmente lungo il perimetro del target, sono disposti una serie di altri magneti con polarità opposta a quello centrale [14]: così facendo l'induzione magnetica tende a tenere gli elettroni in prossimità del target aumentando la probabilità di urti e quindi l'efficienza di sputtering. Questo succede perchè gli elettroni, avendo una massa molto piccola, hanno un raggio di Larmor ridotto e restano quindi intrappolati all'interno dello specchio magnetico. Come è possibile notare dalla figura 4.5, questo tipo di configura-



Figura 4.4: Specchio magnetico in prossimità del target

zione provoca un'erosione non uniforme del target, poichè nelle zone in cui l'intensità dell'induzione magnetica è inferiore vi è una densità di corrente di scarica maggiore e quindi un maggiore asporto di materiale dal bersaglio.



Figura 4.5: Sistema di magnetron sputtering

In aggiunta all'aumento del tasso di deposizione, la maggiore efficienza di ionizzazione ottenuta con il sistema magnetron consente di lavorare a minori pressioni operative (tipi-camente 10^{-3} mbar) e minore tensione di funzionamento (tipicamente alcune centinaia di V).

4.4 Configurazioni Magnetron

Esistono diversi tipi di configurazioni magnetron che differiscono tra loro principalmente a causa della diversa disposizione dei magneti permanenti. Si può avere:

- Configurazione bilanciata
- Configurazione sbilanciata (tipo 1 e 2)
- Configurazione mista

4.4.1 Configurazione bilanciata

In una configurazione magnetron di tipo bilanciato (convenzionale) il plasma è fortemente confinato nelle vicinanze della regione del target. Le linee di campo di induzione magnetica si richiudono completamente sui magneti posti sulla corona esterna e, in questo modo, i substrati posti all'esterno di questa regione sono sottoposti ad una densità di plasma molto bassa. L'effetto negativo di questa configurazione è la presenza di una bassa corrente ionica verso il substrato, che è generalmente insufficiente per ottenere un deposito ottimale. É possibile applicare una tensione fra il substrato e la camera a vuoto, ma è stato dimostrato che questo può portare a difetti nel film.



Figura 4.6: Configurazione magnetron bilanciata

4.4.2 Configurazione sbilanciata (tipo 1 e 2)

In una **configurazione sbilanciata di tipo 1** il magnete centrale produce un flusso maggiore rispetto ai magneti della corona esterna. In questo caso non tutte le linee di campo si richiudono sui magneti esterni e si richiudono invece sulle pareti della camera. La densità di plasma nella regione del substrato è bassa e questo risulta in una bassa corrente ionica al substrato.



Figura 4.7: Configurazione sbilanciata di tipo 1 e 2

In una **configurazione sbilanciata di tipo 2** i magneti della corona esterna producono un flusso maggiore rispetto al magnete centrale. In questo caso, alcune linee di campo si richiudono verso il substrato e il plasma non è più fortemente confinato nella regione del target, consentendo ad alcuni elettroni di muoversi verso il substrato senza che sia necessario polarizzarlo dall'esterno. La densità di corrente ionica in questa configurazione risulta quindi essere di circa un ordine di grandezza maggiore rispetto ai magnetron bilanciati convenzionali. É questa, in generale, la configurazione più utilizzata.

4.4.3 Configurazione mista

La configurazione mista utilizza sistemi magnetron multipli nei quali i magneti adiacenti possono avere la stessa polarità (*mirrored configuration*) o polarità opposta (*closed field configuration*).

Nel primo caso le linee di campo sono dirette verso le pareti della camera a vuoto e gli elettroni che seguono queste linee sono persi, causando una bassa densità di plasma nella regione del substrato.

Al contrario, nel secondo caso, le linee di campo collegano i vari magnetron: in questo modo le perdite attraverso le pareti della camera sono limitate e il substrato si viene a trovare in una regione ad alta densità di plasma [6].

4.5 Magnetron sputtering DC pulsato

Il magnetron sputtering DC pulsato è un'evoluzione della tecnica di magnetron sputtering DC. Il magnetron sputtering DC, cioè con un'alimentazione continua, si utilizza per depositi di materiali conduttori mentre il magnetron sputtering DC pulsato si usa per depositi sia di materiali conduttori che di materiali dielettrici. La scarica viene "pulsata" all'interno di un range di frequenze (per esempio tra i 10 e i 200 KHz). L'alimentazione ad onda quadra può essere di due tipi:

- Unipolare (tensione del target pulsata tra il valore di terra e il normale valore operativo)
- Bipolare (tensione viene "rovesciata" e diventa positiva durante il periodo di *pulse-off*



Figura 4.8: Forma d'onda quadra bipolare asimmetrica

4.6 **RF** Sputtering

La tecnica di sputtering RF (cioè sputtering in radiofrequenza) consiste nell'utilizzare un'alimentazione alternata a frequenze più elevate (nel range delle radiofrequenze: 1-50 MHz). In questo modo è possibile sfruttare la diversa mobilità degli ioni rispetto a quella degli elettroni. Questa tecnica permette la deposizione di materiali dielettrici, ma è stata nel tempo sostituita nella maggior parte delle applicazioni dalla tecnica di magnetron sputtering DC pulsato, che ha costi minori e rate di deposizione migliori.

Capitolo 5

Modello elettromeccanico per raccoglitori d'energia piezoelettrici

La configurazione a trave a sbalzo (cantilever) è stata, negli ultimi dieci anni, molto utilizzata per la descrizione e lo studio di raccoglitori di energia piezoelettrici. Di seguito sarà riportato il modello elettromeccanico analitico di un raccoglitore d'energia a cantilever, studiato a partire dall'ipotesi di Euler-Bernoulli[2] (i.e., deformazioni di taglio e inerzia rotazionale sono considerate trascurabili). Si consideri il raccoglitore d'energia d'energia *unimorfo* come in figura 5.1. L'equazione che ne governa il moto si può scrivere come [3]:

$$\frac{\partial^2 M(x,t)}{\partial x^2} + c_s I \frac{\partial^5 w_{rel}(x,t)}{\partial x^4 \partial t} + c_a \frac{\partial w_{rel}(x,t)}{\partial t} + m \frac{\partial^2 w_{rel}(x,t)}{\partial t^2} = -m \frac{\partial^2 w_b(x,t)}{\partial t^2} - c_a \frac{\partial w_b(x,t)}{\partial t}$$
(5.1)

dove w_{rel} è lo spostamento trasverso della trave a sbalzo rispetto alla base, w_b è lo spostamento trasverso della base, M(x, t) è il momento interno, $c_s I$ è la componente di smorzamento dovuta alla deformazione, c_a è il coefficiente di smorzamento viscoso e m è la massa per unità di lunghezza della trave.



Figura 5.1: Raccoglitore di energia unimorfo con traslazione e piccola rotazione della base

Per calcolare il momento interno M si può integrare il momento della distribuzione dello sforzo su una sezione trasversale della trave. Dalle relazioni costitutive dei materiali piezoelettrici si ha:

$$T_1^s = Y_s S_1^s \tag{5.2}$$

$$T_1^p = Y_p(S_1^p - d_{31}E_3)$$
(5.3)

Dove T è lo sforzo, S è la deformazione, Y è il modulo di Young, d la costante piezoelettrica e E il campo elettrico. Gli apici/pedici S e p si riferiscono rispettivamente a



Figura 5.2: Sezione trasversale della trave a sbalzo

grandezze presenti nel substrato e nel materiale piezoelettrico. Il momento interno può quindi essere scritto come:

$$M(x,t) = -\int_{h_a}^{h_b} T_1^s by dy - \int_{h_b}^{h_c} T_1^p by dy$$
(5.4)

Dove h_a, h_b e h_c sono mostrate in Figura 5.2 e rappresentano delle distanze dall'asse neutro della trave a sbalzo. Si ottiene dunque l'espressione di M(x,t) risolvendo gli intergrali:

$$M(x,t) = YI \frac{\partial^2 w_{rel}(x,t)}{\partial^2 x} + \vartheta v(t)$$
(5.5)

con YI rigidità a flessione data da:

$$YI = b \left[\frac{Y_s (h_b^3 - h_a^3) + Y_p (h_c^3 - h_b^3)}{3} \right]$$
(5.6)

Mentre il termine di accoppiamento ϑ si può scrivere come:

$$\vartheta = -\frac{Y_p d_{31} b}{2h_p} (h_c^2 - h_b^2)$$
(5.7)

Assumento che il deposito di materiale piezoelettrico copra l'intera lunghezza del cantilever è conveniente riscrivere la 5.5 come:

$$M(x,t) = YI \frac{\partial^2 w_{rel}(x,t)}{\partial^2 x} + \vartheta v(t) [H(x) - H(x-L)]$$
(5.8)

con *L* lunghezza della trave a sbalzo. Inserendo l'equazione 5.8 nella 5.1 si ottiene:

$$YI\frac{\partial^4 w_{rel}(x,t)}{\partial x^4} + c_s I\frac{\partial^5 w_{rel}(x,t)}{\partial x^4 \partial t} + c_a \frac{\partial w_{rel}(x,t)}{\partial t} + m\frac{\partial^2 w_{rel}(x,t)}{\partial t^2} + \\ \vartheta v(t) \times \left[\frac{d\delta(x)}{dx} - \frac{d\delta(x-L)}{dx}\right] = -m\frac{\partial^2 w_b(x,t)}{\partial t^2} - c_a \frac{\partial w_b(x,t)}{\partial t}$$
(5.9)

In cui $\delta(x)$ è la funzione delta di Dirac. Quest'equazione rappresenta l'equazione meccanica del moto accoppiata con termini elettrici.

5.1 Equazione circuitale

Per ottenere l'equazione circuitale tenendo conto dell'accoppiamento meccanico, si consideri la seguente equazione costitutiva dei materiali piezoelettrici:

$$\mathbf{D}_3 = d_{31}\mathbf{T}_1 + \boldsymbol{\varepsilon}_{33}^T \mathbf{E}_3 \tag{5.10}$$



Figura 5.3: Vista laterale della trave a sbalzo

Esprimendo lo sforzo assiale T_1 in termini di deformazione S_1 , e sapendo che il modulo di Young del materiale piezoelettrico si può esprimere come $Y_p = \frac{1}{s_{11}^E}$:

$$\mathbf{T}_{1} = \frac{1}{s_{11}^{E}} \mathbf{S}_{1} - \frac{d_{31}}{s_{11}^{E}} \mathbf{E}_{3}$$

= $Y_{p} \mathbf{S}_{1} - \frac{d_{31}}{s_{11}^{E}} \mathbf{E}_{3}$ (5.11)

Che inserita nella 5.10, sapendo che $\varepsilon_{33}^T - \frac{d_{31}^2}{s_{11}^E} = \varepsilon_{33}^S$ e che il campo elettrico **E** si può calcolare come **E**₃(*t*) = $-\frac{v(t)}{h_p}$, dà:

$$\mathbf{D}_{3}(x,t) = d_{31}Y_{p}\mathbf{S}_{1}(x,t) - \varepsilon_{33}^{S}\frac{v(t)}{h_{p}}$$
(5.12)

Dove ε_{33}^S è la permittività calcolata a deformazione costante. Si introduce ora la distanza h_{pc} definita come la distanza tra l'asse neutro e il centro dello strato di deposito (come in Figura 5.3).

In questo modo è possibile definire una deformazione media in funzione della distanza h_{pc} e della curvatura della trave nella posizione *x* e al tempo *t*:

$$\mathbf{S}_{1}(x,t) = -h_{pc} \frac{\partial^{2} w_{rel}(x,t)}{\partial x^{2}}$$
(5.13)

E si può quindi scrivere:

$$\mathbf{D}_{3}(x,t) = -d_{31}Y_{p}h_{pc}\frac{\partial^{2}w_{rel}(x,t)}{\partial x^{2}} - \varepsilon_{33}^{S}\frac{v(t)}{h_{p}}$$
(5.14)

La carica q(t) che si sviluppa nel materiale piezoelettrico si ottiene integrando il vettore spostamento elettrico sull'area dell'elettrodo:

$$q(t) = \int_{A} \mathbf{D} \cdot \mathbf{n} dA \tag{5.15}$$

mentre la corrente i(t) è data da:

$$i(t) = \frac{dq(t)}{dt} = -\int_{x=0}^{L} d_{31}Y_p h_{pc} b \frac{\partial^3 w_{rel}(x,t)}{\partial x^2 \partial t} dx - \frac{\varepsilon_{33}^S bL}{h_p} \frac{dv(t)}{dt}$$
(5.16)

Si vede dall'equazione 5.16 che la corrente generata è funzione di due componenti:

- Il moto vibratorio della trave
- La capacità dello strato di materiale piezoelettrico

Il termine di capacità nella relazione precedente è dato da $C_{piezo} = \frac{\varepsilon_{33}^S bL}{h_p}$. Collegando un carico esterno resistivo R_l come in Figura 5.3, è immediato ricavare la formulazione del semplice circuito elettrico presentato:

$$\frac{v(t)}{R_l} + C_{piezo} \frac{dv(t)}{dt} = -\int_{x=0}^L d_{31} Y_p h_{pc} b \frac{\partial^3 w_{rel}(x,t)}{\partial x^2 \partial t} dx$$
(5.17)

5.2 Soluzione elettromeccanica del problema

Lo scopo di questo paragrafo è quello di fornire una soluzione analitica al problema elettromeccanico accoppiato [9]. Si intende quindi risolvere le seguenti equazioni già

presentate in precedenza:

$$YI\frac{\partial^4 w_{rel}(x,t)}{\partial x^4} + c_s I\frac{\partial^5 w_{rel}(x,t)}{\partial x^4 \partial t} + c_a \frac{\partial w_{rel}(x,t)}{\partial t} + m\frac{\partial^2 w_{rel}(x,t)}{\partial t^2} + \\ \vartheta v(t) \times \left[\frac{d\delta(x)}{dx} - \frac{d\delta(x-L)}{dx}\right] = -m\frac{\partial^2 w_b(x,t)}{\partial t^2} - c_a \frac{\partial w_b(x,t)}{\partial t}$$
(5.18)

$$\frac{v(t)}{R_l} + C_{piezo}\frac{dv(t)}{dt} = -\int_{x=0}^{L} d_{31}Y_p h_{pc} b \frac{\partial^3 w_{rel}(x,t)}{\partial x^2 \partial t} dx$$
(5.19)

Il moto relativo della trave a sbalzo può essere rappresentato da una serie convergente di autofunzioni:

$$w_{rel}(x,t) = \sum_{r=1}^{\infty} \phi_r(x)\eta_r(t)$$
(5.20)

Nella quale $\phi_r \in \eta_r$ sono rispettivamente l'autofunzione normalizzata alla massa e la coordinata modale del modo r-esimo della trave a sbalzo. Le autofunzioni $\phi_r(x)$ sono date da:

$$\phi_r(x,t) = \sqrt{\frac{1}{mL}} \left[\cosh \frac{\lambda_r}{L} x - \cos \frac{\lambda_r}{L} x - \sigma_r \left(\sinh \frac{\lambda_r}{L} x - \sin \frac{\lambda_r}{L} x \right) \right]$$
(5.21)

In cui le λ_r rappresentano i numeri adimensionali associati alla soluzione dell'equazione caratteristica:

$$1 + \cos\lambda\cosh\lambda = 0 \tag{5.22}$$

mentre σ_r è espressa come:

$$\sigma_r = \frac{\sinh \lambda_r - \sin \lambda_r}{\cosh \lambda_r + \cos \lambda_r}$$
(5.23)

L'equazione 5.21 soddisfa le seguenti condizioni di ortogonalità:

$$\int_{x=0}^{L} m\phi_s(x)\phi_r(x)dx = \delta_{rs} \qquad \int_{x=0}^{L} YI\phi_s(x)\frac{d^4\phi_r(x)}{dx^4}dx = \omega_r^2\delta_{rs}$$
(5.24)

Con δ_{rs} delta di Kronecker (definito come uguale a uno se r = s e uguale a zero se $r \neq s$) e ω_r la frequenza naturale non smorzata del modo r-esimo, calcolata come:

$$\omega_r = \lambda_r^2 \sqrt{\frac{YI}{mL^4}} \tag{5.25}$$

Usando l'equazione 5.20 e le condizioni di ortogonalità all'interno dell'equazione 5.18 si ottiene l'espressione della risposta modale del sistema:

$$\frac{d^2\eta_r(t)}{dt^2} + 2\zeta_r\omega_r\frac{d\eta_r(t)}{dt} + \omega_r^2\eta_r(t) + \chi_r\nu(t) = N_r(t)$$
(5.26)

Dove il termine di accoppiamento modale χ_r è dato da:

$$\chi_r = \vartheta \frac{d\phi_r(x)}{dx}\Big|_{x=L}$$
(5.27)

mentre il coefficiente di smorzamento meccanico è:

$$\zeta_r = \frac{c_s I \omega_r}{2YI} + \frac{c_a}{2m\omega_r}$$
(5.28)

e tiene conto sia dello smorzamento dovuto alla deformazione che di quello viscoso dovuto alla presenza di aria.

La funzione forzante modale meccanica $N_r(t)$ è esprimibile come:

$$N_r(t) = N_r^m(t) + N_r^c(t)$$
(5.29)

I termini forzanti presenti nella relazione precedente sono rispettivamente la componente inerziale e la componente di smorzamento dell'eccitazione meccanica:

$$N_r^m(t) = -m\left(\gamma_r^w \frac{d^2 g(t)}{dt^2}\right)$$

$$N_r^c(t) = -c_a\left(\gamma_r^w \frac{dg(t)}{dt}\right)$$
(5.30)

dove:

$$\gamma_r^w = \int_{x=0}^t \phi_r(x) dx \tag{5.31}$$

La risposta modale, cioè la soluzione dell'equazione differenziale ordinaria, può essere espressa usando l'integrale di Duhamel:

$$\eta_r(t) = \frac{1}{\omega_{rd}} \int_{\tau=0}^t \left[N_r(\tau) - \chi_r v(\tau) \right] e^{-\zeta_r \omega_r(t-\tau)} \sin \omega_{rd}(t-\tau) d\tau$$
(5.32)

con $\omega_{rd} = \omega_r \sqrt{1 - \zeta_r^2}$ frequenza naturale smorzata del modo r-esimo. Per ottenere la soluzione dell'integrale di Duhamel è necessario conoscere v(t). Per ricavare l'espressione di v(t) si combinano equazione 5.19 e 5.20 e si ottiene:

$$\frac{dv(t)}{dt} + \frac{h_p}{R_l \varepsilon_{33}^S bL} v(t) = \sum_{r=1}^{\infty} \varphi_r \frac{d\eta_r(t)}{dt}$$
(5.33)

dove:

$$\varphi_r = -\frac{d_{31}Y_p h_{pc} h_p}{\varepsilon_{33}^S L} \int_{x=0}^L \frac{d^2 \phi_r(x)}{dx^2} dx = -\frac{d_{31}Y_p h_{pc} h_p}{\varepsilon_{33}^S L} \frac{d\phi_r(x)}{dx}\Big|_{x=L}$$
(5.34)

É possibile dunque risolvere l'equazione differenziale 5.33 usando il fattore di integrazione $\Psi(t) = e^{t/\tau_c}$. La costante di tempo del circuito τ_c è data da:

$$\tau_c = \frac{R_l \varepsilon_{33}^S bL}{h_p} \tag{5.35}$$

Moltiplicando ambo i lati dell'equazione 5.33 per il fattore di integrazione e risolvendo l'equazione risultante si ottiene l'espressione della tensione ai capi del carico resistivo:

$$v(t) = e^{t/\tau_c} \left(\int e^{t/\tau_c} \sum_{r=1}^{\infty} \varphi \frac{d\eta_r(t)}{dt} dt + c \right)$$
(5.36)

In cui *c* è una costante arbitraria che dipende dal valore iniziale di v(t) e della velocità iniziale della trave a sbalzo. É possibile ora eliminare il termine $\eta_r(t)$ dalla 5.36 usando l'equazione 5.32 e ottenere l'espressione implicita della tensione ai capi del carico resistivo:

$$v(t) = e^{-t/\tau_c} \sum_{r=1}^{\infty} \frac{\varphi_r}{\omega_{rd}} \int e^{t/\tau_c} \frac{d}{dt} \left(\int_{\tau=0}^l \left[N_r(\tau) - \chi_r v(\tau) \right] \times e^{-\zeta_r \omega_r(t-\tau)} \sin \omega_{rd}(t-\tau) d\tau \right) dt$$
(5.37)

Volendo eliminare il termine v(t) si ottiene la seguente relazione implicita per la risposta modale:

$$\eta_r(t) = \frac{1}{\omega_{rd}} \int_{\tau=0}^t \left[N_r(\tau) - \chi_r e^{-\tau/\tau_c} \sum_{r=1}^\infty \varphi_r \int e^{\tau/\tau_c} \frac{d\eta_r(\tau)}{d\tau} d\tau \right] \times e^{-\zeta_r \omega_r(t-\tau)} \sin \omega_{rd}(t-\tau) d\tau$$
(5.38)

5.3 Traslazione della base alla frequenza naturale

Nella maggior parte dei casi è di principale interesse il comportamento dinamico del sistema nel caso di vibrazione alla frequenza fondamentale (i.e. r=1). L'espressione ridotta della tensione ai capi del carico resistivo è data da:

$$v(t) = \frac{j\tau_c m\omega^3 \varphi_1 \gamma_1^w}{j\omega\tau_c \chi_1 \varphi_1 + (1+j\omega\tau_c)(\omega_1^2 - \omega^2 + j2\zeta_1\omega_1\omega)} Y_0 e^{j\omega t}$$
(5.39)

e l'espressione ridotta della risposta vibratoria della trave relativa alla base è:

$$w_{rel}(x,t) = \frac{(1+j\omega\tau_c)m\omega^2\gamma_1^w\phi_1(x)}{j\omega\tau_c\chi_1\varphi_1 + (1+j\omega\tau_c)(\omega_1^2 - \omega^2 + j2\zeta_1\omega_1\omega)}Y_0e^{j\omega t}$$
(5.40)

Si può riscrivere l'equazione 5.39 tenendo conto che $v(t) = |V_0|e^{j(\omega t + \Phi_v)}$:

$$|V_0| = \frac{\tau_c m \omega^3 Y_0 |\varphi_1 \gamma_1^w|}{\sqrt{\left[\omega_1^2 - \omega^2 (1 + 2\tau_c \zeta_1 \omega_1)\right]^2 + \left[2\zeta_1 \omega_1 \omega + \tau_c \omega (\chi_1 \varphi_1 + \omega_1^2 - \omega^2)\right]^2}}$$
(5.41)

e l'angolo di fase tra il moto della base e la tensione in output è:

$$\Phi_{\nu} = \frac{\pi}{2} sgn(\varphi_1 \gamma_1^{\scriptscriptstyle W}) - \arctan\left(\frac{2\zeta_1 \omega_1 \omega + \tau_c \omega(\chi_1 \varphi_1 + \omega_1^2 - \omega^2)}{\omega_1^2 - \omega^2(1 + 2\tau_c \zeta_1 \omega_1)}\right)$$
(5.42)

In maniera del tutto simile, considerando che la 5.40 può essere scritta come $w_{rel}(x, t) = |W_{rel}(x)|e^{j(\omega t + \Phi_w)}$ si ottiene:

$$|W_{rel}(x)| = \frac{m\omega^2 Y_0 |\gamma_1^w \phi_1(x)| \sqrt{1 + (\omega\tau_c)^2}}{\sqrt{\left[\omega_1^2 - \omega^2 (1 + 2\tau_c \zeta_1 \omega_1)\right]^2 + \left[2\zeta_1 \omega_1 \omega + \tau_c \omega (\chi_1 \varphi_1 + \omega_1^2 - \omega^2)\right]^2}}$$
(5.43)

e l'angolo di fase tra lo spostamento della base e lo spostamento relativo risulta:

$$\Phi_w = \arctan\left(\frac{\omega\tau_c\gamma_1^w\phi_1(x)}{\gamma_1^w\phi_1(x)}\right) - \arctan\left(\frac{2\zeta_1\omega_1\omega + \tau_c\omega(\chi_1\varphi_1 + \omega_1^2 - \omega^2)}{\omega_1^2 - \omega^2(1 + 2\tau_c\zeta_1\omega_1)}\right)$$
(5.44)

É quindi possibile ricavare l'espressione della corrente sapendo che $i(t) = |I_0|e^{j(\omega t + \Phi_i)}$ dove:

$$|I_0| = \frac{C_p m \omega^3 Y_0 |\varphi_1 \gamma_1^w|}{\sqrt{\left[\omega_1^2 - \omega^2 (1 + 2\tau_c \zeta_1 \omega_1)\right]^2 + \left[2\zeta_1 \omega_1 \omega + \tau_c \omega (\chi_1 \varphi_1 + \omega_1^2 - \omega^2)\right]^2}}$$
(5.45)

e l'angolo di fase è:

$$\Phi_i = \Phi_v \tag{5.46}$$

Di conseguenza l'ampiezza della potenza in uscita si può scrivere come:

$$|P_0| = \frac{C_p \tau_c (m\varphi_1 \gamma_1^w \omega^3 Y_0)^2}{\left[\omega_1^2 - \omega^2 (1 + 2\tau_c \zeta_1 \omega_1)\right]^2 + \left[2\zeta_1 \omega_1 \omega + \tau_c \omega (\chi_1 \varphi_1 + \omega_1^2 - \omega^2)\right]^2}$$
(5.47)

5.4 Risposte in frequenza

In seguito verrà studiata la risposta in frequenza del sistema, cioè l'andamento della tensione in funzione della frequenza. Questo andamento è influenzato dal valore di
R_l . La risposta in frequenza della tensione è definita come il rapporto tra la tensione e l'accelerazione della base:

$$\frac{v(t)}{-\omega^2 Y_0 e^{j\omega t}} = \frac{\sum_{r=1}^{\infty} \frac{-jm\omega\varphi_r \gamma_r^w}{\omega_r^2 - \omega^2 + j2\zeta_r \omega_r \omega}}{\sum_{r=1}^{\infty} \frac{j\omega\chi_r \varphi_r}{\omega_r^2 - \omega^2 + j2\zeta_r \omega_r \omega} + \frac{1 + j\omega\tau_c}{\tau_c}}$$
(5.48)

La risposta in frequenza della corrente si può ottenere dividendo la risposta in frequenza della tensione per la resistenza di carico:

$$\frac{i(t)}{-\omega^2 Y_0 e^{j\omega t}} = \frac{v(t)}{-R_l \omega^2 Y_0 e^{j\omega t}}$$
(5.49)

$$\frac{i(t)}{-\omega^2 Y_0 e^{j\omega t}} = \frac{\sum_{r=1}^{\infty} \frac{-jm\omega\varphi_r \gamma_r^w}{\omega_r^2 - \omega^2 + j2\zeta_r \omega_r \omega}}{R_l \left(\sum_{r=1}^{\infty} \frac{j\omega\chi_r \varphi_r}{\omega_r^2 - \omega^2 + j2\zeta_r \omega_r \omega} + \frac{1+j\omega\tau_c}{\tau_c}\right)}$$
(5.50)

La funzione di trasferimento della potenza in uscita non è altro che il prodotto delle funzioni di trasferimento di tensione e corrente. La risposta in frequenza della potenza è definita come il rapporto tra la potenza e il quadrato dell'accelerazione della base.

Capitolo 6

Realizzazione sperimentale dei film

La deposizione di film in nitruro di alluminio oggetto di questo lavoro di tesi è stata realizzata tramite il sistema di magnetron sputtering presente nel Laboratorio di Materiali Micro/Nanostrutturati dell'Università di Padova. Il sistema magnetron del laboratorio ha una configurazione sbilanciata di tipo 2 (fig 4.7). Lo scopo finale del lavoro è quello di realizzare dei cantilever per energy harvesting e di individuare eventuali problematicità nella realizzazione e nel layout scelto.

6.1 Substrato del deposito

Come substrato per il deposito di AlN si è scelto di utilizzare delle barrette di alluminio in lega 1050A (purezza 99,5%) di spessore 0.8 e 2 mm [13]. Le misure delle barrette sono rappresentate in Figura 6.1.



Figura 6.1: Quote barrette da 2mm e da 0.8mm di spessore

La superficie dei pezzi metallici inseriti da inserire in camera viene trattata mediante:

- Levigatura con spugna abrasiva a grana grossa
- Pulizia con acetone e quindi con alcol etilico (il vetrino invece viene pulito sono con alcol etilico)



Figura 6.2: Esempio tipico di configurazione

Dopo la fase di pulizia, i pezzi sono stati quindi fissati ai sostegni in alluminio tramite nastro adesivo in Kapton, un materiale caratterizzato da un'elevata stabilità alle alte temperature. La configurazione è riportata in Figura 6.2. Il vetrino è utile, in generale, per misure dello spessore del film con profilometro, analisi che non è stata fatta per le prove di questa tesi.

6.2 Nitruro di Alluminio

Il materiale piezoelettrico utilizzato in questa tesi è il nitruro di alluminio. Il nitruro di alluminio è un materiale piezoelettrico non tossico, a differenza delle più comuni piezoceramiche PZT.

6.2.1 Proprietà del Nitruro di Alluminio

Il nitruro di alluminio è un composto binario formato da alluminio e azoto. Esso cristallizza prevalentemente sotto forma di *wurtzite*, una struttura cristallina non centrosimmetrica appartenente al sistema cristallino esagonale. Il nitruro di alluminio in

struttura wurtzitica è un materiale piezoelettrico. L'atomo di Al costituisce la struttura esagonale mentre l'atomo di N occupa la metà delle posizioni tetraedriche della struttura.



Figura 6.3: Struttura del nitruro di alluminio

Le costanti reticolari sono:

- *a* = 3.111
- *c* = 4.979

nel raggruppamento spaziale esagonale P63mc.

Proprietà	Valore	
Formula Chimica	AlN	
Massa molecolare	40.9882 g/mol	
Densità	3.21 g/cm^3	
Temperatura di ebollizione	2790 °C	
Temperatura di fusione	2473 °C	
Modulo di Young (300 K)	308 Gpa	
Band Gap	6.015 eV	
Mobilità elettronica	$300 \text{ cm}^3/\text{Vs}$	
Conducibilità termica	285 W/mK	

Tabella 6.1: Proprietà del nitruro di alluminio

Da un punto di vista elettrico il nitruro di alluminio è il semiconduttore con il più elevato valore di *bandgap*. Essendo un buon isolante elettrico ed un buon conduttore termico, l'AlN è un substrato dalle elevate prestazioni nel campo dell'elettronica, in impieghi come chip carrier o come dielettrico in dispositivi di memoria ottici [12].

6.2.2 Sintesi del Nitruro di Alluminio

La polvere di nitruro di alluminio si produce tramite una reazione carbotermica in cui ossido di alluminio reagisce con ammoniaca e carbonio in eccesso a una temperatura superiore ai $1600^{\circ}C$ secondo le seguenti reazioni:

$$2Al_2O_3 + 9C + 4NH_3 \rightarrow 4AlN + 3CH_4 + 6CO$$

$$Al_2O_3 + 3C + N_2 \rightarrow 2AlN + 3CO$$
(6.1)

La tecnica di sintesi utilizzata in questo lavoro di tesi è quella della nitrizzazione diretta, attraverso la seguente reazione:

$$2Al + N_2 \to 2AlN \tag{6.2}$$

6.2.3 Proprietà piezoelettriche del Nitruro di Alluminio

In letteratura [5] sono presenti diversi studi sulle proprietà piezoelettriche dell'AlN e, in particolar modo, sulla determinazione dei parametri principali che influenzano i valori della costante piezoelettrica d_{33} nelle strutture wurtzitiche sintetizzate tramite magnetron sputtering.

Emerge chiaramente come i valori del coefficiente d_{33} siano fortemente influenzati dalle condizioni di processo, risultando estremamente variabili al variare del metodo di crescita dei cristalli e del substrato utilizzato. L'ampiezza riscontrata dei coefficienti varia da valori modesti di 1.6pm/V fino a valori più elevati di 5.56pm/V.

6.3 Sistema Magnetron Sputtering

Per questo lavoro di tesi è stato utilizzato il sistema magnetron sputtering presente nel laboratorio di materiali micro e nanostrutturati dell'Università di Padova. Esso è costituito da:

- Camera di sputtering
- Catodo
- Sistema di pompaggio

- Sistema di raffreddamento
- Sistema di alimentazione e monitoraggio
- Sistema di sicurezza



Figura 6.4: Configurazione completa del sistema magnetron di laboratorio

6.3.1 Camera di sputtering

La camera di sputtering è il luogo in cui avviene il deposito del film. In prima approssimazione essa è costituita da una struttura a base quadrata realizzata in acciaio inossidabile e le sue dimensioni interne valgono:

- Profondità: 457mm
- Larghezza: 457mm
- Altezza: 612 mm

Una porta d'acciaio inossidabile di dimensioni 527×680 mm garantisce l'entrata alla camera. La porta è dotata di un piccolo oblò che consente l'ispezione della camera anche durante le fasi di deposito, nelle quali la camera è chiusa. La chiusura della porta è garantita dalla differenza di pressione che si viene a creare durante il funzionamento tra l'interno della camera e l'esterno e non sono quindi necessari degli strumenti di sicurezza attiva che gesticano e controllino la chiusura. Il perimetro della porta è provvisto di una guarnizione in *Viton* per assicurare la chiusura ermetica e il mantenimento del vuoto

in camera. All'interno della camera sono presenti due dischi di diametro 440mm posizionati al di sopra del catodo, che possono essere ruotati dall'esterno per eseguire delle operazioni in camera anche in condizioni di vuoto. Il disco inferiore è lo *shutter*, dotato di due fori circolari di diametro 155mm, mentre il disco superiore ha la funzione di sostegno per il substrato ed è sostenuto da un'asta regolabile in altezza che consente di controllare la distanza tra substrato e target. L'elettrodo è costituito da un cilindro di rame, al di sopra del quale viene posizionato il target di alluminio. Al di sotto dell'elettrodo sono presenti i magneti permanenti in NdFeB utilizzati per ottenere una configurazione sbilanciata di tipo 2, raffreddati dal sistema di raffreddamento ad acqua.

6.3.2 Catodo

La configurazione ammette la presenza di due catodi planari. Attualmente è presente un catodo dotato di raffreddamento ad acqua e di un cavo coassiale per l'alimentazione elettrica. Le caratteristiche del catodo sono riportate in Tabella 6.2.

Modello	Angstrom Sciences ONYX-6	
Potenza Massima in Sputtering DC	3 kW	
Potenza Massima in Sputtering RF	1 kW	
Forma del target	Circolare e planare	
Diametro del target	6" - 152,4 mm	
Magneti permanenti	NdFeB	

Tabella 6.2: Caratteristiche del catodo



Figura 6.5: Elettrodo e target del sistema di magnetron sputtering

6.3.3 Sistema di pompaggio

Per realizzare il vuoto all'interno della camera ci si serve di un sistema di pompaggio a due stadi, composto da una pompa volumetrica rotativa e da una pompa turbomolecolare. La *pompa rotativa* viene azionata per prima e permette di raggiungere un livello di vuoto preliminare dell'ordine di circa $10^{-6}bar = 0.1Pa$. Una volta raggiunto questo valore di pressione in camera viene azionata anche la *pompa turbomolecolare*, in grado di ottenere un vuoto molto spinto dell'ordine di $10^{-10}bar$.

Modello	Pfeiffer HiPace 700
Flangia di ingresso	DN 160 CF-F
Flangia di uscita	DN 25 ISO-KF/G 1/4"
Velocità di pompaggio per Ar	665 l/s
Velocità di rotazione	49200 giri/min
Raffreddamento	Aria

Tabella 6.3: Caratteristiche pompa turbomolecolare

Modello	LEYBOLD TRIVAC D 16 B	
Velocità di pompaggio	16.5 m3/h	
Motore trifase	Koncar Mes 5AZ80B-4	
Potenza del motore trifase	750 W	
Velocità nominale	1500 giri/min	

Tabella 6.4: Caratteristiche pompa rotativa volumetrica

6.3.4 Sistema di raffreddamento

La pompa turbomolecolare è raffreddata ad aria mentre il catodo e la camera di sputtering sono raffreddate tramite un sistema ad acqua demineralizzata a circuito chiuso. Il sistema di raffreddamento è prodotto da Eurocold e le caratteristiche sono presenti in Tabella 6.5.

Modello	Eurocold ACW-LP 12
Portata	8-30 l/min
Potenza	1500 W
Refrigerante	Acqua

Tabella 6.5: Caratteristiche del sistema di raffreddamento

6.3.5 Sistema di alimentazione e monitoraggio

La tensione per la generazione del plasma è fornita da un alimentatore modello **Tru-Plasma DC 4001** della TRUMPF HUTTINGER, le cui caratteristiche tecniche sono presentate in Tabella 6.6.

Modello	TruPlasma DC 4001		
Tensione in ingresso	3x400V AC ± 10%		
Corrente in ingresso	3x2 A		
Frequenza	50 - 60 Hz		
Raffreddamento	Aria		
Potenza massima in uscita	1000 W		
Frequenza alimentazione pulsata	2-100 kHz		

 Tabella 6.6: Caratteristiche dell'alimentazione

Il monitoraggio della pressione in camera è effettuato tramite due misuratori di pressione, uno di tipo capacitivo per misure durante lo sputtering e l'altro per misure di vuoto spinto.

Il flusso del gas di processo, che determina la pressione in camera durante il funzionamento, è regolato mediante elettrovalvole comandate.

6.3.6 Sistema di sicurezza

Il sistema di sicurezza è un insieme di dispositivi che hanno la funzione di impedire delle manovre errate da parte dell'operatore.

• Accensione della pompa turbomolecolare è consentita solamente se la pressione della camera è sufficientemente bassa.

- L'alimentazione catodica è consentita solo se la porta della camera è chiusa e il sistema di raffreddamento risulta attivo.
- É presente un interruttore di emergenza in grado di disalimentare immediatamente il sistema in qualsiasi momento.

6.4 Realizzazione del deposito

Il processo di deposizione di AlN sui substrati precedentemente preparati è articolato in più fasi distinte:

- Realizzazione del vuoto
- Pre-sputtering
- Sputtering

Una volta concluse queste operazioni, la camera viene rimessa in aria e si estraggono i substrati.

6.4.1 Realizzazione del vuoto

Dopo l'inserimento del materiale in camera, si chiude la porta e si crea il vuoto in camera. In primo luogo, viene accesa solamente la pompa volumetrica rotativa fino al raggiungimento di un buon livello di vuoto (dell'ordine di 10^{-6} bar). Arrivati a questo livello di pressione si accende anche la pompa turbomolecolare, che necessita di avere già delle pressioni basse per funzionare in maniera ottimale. A differenza della pompa rotativa, il vuoto che si ottiene con la pompa turbomolecolare è dell'ordine dei 10^{-10} bar.

6.4.2 Pre-sputtering

Il pre-sputtering è un processo di sputtering che ha lo scopo di pulire la superficie del target. Il pre-sputtering viene effettuato chiudendo lo shutter, in modo da evitare che il materiale finisca sul substrato.I parametri del pre-sputtering utilizzati per le prove di questa tesi sono:

- DC pulsato a 50kHz, con tempo di pausa di 2μ s per ogni periodo della pulsazione.
- Potenza di 200W
- Flusso di argon di 39 sccm
- durata di pre-sputtering di 10'

6.4.3 Sputtering

Per ogni set di substrati su cui è stato effettuato un deposito, si sono utilizzati differenti parametri del processo di deposizione. Di seguito verranno descritte le condizioni di realizzazione di ciascun deposito.

6.4.4 Primo deposito

Per il primo deposito sono state utilizzate due sbarrette di alluminio come substrato, una di spessore 0.8mm e una di spessore 2mm, nella configurazione illustrata in figura.



Figura 6.6: Primo set di substrati

É stata utilizzata una miscela di gas di processo composta in questo modo:

- Flusso di gas n.1: 8 sccm di Ar
- Flusso di gas n.2: 16 sccm di N₂

La pressione in camera risulta di circa $3 \cdot 10^{-3}$ mbar. Si procede quindi con il deposito con i seguenti parametri di processo:

- DC pulsato a 50 kHz e 2 μ s
- Potenza = 125 W
- Durata di deposito = 5 h

Durante le fasi iniziali del deposito si sono registrati i parametri misurati del processo in modo da monitorare il corretto avvio del sistema. I valori misurati sono riportati in Tabella 6.7.

Tempo trascorso	Potenza [W]	Tensione [V]	Corrente [mA]	Pressione [mbar]
15"	199	411	485	$2.99 \cdot 10^{-3}$
1'	199	409	486	$2.99 \cdot 10^{-3}$
3'	199	405	491	$3.04 \cdot 10^{-3}$
5'	199	403	494	$3.08 \cdot 10^{-3}$
8'	199	402	495	$3.08 \cdot 10^{-3}$

Tabella 6.7: Parametri di processo misurati

Dopo 5h sono state spente l'alimentazione e la pompa turbomolecolare. In seguito è stata messa in aria la camera ed estratto il deposito.



Figura 6.7: Deposito su barretta da 2 mm



Figura 6.8: Deposito su barretta da 0.8 mm

Dopo un primo esame visivo è stato notato come il deposito fatto sulla barretta da 2mm sembri più omogeneo e di qualità migliore rispetto a quello fatto sulla barretta da 0.8mm.

6.4.5 Secondo deposito

Per il secondo deposito sono state utilizzate due sbarrette di alluminio come substrato, entrambe di spessore 2mm, nella configurazione illustrata in figura. É stata utilizzata una miscela di gas di processo composta in questo modo:

- Flusso di gas n.1: 14 sccm di Ar
- Flusso di gas n.2: 28 sccm di N₂

La pressione in camera risulta di circa $4.99 \cdot 10^{-3}$ mbar. Si procede quindi con il deposito con i seguenti parametri di processo:

- DC pulsato a 50 kHz e 2 μ s
- Potenza = 150 W
- Durata di deposito = 10 h



Figura 6.9: Secondo set di substrati

Durante la durata del deposito si sono registrati i parametri del processo in modo da monitorare il corretto svolgimento dell'operazione. I valori misurati sono riportati in Tabella 6.8.

Tempo trascorso	Potenza [W]	Tensione [V]	Corrente [mA]	Pressione [mbar]
15"	150	267	560	$4.95 \cdot 10^{-3}$
1'	150	269	555	$4.95 \cdot 10^{-3}$
5'	150	281	533	$4.95 \cdot 10^{-3}$
10'	150	289	516	$4.95 \cdot 10^{-3}$
46'	150	294	508	$4.95 \cdot 10^{-3}$
9h 04'	150	310	483	$4.95 \cdot 10^{-3}$
9h 55'	150	310	482	$4.95 \cdot 10^{-3}$

Tabella 6.8: Parametri di processo misurati

Dopo 10h sono state spente l'alimentazione e la pompa turbomolecolare. In seguito è stata messa in aria la camera ed estratto il deposito.



Figura 6.10: Depositi su barrette da 2mm

Dopo un esame visivo, entrambi i depositi sembrano essere di buona qualità.

6.4.6 Terzo deposito

Per il terzo deposito sono state utilizzate due sbarrette di alluminio come substrato, entrambe di spessore 2mm, nella configurazione illustrata in figura. É stata utilizzata una miscela di gas di processo composta in questo modo:

- Flusso di gas n.1: 14 sccm di Ar
- Flusso di gas n.2: 28 sccm di N₂

La pressione in camera risulta di circa $4.91 \cdot 10^{-3}$ mbar. Si procede quindi con il deposito con i seguenti parametri di processo:

- DC pulsato a 50 kHz e 2 μ s
- Potenza = 150 W
- Durata di deposito = 20 h

Durante la durata del deposito sono stati registrati i parametri del processo. I valori misurati sono riportati in Tabella 6.9.

Tempo trascorso	Potenza [W]	Tensione [V]	Corrente [mA]	Pressione [mbar]
15"	150	268	561	$4.87 \cdot 10^{-3}$
1'	150	272	552	$4.87 \cdot 10^{-3}$
7'	150	291	516	$4.91 \cdot 10^{-3}$
13h	150	319	469	$4.79 \cdot 10^{-3}$
15h	150	320	468	$4.87 \cdot 10^{-3}$
17h 50'	150	321	467	$4.79 \cdot 10^{-3}$

Tabella 6.9: Parametri di processo misurati

Dopo 20h vengono sono state spente l'alimentazione e la pompa turbomolecolare. In seguito è stata messa in aria la camera ed estratto il deposito.



Figura 6.11: Terzo set di depositi



Figura 6.12: Deposito su barretta da 2mm

Dopo un esame visivo i due depositi sembrano entrambi di buona qualità nella zona centrale, un po' meno nella parte finale.

Capitolo 7

Montaggio dei cantilever: prima fase

Completata la fase di deposito del film in AlN è necessario effettuare delle operazioni di montaggio in modo da rendere agevole la realizzazione di prove tramite shaker elettrodinamico sui cantilever che sono stati realizzati. Di seguito verranno riportate le varie fasi della realizzazione.

7.1 Quotatura dell'area del deposito

Dopo aver estratto il materiale dalla camera, vengono prese le misure dell'area del deposito con un calibro.



Figura 7.1: Esempio di quotatura dell'area del deposito

7.2 Creazione dell'isolamento con nastro di carta

Nella parte della lamina in cui verranno posti gli elettrodi, cioè vicino al foro, viene creata una copertura con nastro di carta adesivo largo 19mm (Figura 7.2), avvolgendolo in modo da formare tre strati nella parte superiore. Con il nastro di carta viene anche coperta una piccola porzione del deposito, tipicamente dell'ordine dei 4-5 mm, in modo da evitare delle zone di deposito che sono solitamente meno omogenee. Lo spessore del nastro di carta misurato con il micrometro è di 120μ m. In seguito vengono nuovamente prese le misure.

In seguito viene ricoperta con il nastro di carta anche la parte forata terminale delle lamine, dove è presente il foro. Si pongono tre strati di nastro di carta solo sulla parte superiore, forando ogni volta in corrispondenza del foro dell'alluminio (Figura 7.3).



Figura 7.2: Esempio di lamine con nastro di carta isolante



Figura 7.3: Lamine con nastro di carta a coprire il foro

7.3 Creazione elettrodo superiore con nastro in rame

Sulla superficie superiore delle barrette viene creato un elettrodo usando del nastro di rame 3M 1181 dotato di colla conduttiva. Viene ritagliata una strisciolina di nastro e viene posizionata sopra al nastro di carta fino a sovrapporsi con la zona del deposito per circa 4-5 mm (Figura 7.4). In questo modo, grazie alla presenza della carta, è salvaguardato l'isolamento elettrico tra il rame e l'alluminio. Dopo aver posizionato il nastro di rame, viene praticato un foro in corrispondeza del foro presente sulla barretta ed effettuata una verifica di isolamento tra rame e alluminio utilizzando un multimetro Fluke 23III.



Figura 7.4: Lamina con nastro di rame

Modello	Nastro di rame 3M 1181
Colore	Ramato
Tipo di adesivo	Acrilico conduttivo
Spessore	0.066mm
Resistenza elettrica	0.005 Ω/□

Tabella 7.1: Caratteristiche tecniche del nastro di rame

Dopo aver verificato l'isolamento si avvolge nuovamente con nastro di carta la zona che sarà sottoposta ad incastro, in modo da avere tre strati superiormente, per proteggere l'elettrodo in rame.



Figura 7.5: Barretta con copertura di nastro di carta sopra il rame

7.4 Applicazione vernice SCP (Silver Conductive Paint)

Viene applicata una vernice conduttiva a base di argento sulla zona del deposito, in modo da sovrapporsi anche al nastro di rame. É desiderabile avere una superficie più ampia possibile in modo da aumentare la capacità elettrica del sistema. Dopo aver agitato la confezione di vernice conduttiva per una ventina di minuti, si procede stendendo, tramite

un pennello, uno strato di argento e si lascia ad asciugare per mezza giornata. Una volta che la vernice è asciutta si procede con la verifica dell'isolamento elettrico tra rame e alluminio tramite tester.

Modello	Electrolube SCP	
Aspetto	Liquido grigio	
Contenuto di argento	45%	
Densità	1.44 g/ml	
Intervallo di temperatura	-80°C/+125°C	

Tabella 7.2:	Caratteristiche	tecnice	vernice	SCP
--------------	-----------------	---------	---------	-----

7.4.1 Problematicità legate alla vernice conduttiva

Le prove effettuate sono state influenzate negativamente dall'applicazione della vernice SCP conduttiva: infatti, nel momento in cui la vernice è stata applicata, si è riscontrata la perdita dell'isolamento elettrico tra rame e alluminio, rendendo di fatto non utilizzabili i cantilever per la prova con shaker elettrodinamico. La perdita di isolamento è dovuta alla alla vernice che è trafilata attraverso il deposito di AlN, creando il contatto elettrico con la barretta di alluminio sottostante al deposito. Tale contatto danneggia in maniera irreparabile la struttura.

Primo deposito

Per le prime due lamine su cui si è fatto il deposito, non si è prestata particolare attenzione alle modalità di applicazione della vernice, cercando di coprire con la SCP un'area più grande possibile in modo da massimizzare il valore di capacità del cantilever.



Figura 7.6: Lamina da 2mm del primo deposito con vernice conduttiva

La misura con tester ha dato un valore di resistenza elettrica tra rame e alluminio di 0.6Ω , evidenziando quindi la presenza di un cortocircuito. Si è sollevata la porzione di rame in corrispondeza del foro per escludere l'eventualità che la colla conduttiva del nastro fosse colata e avesse creato contatto elettrico con l'alluminio sottostante, ma il risultato del tester non è variato, confermando che il problema è stato creato dall'applicazione della vernice.

Secondo deposito

Per il secondo deposito si è cercato di applicare la vernice SCP soltanto nei punti nei quali il deposito presentava, dal punto di vista visivo, una qualità maggiore. La verifica dell'isolamento con il tester ha dato un valore di resistenza elettrica tra rame ed alluminio di 0.4 Ω per entrambe le lamine, evidenziando la presenza di un cortocircuito. Anche in questo caso si è provato a sollevare il nastro di rame nella zona del foro e ripetere la misura, non ottenendo alcuna variazione.



Figura 7.7: Lamine con il secondo deposito e con vernice conduttiva

Terzo deposito

Vista l'esperienza negativa dei depositi precedenti, per il terzo deposito è stato scelto di seguire una strada alternativa seguendo delle operazioni di montaggio differente dopo aver fatto delle considerazioni che verranno esposte nel capitolo seguente.

Capitolo 8

Montaggio dei cantilever: seconda fase

In seguito ai problemi rilevati descritti precedentemente, si è deciso di cercare di trovare una soluzione alternativa. L'idea seguita è stata quella di interporre tra il deposito e la vernice conduttiva un nastro di poliestere 3M 74, in modo da creare uno strato di isolamento che impedisca la formazione di cortocircuiti.

Modello	Nastro 3M 74
Tipo di adesivo	Colla termoindurente
Spessore	0.02 mm
Colore	Giallo
Resistenza di isolamento	≥1·10 ⁶ MΩ
Breakdown dielettrico	3500 V

Tabella 8.1: Caratteristiche tecniche nastro 3M	74
---	----

8.1 Prove di capacità

Al fine di fare delle considerazioni preliminari, sono state prese due lamine di alluminio di spessore 2mm prive di deposito e sottoposte alla seguente lavorazione:

- Levigatura in corrispondenza del foro
- Lisciatura con spugna abrasiva
- Pulizia con acetone con acetone
- Applicazione, su un lato, di nastro in poliestere 3M 74 con colla adesiva

Sulle due barrette sono stati quindi effettuati dei montaggi differenti: su di una è stato steso, sopra il nastro in poliestere, uno strato di vernice conduttiva in argento SCP su un'area di 70×9 mm, mentre sull'altra è stata attaccata una striscia di nastro di rame con colla conduttiva (dimensioni: 66×8.5 mm), sempre sopra il nastro in poliestere. Lo spessore del nastro di rame e della colla è di circa 66.1 micron, mentre lo spessore del nastro in poliestere è dell'ordine dei 20 micron.



Figura 8.1: Lamina da 2mm con poliestere e nastro di rame



Figura 8.2: Lamina da 2mm con poliestere e vernice SCP

8.1.1 Lamina con vernice conduttiva

Sul sistema con vernice conduttiva, sono stati collegati due fili con capocorda ad occhiello dopo aver forato il nastro in poliestere. Gli occhielli sono stati chiusi con vite e dado di plastica e si è raggiunta la configurazione illustrata in Figura 8.3.



Figura 8.3: Configurazione lamina con vernice conduttiva

É stata quindi eseguita una misura di capacità con un ponte RLC IX 3131 della Metrix e sono stati rilevati i seguenti valori per il sistema in esame:

- Misura a 120 Hz: 676 pF
- Misura a 1 kHz: 662.7 pF

8.1.2 Lamina con nastro di rame

Sul sistema con nastro di rame, sono stati collegati due fili con capocorda ad occhiello dopo aver forato il nastro in poliestere. Gli occhielli sono stati chiusi con vite e dado di plastica e si è raggiunta la configurazione illustrata in Figura 8.4.



Figura 8.4: Configurazione lamina con nastro di rame

É stata quindi eseguita una misura di capacità con un ponte RLC IX 3131 della Metrix e sono stati rilevati i seguenti valori per il sistema in esame:

- Misura a 120 Hz: 353 pF
- Misura a 1 kHz: 342.4 pF



Figura 8.5: Ponte di misura RLC Metrix IX 3131

Modello	Metrix IX 3131
Parametri misurati	L/C/R/D/Q
Modo parallelo	Capacità e resistenza
Modo serie	Induttanza
Tensione di protezione	5V rispetto a terra
Frequenza di test	120 Hz e 1 kHz
Livello del test di segnale	0.9 Vrms (circa)
Classe di isolamento	Ι

8.2 Modello per lamina con vernice conduttiva

É stato utilizzato un modello a condensatori piani. La formula per il calcolo della capacità per un condensatore piano è la seguente [4]:

$$C = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r S}{d} \tag{8.1}$$

Dove $\varepsilon_0 = 8,854 \cdot 10^{-12} F/m$ è la permittività elettrica del vuoto, ε_r è la permittività elettrica del mezzo, S è la superficie delle piastre e d la distanza tra di esse. Poichè

nel caso in esame sono presenti due strati di dielettrici differenti, si è utilizzato come modello la serie di due capacità. La lamina con vernice SCP può essere pensata come la serie di una capacità dovuta allo strato di colla del nastro in poliestere e di una capacità dovuta alla presenza del nastro in poliestere stesso. Dopo una ricerca bibliografica [10] la costante dielettrica relativa del nastro in poliestere è stata posta pari a: $\varepsilon_{r,poliestere} = 3.2$.



Figura 8.6: Schema del modello

La costante dielettrica relativa dello strato di colla è ignota ma può essere ricavata conoscendo la formula della serie di capacità e il valore della capacità totale equivalente. La capacità dovuta al nastro in poliestere si può calcolare come:

$$C_{poliestere} = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r S_{poliestere}}{d_{poliestere}} \simeq \frac{8.854 \cdot 10^{-12} \cdot 3.2 \cdot 70 \cdot 8.5 \cdot 10^{-6}}{12.7 \cdot 10^{-6}} = 1327 pF \quad (8.2)$$

La capacità totale della serie è quella misurata in precedenza con il ponte RLC e vale $C_{tot} = 663 pF$ a 1kHz. Dalla formula della capacità equivalente si ottiene:

$$C_{tot} = \frac{1}{\frac{1}{C_{poliestere}} + \frac{1}{C_{colla}}} = 663pF$$
(8.3)

da cui si ricava il valore $C_{colla} = 1325 pF$. Essendo:

$$C_{colla} = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_{rx} S_{colla}}{d_{colla}}$$
(8.4)

si ottiene un valore per $\varepsilon_{rx} \simeq 1.9$.

Si è dunque ricavata una stima approssimata del valore della costante dielettrica relativa dello strato di colla del nastro in poliestere.

8.2.1 Limiti del modello proposto

Il modello precedentemente illustrato non considera che la superficie della lamina di alluminio non è regolare e può presentare delle zone in cui l'aderenza del nastro in poliestere non è perfetta e sono presenti bolle/infiltrazioni d'aria. Inoltre, nel modello con vernice SCP, è stato trascurato il fatto che il piano della vernice conduttiva non è un piano ideale.

8.3 Montaggio della lamina del terzo deposito

Si è deciso di provare a realizzare una configurazione con nastro di poliestere e vernice conduttiva su una delle barrete sulle quali era stato effettuato in precedenza un deposito di AlN. La lamina utilizzata è una di quelle realizzate con il terzo set di depositi, e ha le dimensioni riportate in Figura 8.7.



Figura 8.7: Misure della lamina utilizzata

Sulla lamina, lato deposito, è stato steso il nastro di poliestere 3M 74 fino a coprire interamente la superficie ed è stato forato in prossimità del foro della lamina. In seguito è stata applicata una striscia di nastro di rame 3M 1181 nella zona posteriore della lamina, con lo scopo di creare un contatto metallico su cui appoggiare in seguito il capocorda ad occhiello.



Figura 8.9: Lamina con deposito



Figura 8.8: Posizione della striscia di nastro di rame

Dopo questa operazione, è stata avvolta con nastro di carta la zona che sarà sottoposta ad incastro per le prove in configurazione cantilever con shaker elettrodinamico. A questo punto sono stati montati gli occhielli e i collegamenti elettrici: sono stati verificati sia l'isolamento elettrico tra i due fili, sia la continuità elettrica tra filo e rame (per la parte superiore) e tra filo e alluminio (per la parte inferiore). Tramite il ponte RLC Metrix IX 3131 si è effettuata una misura di capacità, ottenendo i seguenti valori:

- Misura a 120 Hz: 45 pF
- Misura a 1 kHz: 43.4 pF

A questo punto è stata applicata la vernice SCP: è stato steso uno strato di vernice conduttiva sul nastro di poliestere nella zona corrispondente al deposito e lasciato il tutto ad asciugare. Il cantilever montato secondo questa procedura è stato sottoposto a delle prove di funzionamento che verranno descritte nel seguente capitolo.



Figura 8.10: Cantilever dopo l'applicazione della vernice SCP

Capitolo 9

Prove di funzionamento

In questo capitolo verranno illustrate le prove di funzionamento, effettuate con shaker elettrodinamico. Il cantilever sottoposto alle prove fa riferimento alla barretta del terzo deposito, di cui è stato descritto nei dettagli il montaggio nel capitolo precedente.

9.1 Caratteristiche del cantilever

Le caratteristiche del terzo deposito sono le seguenti:

- Potenza: 150 W
- Percentuale di Azoto: 66%
- Percentuale di Argon: 33%
- Durata del deposito: 20h
- Pressione: 0.5 Pa
- Spessore stimato: 9.9 μm



Figura 9.1: Geometria del deposito

La misura di capacità effettuata prima di stendere lo strato di vernice SCP aveva dato un valore di $C'_2 = 45pF$ a 120 Hz. Dopo la stesura di uno strato di vernice SCP conduttiva su un'area di $35.5 \times 11mm^2$, è stata effettuata nuovamente una misura di capacità con ponte RLC ottenendo:

- Misura a 120 Hz: 338 pF
- Misura a 1kHz: 332.3 pF

In questo caso la capacità ottenuta è la serie di due capacità: quella relativa al nitruro di alluminio e quella relativa al nastro di poliestere 3M 74. L'area da considerare per il calcolo è quella coperta dalla vernice conduttiva SCP, cioè $35.5 \times 11 mm^2$ ed è quindi necessario sottrarre il contributo di capacità dato dal nastro di rame, calcolato prima di applicare la vernice. La capacità misurata relativa all'area della vernice è quindi di 332 - 43 = 289 pF. É possibile, grazie alla prova di capacità riportata nel Capitolo 8, calcolare una stima della capacità equivalente della serie. Sapendo infatti che la capacità di una lamina con nastro in poliestere e vernice per un'area di $70 \times 9mm^2$ è pari a 663 pF, è possibile stimare per un'area di $35.5 \times 11mm^2$ una capacità:

$$C_{poli+colla} = 663 \times \frac{35.5 \times 11}{70 \times 9} = 411 pF \tag{9.1}$$

Mentre per il Nitruro di alluminio si può calcolare un valore di capacità sapendo che $\varepsilon_{r,AlN} \simeq 9$ e che lo spessore del deposito è di circa $9.9\mu m$:

$$C_{AlN} = \frac{\varepsilon_0 \varepsilon_r S}{d} = 3.099 nF \tag{9.2}$$

La serie delle due capacità è quindi:

$$C_{eq} = \frac{1}{\frac{1}{C_{poli+colla}} + \frac{1}{C_{AlN}}} = 363pF$$
(9.3)

Rispetto ai 289 pF ottenuto dalle misure, si ha una differenza di circa il 26%. Si ha quindi un ragionevole accordo tra il valore ottenuto con il modello e quello ottenuto con le misure.

9.2 Misure con shaker elettrodinamico

9.2.1 Apparato di misura

L'apparato di misura utilizzato per i test dei cantilever è costituito da un generatore di funzione Agilent 33120 A collegato ad un alimentatore SmartAmp POWER AMPLI-FIER 2100E21 della MODAL SHOP, il quale produce il segnale, regolato in frequenza e in ampiezza, che alimenta lo shaker elettrodinamico MODAL SHOP 2007E. Alla parte vibrante dello shaker è collegato un accelerometro il cui segnale in uscita è condizionato tramite un condizionatore di segnale modello PCB 480C02. In uscita il condizionatore di segnale è collegato, tramite cavo coassiale, ad un canale in entrata di un oscilloscopio digitale YOKOGAWA DL9140 modello 710310. Sullo shaker elettrodinamico viene poi montato il cantilever su cui fare le misure. I morsetti elettrici del cantilever vengono quindi collegati ad una sonda passiva di tensione YOKOGAWA 700998, il cui segnale in uscita viene letto dall'oscilloscopio.

Modello	Agilent HP 33120A
Frequenza	100 µHz-15 MHz
Risoluzione	12 bit
Campionamento	40 Msa/s
Distorsione Armonica	-70 dBc
Livello massimo	20 Vpp
Impedenza in uscita	50Ω

Tabella 9.1: Specifiche alimentatore Agilent 33120 A

Modello	SmartAmp POWER AMPLIFIER 2100E21
Efficienza	92%
Limite di corrente	18 A (picco)
Potenza in uscita	100 W
Distorsione	<0.1 %
Risposta in frequenza	0.4-40000 Hz
Massimo Guadagno in tensione	20 dB
Impedenza in ingresso	10 kΩ
Impedenza in uscita	30 kΩ

Tabella 9.2: Specifiche amplificatore SmartAmp POWER AMPLIFIER 2100E21



Figura 9.2: Alimentatore Agilent 33120 A



Figura 9.3: Amplificatore SmartAmp POWER AMPLIFIER 2100E21

Modello	MODAL SHOP 2007E
Forza in uscita (sinusoidale picco)	31 N
Forza in uscita (generico RMS)	22N
Forza in uscita (impulso, picco)	67 N
Range di frequenza	DC-9kHz
Accelerazione massima	70 g (picco)
Massima corrente	8:00 AM
Resistenza dell'armatura in DC	0.37 Ω

 Tabella 9.3: Specifiche shaker elettrodinamico MODAL SHOP 2007E


Figura 9.4: Shaker elettrodinamico MODAL SHOP 2007E

Modello	PCB 480C02
Canali in input	1
Range di frequenze	0.05-500 Hz
Guadagno di tensione	01:01
Tensione di eccitazione (sensore)	25-29 VDC
Corrente di eccitazione(sensore)	2-3.2 mA
Offset DC	<30 mV

 Tabella 9.4: Specifiche condizionatore di segnale PCB 480C02



Figura 9.5: Condizionatore di segnale PCB 480C02

Modello	YOKOGAWA DL9140 710310
Frequenza di campionamento massima	5 GS/s
Banda di frequenza analogica	1 GHz
Impedenza di ingresso	1 MO, 20 pF/10 MO, 14 pF/50 MO

Tabella 9.5: Specifiche oscilloscopio YOKOGAWA DL9140 modello 710310



Figura 9.6: Oscilloscopio YOKOGAWA DL9140 modello 710310

Modello	YOKOGAWA 700998
Lunghezza	1.5 m
Connettore	BNC
Resistenza di ingresso	10 MΩ
Rapporto di attenuazione	01-ott
Banda passante	150 MHz
Tensione massima	600 VDC (o AC picco)

Tabella 9.6: Specifiche sonda passiva di tensione YOKOGAWA 700998



Figura 9.7: Sonda passiva di tensione YOKOGAWA 700998

9.2.2 Test sul cantilever

Grazie all'apparato appena descritto, si è fatta un'analisi del cantilever. Si è misurata la tensione a vuoto del cantilever in seguito all'applicazione di un'accelerazione di circa 1g, in un range variabile di frequenze.



Figura 9.8: Andamento della tensione in funzione della frequenza

Il grafico evidenzia come la frequenza di risonanza del cantilever si attesti attorno al valore 509 Hz.

9.2.3 Considerazioni finali sulle misure

Utilizzando la relazione della frequenza del modo fondamentale della struttura, riportata in generale nel capitolo 5, si ha:

$$\omega_1 = \lambda_1^2 \frac{h_s}{L^2} \sqrt{\frac{Y_s}{12\rho}} \tag{9.4}$$

con L = 51.6mm (lunghezza della parte a sbalzo del cantilever), $\lambda_1 = 1.8751$, $h_s = 2mm$ (spessore della lamina di alluminio), $\rho = 2700kg/m_3$ (densità dell'alluminio) e $Y_s = 64GPa$ (modulo di Young per l'alluminio). Con questi valori, si ottiene una $\omega_1 \simeq 3700rad/s$, corrispondente ad una frequenza di $\simeq 591Hz$, non distante dal valore ottenuto sperimentalmente di circa 509Hz. Alla frequenza di risonanza, la tensione in uscita raggiunge il valore di 622 mVrms. Si tratta di un valore di tensione interessante per questo tipo di configurazione.

Capitolo 10

Conclusioni

Lo scopo di questo lavoro di tesi è stato quello di realizzare dei convertitori piezoelettrici basati su AlN in configurazione a cantilever. Si sono studiate diverse configurazioni a partire dalle problematicità rilevate riguardanti la perdita di isolamento nel momento dell'applicazione della vernice SCP, riuscendo a trovare una soluzione all'insorgenza dei cortocircuiti che mantenesse pressochè invariate le performance del convertitore dal punto di vista piezoelettrico. La procedura di montaggio individuata, è stata utilizzata in una prova in configurazione cantilever e la tensione in uscita è risultata superiore a 0.6Vrms, valore interessante in vista di ulteriori prove da realizzare. Sono infatti da produrre film in AlN con differenti percentuali di gas $Ar e N_2 e$ a differenti pressioni, analizzando i cantilever così prodotti mediante prove con shaker elettrodinamico, in modo analogo a quanto fatto per questa tesi.

Bibliografia

- [1] D.Desideri. Dispense del corso di Micro/nano dispositivi elettrici ed elettromagnetici. Università di Padova, 2017.
- [2] Alper Erturk e Daniel Inman. A distributed parameter electromechanical model for cantilevered piezoelectric energy harvesters. 2008.
- [3] Alper Erturk e Daniel Inman. On mechanical modeling of cantilevered piezoelectric vibration energy harvesters. 19, 2008.
- [4] P.Mazzoldi e M.Nigro e C.Voci. Fisica Vol.II. EdiSES, 2002.
- [5] M.A.Dubois e P.Muralt. Stress and piezoelectric properties of aluminum nitride thin films deposited onto metal electrodes by pulsed direct current reactive sputtering. JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, 2001.
- [6] P.J.Kelly e R.D.Arnell. *Magnetron sputtering: a review of recent developments and applications*. University of Salford, 2000.
- [7] F.Bassani e U.M.Grassano. Fisica dello stato solido. Bollati Boringhieri, 2000.
- [8] Wolfgang Eckstein. Sputtering by Particle Bombardment: Experiments and Computer Calculations from Threshold to MeV Energies, pages 33–187. Springer Berlin Heidelberg, 2007.
- [9] Alper Erturk. *Electromechanical modeling of piezoelectric energy harvesters*. PhD thesis, Virginia Polytechnic Institute and State University, 2009.
- [10] kabusa.com. Dielectric constants.pdf, 2018.
- [11] Donald M. Mattox. HANDBOOK OF PHYSICAL VAPOR DEPOSITION PVD PROCESSING. NOYES PUBLICATIONS, 1 edition, 2007.
- [12] M.Fiorindo. *Realization and preliminary operation tests of AlN-based piezoelectric cantilever for kinetic energy harvesting*. Tesi Magistrale, Università deli studi di Padova, 2016.
- [13] RS Pro. Scheda tecnica fogli di alluminio 1050A. 2017.
- [14] R. Dal Santo. *Realizzazione di film sottili in nitruro d'alluminio*. Tesi Magistrale, Università deli studi di Padova, 2015.
- [15] M. S. Vijaya. Piezoelectric materials and devices : applications in engineering and medical sciences. CRC Press, 2013.

- [16] Wikipedia. Piezoelettricità wikipedia, l'enciclopedia libera, 2017. [Online; in data 17-gennaio-2018].
- [17] Wikipedia. Solido amorfo wikipedia, l'enciclopedia libera, 2017. [Online; in data 12-gennaio-2018].