



**UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA**



DIPARTIMENTO DI INGEGNERIA DELL'INFORMAZIONE
CORSO DI LAUREA IN INGEGNERIA DELL'INFORMAZIONE

**“REALIZZAZIONE E CARATTERIZZAZIONE DI COMPONENTI
OTTICI PER IL FUV PER APPLICAZIONI SPAZIALI”**

Relatore: Prof. Alain Jody Corso

Laureanda: Chiara Spinelli

Correlatore: Dott. Giovanni Santi

ANNO ACCADEMICO 2021 – 2022

Data di laurea 19/07/2022

Abstract

Il lavoro di tesi è focalizzato sulle tecniche di deposizione e caratterizzazione ottica di reticoli di diffrazione adottati per la realizzazione del dimostratore di uno spettrometro, che verrà realizzato nell'ambito del progetto PLUS finanziato dall'Agenzia Spaziale Italiana.

Le attività svolte nell'ambito di questo progetto rappresentano il primo passo per lo sviluppo di uno spettrometro in grado di effettuare, in future missioni planetarie, osservazioni a lunghezze d'onda corte.

In particolare, le esperienze che mi hanno vista coinvolta sono state svolte nei laboratori del CNR-IFN di Padova e si sono focalizzate inizialmente sul deposito del coating ottico e sulla caratterizzazione ottico-morfologica di un reticolo ottimizzato per lavorare nell'ultravioletto lontano (FUV, 115-200 nm); successivamente si sono incentrate sulla sola caratterizzazione ottico-morfologica di un reticolo ottimizzato per lavorare nell'estremo ultravioletto (EUV, 55 - 120 nm).

Il coating per il reticolo FUV è stato realizzato tramite la tecnica di evaporazione per e-beam, depositando uno strato di Alluminio (Al) protetto con Fluoruro di Magnesio (MgF_2), per renderlo efficiente nel range di lunghezze d'onda d'interesse. Il coating del reticolo EUV è invece di Carburo di Silicio (SiC) ed è stato depositato da partner del progetto mediante la tecnica di sputtering.

Entrambi i reticoli sono stati caratterizzati dal punto di vista morfologico attraverso l'utilizzo di un profilometro e di un microscopio a forza atomica (AFM), con i quali si è misurato sia lo spessore totale degli strati dopo la deposizione sia la qualità della superficie del reticolo, prima e dopo il deposito.

Infine, tramite il riflettometro EUV/FUV in configurazione Johnson-Onaka, i due reticoli sono stati caratterizzati otticamente andando a studiare le loro prestazioni in riflettività.

Ringraziamenti

Prima di procedere con la trattazione, vorrei dedicare qualche riga a coloro che più mi sono stati vicini in questo percorso di crescita personale e professionale.

Un sentito grazie al mio relatore prof. Alain Jody Corso per la sua infinita disponibilità e tempestività ad ogni mia richiesta.

Grazie anche al mio correlatore dott. Giovanni Santi per i suoi preziosi consigli e per avermi seguito in ogni momento della mia esperienza in laboratorio.

Ringrazio di cuore la mia famiglia e in particolar modo i miei genitori. Grazie per avermi sostenuto e per avermi lasciato la libertà di prendere sempre le mie decisioni.

Grazie ad Anna per essere stata sempre presente durante quest'ultima fase del mio percorso di laurea. Grazie per aver condiviso con me tutte le ore di studio e di chiacchiere, ma soprattutto per essere stata parte del mio cambiamento.

Un ringraziamento particolare va ad Enrico, per avermi trasmesso la sua immensa forza e pazienza. Grazie per tutto il tempo che mi hai dedicato e per tutti i discorsi di incoraggiamento. Grazie per esserci sempre nei momenti più difficili, per essere sempre il primo a credere in me e a condividere ogni piccola gioia.

Infine, vorrei dedicare questo piccolo traguardo a me stessa, che possa essere l'inizio di un nuovo percorso ricco di soddisfazioni.

Indice

Abstract	I
Ringraziamenti	III
Lista delle Figure	VI
Lista delle Tabelle	VII
Introduzione - Il progetto Planetary Ultraviolet Spectrometer (PLUS)	1
Capitolo 1 - Elementi ottici per il Far UV (FUV)	5
1.1 Materiali.....	5
1.2 Teoria dei film sottili	6
1.3 Teoria dei reticoli di diffrazione concavi.....	12
1.3.1 Teoria dei reticoli di diffrazione	12
1.3.2 Reticoli di diffrazione sferici	13
Capitolo 2 - Tecniche di deposizione e caratterizzazione di film sottili per il FUV	19
2.1 Deposizione tramite e-beam evaporation	19
2.2 Caratterizzazione morfologica	21
2.2.1 Microscopio a forza atomica (AFM)	21
2.2.2 Profilometro	23
2.3 Caratterizzazione ottica	24
Capitolo 3 - Risultati ottenuti durante il lavoro in laboratorio	27
3.1 Deposizione di Al/MgF ₂ con e-beam evaporation.....	27
3.2 Caratterizzazione morfologica tramite profilometro	31
3.3 Caratterizzazione morfologica tramite AFM.....	32
3.4 Caratterizzazione ottica tramite riflettometro	35
Conclusioni	39
Bibliografia	41

Lista delle Figure

Figura 0. 1: Layout di uno spettrometro a doppio canale.....	1
Figura 0. 2: configurazione del dimostratore dello spettrometro PLUS.....	2
Figura 1. 1: Rappresentazione di un'onda piana incidente in un'interfaccia ideale tra due materiali dissimili otticamente.....	8
Figura 1. 2: Propagazione schematica di un'onda piana in un generico strato di una pila multistrato.....	10
Figura 1. 3: Propagazione schematica in uno strato sottile per la determinazione del ritardo di fase.....	11
Figura 1. 4: Formazione dell'immagine in un reticolo concavo	14
Figura 1. 5: Cerchio di Rowland	16
Figura 2. 1: Sistema di evaporazione a fascio elettronico	20
Figura 2. 2: Microscopio a forza atomica Park Systems XE-70	22
Figura 2. 3: Profilometro a stilo KLA-Tencor P-16+.....	23
Figura 2. 4: Struttura riflettometro EUV/FUV	25
Figura 2. 5: Spettro tipico di una lampada a deuterio.....	26
Figura 3. 1: Rappresentazione del coating da depositare sul reticolo concavo.	28
Figura 3. 2: A sinistra una foto del reticolo ancorato al sostegno nella camera di deposizione subito dopo aver finito il processo. A destra una foto del reticolo dopo la deposizione degli strati per renderlo riflettente.	30
Figura 3. 3: A sinistra la topografia del reticolo prima della deposizione. A destra la topografia del reticolo dopo la deposizione.....	34
Figura 3. 4: Sopra profilo del reticolo prima del deposito. Sotto profilo del reticolo dopo il deposito.....	34
Figura 3. 5: A sinistra configurazione dei componenti della camera per misurare l'intensità del fascio diretto I_0 . A destra configurazione dei componenti della camera per misurare l'intensità del fascio retroriflesso I_r	36
Figura 3. 6: Foto del CEM con una faccia bendata.	36
Figura 3. 7: Foto del reticolo con coating di ossido di silicio posizionato sul sostegno per la camera del riflettometro.....	37
Figura 3. 8: A sinistra foto della lampada hollow-cathode con Argon. A destra foto della lampada hollow-cathode con Elio.	38

Lista delle Tabelle

Tabella 0. 1: Sommario parametri di layout	3
Tabella 3. 1: Misura del reticolo concavo Al/MgF ₂ utilizzando CEM bendato a destra.....	37
Tabella 3. 2: Misura dello specchio Al/MgF ₂ – copia coating reticolo concavo Al/MgF ₂	37
Tabella 3. 3: Misura del reticolo concavo con SiC.....	38

Introduzione - Il progetto Planetary

Ultraviolet Spectrometer (PLUS)

Le osservazioni spettroscopiche nella regione dell'ultravioletto lontano (FUV, 115-200 nm) e dell'ultravioletto estremo (EUV, 55-120 nm) sono di grande interesse in vari campi scientifici, come la Fisica Solare, la Fisica del Mezzo Interstellare e gli studi sulle esosfere planetarie. Le missioni planetarie più recenti e avanzate includono ormai sempre uno spettrometro di imaging FUV/EUV, come Rosetta/Alice [1], New Horizon/Alice [2], LRO/LAMP [3], Juno/UVS [4], VenusExpress/SPICAV [5], BepiColombo/PHEBUS [6], Europa/UVS [7]. Ognuno di questi strumenti adotta un adeguato schema ottico in vista di diversi obiettivi e prestazioni.

Il progetto PLUS, finanziato dall'Agenzia Spaziale Italia (ASI), è un progetto focalizzato sullo sviluppo tecnologico di uno spettrometro ad alte prestazioni per l'osservazione delle esosfere planetarie nell'intervallo dei 55-200 nm. Lo strumento è costituito da due canali, uno per l'ultravioletto lontano FUV e uno per l'ultravioletto estremo EUV, nei quali è possibile utilizzare due diversi componenti ottici, ciascuno ottimizzato per un intervallo spettrale, migliorando così l'efficacia dello strumento (vedi *Figura 0. 1*).

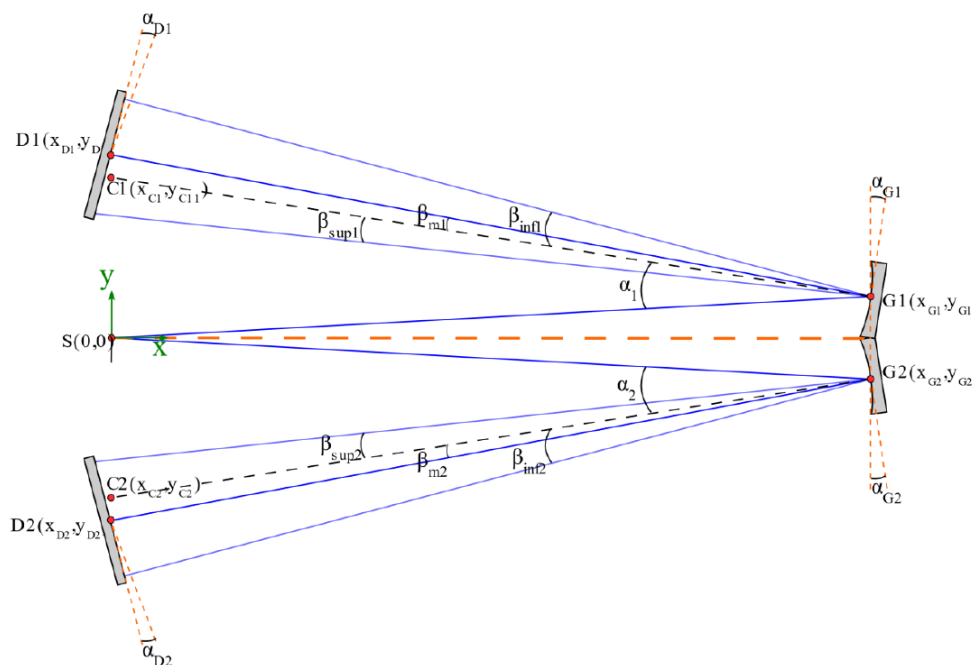


Figura 0. 1: Layout di uno spettrometro a doppio canale

Questo approccio è stato adottato con successo in BepiColombo/PHEBUS, nel quale ogni canale era implementato con reticoli olografici sferici ottimizzati sia in termini di reticolo sia di efficienza di coating. Tuttavia, nella progettazione di PHEBUS, la correzione delle aberrazioni è stata interamente eseguita dal reticolo olografico, rendendo il componente più critico e difficile da produrre. Al fine di migliorare le prestazioni dello spettrometro, nel progetto PLUS, come riportato nel documento di progetto TN 1, è stata adottata una configurazione Harada, nella quale la correzione delle aberrazioni si ottiene con una specifica geometria out-of-Roland che ottimizza ulteriormente la compensazione delle aberrazioni utilizzando due reticoli sferici a passo variabile.

Partendo da questo disegno ottico, per ragioni di costi, è stato poi sviluppato un prototipo di canale semplificato basato su reticoli sferici a passo costante. Il dimostratore dello spettrometro PLUS verrà eseguito solo per il canale EUV, con i componenti posizionati in configurazione di Rowland accettando l'astigmatismo residuo nella direzione spettrale (vedi *Figura 0. 2*), anche se le ottiche sono state realizzate per entrambi i canali.

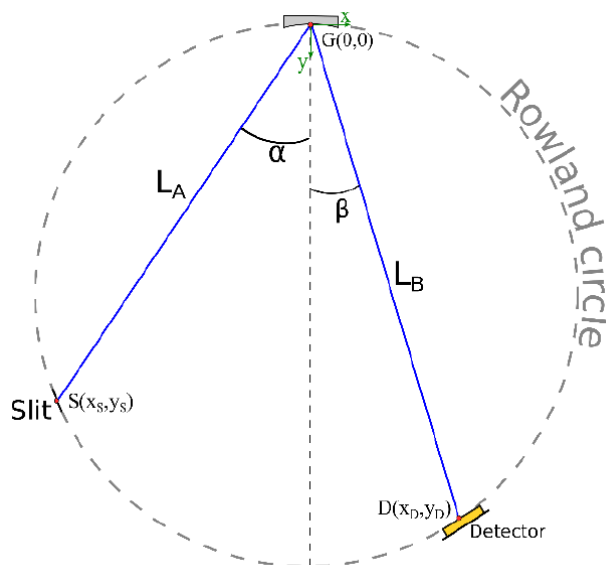


Figura 0. 2: configurazione del dimostratore dello spettrometro PLUS

Il dimostratore sarà progettato in modo da provare le capacità di osservazione in termini di efficienza e risoluzione alle lunghezze d'onda di un doppietto fornito da una scarica di gas Argon (Ar):

- $\lambda_1=91,9$ nm
- $\lambda_2=93,2$ nm
- $\lambda_c=92,55$ nm (lunghezza d'onda media).

Tale strumento implementerà il canale EUV dello spettrometro, opportunamente scalato per l'utilizzo di reticoli disponibili in commercio a basso costo e facilmente integrabili nel dimostratore. Di fatto:

- la realizzazione di reticoli con raggio di curvatura R della dimensione di 201.4 mm e 2400 l/mm è costosa;
- la densità di linee di 2400 l/mm è troppo alta per disperdere le righe luminose visibili nello strumento, utili per l'allineamento.

Per mantenere le stesse prestazioni in termini di risoluzione spettrale, il raggio di curvatura R è stato raddoppiato e le linee dimezzate. Di conseguenza il dimostratore avrà una dimensione che è quasi il doppio di quella nominale dello spettrometro.

Poiché il dimostratore spettrometrico sarà poi posizionato in una camera a vuoto e il rivelatore collegato tramite una flangia con l'elettronica all'esterno, la geometria scelta deve tenere conto di tutti i vincoli meccanici legati a tale montaggio. Come detto, i parametri del reticolo corrispondono a quelli di componenti ottici disponibili in commercio; in particolare nel prototipo è stato adottato il reticolo [9, modello 52000BK-*-710D], che è un componente commerciale di basso costo realizzato mediante un processo di replica.

Il design è stato ottimizzato utilizzando il software di ray-trace ZEMAX. I parametri di layout sono riportati in *Tabella 0. 1*;

Tabella 0. 1: Sommario parametri di layout

Parametri	Valori
Densità di linee (N)	1200 lines/mm
Raggio del reticolo (R)	400.7 mm
Angolo di incidenza (α)	-27°
Angolo di diffrazione per λ_c (β_c)	20.06°
Angolo di diffrazione per λ_1 (β_1)	20.10°
Angolo di diffrazione per λ_2 (β_2)	20.01°
Braccio di input (L_A)	357.4 mm
Braccio di output (L_B) a λ_c	376.15 mm

Nel mio lavoro di tesi ho seguito le fasi di deposito del coating ottico sul reticolo del canale FUV, avvenute mediante processo di evaporazione nei laboratori del CNR-IFN di Padova. Mi sono poi occupata della misura dell'efficienza di entrambi i reticoli previsti nel progetto PLUS,

utilizzando il riflettometro in vuoto disponibile sempre presso i laboratori del CNR-IFN di Padova.

La seguente tesi è composta da tre capitoli:

- nel capitolo 1 vengono descritti gli elementi ottici utilizzati nel range di lunghezze d'onda del Far UV, nello specifico i materiali, le caratteristiche dei film sottili e i reticoli di diffrazione;
- nel capitolo 2 vengono spiegate le tecniche di deposizione e di caratterizzazione ottico-morfologica degli elementi ottici attraverso gli appositi strumenti;
- infine nel capitolo 3 vengono illustrati più approfonditamente i processi di laboratorio ai quali ho assistito e i relativi risultati ottenuti.

Capitolo 1 - Elementi ottici per il Far UV (FUV)

Negli ultimi decenni la gamma Far Ultraviolet (FUV, $\lambda=115$ nm-300 nm) si è rivelata importante in molti campi sia applicativi sia di ricerca.

Il problema principale per gli strumenti che lavorano in questo intervallo di lunghezze d'onda è l'efficienza dei componenti ottici perché in questo range spettrale la riflettività dei materiali a incidenza normale è normalmente bassa e, per di più, solo pochi materiali hanno una trasparenza sufficiente da realizzare componenti rifrattivi. Una possibile soluzione è l'uso di sistemi in configurazione radente, ma questi layout ottici non possono essere utilizzati in applicazioni di imaging od in applicazioni in cui siano richieste grandi aree di raccolta ed è quindi necessario lo sviluppo di ottiche ad incidenza normale: i migliori risultati possono essere ottenuti utilizzando coating metallici protetti da materiali dielettrici con alta trasparenza.

Inoltre va segnalato che la luce con lunghezze d'onda minori a 200 nm non si propaga in aria e quindi ogni sistema ottico che lavora in questo range spettrale deve trovarsi in vuoto.

1.1 Materiali

Nel FUV la scelta di materiali ottici utilizzabili è limitata; infatti l'accoppiamento di alluminio (Al) e fluoruro di magnesio (MgF_2) non è ancora stata superata dal 1950.

Al è il materiale che garantisce la miglior riflettività nel FUV e le sue proprietà dipendono fortemente dalle condizioni di deposizione poiché più aumenta il tempo di deposizione più diminuisce la riflettività. Per avere il miglior risultato il tempo di deposizione dovrebbe essere di 1-2 s con una velocità di deposizione maggiore di 30 nm/s [8]. La degradazione delle prestazioni è maggiore se la pressione all'interno della camera è più elevata [9]. La temperatura del substrato deve essere inferiore a 50°C poiché se dovesse aumentare diventerebbe maggiore anche la dimensione dei cristalli che compongono lo stato di Al e quindi la sua rugosità superficiale, degradando la riflessione, soprattutto alle lunghezze d'onda più corte [10].

Per lunghezze d'onda più corte di 160 nm la presenza di impurità, e in particolare di ossido di alluminio (Al_2O_3), influenza fortemente le proprietà ottiche degli strati. Infatti l'alluminio, entrando in contatto con l'ossigeno, inizia un processo di passivazione formando quasi istantaneamente uno strato di circa 2-5 nm di Al_2O_3 che, mentre nel visibile non ha praticamente

effetto dal punto di vista della riflettività, nel FUV è molto assorbente e la riflettività cala da un 50-60% (85% ideale se è veramente puro) fino ad un 20-25% [11]. Per evitare questo processo si crea uno strato di MgF_2 , l'unico materiale che protegge l'alluminio dall'ossidazione, trasparente alle lunghezze d'onda maggiori di 115 nm e con costanti ottiche che presentano un buon accoppiamento con quelle di Al, fornendo quindi una buona riflessione all'interfaccia. Il fluoruro di litio (LiF) sarebbe l'unico altro materiale trasparente alla lunghezza d'onda fino a 115 nm (il suo taglio si trova a circa 105 nm) ma il suo accoppiamento con Al non dà gli stessi risultati di quello con MgF_2 ed inoltre tende a degradare velocemente in condizioni atmosferiche a causa della sua alta igroscopicità. Per queste ragioni è usato prevalentemente MgF_2 come strato di copertura di Al [12]. Il miglior modo per depositare il film di MgF_2 sarebbe tramite evaporazione con una temperatura di substrato fra i 200-300°C. La deposizione a temperatura ambiente produrrebbe invece una struttura porosa che assorbe facilmente l'acqua e che quindi si degrada velocemente in condizioni atmosferiche [13]. Tuttavia, queste condizioni di deposito sono opposte a quelle richieste dall'Al e quindi, per la realizzazione di specchi di Al protetti da MgF_2 per applicazioni FUV è necessario trovare un compromesso nel processo di deposito. Questo è il principale motivo per cui realizzare uno specchio nel FUV che mostri la massima riflettività teorica è molto difficile.

1.2 Teoria dei film sottili

La propagazione delle onde elettromagnetiche è descritta dalle equazioni di Maxwell. Nella teoria della propagazione della luce conviene studiare una particolare famiglia di onde denominate "onde piane" perché sono una base matematica delle soluzioni delle equazioni di Maxwell. Risolvendo le equazioni, un'onda piana elettromagnetica che si propaga nella direzione x in un materiale senza perdite è descritta da

$$E(t, x) = E_0 e^{-j(kx - \omega_0 t)}$$

dove E_0 è l'ampiezza del campo a $x = 0$, ω_0 è la frequenza angolare e k è il vettore d'onda. Abbiamo anche:

$$k = \frac{2\pi}{\lambda_0} n$$

(1. 1)

dove n è l'indice di rifrazione reale del materiale e λ_0 è la lunghezza d'onda nel vuoto.

Quando si lavora nel campo della luce visibile, il materiale senza perdite è un'ipotesi che si verifica in quasi tutti i casi; quando però la lunghezza d'onda diminuisce, i materiali diventano assorbenti e il vettore d'onda k diventa complesso. Possiamo quindi definire l'indice di rifrazione complesso

$$n_c = n + j\beta \quad (1.2)$$

dove n e β sono le costanti ottiche del materiale. β è chiamato coefficiente di estinzione e stabilisce l'assorbimento dell'onda mentre n è l'indice di rifrazione.

Dopo aver definito le costanti ottiche, possiamo ora descrivere un'onda elettromagnetica che si propaga in un mezzo con perdite usando l'equazione (1.2) in (1.1). Abbiamo

$$E(t, x) = E_0 e^{-j(\frac{2\pi}{\lambda_0} n_c x - \omega_0 t)} = E_0 e^{-\frac{2\pi}{\lambda_0} \beta x} e^{-j(\frac{2\pi}{\lambda_0} n x - \omega_0 t)}. \quad (1.3)$$

Come si vede, nell'equazione (1.3) il termine $e^{-\frac{2\pi}{\lambda_0} \beta x}$ tiene conto dell'assorbimento del materiale mentre il termine $e^{-j(\frac{2\pi}{\lambda_0} n x - \omega_0 t)}$ descrive la propagazione dell'onda nel mezzo.

Per sviluppare un'ottica ad incidenza normale ad alta efficienza, il modo migliore è quello di utilizzare rivestimenti ottici multistrato (nel nostro caso del FUV abbiamo uno strato spesso di Al e uno strato protettivo di MgF_2).

I calcoli delle funzioni ottiche dei film multistrato possono essere basati sull'applicazione dell'equazioni di Fresnel che descrivono la riflessione e la trasmissione di un'onda piana elettromagnetica incidente su un'interfaccia tra due materiali dissimili caratterizzati rispettivamente da un proprio indice di rifrazione complesso. Supponiamo che l'indice di rifrazione complesso dei due mezzi che compongono l'interfaccia sia rispettivamente n_i e n_j . Il vettore d'onda incidente forma un angolo θ_i rispetto all'interfaccia normale ed E_i è l'ampiezza del campo elettrico complesso come espresso in (1.3). La situazione sopra descritta è riportata in *Figura 1.1*.

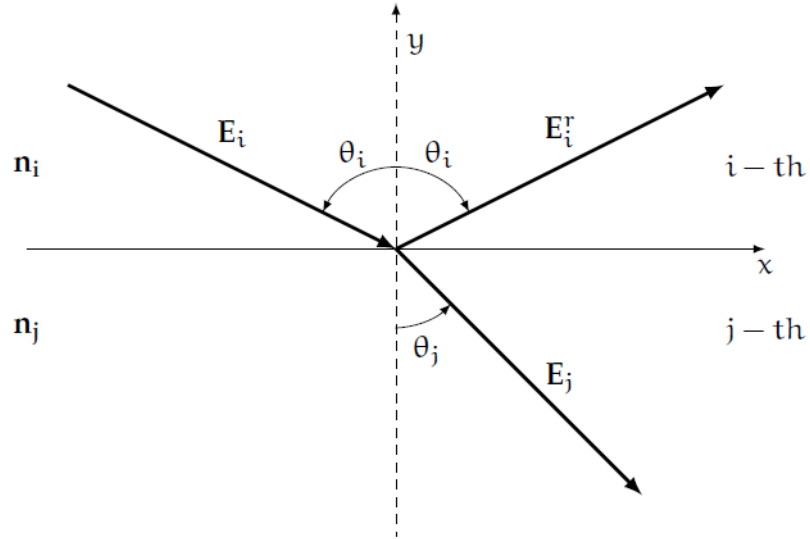


Figura 1. 1: Rappresentazione di un'onda piana incidente in un'interfaccia ideale tra due materiali dissimili otticamente

Risolvendo le equazioni di Maxwell con queste ipotesi, l'ampiezza del campo elettrico E_i^r riflesso e E_j trasmesso sono dati da:

$$r_{ij}^s = \frac{E_i^r}{E_i} = \frac{n_i \cos \theta_i - n_j \cos \theta_j}{n_i \cos \theta_i + n_j \cos \theta_j} \quad (1.4)$$

e

$$t_{ij}^s = \frac{E_j}{E_i} = \frac{2n_i \cos \theta_i}{n_i \cos \theta_i + n_j \cos \theta_j}$$

per la polarizzazione s (che ha il campo elettrico perpendicolare al piano di incidenza) e

$$r_{ij}^p = \frac{E_i^r}{E_i} = \frac{n_i \cos \theta_j - n_j \cos \theta_i}{n_i \cos \theta_j + n_j \cos \theta_i} \quad (1.5)$$

e

$$t_{ij}^p = \frac{E_j}{E_i} = \frac{2n_i \cos \theta_i}{n_i \cos \theta_j + n_j \cos \theta_i}$$

per la polarizzazione p (che ha il campo elettrico parallelo al piano di incidenza). La relazione tra θ_i e θ_j è determinata dalla legge di Snell:

$$n_i \sin \theta_i = n_j \sin \theta_j . \quad (1.6)$$

Sfortunatamente quando produciamo un rivestimento multistrato, l'interfaccia tra due materiali non è perfettamente regolare ma abbiamo rugosità e diffusione che riducono l'efficienza di riflessione speculare ideale dell'interfaccia.

L'intensità di un'onda è proporzionale al modulo quadratico dell'ampiezza del campo elettrico e anche l'intensità riflessa o trasmessa è determinata dal modulo quadratico dei coefficienti di Fresnel per ciascuna polarizzazione. Tuttavia i rivestimenti multistrato devono anche riflettere la luce ordinaria che non è polarizzata. In questo caso possiamo ottenere un'approssimazione della riflettività considerando la media tra la riflettività nelle polarizzazioni s e p . Abbiamo il coefficiente di riflessione dell'intensità (chiamato anche riflettanza) definito da

$$R = \frac{|r^s|^2}{2} + \frac{|r^p|^2}{2} = \frac{R_s}{2} + \frac{R_p}{2} \quad (1.7)$$

e, allo stesso modo, il coefficiente di trasmissione dell'intensità (trasmittanza) è

$$T = \frac{|t^s|^2}{2} + \frac{|t^p|^2}{2} = \frac{T_s}{2} + \frac{T_p}{2}.$$

Sottolineiamo inoltre che quando il materiale è assorbente abbiamo $T + R < 1$ e possiamo definire l'assorbanza A mediante

$$A = 1 - T - R.$$

Quando un'onda piana è in incidenza normale possiamo assumere $\theta_i \simeq 0$ e nelle equazioni (1.4) e (1.5) il $\cos \theta_i \simeq 1$; dalla (1.7) abbiamo

$$R = \frac{(\delta_i - \delta_j)^2 + (\beta_i - \beta_j)^2}{4}$$

in cui si nota che la riflettanza all'interfaccia aumenta se le costanti ottiche dei materiali sono molto diverse: questo ci fornisce una condizione per progettare un'interfaccia singola ad alta riflettività.

La riflettività può essere aumentata utilizzando più strati impilati fra loro. In questa struttura, la porzione di onda riflessa in un'interfaccia interferisce in modo costruttivo con la porzione di onda riflessa nell'interfaccia sopra, come mostrato in *Figura 1. 2*.

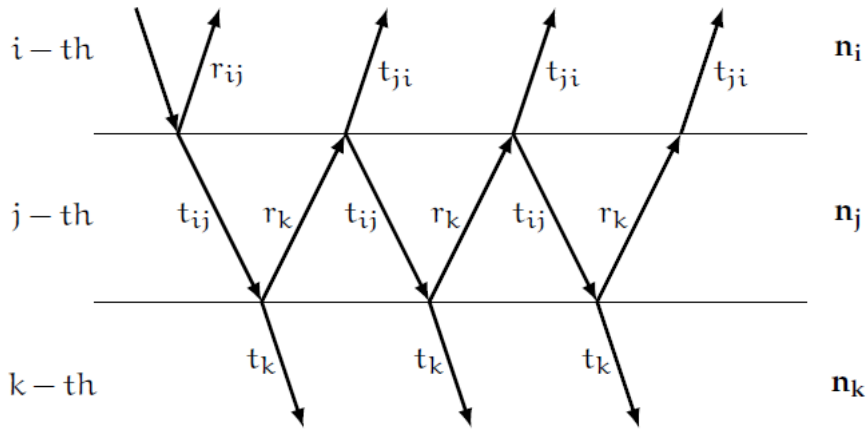


Figura 1. 2: Propagazione schematica di un'onda piana in un generico strato di una pila multistrato

Quando l'onda piana si propaga nello strato j -esimo, accumula un ritardo di fase che determina se l'interferenza è costruttiva o distruttiva. Con riferimento alla *Figura 1. 3*, il cammino ottico dell'onda riflessa dall'interfaccia S_{ij} è dato da

$$OP_i = n_i \overline{AD} = n_i \overline{AC} \sin \theta_i = 2n_i d_j \tan \theta_j \sin \theta_i$$

e usando la legge di Snell (1. 6) possiamo scrivere

$$OP_i = 2n_j \frac{(\sin \theta_j)^2}{\cos \theta_j} d_j .$$

Il percorso ottico dell'onda trasmessa nello strato j -esimo è dato da

$$OP_j = n_j \overline{ABC} = 2n_j \frac{d_j}{\cos \theta_j} .$$

Ora possiamo calcolare la differenza tra il percorso ottico e abbiamo

$$\Delta OP = OP_j - OP_i = 2n_j d_j \cos \theta_j$$

e, di conseguenza, il ritardo di fase è

$$\phi = \frac{2\pi}{\lambda} 2n_j d_j \cos \theta_j .$$

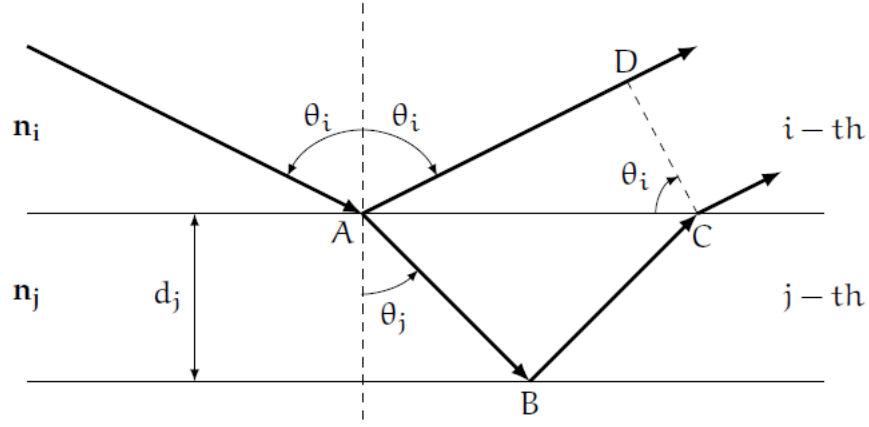


Figura 1. 3: Propagazione schematica in uno strato sottile per la determinazione del ritardo di fase

La riflessione totale di un'onda nell'interfaccia S_{ij} è quindi la somma di tutte le riflessioni che si verificano nel j -esimo strato (che sono teoricamente infiniti):

$$r_j = r_{ij} + t_{ij}t_{ji}r_k e^{j\phi} \sum_{m=0}^{\infty} [r_{ji}r_k e^{j\phi}]^m$$

dove il termine immaginario $e^{j\phi}$ tiene conto del ritardo di fase nello strato j -esimo, r_{ij} , r_{ji} , t_{ij} , t_{ji} sono i coefficienti di Fresnel che descrivono la riflessione o trasmissione in un'interfaccia e r_k è la riflessione totale equivalente nella parte superiore dello strato k -esimo.

Considerando anche che $r_{ij} = -r_{ji}$, otteniamo la riflessione totale equivalente sulla sommità dello strato j -esimo

$$r_j = \frac{r_{ij} + r_k e^{j\phi}}{1 + r_{ij}r_k e^{j\phi}}. \quad (1.8)$$

Con un ragionamento simile, per la trasmissione abbiamo

$$t_j = \frac{t_{ij}t_k e^{j\phi}}{1 + r_{ij}r_k e^{j\phi}}. \quad (1.9)$$

Per calcolare la riflessione o trasmissione del film complessivo, dobbiamo applicare le equazioni (1.8) e (1.9) in modo ricorsivo, partendo dallo strato più in basso: questi calcoli devono essere eseguiti separatamente per la polarizzazione s e la polarizzazione p utilizzando coefficienti di Fresnel appropriati. Una volta calcolati i coefficienti di riflessione totali r_s e r_p possiamo ottenere la riflettanza alla luce ordinaria da

$$R = \frac{|r^s|^2}{2} + \frac{|r^p|^2}{2} = \frac{R_s}{2} + \frac{R_p}{2}$$

e la trasmittanza da

$$T = \Re \left[\frac{n_s \cos \theta_s}{n_a \cos \theta_a} \right] \left[\frac{|t^s|^2}{2} + \frac{|t^p|^2}{2} \right] = \frac{T_s}{2} + \frac{T_p}{2}$$

dove n_s e n_a sono rispettivamente l'indice di rifrazione complesso di un substrato e un ambiente.

Infine, i ritardi di fase delle onde riflesse e trasmesse sono dati da

$$\phi_r = \arctan \frac{\Im[r]}{\Re[r]}$$

$$\phi_t = \arctan \frac{\Im[t]}{\Re[t]}$$

1.3 Teoria dei reticoli di diffrazione concavi

I reticoli di diffrazione vengono utilizzati per l'analisi spettrale della radiazione poiché consentono la separazione spaziale delle lunghezze d'onda λ che la costituiscono. Un particolare tipo di reticolo è quello concavo che ha il vantaggio di fornire simultaneamente le capacità di dispersione e messa a fuoco tipica degli specchi concavi. È utile quando si vuole costruire un sistema spettroscopico riducendo al minimo il numero di componenti ottici per evitare eccessive perdite di efficienza: questa tecnica è ampiamente utilizzata nel FUV dove, come detto, le efficienze dei componenti ottici sono critiche. Il reticolo concavo più semplice è quello con superficie sferica e caratterizzato da solchi piani, paralleli ed equidistanti. Di seguito vengono spiegati il funzionamento del reticolo di diffrazione e in particolare di quello sferico.

1.3.1 Teoria dei reticoli di diffrazione

Un reticolo di diffrazione è costituito da N fenditure, ciascuna di larghezza a , parallele ed equispaziate di una distanza d . La distanza d tra due fenditure è detta passo del reticolo. La larghezza complessiva del reticolo è $L = Nd$.

I campi elettrici delle onde diffratte dalle fenditure del reticolo interferiscono su un piano, perpendicolare alla direzione di propagazione dell'onda, andando a formare massimi principali,

minimi di intensità nulla e massimi secondari. Le direzioni per le quali l'intensità ha un massimo principale per l'interferenza sono date dalla relazione fondamentale del reticolo

$$\sin \theta_m = m \frac{\lambda}{d}.$$

Se la sorgente che illumina il reticolo non è monocromatica, le diverse lunghezze d'onda λ che compongono la radiazione producono massimi principali ad angoli diversi: solo il massimo centrale si forma a $\theta = 0$ per tutte le λ . La dipendenza dell'angolo a cui si formano i massimi dalla λ prende il nome di dispersione angolare. Fissato un valore dell'ordine m , l'insieme dei massimi per le varie λ prende il nome di spettro di ordine m .

Il reticolo consente la separazione delle varie componenti monocromatiche di una radiazione e la capacità di distinguere due λ vicine tra loro viene detta potere risolutivo del reticolo. Applicando il criterio di Rayleigh, due lunghezze d'onda saranno risolvibili quando il massimo di una coincide con il minimo della seconda.

Un reticolo può essere progettato per funzionare in trasmissione o in riflessione. In un reticolo in trasmissione il sistema può essere realizzato in modo che la luce venga trasmessa dalle sezioni chiare periodiche, date dai solchi, praticate su una superficie ricoperta da un film opaco. Diversamente la luce può essere trasmessa dall'intera area del reticolo in cui i solchi producono periodicamente un ritardo di fase del fascio uscente a causa del differente cammino ottico percorso nel substrato. Un reticolo può essere costituito anche da uno specchio in cui sono state prodotte delle incisioni: in questo caso la parte lasciata intatta funziona da specchio (fenditure riflettenti). Il vantaggio di un reticolo in riflessione è che non vi è materia attraversata dalla radiazione; ciò può essere utile nell'UV dove, come spiegato nel paragrafo 1.1, ci sono pochi materiali trasparenti alla radiazione. Anche nel caso dei reticoli in riflessione si possono utilizzare solchi di varia forma che hanno lo scopo di introdurre un ritardo di fase periodicamente.

1.3.2 Reticoli di diffrazione sferici

Come si vede nella *Figura 1. 4*, O è l'origine di un sistema di riferimento cartesiano in cui l'asse z è parallelo alle righe e l'asse x è normale al reticolo. $A(x,y,z)$ è un punto sorgente sulla fenditura, $B(x',y',z')$ un punto immagine, $P(u,w,l)$ un punto generico sul reticolo. Se la differenza di cammino ottico di due raggi, con sorgente in A e diffratti da due scanalature distanti w , è un multiplo intero della lunghezza d'onda λ allora i due raggi interferiscono costruttivamente. Si

può quindi descrivere il contributo all'immagine B di tutti i raggi, al variare di P , tramite il cammino ottico F espresso come

$$F = AP + PB + nm\lambda$$

dove $n = w/d$ è il numero d'ordine della rigatura passante per P ($n = 0$ corrisponde alla riga passante per il centro O).

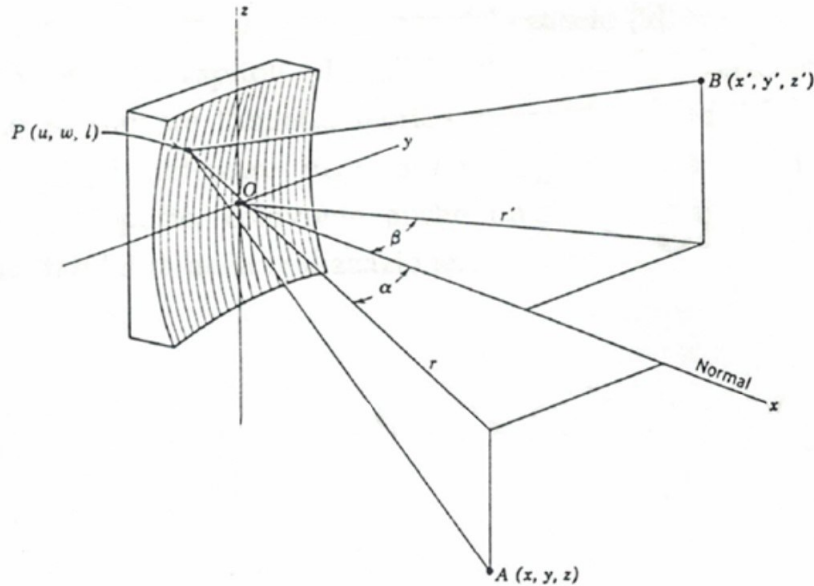


Figura 1. 4: Formazione dell'immagine in un reticolo concavo

Valgono inoltre

$$[AP]^2 = (x - u)^2 + (y - w)^2 + (z - 1)^2, \quad (1.10)$$

$$[PB]^2 = (x' - u)^2 + (y' - w)^2 + (z' - 1)^2. \quad (1.11)$$

Queste ultime possono essere riscritte utilizzando le coordinate cilindriche (vedi Figura 1. 5), attraverso le espressioni $x = r\cos\alpha$, $y = r\sin\alpha$, $x' = r'\cos\beta$, $y' = r'\sin\beta$; se A e B giacciono in posizioni opposte rispetto al piano xz , allora i segni di α e β sono l'uno positivo e l'altro negativo.

L'equazione della superficie sferica è

$$(u - R)^2 + w^2 + l^2 = R^2$$

dove R è il raggio della sfera. Dall'equazione di può ricavare u e, dopo uno sviluppo in serie, sostituendolo l'espressione trovata in (1. 10) e (1. 11), si può riscrivere il cammino ottico tramite uno sviluppo in serie del tipo

$$F = \sum F_{ij} w^i I^j + \frac{m\lambda w}{d}.$$

Secondo il principio di Fermat, la posizione di B è tale da rendere P , al variare di w e I , un punto stazionario per la funzione F , cioè

$$\frac{\partial F}{\partial w} = 0, \tag{1.10}$$

$$\frac{\partial F}{\partial I} = 0. \tag{1.11}$$

Imponendo le condizioni (1.10) e (1.11) ai primi due termini dello sviluppo in serie, ossia derivando i termini di coefficienti F_{10} e F_{01} , si ottengono le equazioni del reticolo e dell'ingrandimento per il raggio centrale, cioè quello di cammino ottico AOB

$$\left(1 + \frac{z^2}{r^2}\right)^{-\frac{1}{2}} \sin \alpha + \left(1 + \frac{z'^2}{r'^2}\right)^{-\frac{1}{2}} \sin \beta = \frac{m\lambda}{d},$$

$$\frac{z}{r} \left(1 + \frac{z^2}{r^2}\right)^{-\frac{1}{2}} = -\frac{z'}{r'} \left(1 + \frac{z'^2}{r'^2}\right)^{-\frac{1}{2}};$$

le coordinate (r', β, z') sono quelle dell'immagine del raggio centrale. Nel caso in cui $z = 0$, le equazioni si riducono alla

$$\sin \alpha + \sin \beta = \frac{m\lambda}{d}$$

che collega l'angolo di incidenza α a quello di diffrazione β .

I primi due termini successivi di derivazione avranno coefficienti $2F_{20}$ e $2F_{02}$

$$F_{20} = \frac{1}{2} \left(\frac{(\cos \alpha)^2}{r} - \frac{\cos \alpha}{R} \right) + \frac{1}{2} \left(\frac{(\cos \beta)^2}{r'} - \frac{\cos \beta}{R} \right), \tag{1.12}$$

$$F_{02} = \frac{1}{2} \left(\frac{1}{r} - \frac{\cos \alpha}{R} \right) + \frac{1}{2} \left(\frac{1}{r'} - \frac{\cos \beta}{R} \right). \tag{1.13}$$

In spettroscopia l'aberrazione indotta dal primo dei due termini si chiama "defocusing", mentre quella legata al secondo si chiama astigmatismo.

Esse comportano il fatto che un punto sorgente abbia una linea verticale (fuoco orizzontale o spettrale, in corrispondenza del quale $F_{20} = 0$) e una linea orizzontale (fuoco verticale o spaziale, in corrispondenza del quale $F_{02} = 0$) per le immagini. Abbiamo quindi che l'astigmatismo è la prima causa di aberrazione poiché la (1. 12) e la (1. 13) non possono essere annullate contemporaneamente se non nel caso $\beta = 0$ con $\alpha = 0$. In spettroscopia è fondamentale anche la buona separazione delle lunghezze d'onda e si sceglie quindi di porsi sul fuoco orizzontale annullando il termine F_{20} . Sono possibili due soluzioni

$$r = R \cos \alpha, \quad r' = R \cos \beta$$

e

$$r = \infty, \quad r' = \frac{R(\cos \beta)^2}{\cos \alpha + \cos \beta}.$$

La prima equazione è quella di un cerchio di diametro pari al raggio del reticolo, noto con il nome di cerchio di Rowland. Se quindi il punto sorgente (più realisticamente la fenditura d'ingresso di un sistema ottico) e il reticolo sono posti su una circonferenza di diametro pari al raggio del reticolo stesso, e la normale alla superficie diffrangente giace lungo un diametro, come in *Figura 1. 5*, il fuoco orizzontale delle diverse lunghezze d'onda è ancora sul cerchio.

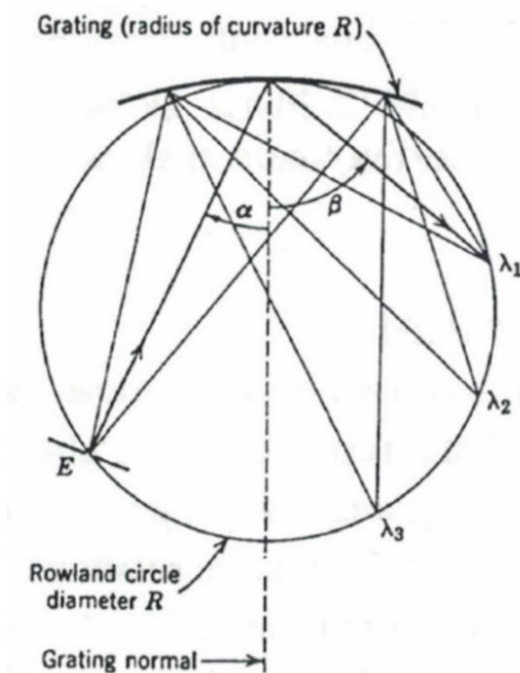


Figura 1. 5: Cerchio di Rowland. La radiazione proveniente dal punto E è dispersa e focalizzata dal reticolo nei punti corrispondenti alla lunghezza d'onda λ_1 e λ_2 ecc. Gli angoli α e β sono rispettivamente quello di incidenza e di diffrazione.

L'aberrazione più grave in direzione z risulta quindi quella indotta dal termine di astigmatismo F_{02} ; segue il coma-astigmatico (F_{12}), il quale deteriora l'immagine anche in direzione y , mentre il termine F_{30} (coma) risulta nullo sul cerchio di Rowland; i coefficienti del quarto ordine descrivono invece le aberrazioni sferiche.

Il cerchio di Rowland è una configurazione di base utilizzata nei tentativi di ridurre le aberrazioni, in primo luogo quella dovuta all'astigmatismo [14].

Capitolo 2 - Tecniche di deposizione e caratterizzazione di film sottili per il FUV

Il lavoro di tesi si è focalizzato sulle tecniche di deposizione e caratterizzazione di reticoli di diffrazione adottati per la realizzazione del dimostratore di uno spettrometro, che verrà realizzato nell'ambito del progetto PLUS finanziato dall'Agenzia Spaziale Italiana.

Le esperienze che mi hanno vista coinvolta si sono focalizzate inizialmente sul deposito del coating ottico e sulla caratterizzazione ottico-morfologica di un reticolo ottimizzato per lavorare nell'ultravioletto lontano (FUV, 115-200 nm); successivamente si sono incentrate sulla sola caratterizzazione ottico-morfologica di un reticolo ottimizzato per lavorare nell'estremo ultravioletto (EUV, 55 -120 nm).

In questo capitolo descriverò la strumentazione che ha permesso questi processi.

2.1 Deposizione tramite e-beam evaporation

In un sistema di evaporazione la sorgente è un crogiolo contenente il materiale desiderato che può essere riscaldato termicamente (o con riscaldamento resistivo) o con un fascio elettronico.

La *Figura 2. 1* mostra uno schema di un sistema di deposizione tramite evaporazione e-beam. Nell'evaporazione e-beam un fascio di elettroni viene prodotto da un filamento incandescente di tungsteno per effetto termoelettrico. Il filamento funge da catodo ed è connesso al terminale negativo di un generatore di tensione mentre l'anodo è costituito dal crogiolo dove si trova il materiale da depositare. La struttura per la deposizione e-beam è composta da una camera da vuoto a cui è collegato un sistema di pompaggio costituito da una pompa turbomolecolare e una pompa rotativa in serie con la precedente. All'interno della camera da vuoto ci sono più crogioli per permettere l'evaporazione successiva di diversi materiali. L'impianto viene utilizzato per la deposizione di ottiche multistrato nel FUV e nell'EUV. Gli elettroni del fascio prodotto dal filamento di tungsteno vengono diretti verso il crogiolo attraverso campi magnetici e trasferiscono la loro energia cinetica tramite gli urti con gli atomi del bersaglio. Questa energia trasferita produce il riscaldamento del materiale nel crogiolo. In base all'energia del fascio si possono raggiungere temperature di 3500°C; quindi tale tecnica permette l'evaporazione di un'ampia classe di materiali. Una volta che il materiale è fuso, la pressione del vapore del materiale aumenta fino a quando la condizione di supersaturazione è soddisfatta e il film sottile

inizia a crescere in tutta la camera di deposizione e quindi sul substrato. Il substrato è posto a una distanza appropriata rispetto alla sorgente di evaporazione.

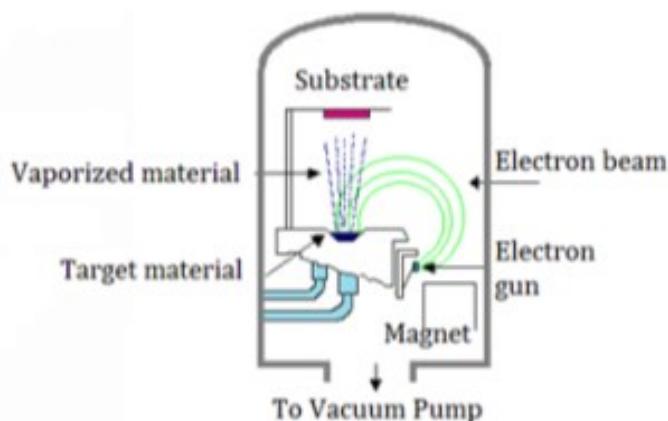


Figura 2. 1: Sistema di evaporazione a fascio elettronico

Il processo di evaporazione viene solitamente eseguito in un intervallo di vuoto compreso tra 10^{-5} e 10^{-8} mbar. In questo intervallo di pressione il percorso libero medio (MFP) del vapore è grande, ordini di metri, se confrontato con la distanza tipica sorgente-substrato (< 1 metro). Per questo motivo gli atomi evaporati subiscono un moto essenzialmente privo di collisioni (linea retta) prima della condensazione sul substrato. Durante la deposizione, però, gli oggetti caldi nella camera di evaporazione, come i filamenti riscaldanti, producono vapori indesiderati che limitano la qualità del vuoto. La collisione con particelle estranee può provocare reazioni indesiderate (un esempio relativo a questo lavoro riguarda l'alluminio che, se depositato in presenza di ossigeno, formerà ossido di alluminio). Inoltre questi vapori indesiderati riducono la quantità di vapore della sorgente che raggiunge il substrato, rendendo difficile il controllo dello spessore. Particolari stadi motorizzati del supporto del substrato sono necessari per creare un film uniforme, poiché il profilo di deposizione nella camera segue le caratteristiche geometriche della sorgente (tipicamente una forma a parabola con un tasso di deposizione più elevato nella parte centrale). Poiché il materiale evaporato attacca il substrato per lo più da un'unica direzione, le caratteristiche sporgenti bloccano il materiale evaporato da alcune aree: questo fenomeno è chiamato ombreggiatura.

L'impianto adottato nel nostro laboratorio è un evaporatore a fascio elettronico prodotto da IonVac Process srl. La camera da vuoto è un cilindro alto 52 cm e con un diametro di 35 cm. Una pompa turbomolecolare Varian Turbo-V 550 in serie con una pompa rotativa fornisce un vuoto di base di $\sim 10^{-7}$ mbar. Un apparato Temescal systems genera il fascio di elettroni; l'alimentatore principale CV-6SL genera correnti fino a 30 A, che riscaldano un filamento di

tungsteno, provocando l'emissione del fascio elettronico con correnti di centinaia di mA. La direzione del fascio è controllata da magneti. La camera può contenere fino a 4 materiali bersaglio diversi, posizionati in crogioli di 1,167" \varnothing e 0,563" h. L'intensità del fascio può essere regolata per ottenere il riscaldamento desiderato del bersaglio e di conseguenza l'evaporazione e il deposito desiderati. I materiali evaporati si depositano su substrati appesi alla parte superiore della camera che possono essere ruotati per migliorare l'uniformità dello strato finale. Il riscaldamento del substrato viene effettuato con tre lampade al quarzo (64576 OSRAM 1000 W 230 V base G6.35); il sistema può raggiungere temperature di 300-400°C e una termocoppia permette il controllo della temperatura.

2.2 Caratterizzazione morfologica

Le proprietà superficiali di un film sottile sono importanti per comprendere la microstruttura del film e la dinamica di crescita nonché l'eventuale scattering prodotto quando la luce incide su di esso. In generale la morfologia della superficie può essere descritta utilizzando due parametri: la rugosità locale e in grande scala. La rugosità locale è quantificata dalle deviazioni della direzione del vettore normale di una superficie reale dalla sua forma ideale su scala microscopica (su pochi micron quadrati di superficie) [15]. Se queste deviazioni sono grandi, la superficie è detta "ruvida"; se sono piccole, la superficie è detta "liscia". Tipici valori di una superficie liscia sono attorno ai 10-20 nm o meno. La rugosità in grande scala è la misura della componente più distanziata della struttura superficiale e rappresenta una visione più ampia della rugosità (scala di centinaia di micron quadrati di superficie).

Un modo semplice per comprendere la qualità della deposizione è quello di effettuare una scansione fisica della superficie e raccogliere informazioni su questi parametri. Nel nostro caso, avendo deposito su di un reticolo la caratterizzazione morfologica servirà a verificare che le fenditure del reticolo abbiamo conservato una buona forma dopo il deposito e che il film depositato mostri una bassa rugosità locale.

2.2.1 Microscopio a forza atomica (AFM)

Per misurare la rugosità superficiale dei film sottili depositati si può utilizzare un microscopio a forza atomica (*Figura 2. 2*). La microscopia a forza atomica (AFM) è una microscopia a scansione di sonda (SPM) ad altissima risoluzione, una branca di tale disciplina scientifica che forma immagini di superfici utilizzando una sonda fisica che scansiona la superficie del

campione. L'immagine della superficie si ottiene muovendo meccanicamente la punta della sonda sulla superficie del campione, con un tipo di scansione linea per linea, e registrando l'interazione sonda-superficie in funzione della posizione, ricostruendo la topografia 3D del campione.



Figura 2. 2: Microscopio a forza atomica Park Systems XE-70

L'AFM calcola la distanza sonda-campione misurando la forza tra loro (l'attrazione di Van der Waals in modalità senza contatto o la repulsione di Coulomb in modalità a contatto) che è una funzione della distanza.

Nella modalità a contatto le forze repulsive presentano brusche variazioni, garantendo una migliore risoluzione degli strumenti, velocità di scansione più elevate e scansioni più semplici in campioni con elevata rugosità. In alcuni casi il contatto della punta con il campione può produrre immagini distorte e può danneggiare i campioni graffiandoli.

Nella modalità senza contatto le forze sono molto deboli e per migliorare la sensibilità del sistema e il rapporto segnale/rumore è necessaria una tecnica di lock-in: il cantilever (la struttura su cui è fissata la punta) è costretto a vibrare alla sua frequenza di risonanza. Le variazioni del gradiente di forza portano a una modifica della frequenza di risonanza, riducendo l'ampiezza dell'oscillazione. Questa modifica dell'oscillazione viene tradotta in un segnale elettrico e convertita in informazioni topografiche. Inoltre, il segnale viene solitamente utilizzato anche come feedback per mantenere costante la distanza punta-campione. Le oscillazioni del cantilever, e quindi della punta, sono fornite meccanicamente da un piezoelettrico bimorfo; allo stesso tempo un laser monitora la distanza della punta utilizzando una configurazione di triangolazione laser [16].

Durante questo lavoro, lo strumento è stato utilizzato principalmente in modalità senza contatto, con la punta che scansionava piccole porzioni dei campioni ($5 \times 5 \mu\text{m}$).

Un microscopio ottico aiuta ad allineare in modo approssimativo i campioni sotto la punta. Per trasformare l'oscillazione del cantilever in un segnale elettrico misurabile, si utilizza un diodo laser che viene prima riflesso dal cantilever e poi rilevato da un fotodiodo diviso.

L'isolamento dalle vibrazioni del terreno e dai flussi d'aria è fondamentale per ridurre il rumore della misura. È stato adottato un tavolo pneumatico passivo (piattaforma antivibrazioni da banco BM-10, di Minus K Technology) e un isolatore acustico (una gabbia di $510 \times 655 \times 720$ mm fornita da Park Systems).

2.2.2 Profilometro

Un secondo strumento, un profilometro KLA-Tencor P-16+, è stato utilizzato per misurare lo spessore del film sottile. Lo strumento, illustrato in *Figura 2. 3*, è un profilometro a contatto che sfrutta uno stilo di diamante premuto sul campione e spostato lungo una direzione, con una distanza e una forza di contatto specifiche, per scansionare la morfologia superficiale. Il profilometro è in grado di misurare piccole variazioni dello stilo lungo la direzione verticale, direttamente correlate alla morfologia superficiale del campione. La posizione in altezza dello stilo diamantato varia in base alla morfologia della superficie e viene convertita in un segnale analogico per mezzo di un trasduttore piezoelettrico; infine questo segnale viene convertito in un segnale digitale. Le scansioni del profilometro possono essere lunghe 200 mm, con una risoluzione verticale di pochi nanometri e un intervallo verticale fino a 1 mm (superiore all'intervallo verticale dell'AFM).



Figura 2. 3: Profilometro a stilo KLA-Tencor P-16+

Nei profilometri a stilo la punta viene premuta contro la superficie da una molla, applicando sul campione una forza compresa tra 0,5-50 mg. In particolare, forze elevate applicate possono significare un'alta fedeltà della traccia di scansione con la morfologia della superficie, ma anche un'alta possibilità di danneggiarla durante la scansione. Il raggio dello stilo è di 2 μm e la risoluzione orizzontale è controllata dalla velocità di scansione (1-5000 $\mu\text{m/s}$) e dalla frequenza di campionamento del segnale dati (1-1000 Hz). Questo strumento, anche se meno preciso dell'AFM, è in grado di produrre rapidamente immagini e profili grazie alla semplicità del metodo di misura, e per questo motivo è stato utilizzato per misurare lo spessore del rivestimento.

2.3 Caratterizzazione ottica

Il riflettometro EUV/FUV a incidenza normale situato nel laboratorio CNR-IFN è progettato per eseguire misure di riflettività nell'intervallo di lunghezze d'onda 30-160 nm. Per evitare l'assorbimento della luce dovuto all'aria, le misure vengono effettuate in condizioni di alto vuoto grazie a due pompe turbomolecolari ($\sim 10^{-6}$ mbar).

La struttura generale dell'impianto è simile a quella di uno spettrofotometro: un fascio proveniente da una sorgente luminosa scelta viene disperso spettralmente da un monocromatore e diretto sul campione. L'intensità riflessa viene quindi misurata con un moltiplicatore di elettroni (CEM).

Per migliorare l'efficienza del monocromatore, in questa struttura è stato implementato un progetto con riflessioni minime. Infatti, sebbene i monocromatori a reticolo piano abbiano spesso un ampio campo di scansione e buone risoluzioni, la cascata di molti componenti riflettenti, come nelle configurazioni Czerny-Turner, porta a perdite elevate alle brevi lunghezze d'onda. Al contrario i reticoli concavi sono in grado di disperdere e focalizzare direttamente l'immagine della fenditura di ingresso su quella di uscita senza l'uso di componenti ottici aggiuntivi. Utilizzando questo tipo di reticolo è presente una singola riflessione e quindi l'efficienza del monocromatore può essere fortemente aumentata. Inoltre i reticoli toroidali (anche olografici) possono essere utilizzati per ridurre al minimo le aberrazioni da astigmatismo [17] che influenzano in modo critico la risoluzione e l'efficienza del dispositivo.

Il componente principale del riflettometro è un monocromatore Johnson-Onaka [18]. Il reticolo utilizzato è toroidale, con un raggio di curvatura orizzontale di $R = 0,5$ m, con 600

scanalature/mm e rivestito di platino. Questo reticolo ha come proprietà il fatto che l'immagine in ingresso viene diffratta e rifocalizzata sulla fenditura di uscita.

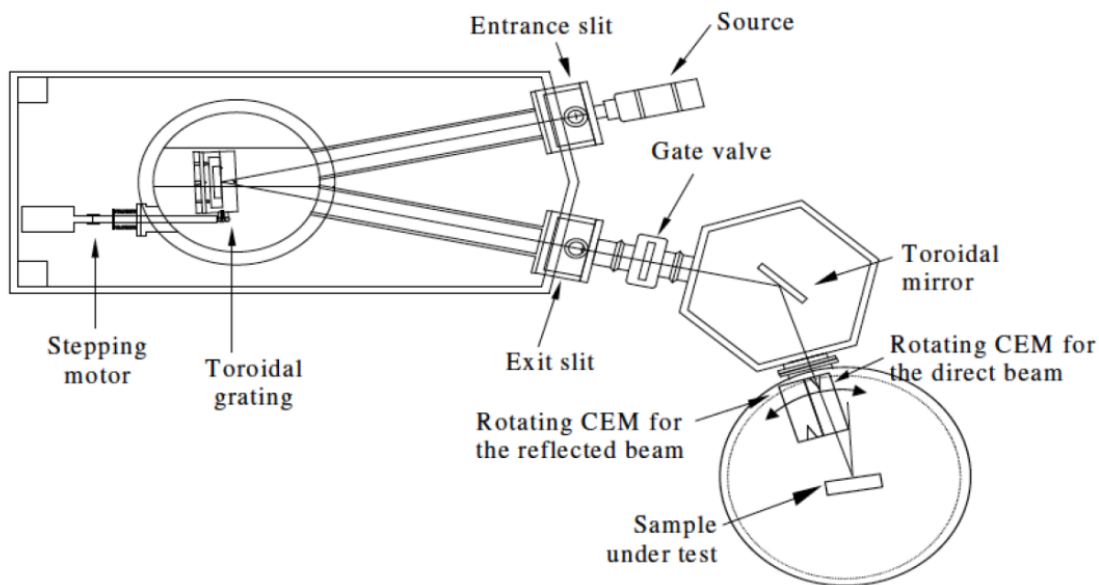


Figura 2. 4: Struttura riflettometro EUV/FUV

Sono elencati di seguito i componenti dello strumento, con riferimento alla *Figura 2. 4*.

- Sorgente luminosa: diversi tipi di sorgenti luminose possono essere collegate a una flangia di alluminio che contiene anche la fenditura di ingresso. Per queste misure sono state utilizzate lampade al deuterio e hollow-cathode.
- Fenditura d'ingresso: la larghezza di questa fenditura controlla la dimensione dell'immagine in ingresso (e quindi gli effetti della sorgente estesa) e la potenza in ingresso. La larghezza della fenditura può essere regolata tra 0 e 650 μm , mentre l'altezza è fissata a 3 mm. Si trova alla giusta distanza sul cerchio di Rowland.
- Reticolo: il reticolo toroidale nella configurazione Johnson-Onaka è racchiuso in una camera circolare in acciaio collegata alla fenditura di ingresso e di uscita con due tubi in acciaio. Un meccanismo muove il reticolo sulla traiettoria giusta.
- Fenditura di uscita: una fenditura identica a quella di ingresso è situata alla stessa distanza sul cerchio di Rowland.
- Specchio focalizzatore: uno specchio toroidale rivestito di Platino che lavora a 45° di incidenza è situato in una camera esagonale e rifocalizza il fascio diffratto che esce dal monocromatore al centro della camera sperimentale.
- Camera sperimentale: un'altra camera circolare in acciaio è progettata per contenere i campioni in esame. Un supporto mantiene il campione in posizione verticale e ne

consente il movimento in coordinate polari. L'angolo di inclinazione θ è controllato manualmente da un sistema rotante graduato, mentre una guida motorizzata modifica la distanza dal centro della camera. Sul coperchio un braccio rotante può contenere un rivelatore che può essere allineato con il fascio riflesso.

Diverse sorgenti sono compatibili con l'impianto. Una lampada hollow-cathode produce diversi spettri di linee nell'EUV, a lunghezze d'onda discrete a seconda del gas utilizzato (Ar, Ne, He, N). Una lampada al deuterio D2X2 di Hamamatsu produce uno spettro continuo da 115 a 400 nm, con un picco a 121,6 nm (lo spettro è mostrato in *Figura 2. 5*). Le lampade al deuterio sono sorgenti luminose a scarica di gas a bassa pressione.

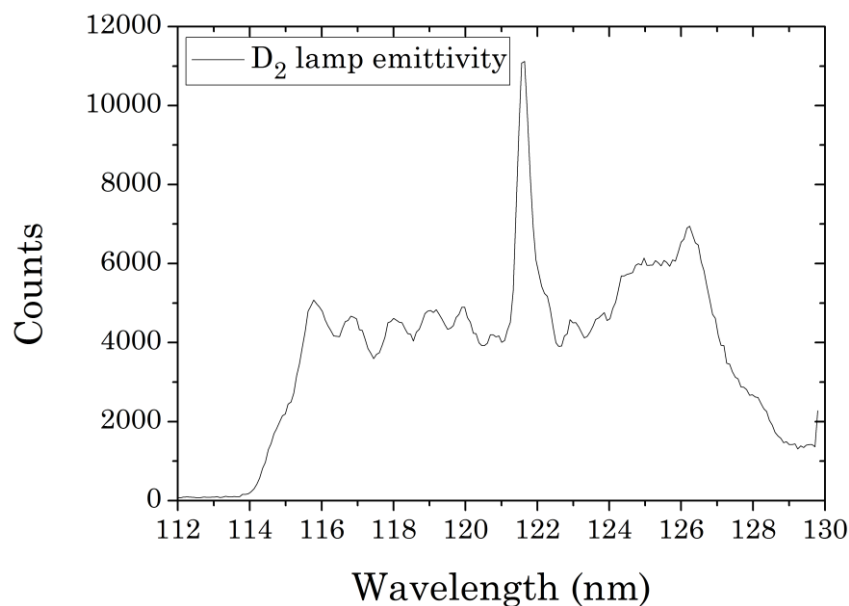


Figura 2. 5: Spettro tipico di una lampada a deuterio

La lampada hollow-cathode (HCL) è una sorgente di linee spettrali utilizzata per l'emissione di lunghezze d'onda discrete negli spettrometri e per la sintonizzazione dei laser. Questa lampada è composta da un catodo, un anodo e un gas di riempimento. Una forte tensione tra anodo e catodo ionizza il gas creando il plasma. I gas nobili sono la scelta migliore. Gli atomi del gas ionizzato vengono accelerati verso il catodo, provocando lo sputtering. Il rilassamento degli atomi del gas e dei materiali diffusi provoca l'emissione.

Capitolo 3 - Risultati ottenuti durante il lavoro in laboratorio

In questo capitolo sono esposti nel dettaglio le varie attività a cui ho assistito ed ho personalmente eseguito durante il lavoro in laboratorio. Per prima cosa abbiamo depositato sul reticolo concavo, tramite e-beam evaporation, gli strati di alluminio e fluoruro di magnesio e l'abbiamo poi caratterizzato dal punto di vista morfologico tramite un profilometro e AFM. Infine, abbiamo caratterizzato otticamente il reticolo precedente e un reticolo concavo con coating di ossido di silicio tramite un riflettometro.

3.1 Deposizione di Al/MgF₂ con e-beam evaporation

All'inizio della mia esperienza ho assistito alla deposizione tramite e-beam evaporation di uno strato di alluminio (Al) e di uno strato di fluoruro di magnesio (MgF₂) su un reticolo di diffrazione concavo. Il reticolo utilizzato è un componente commerciale di basso costo realizzato mediante un processo di replica e quindi di qualità non elevata, adatto ad un progetto pilota. Questo reticolo può anche funzionare in trasmissione ma è utile al nostro scopo poiché il coating depositato sulla superficie del reticolo prende la forma delle scanalature, ottenendo il reticolo in riflessione che ci interessa. Il reticolo con Al e MgF₂ è adatto al FUV da 115 nm a 200 nm.

Quando si deposita un coating è fondamentale che il materiale che costituisce i film di interesse stia ben ancorato al reticolo. Ogni materiale ha caratteristiche diverse e rimane più o meno aderente al substrato (ad esempio l'oro non rimane attaccato ad un vetro mentre l'alluminio rimane sufficientemente attaccato ma non ha una grande solidità di aderenza). Per migliorare l'adesione di questi materiali al substrato si utilizza il cromo (Cr), poiché aderisce su quasi tutte le superfici (plastica, vetro, quarzo, silicio, ecc.) ed essendo un metallo è più incline a fornire alta adesione con altri metalli (ad esempio l'oro e soprattutto l'alluminio). Di conseguenza quando si produce uno specchio a base di metallo si crea uno strato di aderenza, cioè uno strato di Cr di 10-20 nm che si attacca alla superficie del reticolo e la prepara per il materiale successivo.

Successivamente si può depositare lo strato di Al che deve essere otticamente spesso e quindi, poiché ha un indice di rifrazione con un termine di assorbimento della radiazione k , lo strato di Al deve essere sufficientemente spesso affinché la radiazione che assorbe non riesca ad uscire

dalla superficie opposta. Nelle lunghezze d'onda sopra i 100 nm questo valore è intorno ai 90 nm di spessore.

Se l'Al non è nel vuoto inizia un processo di passivazione: entra in contatto con l'ossigeno (O_2) presente in atmosfera e, legandosi con esso, forma quasi istantaneamente uno strato di ossido di alluminio di 2-3 nm. Nel visibile questo processo non ha alcun effetto dal punto di vista della riflettività poiché lo strato che si forma è praticamente trasparente. Nell'UV a 121 nm invece è molto assorbente e quindi la riflettività cala anche di un fattore 2. Per evitarlo si crea uno strato di MgF_2 , che protegge l'Al dall'ossidazione e rimane trasparente alla lunghezza d'onda 121 nm, senza interrompere la catena del vuoto. Noi abbiamo creato uno strato di MgF_2 di 26 nm nominali. In *Figura 3. 1* è rappresentato il coating che abbiamo depositato sul reticolo.

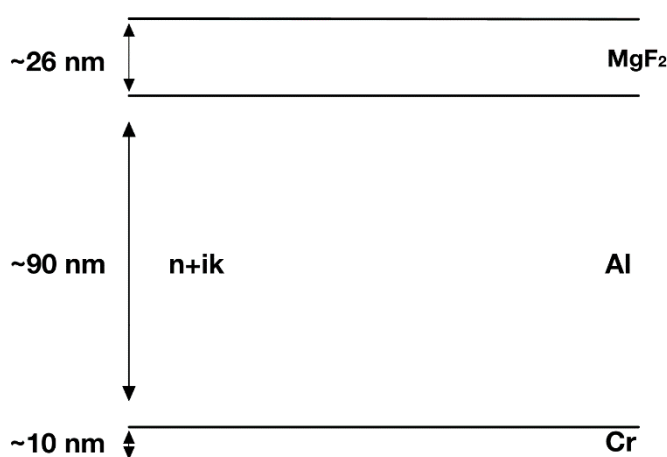


Figura 3. 1: Rappresentazione del coating da depositare sul reticolo concavo.

Il MgF_2 taglia alla lunghezza d'onda 115 nm mentre il suo spessore è stato calibrato per avere a 121.6 nm un picco di interferenza costruttiva. Il cromo invece non ha alcuna funzione ottica ma solo una funzione meccanica poiché non verrà visto dalla radiazione incidente a causa del fatto che l'Al è otticamente spesso. Nei depositi possibili nel laboratorio l'Al raggiunge una riflettività di circa 60-70% a causa del limite di vuoto raggiungibile dalla facility di deposizione.

Di seguito è spiegato il processo nel dettaglio.

Inizialmente abbiamo acceso il cannone elettronico, ovvero un filamento di tungsteno toriato a cui è applicata una tensione applicata tramite un alimentatore ad alta tensione. La corrente che inizia a circolare sul filamento inizia a scaldarlo per effetto Joule. Il torio che si trova sul filamento è un materiale che emette più facilmente elettroni quando viene scaldato. Una differenza di potenziale aggiuntiva di 8.9-9 kV per raccogliere e accelerare gli elettroni termoemessi ed indirizzarli verso delle lenti magnetiche. Tali lenti magnetiche hanno lo scopo

di direzionare e focalizzare il fascio di elettroni sul crogiuolo in cui è contenuto il materiale da evaporare.

Posto nel crogiolo 2 il Cr, nell'1 l'Al e nel 4 il MgF₂, abbiamo poi selezionato il crogiolo 2 e applicato la differenza di potenziale di 9kV: gli elettroni, uscendo dal filamento, sono stati accelerati in una direzione dal campo elettrico con un'energia di 9keV.

L'eV è definito come l'energia cinetica acquisita da un elettrone che passa nel vuoto da un punto a un altro e che abbia un potenziale superiore di 1 V.

Abbiamo acceso il sistema di controllo delle lenti. All'inizio la corrente era nulla poiché abbiamo emesso solo quella necessaria per scaldare il filamento e portarlo al limite della termoemissione. Con il potenziometro abbiamo poi aumentato la corrente emessa. Nel crogiolo inizialmente c'era il Cr. Con un telecomando abbiamo potuto controllare la posizione, l'ampiezza e la velocità di oscillazione del fascio elettronico lungo i due assi cartesiani. Il materiale ha iniziato a diventare rosso ma l'energia non era sufficiente per farlo evaporare. Era già stata calcolata precedentemente la corrente di emissione per il Cr: 17 mA. La corrente di filamento invece è di 22.5 A. È stato importante aumentare lentamente la corrente di emissione perché altrimenti ci sarebbe potuto essere uno shock termico e il materiale sarebbe potuto uscire dal crogiolo. La pressione è salita poiché tutto il gas all'interno della camera si stava scaldando. Il Cr ha iniziato ad evaporare e l'abbiamo quindi lasciato depositare sul nostro reticolo per 40 s, aprendo lo shutter, facendo ruotare il substrato. La pressione ha iniziato a scendere poiché il Cr è un materiale detto "getter" (anche l'Al) che, quando è sotto forma di vapore, se incontra atomi di O li assorbe e deposita le molecole di O lungo le pareti comprese nel cono di emissione diminuendo quindi la pressione interna alla camera.

Dopo aver depositato il Cr abbiamo diminuito la corrente e spento il fascio in modo da lasciar raffreddare il materiale. Successivamente la pressione è aumentata nuovamente e abbiamo potuto quindi depositare l'Al.

Abbiamo portato la corrente di emissione a 91 mA molto lentamente e l'Al ha iniziato a caricarsi e a fondersi. La pressione è aumentata anche se l'Al è un materiale anch'esso getter poiché la quantità di atomi è maggiore. Abbiamo aperto lo shutter e abbiamo lasciato libero il cono di emissione per 4 min e 30 s in modo che l'Al potesse depositarsi sul reticolo.

Come ultimo passaggio abbiamo lasciato depositare per 10 s il MgF₂ che, diversamente da Al e Cr, non fonde ma sublima. Dato il tempo ridotto di deposizione di quest'ultimo strato abbiamo aperto lo shutter nel momento in cui il substrato, che continuava a ruotare, è passato sopra il crogiolo.

Infine abbiamo spento il sistema di emissione, il controllo delle lenti e il cannone.

In *Figura 3. 2* sono riportate delle foto del reticolo subito dopo il deposito.

Il processo è avvenuto con una pressione all'interno della camera di circa $3 \cdot 10^{-6} - 6 \cdot 10^{-6}$ mbar, ovvero 10^{-9} bar in meno rispetto alla pressione atmosferica, e questo è detto "alto vuoto". Il sistema di pompaggio presente in laboratorio non riesce a mantenere la pressione a 10^{-7} mbar e di conseguenza la riflessione dell'Al sarà inferiore.

Questo vuoto si ottiene attraverso un sistema di pompaggio a due stadi. Il primo stadio è una pompa primaria che espelle quello che aspira. Attraverso un cilindro rotante sagomato crea dei momenti di depressione in cui aspira l'aria. La pompa primaria può raggiungere $10^{-1} - 10^{-2}$ mbar. Questo range di pressione si chiama "range della pressione a flusso laminare" perché ci sono sufficienti atomi per dire che c'è un flusso. C'è quindi un flusso di gas che fluisce dalla camera, viene aspirato dalla pompa e viene espulso verso l'esterno. La pompa primaria viene aiutata da una seconda pompa detta "turbomolecolare". Quest'ultima è formata da una serie di turbine e, una volta che l'atomo viene spinto in esse, non può più risalire e viene portato verso il basso. Non c'è più un flusso di gas ma un flusso probabilistico: più grande è la bocca della turbomolecolare più probabilità si ha che un atomo cada all'interno. Questo è il motivo per cui la camera di deposizione scende di pressione lentamente. Gli atomi si espandono e cercano di occupare tutto lo spazio disponibile e statisticamente una parte cade all'interno della pompa. Queste pressioni si chiamano "pressioni di vuoto caotico". Le turbomolecolari presenti in laboratorio funzionano a 45 000 giri al minuto ed è il motivo per cui, dopo aver spento la macchina, abbiamo dovuto attendere in modo che la turbomolecolare potesse rallentare. Le due pompe sono collegate in serie.

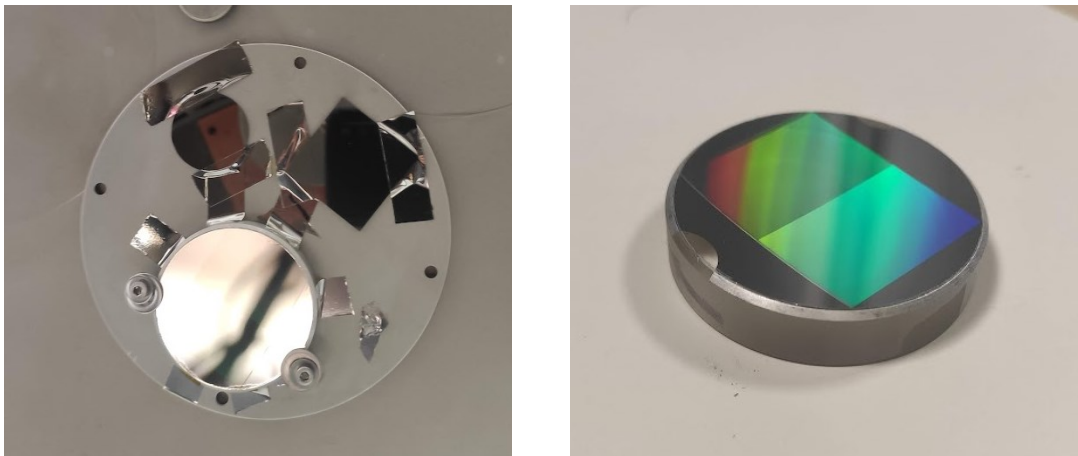


Figura 3. 2: A sinistra una foto del reticolo ancorato al sostegno nella camera di deposizione subito dopo aver finito il processo. Vicino sono presenti anche un vetrino e un wafer di silicio. A destra una foto del reticolo dopo la deposizione degli strati per renderlo riflettente.

3.2 Caratterizzazione morfologica tramite profilometro

Dopo la deposizione tramite e-beam, attraverso un profilometro abbiamo caratterizzato dal punto di vista morfologico il reticolo ottenuto. Come spiegato nel paragrafo 2.2.2, il profilometro è costituito da una punta meccanica che striscia sulla superficie da misurare con una forza arbitraria (solitamente 1-2 mg). Sulla punta è presente un sistema di piezoelettrico che, quando trova una variazione della superficie, misura lo spostamento della punta e lo trasduce per avere la misura analogica. Con questo sistema si possono ottenere precisioni del nanometro.

Abbiamo misurato sul wafer di silicio (Si), posizionato di fianco al reticolo durante la deposizione, il gradino ottenuto dopo la creazione dei film sottili di interesse. Inizialmente è stato posizionato sul piatto all'interno dello strumento e centrato secondo i segni di riferimento. Abbiamo poi impostato diversi parametri, tramite il programma apposito, per ottenere la misura voluta:

- una misura ogni 56 μm ;
- 10 tracce (misure) per poter togliere il rumore;
- 500 μm totali di superficie (5 mm);
- 20 punti al secondo;
- forza di 1 mg.

Il tempo totale per fare questa misurazione è stato di 18 minuti.

Nelle tracce ottenute inizialmente era presente una rampa che saliva data dall'inclinazione del piatto che sosteneva il wafer; di conseguenza alla fine della misurazione abbiamo sottratto la retta in modo che rimanesse solo il gradino dato dagli strati depositati. C'era anche poi un offset tra una traccia e la successiva che il programma ha sottratto automaticamente.

Ci aspettavamo una misura di circa 130 nm o leggermente superiore. Alla fine della misurazione tramite il software del profilometro abbiamo elaborato l'immagine 2D allo scopo di livellare le curve, eliminare l'offset e sovrapporre i vari profili misurati fra loro per ricavare un profilo medio. Nel profilo medio finale ricavato dall'elaborazione era comunque presente una leggera curvatura data dal fatto che il materiale depositato creava una tensione sulla superficie del wafer di silicio (tensione di film).

Infine, abbiamo misurato lo step ottenendo lo spessore del gradino: 151 nm (10 nm di Cr, 100 nm di Al, 30 nm di MgF_2 con l'aggiunta di 10 nm aggiuntivi distribuiti tra Cr e MgF_2).

Abbiamo poi anche misurato lo scalino sul vetrino, anch'esso posizionato di fianco al reticolo durante la deposizione, sempre tramite il profilometro e abbiamo ottenuto una misura di 115 nm e quindi inferiore alla precedente poiché lo scotch di Capton, che ancorava il vetrino al sostegno per il substrato, potrebbe aver creato un'ombra sul cono.

È comunque più corretto misurare il gradino sul wafer di silicio poiché più piatto e quindi più affidabile.

3.3 Caratterizzazione morfologica tramite AFM

Sempre per caratterizzare dal punto di vista morfologico il reticolo prodotto, abbiamo utilizzato un microscopio a forza atomica (AFM).

Sulla testa dell'AFM è montata una punta magnetica dell'ordine dei micrometri. Attraverso un sistema in frequenza, cioè in base alla variazione dell'oscillazione del cantilever, abbiamo potuto misurare l'interazione della punta con il campione. Abbiamo utilizzato questo strumento nella modalità senza contatto sfruttando l'interazione fra atomi e la forza che si forma tra la punta e la superficie del reticolo. A mano a mano che la punta si avvicina al campione, attraverso una misura di feedback che controlla la variazione della forza tra i due corpi (repulsiva o attrattiva), si riesce a calcolare la distanza tra loro.

Prima di iniziare ad avvicinare i due corpi abbiamo posizionato il reticolo al centro del sostegno e, tramite un microscopio, abbiamo messo a fuoco la punta e ciò ci ha permesso di vedere la frequenza di oscillazione del cantilever.

Successivamente abbiamo eseguito la fase di allineamento in due passaggi: abbiamo avvicinato la punta dell'AFM al campione nella direzione verticale e abbiamo eseguito l'allineamento fine in x e y. Per quanto riguarda lo spostamento lungo la direzione verticale, abbiamo avvicinato manualmente la punta dell'AFM al campione fino ad ottenere una distanza tra loro di circa 1mm. Successivamente abbiamo eseguito l'allineamento fine. Un fascio laser arrivava ad un prisma che permetteva di dividere il fascio incidente in due direzioni. Il fascio incideva sul cantilever che lo rifletteva su un altro specchio che a sua volta lo indirizzava poi sul fotodiodo. Agendo sulle manopole che regolavano l'angolazione degli specchi abbiamo fatto in modo che il fascio laser incidesse al centro del fotodiodo cercando di ridurre al minimo i valori che indicavano la direzione verticale e orizzontale. Utilizzando il microscopio ottico sulla testa dell'AFM, abbiamo messo a fuoco la punta e successivamente anche la sua ombra abbassando il fuoco del microscopio. Sapevamo che tra queste due posizioni ci doveva essere il nostro

campione e quindi, spostando sempre il fuoco del microscopio, abbiamo cercato un difetto della superficie del campione che oscillasse. Dopo aver messo a fuoco il difetto trovato, abbiamo quindi messo a fuoco anche il campione e, con piccoli step di decine di micrometri, abbiamo cercato di avvicinare l'ombra e la punta alla superficie del campione fino a quando tale punta non fosse prossima. Per poter avvicinare la punta al reticolo senza rischiare di rovinarla, gli ultimi micrometri di movimento sono stati controllati direttamente dal software associato (XEP) tramite il comando "approach" che ha gestito automaticamente l'avvicinamento della punta al campione fino a quando non è stato prossimo; alla distanza ottimale si è concluso l'allineamento permettendo così la misura. Per l'allineamento non può essere utilizzato solamente il comando approach poiché esegue una misura molto lenta che dura per un tempo limitato e che quindi ad un certo punto si interrompe.

Dopo aver raggiunto il posizionamento ideale abbiamo fatto partire la misurazione: il programma ha creato una mappa bidimensionale e ha iniziato una scansione per righe della superficie del campione. Poiché il reticolo in esame aveva 1200 linee/mm, quindi più di una linea per micrometro, abbiamo scelto di utilizzare una risoluzione bassa. Abbiamo poi impostato il programma in modo che rilevasse sia la topografia della superficie del campione sia l'errore. Selezionando il comando "auto scale" abbiamo visto due linee che rappresentavano l'acquisizione di andata e di ritorno che avrebbero dovuto essere uguali tranne per l'effetto ombra. Il segnale ottenuto aveva una certa pendenza che abbiamo corretto tramite il comando "slope". Abbiamo ottenuto un segnale che assomigliasse alle scanalature del reticolo. Abbiamo poi corretto un offset regolando la forza che aumentando rende più precisa la misura. Successivamente siamo passati alla direzione y e anche abbiamo regolato nuovamente la pendenza. Inizialmente abbiamo creato una mappa di 10x10 μm con una frequenza di scansioni è di 1 Hz (scan rate). Come prima immagine abbiamo selezionato una risoluzione bassa (64 px) in modo da eseguire la misurazione in 64 secondi riuscendo comunque a distinguere le linee del reticolo. In seguito abbiamo selezionato una zona priva di imperfezioni di dimensione 5x5 μm e, prima di misurare nuovamente, abbiamo dovuto attivare il comando approach poiché, alla fine di ogni misura, la punta e il campione si allontanano di 30 μm . Abbiamo impostato una risoluzione di 1024 px e abbiamo avviato la misura che è durata per un tempo maggiore ma ci ha permesso di ottenere un'immagine migliore. La *Figura 3. 3* mostra l'immagine del reticolo, ottenuta tramite AFM, prima e dopo il deposito.

Abbiamo poi analizzato l'immagine di 5x5 μm tramite il software XEI. Dall'immagine si vede che è un reticolo (anche se non perfetto dato che sono presenti delle impurità) poiché è presente

una pendenza periodica. È comunque adatto per il nostro progetto pilota. La *Figura 3. 4* mostra il profilo del reticolo prima e dopo il deposito.

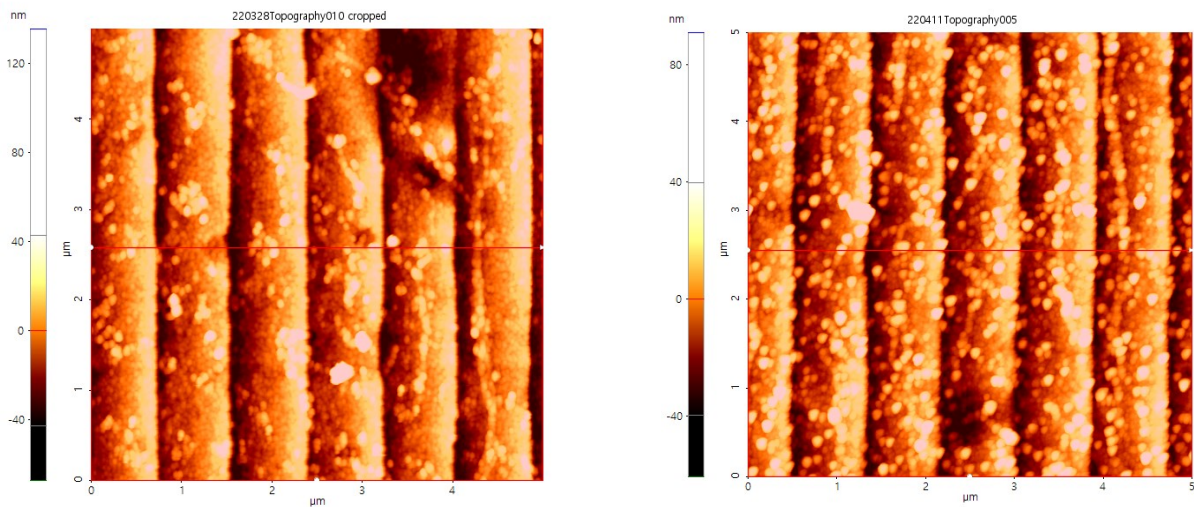


Figura 3. 3: A sinistra la topografia del reticolo prima della deposizione. A destra la topografia del reticolo dopo la deposizione.

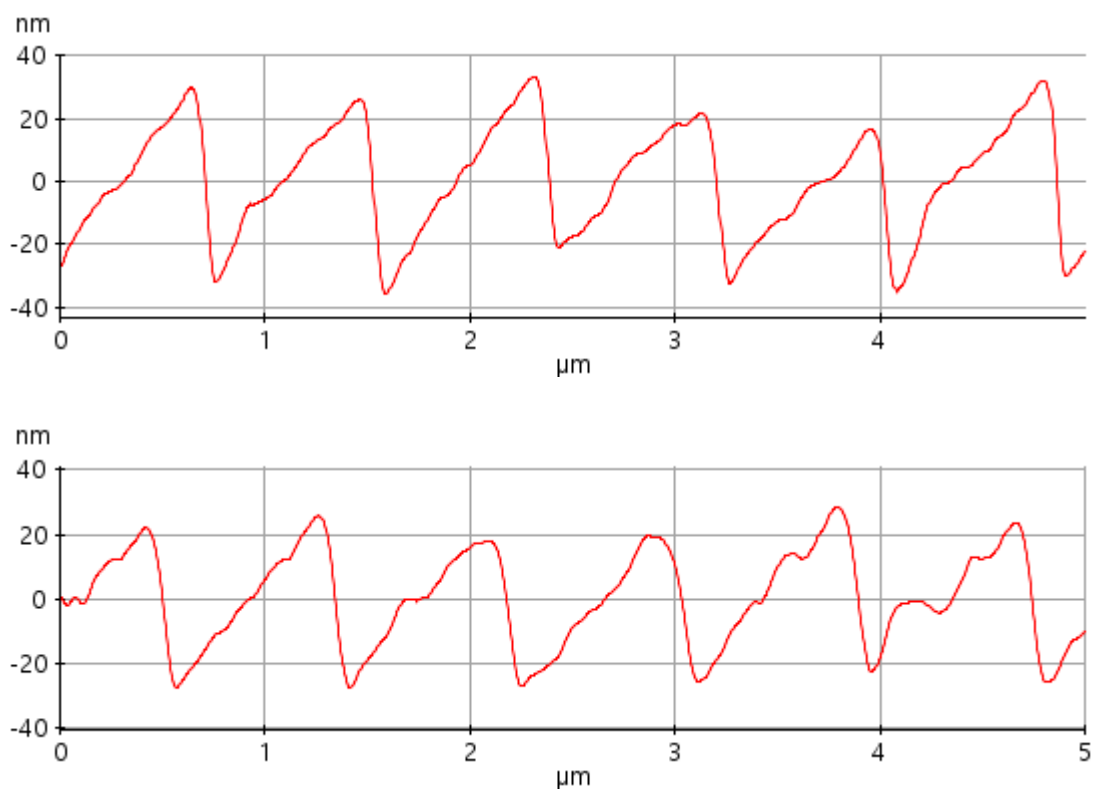


Figura 3. 4: Sopra profilo del reticolo prima del deposito. Sotto profilo del reticolo dopo il deposito.

Dai profili ottenuti abbiamo potuto verificare che, dopo aver depositato gli strati di Al e MgF_2 , possiamo ancora vedere le scanalature del reticolo, anche se sono della dimensione del nanometro. Il componente ha quindi mantenuto la sua morfologia iniziale.

3.4 Caratterizzazione ottica tramite riflettometro

Per caratterizzare infine il reticolo dal punto di vista ottico abbiamo utilizzato un riflettometro che ci ha permesso di misurare la riflettività a varie lunghezze d'onda del reticolo con Al/ MgF_2 , dello specchio con lo stesso coating e del reticolo con SiC (depositato da partner del progetto).

Prima di misurare la riflettività di un campione abbiamo eseguito la fase di allineamento. Abbiamo utilizzato come sorgente una luce bianca che ci ha permesso di posizionare il fascio a centro camera e di calibrarlo in modo da farlo incidere al centro della bocca del CEM. Per poter eseguire la misura bisogna calcolare l'angolo preciso a cui posizionare il campione, conoscendo il reticolo e la lunghezza d'onda a cui vogliamo fare la misura (nel nostro caso l'angolo è di circa 27° poiché la lunghezza d'onda d'interesse è di 121.6 nm). Per ruotare il CEM e il campione, abbiamo utilizzato delle rotelle posizionate sulla camera. Dopo aver eseguito la calibrazione abbiamo inserito il reticolo e il CEM, abbiamo poi chiuso la camera e acceso le pompe per poter ottenere il vuoto.

Per calcolare la riflettività del campione, abbiamo misurato più volte l'intensità del fascio diretto I_0 , ottenuta spostando il reticolo in modo che il fascio non incidesse su di esso, e l'intensità del fascio retroriflesso I_r , misurato posizionando il reticolo a 27° circa e spostando il CEM per vedere l'ordine 0 (*Figura 3. 5*). Ripetendo più volte la misura abbiamo ottenuto dei valori corretti che ci hanno permesso di calcolare la riflettività come rapporto tra l'intensità della luce riflessa I_r e l'intensità della luce diretta I_0 . Abbiamo ruotato il carrellino all'interno della camera che sostiene il reticolo direttamente tramite computer.

Il CEM riceve il fascio all'interno della sua bocca che è costituita da una superficie tale da indirizzarlo verso il suo centro, moltiplicando gli elettroni che colpiscono le pareti. Per poter misurare l'intensità del fascio abbiamo utilizzato un amplificatore di tensione, poiché il CEM lavora a 3 kV, e un acquisitore che rileva il segnale dato. Il vantaggio di lavorare in conteggio di fotoni è dato dal fatto che più alto è il numero di conteggi più è basso l'errore statistico e quindi, oltre una certa soglia, l'errore è trascurabile. Il CEM misura integrando sulla superficie della sua finestra di raccolta.

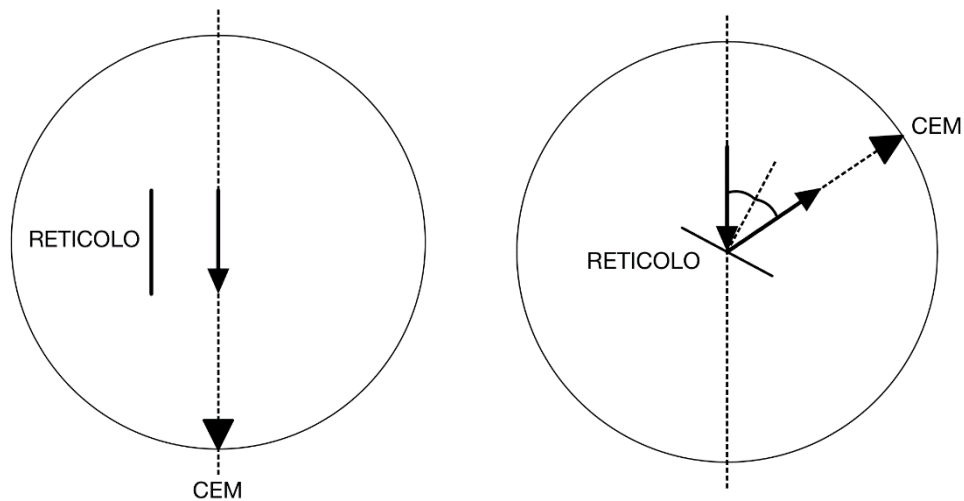


Figura 3. 5: A sinistra configurazione dei componenti della camera per misurare l'intensità del fascio diretto I_0 . A destra configurazione dei componenti della camera per misurare l'intensità del fascio retroriflesso I_r .

Per misurare la riflettività alla lunghezza d'onda d'interesse (121.6 nm) abbiamo utilizzato una lampada a deuterio che ha un picco a quella lunghezza d'onda. La misura deve essere eseguita velocemente poiché l'intensità di questa lampada è instabile e può introdurre un errore. Negli anni è stato stimato questo errore intorno al 5%.

La bocca del CEM è un cono e quindi quando ho un fascio che incide su di esso, la faccia destra del cono misura l'intensità del fascio prima della faccia sinistra o viceversa. È stato inoltre visto che queste hanno un'efficienza leggermente diversa. Per evitare di avere errori dati da questa differenza abbiamo misurato la riflettività del campione coprendo una delle due facce del CEM con un foglio. Un altro motivo per cui abbiamo oscurato una faccia del CEM è per evitare di considerare altri ordini vicini a quello di interesse dato che il reticolo diffonde il fascio (*Figura 3. 6*)

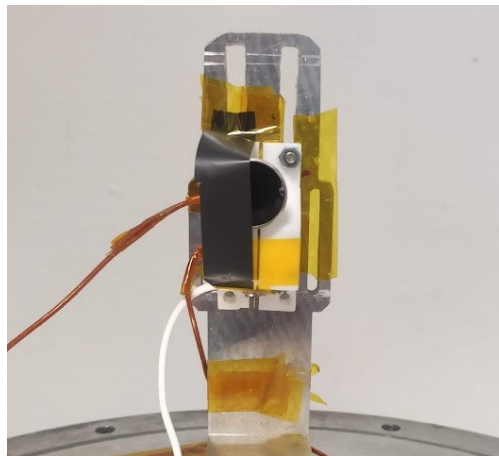


Figura 3. 6: Foto del CEM con una faccia bendata.

Nella *Tabella 3. 2* sono mostrati i risultati ottenuti oscurando la faccia destra del CEM.

Tabella 3. 1: Misura del reticolo concavo Al/MgF₂ utilizzando CEM bendato a destra.

λ	%R	% Δe
121.6 nm	18.4%	5%
131.6 nm	13.13%	5%
141.6 nm	6.07%	5%
121.6 nm	18.55%	5%

Abbiamo poi misurato anche la riflettività dello specchio con lo stesso coating del reticolo. La *Tabella 3. 2* ne mostra i risultati.

Tabella 3. 2: Misura dello specchio Al/MgF₂ – copia coating reticolo concavo Al/MgF₂.

λ	%R	% Δe
121.6 nm	70.55%	5%
131.6 nm	69.87%	5%
141.6 nm	41.11%	5%

Successivamente abbiamo anche caratterizzato otticamente il reticolo concavo con il coating di ossido di silicio (*Figura 3. 7*), utilizzando la lampada hollow-cathode con diversi gas per ottenere emissioni a varie lunghezze d'onda.

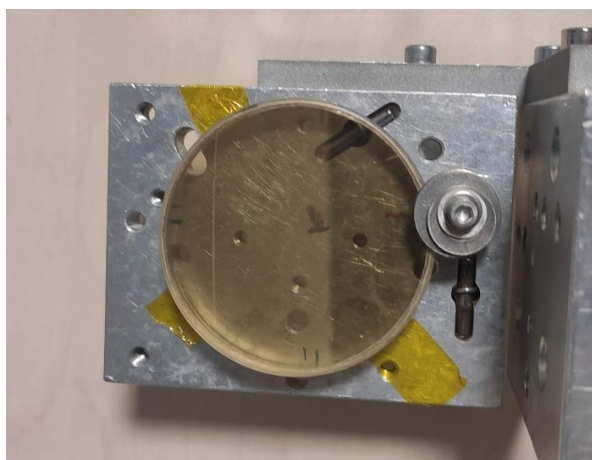


Figura 3. 7: Foto del reticolo con coating di ossido di silicio posizionato sul sostegno per la camera del riflettometro.

Per le lunghezze d'onda 71.60 nm e 43.24 nm abbiamo utilizzato il neon (Ne), per quella a 91.08 nm l'argon (Ar) mentre per quella a 55.60 nm l'elio (He) (*Figura 3. 8*). Per misurare alla lunghezza d'onda 121.6 nm è stata utilizzata nuovamente la lampada a deuterio. Nella *Tabella 3. 5* sono riportati i risultati ottenuti.

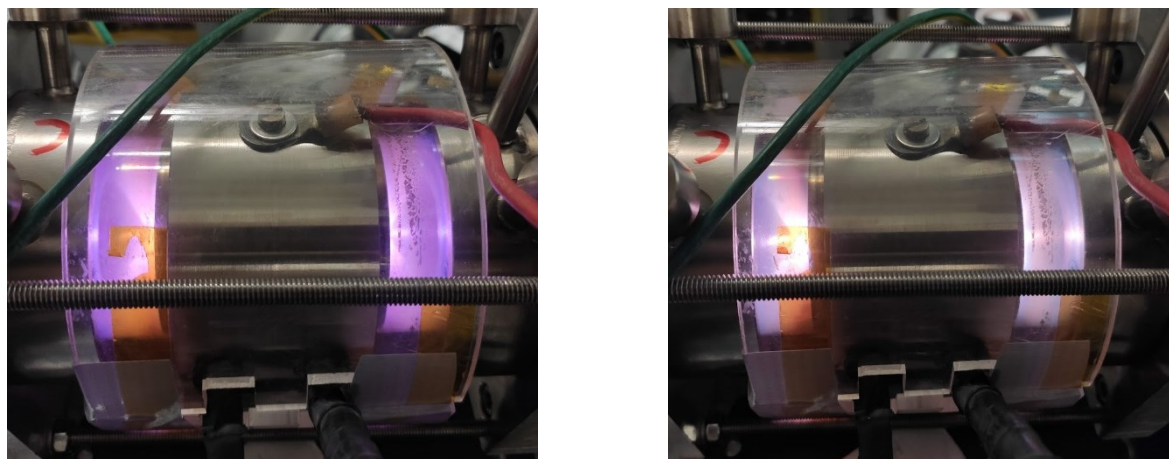


Figura 3. 8: A sinistra foto della lampada hollow-cathode con Argon. A destra foto della lampada hollow-cathode con Elio.

Tabella 3. 3: Misura del reticolo concavo con SiC.

λ	%R	% Δe
71.60 nm	12.07%	5%
43.24 nm	0.7%	5%
91.08 nm	19.88%	5%
55.60 nm	3.45%	5%
121.6 nm	13.09%	5%

Conclusioni

Al termine di questa esperienza svolta nei laboratori del CNR-IFN di Padova e descritta nella tesi, posso in sintesi dire di aver assistito alla deposizione tramite e-beam evaporation di uno strato di alluminio e di uno strato di fluoruro di magnesio su un reticolo concavo. Di aver poi caratterizzato dal punto di vista morfologico il reticolo tramite un profilometro e un microscopio a forza atomica (AFM). Inoltre, di aver caratterizzato otticamente, attraverso un riflettometro, il reticolo concavo Al/MgF₂, il vetrino con lo stesso coating e un reticolo concavo con un coating di ossido di silicio prodotto da partner del progetto.

L'esperienza si è dimostrata arricchente sia dal punto di vista formativo sia dal punto di vista relazionale e umano. Innanzitutto, ho avuto la possibilità di conoscere e di vivere la vivacità intellettuale che caratterizza gli ambienti dei laboratori della ricerca dove tutto è confronto, analisi, sperimentazione e problem-solving. Lo studio teorico del corso di Ottica che avevo seguito con entusiasmo si è concretizzato in un percorso dove ho potuto osservare e operare con macchinari, strumentazioni e materiali di diverso tipo. In particolar modo il calcolo della riflettività di componenti ottici con diversi coating ha catturato il mio interesse per la complessità del processo preparatorio in riferimento alla misurazione di tale caratteristica. Dal punto di vista umano ho respirato la stimolante positività e la fattiva collaborazione che connotano i rapporti e le relazioni tra colleghi; ciò mi ha permesso di inserirmi nel lavoro di laboratorio con serenità e immediatezza e di completare il mio percorso di Laurea con una tesi sperimentale che mi ha infuso entusiasmo e soddisfazione.

Bibliografia

- [1] Stern, S. A., D. C. Slater, J. Scherrer, J. Stone, M. Versteeg, M. F. A'Hearn, J.-L. Bertaux, P. D. Feldman, M. C. Festou, J. Wm. Parker, O. H. W. Siegmund, "ALICE: The Rosetta Ultraviolet Imaging Spectrograph," *Space Sci. Rev.*, 128, 507-527 (2007).
- [2] A. Stern et al. (2005), *Proc. SPIE*, 5906, 358-367.
- [3] Gladstone, G. R., S. A. Stern, K. D. Retherford, R. K. Black, D. C. Slater, M. W. Davis, M. H. Versteeg, K. B. Persson, J. Wm. Parker, D. E. Kaufmann, A. F. Egan, T. K. Greathouse, P. D. Feldman, D. M. Hurley, W. R. Pryor, and A. R. Hendrix, "LAMP: the Lyman Alpha Mapping Project on NASA's Lunar Reconnaissance Orbiter Mission," *Space Sci. Rev.*, (2009).
- [4] G. R. Gladstone, et al. (2017), *Space Science Reviews* 213 (1-4), 447-473.
- [5] J.-L. Bertaux et al. (2007), *Planetary and Space Science* 55, 1673-1700.
- [6] E. Chassefière, et al. (2010), *Planetary and Space Science* 58,1-2, 201-223.
- [7] Europa/UVS, instrument presentation available at:
https://www.lpi.usra.edu/opag/meetings/aug2015/presentations/day-1/8_b_retherford.pdf
- [8] G. Hass, W. R. Hunter, and R. Tousey. Re_ectance of Evaporated Aluminum in the Vacuum Ultraviolet. *J. Opt. Soc. Am.*, 46(12):1009_1012, 1956.
- [9] G. Hass. Re_ectance and preparation of front-surface mirrors for use at various angles of incidence from the ultraviolet to the far infrared. *J. Opt. Soc. Am.*, 72(1):27_39, 1982.
- [10] G. Hass, W. R. Hunter, and R. Tousey. In_uence of Purity, Substrate Temperature, and Aging Conditions on the Extreme Ultraviolet Re_ectance of Evaporated Aluminum. *J. Opt. Soc. Am.*, 47(12):1070_1073, 1956.
- [11] P. H. Berning, G. Hass, and R. P. Madden. Re_ectance-Increasing Coatings for the Vacuum Ultraviolet and Their Applications. *J. Opt. Soc. Am.*, 50(6):586_597, 1960.
- [12] E. T. Hutcheson, G. Hass, , and J. T. Cox. E_ect of Deposition Rate and Substrate Temperature on the Vacuum Ultraviolet Re_ectance of MgF₂- and LiF-Overcoated Aluminum Mirrors. *Appl. Optics*, 11(10):2245_2248, 1972.
- [13] S. Ogura, N. Sugawara, and R. Hiraga. Refractive Index and Packing Density for MgF₂ Films: Correlation of Temperature Dependence with Water Sorption. *Thin Solid Films*, 30(3), 1975.
- [14] Heinz Haber, "The Torus Grating", *Journal of the Optical Society of America*, Volume 40, number 3, March 1950.

- [15] Vishwakarma, Ajaykumar, and Jeffrey M. Karp, eds. *Biology and Engineering of Stem Cell Niches*. Academic Press, 2017. p.341.
- [16] Park XE-70 AFM User Manual.
- [17] Namioka, T. "Theory of the concave grating. III. Seya-Namioka monochromator." *JOSA* 49.10 (1959): 951-961.
- [18] Skibowski, M., and W. Steinmann. "Normal-incidence monochromator for the vacuum ultraviolet radiation from an electron synchrotron." *JOSA* 57.1 (1967): 112-113.