

Università degli Studi di Padova

Dipartimento di Ingegneria dell'Informazione

Corso di Laurea Triennale in Ingegneria Elettronica

TESI DI LAUREA TRIENNALE

Deposizione e Caratterizzazione di Film Sottili Realizzati via E-Beam Evaporation

Relatore

Prof.ssa Maria Guglielmina Pelizzo

Correlatore

Dott.ssa Sara Zuccon

Laureando
Mattia Zambolin

Anno Accademico 2012/2013

Indice

Introduzione	5
1 Le onde piane e i fenomeni all'interfaccia	7
1.1 Le onde elettromagnetiche piane	7
1.2 Riflessione e rifrazione di onde piane	9
1.3 L'interferenza	12
1.4 I materiali assorbenti	13
2 I film sottili e la loro formazione	15
2.1 Il film sottile	15
2.2 La condensazione sul substrato	17
2.3 Proprietà del film in funzione del processo	19
2.4 Effetti sul film a deposizione conclusa	21
3 Tecniche di deposizione	23
3.1 Physical Vapor Deposition	23
3.2 Chemical Vapor Deposition	25
4 Electron Beam Evaporation	27
4.1 L'evaporazione del materiale	27
4.2 Preparazione e riscaldamento del substrato	29
4.3 La deposizione del film	31
5 Electron Beam Deposition facility	37
5.1 La camera di evaporazione	38
5.2 Il rack di controllo	42
5.3 La procedura di deposizione del film	45
5.4 Il profilometro	49
5.5 Lo spettrofotometro	52
6 Le deposizioni realizzate	53
6.1 Le deposizioni del cromo	53
6.1.1 I deposizione	54
6.1.2 II deposizione	56
6.1.3 III deposizione	59
6.1.4 IV deposizione	61
6.1.5 Osservazioni	63
6.2 Gli strati antiriflesso	64
6.2.1 V deposizione	65

6.2.2	VII deposizione	67
6.2.3	VIII deposizione	68
6.2.4	XII deposizione	71
6.2.5	Osservazioni	73
6.3	Gli specchi di alluminio	75
6.3.1	VI deposizione	75
6.3.2	IX deposizione	80
6.3.3	X deposizione	84
6.3.4	XI deposizione	86
6.3.5	Osservazioni	88
7	Conclusioni	93

Introduzione

Nelle più svariate applicazioni vengono utilizzate ottiche su cui sono depositati film sottili. Per *film sottile* si intende lo strato di materiale di spessore di decine o centinaia di nanometri che viene depositato su un'ottica od una qualsiasi superficie.

Il film sottile modifica il comportamento dell'oggetto rispetto ai parametri che principalmente vengono analizzati nel campo dell'ottica.

Un esempio di film sottile è lo strato antiriflesso delle lenti di un comune paio di occhiali. Questo apporta un cambiamento nelle caratteristiche delle lenti tale da ridurre drasticamente la riflessione delle onde elettromagnetiche all'interfaccia aria-lente.

Esistono diverse tecniche per la deposizione dei film sottili. In questo lavoro sono stati depositati alcuni film sottili mediante la tecnica *Electron Beam Evaporation* che si basa sull'evaporazione fisica del materiale da depositare. L'energia necessaria all'evaporazione viene fornita da elettroni emessi da un cannone elettronico: questi collidono sul campione di materiale da depositare cedendo energia e quindi calore.

In questo lavoro sono state effettuate diverse deposizioni ed i film ottenuti sono stati analizzati per lo studio delle caratteristiche strutturali e ottiche.

Nel **capitolo 1** sono illustrati i comportamenti delle onde elettromagnetiche in corrispondenza di superfici di interfaccia tra mezzi differenti.

Nel **capitolo 2** sono descritte le dinamiche di formazione e deposizione dei film sottili.

Nel **capitolo 3** sono illustrate le diverse tecniche utilizzate per la realizzazione dei film sottili.

Nel **capitolo 4** è descritta la tecnica di deposizione Electron Beam utilizzata in questo lavoro.

Nel **capitolo 5** è descritto l'evaporatore utilizzato e le sue modalità di utilizzo.

Nel **capitolo 6** sono analizzati i film sottili depositati.

1 Le onde piane e i fenomeni all'interfaccia

Ogni materiale è caratterizzato da un proprio indice di rifrazione

$$n = \frac{c}{v}$$

dove c è la velocità della luce nel vuoto, pari a $2.99792458 \cdot 10^8 m/s$, e v è la velocità della luce nel mezzo del materiale di cui n ne è l'indice di rifrazione.

Con il passaggio di un'onda elettromagnetica da un mezzo ad un altro, aventi diversi indici di rifrazione, si verificano i fenomeni della riflessione e della rifrazione. Questi fenomeni costituiscono la base dello studio dei comportamenti alle interfacce.

1.1 Le onde elettromagnetiche piane

Le onde elettromagnetiche si definiscono a partire dalle Equazioni di Maxwell:

$$\begin{aligned}\nabla \times \mathbf{E} &= -\mu \frac{\partial \mathbf{H}}{\partial t} \\ \nabla \times \mathbf{H} &= \varepsilon \frac{\partial \mathbf{E}}{\partial t}\end{aligned}$$

dove:

- \mathbf{E} è il vettore campo elettrico;
- \mathbf{H} è il vettore campo magnetico;
- t rappresenta il tempo;
- μ è la permeabilità magnetica del materiale;
- ε è la permittività dielettrica del materiale.

Le equazioni di Maxwell così definite valgono per una regione omogenea, cioè caratterizzata da μ ed ε costanti, priva di perdite e priva di sorgenti di carica, le quali si trovano al di fuori della regione interessata.

Eseguito il rotore di entrambi i membri della prima equazione, si ottiene l'equazione:

$$\frac{\partial^2 \bar{E}}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \bar{E}}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 \bar{E}}{\partial z^2} - \mu \varepsilon \frac{\partial^2 \bar{E}}{\partial t^2} = 0$$

avendo che $c = \frac{1}{\sqrt{\varepsilon\mu}}$, e supponendo che il campo elettrico sia unidimensionale nello spazio, propagandosi lungo x , si ottiene infine l'equazione delle corde vibranti:

$$\frac{\partial^2 \bar{E}}{\partial x^2} - \frac{1}{c^2} \frac{\partial^2 \bar{E}}{\partial t^2} = 0 .$$

La soluzione generale di questa equazione è

$$E(x, t) = E(x - ct)$$

che identifica un'onda di forma arbitraria che si propaga senza distorsione lungo x a velocità c . L'onda così descritta si definisce *onda piana*.

L'*onda armonica* è un particolare tipo di onda piana, ed è descritta dalla relazione

$$E(x, t) = E_0 \sin k(x - ct)$$

dove k è definita *numero d'onda*. Elaborandola, si ottiene la relazione

$$E(x, t) = E_0 \sin(kx - \omega t)$$

in cui $\omega = kc$ è definita *pulsazione dell'onda armonica*. Per *fase dell'onda* si intende $\phi = kx - \omega t$. Il fronte d'onda è il luogo dei punti in cui la fase del campo elettrico ha lo stesso valore, per un'onda piana il fronte d'onda è un piano.

Applicando i ragionamenti fin qui descritti all'equazione riguardante il campo magnetico \mathbf{H} , si ottiene che anch'esso viene descritto correttamente dall'equazione d'onda piana armonica.

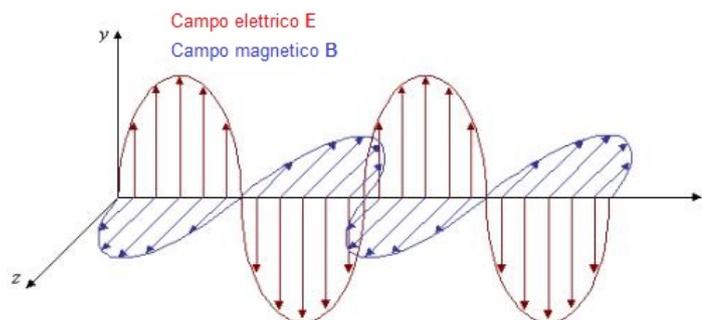


Figura 1.1: onda elettromagnetica piana.

Le equazioni di Maxwell definiscono che i campi elettrico e magnetico sono inscindibili, ovvero l'esistenza di uno comporta l'esistenza dell'altro, per questo motivo si parla di *campo elettromagnetico*. Come raffigurato in figura 1.1, i due campi sono in fase, ortogonali tra loro e alla direzione di propagazione. Questi si propagano con la stessa velocità, e sono legati tra loro dalla relazione $H = E/c$. Le onde elettromagnetiche soddisfano infine il *principio di sovrapposizione*, sfruttato per lo studio dei fenomeni di interferenza.

1.2 Riflessione e rifrazione di onde piane

Quando un'onda elettromagnetica piana che si propaga in un determinato mezzo incontra una superficie di separazione con un altro mezzo di diverso indice di rifrazione, una parte di questa viene riflessa e una parte viene trasmessa nel nuovo mezzo, come descritto in figura 1.2.

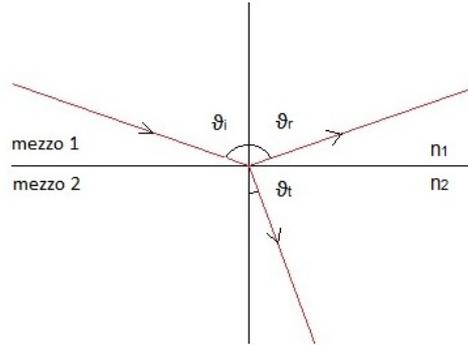


Figura 1.2: onda piana incidente sulla superficie di discontinuità.

La velocità di propagazione v di un'onda elettromagnetica in un mezzo dipende dall'indice di rifrazione, infatti $n = c/v$. Con il passaggio della superficie di separazione dunque si osserva una variazione della velocità di propagazione e del numero d'onda dell'onda elettromagnetica, mentre rimangono invariati la frequenza e la pulsazione.

Le leggi della rifrazione e riflessione affermano che le direzioni di propagazione delle onde incidente, riflessa e trasmessa giacciono nello stesso piano, definito *piano di incidenza*. L'angolo di incidenza e l'angolo di riflessione, ovvero gli angoli che formano con l'asse normale alla superficie di discontinuità rispettivamente l'onda incidente e l'onda riflessa, sono uguali: $\theta_i = \theta_r$.

La *legge di Snell* inoltre afferma che il rapporto tra il seno dell'angolo di incidenza e il seno dell'angolo di rifrazione è costante e uguale al rapporto tra l'indice di rifrazione del mezzo verso cui è diretta l'onda e l'indice di rifrazione del mezzo da cui proviene l'onda:

$$\frac{\sin \theta_i}{\sin \theta_t} = \frac{n_2}{n_1}$$

Se $n_1 < n_2$ la legge di Snell ammette soluzione per qualunque angolo di incidenza e l'onda trasmessa è un'onda piana uniforme.

Se invece $n_1 > n_2$ può verificarsi la situazione in cui

$$\sin \theta_t = \sin \theta_i (n_1/n_2) > 1,$$

cosa che non può essere possibile. La legge di Snell non ha soluzione, si ha una riflessione totale e non si ha onda trasmessa nel secondo mezzo. In questo si stabilisce però un'onda piana evanescente che si propaga nella direzione della normale alla superficie di discontinuità.

Avendo descritto le direzioni di propagazione delle onde riflessa e rifratta ad un'interfaccia, per lo studio dell'ampiezza dei campi elettrici in gioco è necessario distinguere due situazioni.

Si parla di *polarizzazione TM*, trasverso magnetico, quando i campi magnetici delle onde incidente, trasmessa e riflessa sono ortogonali al piano di incidenza e i campi elettrici giacciono nel piano di incidenza, come raffigurato in figura 1.3.

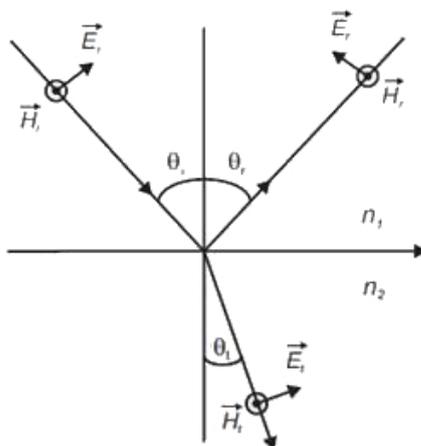


Figura 1.3: onde all'interfaccia in polarizzazione TM.

Dovendo applicare le condizioni di continuità alla superficie di separazione per i campi elettrico e magnetico, lungo l'asse giacente sulla superficie di separazione vale che

$$E_i \cos \theta_i + E_r \cos \theta_r = E_t \cos \theta_t$$

mentre lungo l'asse ortogonale al piano di incidenza, parallelo alla direzione dei campi magnetici, vale che

$$H_i - H_r = H_t .$$

Essendo onde piane uniformi, per cui vale che $H = E \frac{n}{c}$, le condizioni di continuità si riassumono:

$$\begin{cases} E_i \cos \theta_i + E_r \cos \theta_r = E_t \cos \theta_t \\ E_i \frac{n_1}{c} - E_r \frac{n_1}{c} = E_t \frac{n_2}{c} \end{cases}$$

Da queste si ricava il coefficiente di riflessione

$$\rho_{TM} = \frac{E_r}{E_i} = \frac{n_2 \cos \theta_i - n_1 \cos \theta_t}{n_2 \cos \theta_i + n_1 \cos \theta_t}$$

e il coefficiente di trasmissione

$$\tau_{TM} = \frac{E_t}{E_i} = \frac{2n_1 \cos \theta_i}{n_2 \cos \theta_i + n_1 \cos \theta_t}$$

Si parla invece di *polarizzazione TE*, trasverso elettrico, quando le componenti del campo magnetico delle onde in gioco giacciono sul piano di incidenza

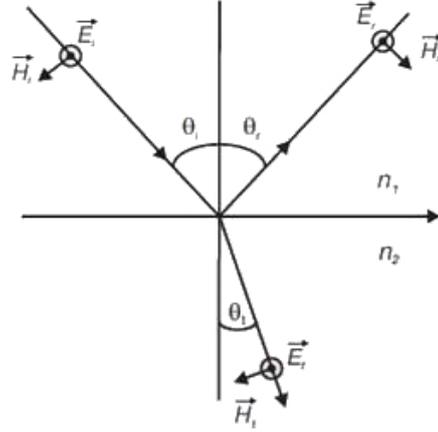


Figura 1.4: onde all'interfaccia in polarizzazione TE.

mentre le componenti del campo elettrico sono ortogonali al piano di incidenza, come raffigurato in figura 1.4.

Anche in questo caso all'interfaccia tra i due mezzi devono valere le condizioni di continuità, dunque lungo la superficie di separazione vale che

$$H_i \cos \theta_i - H_r \cos \theta_r = H_t \cos \theta_t$$

mentre lungo l'asse ortogonale al piano di incidenza vale

$$E_i + E_r = E_t .$$

Riassumendo, dal sistema

$$\begin{cases} E_i \frac{n_1}{c} \cos \theta_i - E_r \frac{n_1}{c} \cos \theta_r = E_t \frac{n_2}{c} \cos \theta_t \\ E_i + E_r = E_t \end{cases}$$

si ricavano anche per questa polarizzazione il coefficiente di riflessione

$$\rho_{TE} = \frac{E_r}{E_i} = \frac{n_1 \cos \theta_i - n_2 \cos \theta_t}{n_1 \cos \theta_i + n_2 \cos \theta_t}$$

e il coefficiente di trasmissione

$$\tau_{TE} = \frac{E_t}{E_i} = \frac{2n_1 \cos \theta_i}{n_1 \cos \theta_i + n_2 \cos \theta_t} .$$

I coefficienti di riflessione e trasmissione così definiti, denominati *formule di Fresnel*, identificano il rapporto tra le ampiezze del campo elettrico delle onde incidente, riflessa e trasmessa all'interfaccia tra due mezzi, per entrambe le polarizzazioni. L'intensità della generica onda elettromagnetica dipende direttamente dal quadrato dell'ampiezza campo elettrico, quindi per valutare i rapporti tra le intensità delle onde all'interfaccia si ricorre alle quantità

$$\begin{aligned} R &= \rho^2 \\ T &= \tau^2 \end{aligned}$$

che rappresentano rispettivamente la *riflettività* e la *trasmittività*, per cui vale $R + T = 1$. Questi valori rappresentano le percentuali di energia incidente rispettivamente riflessa e trasmessa.

Supponendo che l'angolo di incidenza sia nullo, dalle formule di Fresnel si ottengono gli stessi coefficienti di riflessione per entrambe le polarizzazioni:

$$\rho = \frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2}$$

da cui si ricavano riflettività e trasmittività come nel caso precedente. Se ne deduce che nel passaggio da un mezzo di indice di rifrazione minore ad un mezzo di indice di rifrazione maggiore il campo elettrico dell'onda riflessa subisce uno sfasamento di π .

1.3 L'interferenza

Valendo per le onde piane il principio di sovrapposizione, quando queste si sovrappongono in un determinato punto dello spazio si verificano i fenomeni di *interferenza*, dovuti alla differenza di fase delle onde.

Supponendo di avere due onde piane armoniche $E_1 = E_0 \sin(kx_1 - \omega t + \phi_1)$ ed $E_2 = E_0 \sin(kx_2 - \omega t + \phi_2)$ si identifica con *differenza di fase* la quantità

$$\delta = (kr_2 - \omega t + \phi_2) - (kr_1 - \omega t + \phi_1) = k(r_2 - r_1) + (\phi_2 - \phi_1)$$

in cui $\phi_2 - \phi_1 = \Delta\phi$ rappresenta la *differenza di fase intrinseca* e dipende dalle proprietà delle sorgenti delle due onde elettromagnetiche, mentre $r_2 - r_1 = \Delta r$ rappresenta la *differenza dei percorsi* delle due onde prima di sovrapporsi nel punto di interferenza.

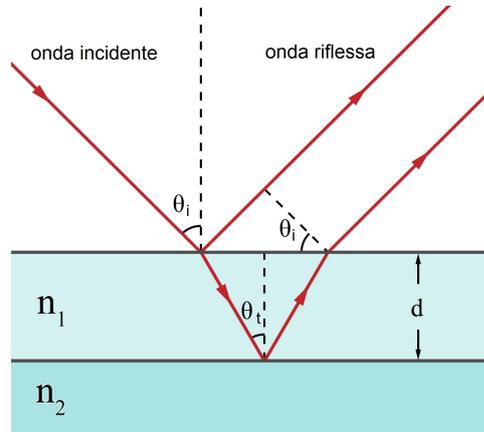


Figura 1.5: onda incidente su una lamina sottile.

Per *lamina sottile* si intende un mezzo di spessore d avente indice di rifrazione diverso da quello dei mezzi ad esso adiacenti, come raffigurato in figura 1.5. Supponendo che una sorgente posta ad una certa distanza generi un'onda elettromagnetica in aria, quando questa incide sulla superficie d'interfaccia 0-1 una parte viene riflessa con angolo pari all'angolo di incidenza, ed una parte

viene trasmessa nella lamina sottile con angolo θ_t determinato dalla legge di Snell. L'onda trasmessa si propaga lungo lo spessore della lamina, e quando incide sull'interfaccia 1-2 si verificano nuovamente i fenomeni di trasmissione e riflessione. L'onda riflessa si propaga verso la superficie d'interfaccia 1-0, in corrispondenza della quale si verificano nuovamente riflessione e rifrazione. Dovendo rispettare la legge di Snell, l'onda appena rifratta si propaga nella stessa direzione e verso dell'onda riflessa alla prima incidenza sulla superficie 0-1.

Considerando l'onda riflessa all'interfaccia 0-1 e l'onda trasmessa all'interfaccia 1-0, la loro differenza di fase è

$$\delta = 2dkn_1 \cos \theta_t$$

supponendo che $n_2 > n_1$.

Se la differenza di fase δ è un multiplo dispari di π allora le due onde sono in opposizione di fase istante per istante. Per il principio di sovrapposizione, le due onde sommandosi si elidono, ottenendo un'onda complessiva di intensità nulla. In questo caso si è in presenza di *interferenza distruttiva*. Se la differenza di fase δ è un multiplo pari di π allora le due onde sono in fase tra loro istante per istante. In questo caso la somma delle due onde dà origine ad un'onda di intensità non nulla. Si parla di *interferenza costruttiva*.

Al variare quindi dello spessore si hanno due situazioni:

- $d = (2m + 1) \frac{\lambda}{4n_1 \cos \theta_t} \Rightarrow \delta = 2m\pi$ con $m = 0, 1, 2, 3, \dots$ interferenza distruttiva;
- $d = m \frac{\lambda}{2n_1 \cos \theta_t} \Rightarrow \delta = (2m + 1)\pi$ con $m = 0, 1, 2, 3, \dots$ interferenza costruttiva.

Variando lo spessore della lamina si verifica interferenza costruttiva o distruttiva a seconda della differenza di fase che si ottiene.

1.4 I materiali assorbenti

Il fenomeno dell'assorbimento dipende dalle caratteristiche della distribuzione degli atomi e delle cariche del materiale.

Negli isolanti gli elettroni sono legati agli atomi e mediamente sono distribuiti simmetricamente attorno al nucleo, il loro spostamento locale è possibile solo tramite l'applicazione di un campo elettrico esterno associato alla radiazione elettromagnetica. Gli elettroni vengono spostati nel verso contrario del campo elettrico mentre i nuclei vengono spostati nel verso concorde del campo, formando dunque un dipolo. L'oscillazione del campo elettrico quindi dà origine ad un'oscillazione delle cariche attorno alla posizione di equilibrio. Quando la frequenza di oscillazione è minore rispetto alla frequenza con cui gli atomi del materiale riescono a rispondere alla forza elettrica e magnetica, allora parte dell'energia dell'onda viene assorbita dal materiale. Quando invece la frequenza dell'onda elettromagnetica è maggiore della capacità degli atomi a seguire gli spostamenti indotti dall'onda, per la loro inerzia, allora il materiale non assorbe energia e il campo elettromagnetico attraversa il mezzo inalterato.

Nei metalli invece gli elettroni sono liberi, non vincolati come avviene per gli isolanti, e dunque vengono interessati collettivamente dall'oscillazione indotta

dall'onda elettromagnetica. Questo porta ad una capacità di seguire gli spostamenti indotti dal campo elettrico molto maggiore rispetto agli isolanti, e quindi l'assorbimento è molto maggiore e avviene per frequenze molto più elevate.

Dalle diverse modalità di interazione con il campo elettrico dipendono le proprietà ottiche del materiale, i metalli infatti sono riflettenti nel visibile di colore tendente al grigio lucido, mentre gli isolanti solitamente sono trasparenti o non riflettenti nel visibile, con colorazioni diverse dipendenti dalla loro struttura interna.

I materiali assorbenti, come i metalli, sono caratterizzati dall'indice di rifrazione complesso

$$\hat{n} = n - jk .$$

in cui n è l'indice di rifrazione e k è il *coefficiente di estinzione*. L'indice di rifrazione si riferisce, come per i materiali non assorbenti, alla velocità di fase dell'onda nel mezzo, mentre il coefficiente di estinzione si riferisce al livello di assorbimento del mezzo.

In un mezzo assorbente quindi l'equazione di propagazione della generica onda elettromagnetica diventa

$$E(x, t) = E_0 \cos \left(x \frac{2\pi n}{\lambda} - \omega t \right) e^{\frac{-2\pi kx}{\lambda}}$$

in cui l'esponenziale di coda rappresenta l'attenuazione dell'ampiezza del campo elettrico in funzione dello spostamento x .

La riflettività per i materiali assorbenti, in caso di incidenza normale dall'aria sul materiale, è definita come per i non assorbenti

$$R = \left[\frac{(n-1) + ik}{(n+1) - ik} \right]^2 = \frac{(n-1)^2 + k^2}{(n+1)^2 + k^2}$$

In aggiunta a riflettività e trasmittività si ha l'assorbanza A che tiene conto della frazione di energia assorbita dal materiale, e vale la relazione

$$R + T + A = 1 .$$

2 I film sottili e la loro formazione

Le tipologie dei film che possono essere depositati sono diverse, e ogni film possiede determinate caratteristiche che lo rendono adatto o meno per le applicazioni in cui vengono utilizzate.

Le proprietà ottiche del film depositato, come l'indice di rifrazione, la trasmittività o la riflettività, dipendono dalle proprietà fisiche e strutturali del film, che a loro volta dipendono dalle dinamiche con cui avviene il processo di deposizione.

2.1 Il film sottile

Per *film sottile* si intende lo strato di materiale di spessore dell'ordine di grandezza dei nanometri che viene depositato sulla superficie di un *substrato*. Solitamente il film e il substrato sono di materiali differenti, dunque caratterizzati da differenti indici di rifrazione.

Le applicazioni dei film sottili sono molteplici, possono essere utilizzati per la realizzazione di superfici antiriflesso o per superfici riflettenti, per la creazione di filtri ottici, divisori di fascio e polarizzatori. Le particolari proprietà ottiche di ogni film sottile che viene depositato dipendono dal materiale con cui è realizzato, dallo spessore del film e dalle modalità con cui questo viene realizzato [1].

Considerando le due superfici del substrato, si definisce *frontale* la superficie del substrato su cui incide l'onda elettromagnetica, per poi emergere dalla superficie opposta.

Un tipico utilizzo di deposizione di film sottili è la creazione di *specchi*, le cui caratteristiche di riflettività dipendono dalla superficie del substrato su cui viene depositato il film. Se il film viene depositato sulla superficie frontale lo specchio ha qualità in riflessione maggiori rispetto ad uno specchio in cui il film viene depositato sull'altra superficie.

Gli specchi utilizzati per riflessioni di onde dall'infrarosso all'ultravioletto sono principalmente specchi con film sottile depositato sulla superficie frontale substrato, di materiale metallico. Vantaggi di questi specchi sono il basso costo di produzione, ampio spettro di riflessione e la particolare uniformità delle deposizioni, caratteristica di primaria importanza nella deposizioni di film di spessore ridotto.

Come descritto in figura 2.1, nell'infrarosso l'argento ha riflettività maggiore degli altri metalli, è caratterizzato però da una bassa resistenza a contaminanti come il vapor d'acqua, che ne provoca l'ossidazione. In rimedio a questo viene utilizzato l'oro, con riflettività minore dell'argento ma maggior resistenza a

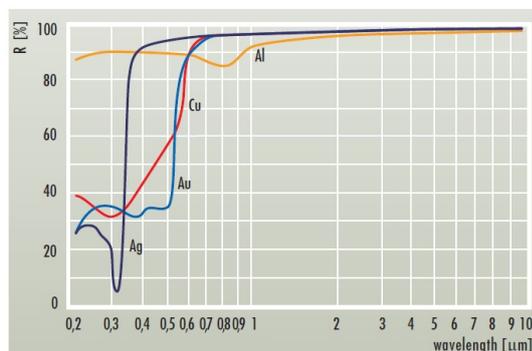


Figura 2.1: riflettività di alcuni metalli utilizzati per la creazione di specchi.

contaminanti. Un'ulteriore alternativa è l'utilizzo dell'alluminio, la cui riflettività si estende da 115 nm ai 100 μm , quindi riflettività elevate che spaziano dall'infrarosso all'ultravioletto.

Nell'estremo ultravioletto la riflettività del film di alluminio è maggiore a quella di ogni altro metallo, però questa è fortemente dipendente da parametri quali la velocità di deposizione, pressione di deposizione, spessore del film, purezza dell'alluminio utilizzato, temperatura del substrato durante la deposizione, ed invecchiamento del film. Sperimentalmente è stato dimostrato che la curva della riflettività in funzione della lunghezza d'onda varia in funzione di ognuno di questi parametri.

Solitamente il film metallico viene ricoperto da un film non-metallico che ha lo scopo di incrementare la riflettività dello specchio, aumentare la resistenza meccanica e proteggere il film metallico dai contaminanti presenti in ambiente. In aggiunta al film di alluminio può essere quindi depositato un film di fluoruro di magnesio, per creare così lo specchio Al+MgF₂ caratterizzato da riflettività maggiori a determinate bande dipendenti dalle caratteristiche del film di fluoruro di magnesio. Specchi di questo tipo vengono utilizzati in applicazioni da sincrotrone, nella tecnologia laser, spettroscopia e astrofisica [3]. Viene utilizzato il fluoruro di magnesio perché caratterizzato da un indice di rifrazione molto basso, ha un'elevata durezza ed è stabile in condizioni ambientali che si rivelerebbero ostili per altri materiali. Lo spessore del film di questo materiale che viene depositato dipende dalla lunghezza d'onda in corrispondenza della quale si vuole aumentare la riflettività del film. Altra importante caratteristica di questo film sottile è la protezione dall'ossidazione dell'alluminio che avviene molto velocemente in presenza di ossigeno, principale causa della drastica riduzione della riflettività del film di alluminio in incidenza normale [5]. L'assorbimento di gas da parte del film di fluoruro di magnesio incide con una riduzione della riflettività dello specchio, cosa che avviene principalmente per film caratterizzati da una struttura porosa. Per evitare la formazione di pori e dunque ridurre il fenomeno del calo di riflettività la deposizione avviene in condizioni tali da ottenere una struttura del film più uniforme e densa possibile.

Un ulteriore esempio di utilizzo di film sottili è la realizzazione di strati *antiriflesso*. Il funzionamento di questi film si basa sul concetto di interferenza e sulle dinamiche viste per la lamina sottile, ovvero il film depositato ha uno spessore tale da ottenere interferenza distruttiva tra l'onda riflessa all'interfac-

cia tra aria e film e l'onda riflessa all'interfaccia tra film e substrato. In questo modo, per il principio di conservazione dell'energia, si ha una maggiore energia trasmessa a discapito dell'energia riflessa. L'energia assorbita dallo strato antiriflesso è trascurabile in quanto vengono utilizzati prevalentemente materiali isolanti.

Il materiale principalmente utilizzato per la realizzazione di singoli strati antiriflesso per il vetro ottico più comune è il fluoruro di magnesio, di cui viene rivestita la maggior parte delle ottiche prodotte commercialmente. Le qualità del film dipendono dall'indice di rifrazione del materiale, solitamente isolante, di cui è costituito il substrato. La lunghezza d'onda per cui si ha il minor valore di riflettività dipende dallo spessore del film depositato: un film con spessore ridotto ha una riflettività minore verso il blu, aumentando lo spessore la minor riflettività si sposta verso il rosso.

Altro materiale utilizzato per la deposizione in film sottili è il cromo. Utilizzato in circuiti integrati e beam splitter, solitamente viene utilizzato come *aggrappante*. Con questo termine si identifica il materiale che viene depositato sul substrato con lo scopo di far aderire ottimamente il film sottile di un altro metallo, che altrimenti non avrebbe sufficiente resistenza al substrato.

2.2 La condensazione sul substrato

La deposizione del film sul substrato avviene con dinamiche diverse a seconda del processo di deposizione che viene utilizzato. Tra tutti si considera la deposizione per evaporazione, processo utilizzato in questo lavoro.

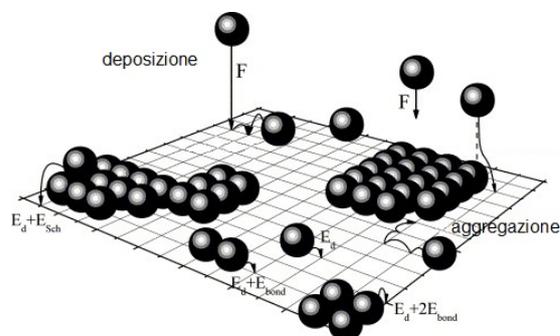


Figura 2.2: atomi di evaporante depositati sulla superficie del substrato.

Durante il processo di evaporazione gli atomi del materiale evaporante da depositare si spostano nello spazio con una determinata energia cinetica. Al momento dell'arrivo sul substrato questa energia non viene completamente persa, ne possiedono in quantità sufficiente per spostarsi sulla superficie. Gli atomi, a causa di questi spostamenti, possono ri-acquisire energia sufficiente per una ri-evaporazione dalla superficie, oppure possono incontrare zone a bassa energia potenziale a cui cedere completamente la loro energia cinetica in forma di calore, fermandosi. Si verifica quindi la formazione di nuclei di atomi secondo determinate trame e orientazioni, che vengono definiti *isole*, la cui formazione è schematizzata in figura 2.2. Un film sottile di spessore molto ridotto però è caratterizzato da un'elevata assorbanza nello spettro visibile [1].

Con la deposizione del materiale sul substrato si verificano fenomeni di aggregazione in nuclei di atomi, crescita delle isole, coalescenza di isole, sviluppo di una struttura continua, crescita dello spessore.

Il continuo arrivo degli atomi di evaporante porta ad un ingrossamento dei nuclei e ad una continua ricristallizzazione di questi dovuta alla migrazione degli atomi, che avviene durante e dopo la coalescenza delle isole. Durante la coalescenza, l'isola con la minore energia consuma quella con maggiore energia sottraendone gli atomi che la formano, fino alla creazione di una nuova singola isola data dall'unione delle due, caratterizzata dalla minima energia di interfaccia e superficie [4].

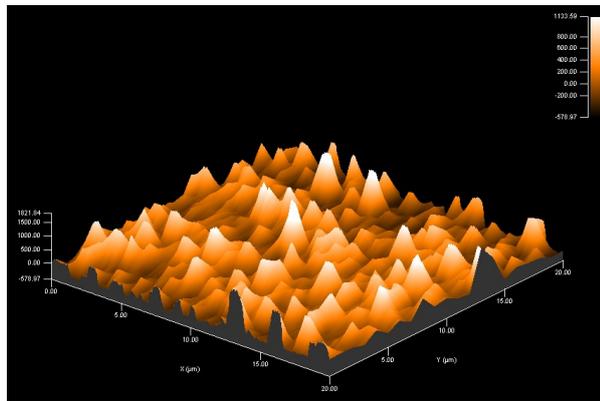


Figura 2.3: superficie rugosa del film sottile.

Con i fenomeni di coalescenza la cristallizzazione delle isole cresce nelle tre dimensioni, conseguentemente si verifica un incremento dello spessore del film depositato e la realizzazione di una struttura *quasi continua*. Non è perfettamente continua per la presenza di zone di vuoto residue tra le isole, causate da una continua formazione di agglomerati e dalla continua migrazione degli atomi che non si cristallizzano permanentemente. Dalle dimensioni delle isole e dalla loro direzione di cristallizzazione dipende la *rugosità* della superficie del film depositato. Un film caratterizzato da un minor numero di isole di grandi dimensioni cristallizzate ordinatamente, quindi con struttura quasi continua, ha una superficie poco rugosa, mentre se il film è costituito da un elevato numero di isole disposte disordinatamente, la struttura è meno continua e quindi la superficie risulta essere più rugosa, come in figura 2.3.

L'arrivo degli atomi sulla superficie del substrato è legato alle condizioni in cui avviene il processo di deposizione. Nell'ipotesi in cui gli atomi giungono sulla superficie del substrato con lo stesso angolo di incidenza, come in figura 2.4, la formazione delle isole si orienta lungo la direzione di arrivo per il fenomeno del *self-shadowing*: considerando gli atomi come parte di un vento, le isole formano ostacoli che consentono agli atomi di depositarsi solo sulla superficie degli agglomerati rivolte verso la direzione di arrivo dell'evaporante.

Tra le proprietà macroscopiche che caratterizzano il film depositato compare la *frazione di impacchettamento*, correlata alla densità fisica del film che solitamente è inferiore del 10% rispetto alla densità fisica della sorgente. Questo

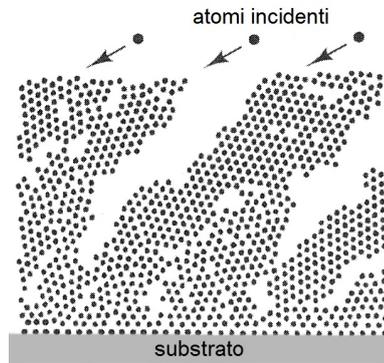


Figura 2.4: formazione delle isole orientate lungo la direzione di incidenza degli atomi di evaporante.

parametro indica la percentuale di volume del film riempito da atomi rispetto al volume di vuoto, ed è definito dalla relazione

$$f_p = \frac{\text{densita' del film}}{\text{densita' della sorgente di evaporante}} .$$

Maggiore è la frazione di impacchettamento e minore è il numero di zone di vuoto tra le isole che costituiscono il film.

2.3 Proprietà del film in funzione del processo

Le caratteristiche del film depositato dipendono direttamente dalle condizioni in cui avviene il processo di deposizione. La deposizione avviene diversamente a seconda se viene depositato un elemento puro oppure se la deposizione viene contaminata da altri elementi.

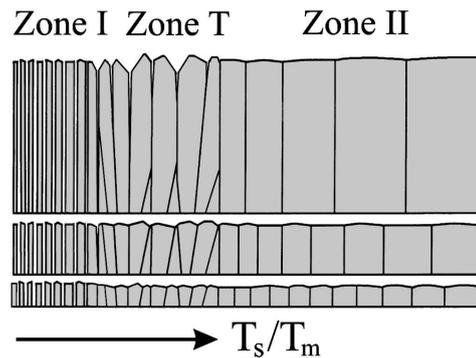


Figura 2.5: evoluzione della struttura del film al variare del rapporto tra temperatura del substrato e la temperatura di fusione dell'evaporante.

La temperatura a cui viene effettuata la deposizione influisce sulla deposizione. Se il materiale che viene depositato è un elemento puro la struttura del film dipende principalmente dal rapporto tra la temperatura del substrato T_s e

la temperatura di fusione del materiale T_m . Come raffigurato schematicamente in figura 2.5, al variare del rapporto si individuano tre zone. In *zona I* per bassi valori di temperatura gli atomi di evaporante hanno una bassa mobilità, i nuclei che si formano assumono la forma di colonne e crescono secondo la direzione di arrivo dell'evaporante. Queste colonne possono essere costituite da più agglomerati posizionati sullo stesso asse, non necessariamente da singoli nuclei. All'aumentare della temperatura del substrato si ha una graduale variazione nella struttura, in *zona T*, infatti si verifica l'unione degli agglomerati per formare le prime isole, ed iniziano a verificarsi i primi fenomeni di coalescenza tra queste. L'orientazione durante l'aumento delle dimensioni dei cristalli è causale, le isole crescono in altezza competitivamente, non uniformemente, andando ad aumentare la rugosità superficiale. Aumentando ulteriormente la temperatura del substrato, si arriva in *zona II*. La migrazione degli atomi di evaporante aumenta di intensità, e si verifica durante la coalescenza delle isole e durante il continuo ispessimento del film. Si creano quindi strutture cristalline con minima energia di superficie. Aumenta di intensità anche la coalescenza tra le isole e la selezione dell'orientazione dei cristalli che vengono a formarsi. Non si è più in presenza di una struttura a colonne ma si ottiene una struttura omogenea, costituita da isole orientate uniformemente e con una superficie piana.

Nel caso in cui durante la deposizione sia presente del contaminante, come l'ossigeno, questo partecipa nella formazione della struttura del film. Ad intensità di arrivo ridotte, gli atomi di ossigeno limitano l'aumento di dimensione degli agglomerati, complessivamente la struttura del film rimane in *zona II* con una dimensione media delle isole minore rispetto a quanto sarebbe in assenza di contaminanti. Aumentando la concentrazione di ossigeno la crescita degli agglomerati viene ostacolata maggiormente e gli atomi di ossigeno vengono inglobati nella cristallizzazione formando strati di ossido. Le isole di evaporante che si formano sopra a questi protrudono dalla superficie andando ad incrementarne la rugosità. Si è quindi in una zona di transizione, fino al raggiungimento di una *zona III* con l'incremento ulteriore della concentrazione di contaminante. In questa situazione gli strati di ossido ricoprono fin da subito i nuclei di atomi di evaporante che si formano impedendone l'aumento di dimensione e la cristallizzazione in isole ordinate. Il film è composto quindi da un insieme di agglomerati disordinati in cui è impedita la migrazione degli atomi tra i diversi nuclei.

La struttura della deposizione è influenzata ulteriormente dalla velocità di deposizione. Con un minor numero di atomi di evaporante che giungono sul substrato per unità di tempo si ha una minore possibilità che si cristallizzino isole con orientazioni casuali. Un processo di cristallizzazione più lento consente una migliore orientazione delle isole.

Come già sottolineato, un parametro che incide sulla forma e la modalità di creazione delle isole è l'angolo di incidenza degli atomi di evaporante sulla superficie del substrato, a causa del fenomeno di self-shadowing. Per angoli di incidenza molto maggiori rispetto all'incidenza normale è verificato sperimentalmente che l'indice di rifrazione del film depositato varia in funzione dell'angolo di incidenza stesso. Una particolare proprietà ottica dipendente dall'angolo di arrivo degli atomi sul substrato è la *birifrangenza*, ovvero la caratteristica del film di avere due diversi indici di rifrazione a seconda dell'angolo di incidenza dell'onda elettromagnetica. Questa caratteristica è dovuta principalmente all'orientazione delle isole, ma è anche causata da caratteristiche intrinseche del materiale, oppure può essere indotta da stress meccanici.

L'indice di rifrazione dipende dalla *disomogeneità* della struttura del film depositato, caratteristica che dipende principalmente dalla temperatura del substrato durante la deposizione e dalla diversa velocità di deposizione del materiale in funzione delle coordinate della superficie del substrato.

Un'onda piana che incide sulla superficie del film con un determinato angolo di viene riflessa ad angoli differenti a causa dei fenomeni di *scattering*. Questa può essere considerata una caratteristica indesiderabile o meno a seconda dell'applicazione per cui è destinato il film. Per uno specchio ad esempio questo fenomeno deve essere minimizzato. Lo scattering è dovuto principalmente alla rugosità della superficie del film, di cui un esempio è in figura 2.3: maggiore rugosità comporta una maggior diffusione dell'onda riflessa. Anche la rugosità del substrato influisce sui fenomeni di scattering, infatti se un film viene depositato uniformemente su una superficie molto rugosa, anch'esso risulterà rugoso.

Un'ulteriore causa di scattering sono i *noduli*, protrusioni sulla superficie del film che alterano l'uniformità della superficie.

2.4 Effetti sul film a deposizione conclusa

Le proprietà e l'indice di rifrazione del film sottile depositato possono essere alterati anche a deposizione conclusa.

Un primo fattore in grado di apportare modifiche è il calore, infatti il film può essere sottoposto a riscaldamento in vuoto o aria per modificarne l'indice di rifrazione e dunque modificarne i parametri di trasmissività e riflettività. Questa procedura, definita *annealing*, comporta la ricristallizzazione del film e quindi la modifica della struttura, che conseguentemente comporta variazioni delle caratteristiche della superficie del film.

A causa della struttura ad isole, il film depositato spesso è poroso per la presenza dei vuoti tra le isole che lo costituiscono. I vuoti raccolgono particelle di vapore acqueo o altri vapori non appena il film viene in contatto con un'atmosfera ad alto grado di umidità, e questo apporta modifiche all'indice di rifrazione. In particolare, con l'assorbimento di vapor d'acqua si ha un aumento dell'indice di rifrazione del film, questo perché l'indice di rifrazione dell'acqua è maggiore all'indice di rifrazione dei vuoti che il vapore va a sostituire.

3 Tecniche di deposizione

I metodi per la deposizione di film sottili sono molteplici e consistono in processi differenti, ed ognuno è caratterizzato da due fasi: il trasporto del materiale e il fissaggio del materiale al substrato [1].

La fase del trasporto del materiale riguarda il meccanismo che permette il passaggio del materiale alla superficie del substrato per la creazione del film sottile. La fase del fissaggio riguarda il processo chimico o fisico che permette al materiale di rimanere fissato al substrato e di costituire il film sottile.

Dati i diversi processi che agiscono nella fase del trasporto, le diverse tecniche di deposizione si suddividono in due categorie: *Physical Vapor Deposition* e *Chemical Vapor Deposition*.

3.1 Physical Vapor Deposition

La fase del trasporto del materiale di queste tecniche di deposizione si basa su diversi processi fisici, il cui fine è ottenere vapore del materiale da depositare. Quest'ultimo si trova solitamente in forma solida.

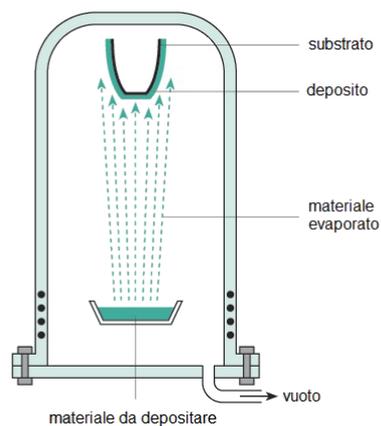


Figura 3.1: schema di deposizione da evaporazione.

Un primo processo per ottenere vapore è, ovviamente, l'*evaporazione*, schematizzato in figura 3.1. Il substrato viene posto su un supporto rotante in posizione elevata e il materiale da depositare viene scaldato e fatto sublimare.

Il vapore si deposita sulle superfici ad esso esposte, compreso il substrato, su cui si forma il film sottile. L'intera procedura avviene sotto vuoto.

Caratteristica di questo metodo di deposizione è la bassa quantità di materiale da far evaporare per la creazione del film, di rilievo nelle situazioni che richiedono film sottili di materiali molto costosi come l'oro. Inoltre la strumentazione, gli evaporanti e il personale qualificato al suo utilizzo sono facilmente reperibili.

In questo processo solitamente il substrato viene scaldato per ottenere un film meno poroso e più denso, con una maggiore resistenza meccanica. La necessità del riscaldamento è uno svantaggio nel caso si depositi su substrati plastici, che difficilmente resistono ad elevate temperature.

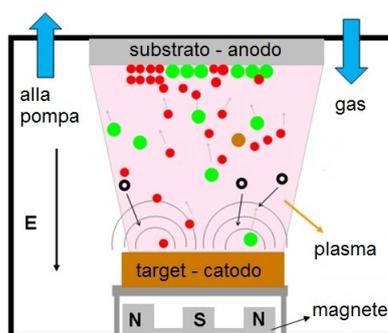


Figura 3.2: schema di deposizione da Magnetron Sputtering.

Un secondo processo fisico facente parte di questa categoria è lo *sputtering*, schematizzato in figura 3.2. Si basa sull'accelerazione e l'impatto di ioni sulla superficie del *target* di evaporante. Impattando, gli ioni distaccano atomi e molecole dalla superficie, portandole in stato di vapore. Diversamente da quanto accade nell'evaporazione, il bombardamento con gli ioni impartisce un momento agli atomi distaccati dal target. Il materiale in stato di vapore infine condensa sul substrato.

Il vantaggio principale di questa tecnica è la possibilità di ottenere elevate velocità di deposizione, adatte per ricoprire superfici estese. Le molecole di materiale inoltre arrivano al substrato con energia molto maggiore rispetto all'evaporazione. Questo permette di ottenere film più densi e che aderiscono maggiormente alla superficie del substrato. Utilizzando inoltre target di evaporante composti da un misto di evaporanti è possibile depositare film sottili costituiti da composti di materiali.

Il processo di sputtering richiede un target solido affinché il plasma, confinato da opportuni campi magnetici, possa distaccare con continuità atomi e molecole. La sostituzione del target quindi risulta essere più costosa rispetto a quanto avviene per le tecniche che fanno uso del processo di evaporazione.

Un'ulteriore tecnica di deposizione fisica è la *Pulsed Laser Deposition*.

Schematizzata in figura 3.3, questa tecnica sfrutta il fenomeno dell'ablazione laser, processo con cui la radiazione laser libera atomi e molecole di materiale da depositare interagendo con un target di questo materiale. Con l'interazione laser-target si forma un plasma costituito da ioni, elettroni, atomi e molecole che assume forma di piuma. Questo viene diretto sulla superficie su cui si vuole

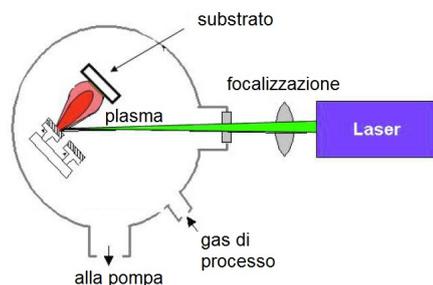


Figura 3.3: schema di deposizione da Pulsed Laser Deposition.

depositare il film sottile. L'intero processo avviene in una camera tenuta sotto vuoto.

Con questa tecnica si ottengono elevate velocità di deposizione, con lo svantaggio però della formazione di particolato che può incidere negativamente sulle caratteristiche del film depositato.

3.2 Chemical Vapor Deposition

Per le deposizioni chimiche la fase del trasporto di materiale è costituita da processi chimici, diversamente da quanto avviene per le tecniche PVD.

Principalmente il materiale da depositare viene ottenuto per mezzo di reazioni chimiche all'interno di un reattore. Il vapore ottenuto viene fatto condensare sul substrato, creando il film sottile. Altre sostanze possono essere aggiunte al processo per controllarne la velocità di reazione. Il tutto può avvenire a pressione ambiente oppure a basse pressioni, nel caso delle tecniche *Low Pressure CVD*.

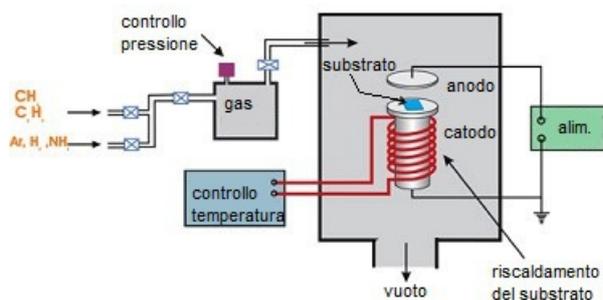


Figura 3.4: schema di deposizione PECVD.

La tecnica *Plasma Enhanced CVD* fa parte di questa categoria, schematizzata in figura 3.4. Il substrato viene inserito in una camera di reazione in cui viene creato il vuoto. Successivamente vengono introdotti in camera i gas reagenti e degli impulsi di microonde portano alla formazione del plasma. I gas reagiscono e formano il film sottile, mentre i gas di rifiuto vengono eliminati da apposite pompe di scarico. Lo spessore del materiale depositato è controllato dal numero di impulsi di microonde.

Le *deposizioni da liquido* fanno parte delle delle deposizioni chimiche, e sono le tecniche adottate da più lunga data. Viene creata una soluzione con il composto organometallico da depositare e alcool. Il substrato viene messo in rotazione e alcune gocce di soluzione vengono applicate al centro della superficie. La forza centrifuga diffonde la soluzione sulla superficie uniformemente, l'alcool evapora e si crea il film. La *deposizione per immersione* è caratterizzata da dinamiche analoghe, con la differenza che il substrato viene immerso nella soluzione di alcool e composto da depositare. Lo spessore è determinato dal numero di immersioni e dalla viscosità della soluzione. In entrambe i processi, dopo l'evaporazione si ha la necessità di cuocere ad elevate temperature il substrato per la rimozione delle componenti organiche. Queste tecniche hanno il vantaggio di essere più semplici da realizzare rispetto alle PVD, però è presente la possibilità che si abbiano difetti morfologici sulla superficie del film depositato a causa di fenomeni di idrolisi che possono verificarsi nella soluzione. Inoltre con il tempo richiesto per la deposizione-cottura, per la realizzazione di multilayer il processo può richiedere alcune settimane.

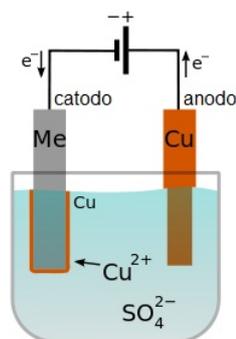


Figura 3.5: esempio di elettrodeposizione.

Un'ulteriore tecnica di deposizione chimica è l'*elettrodeposizione*, in cui viene sfruttata una corrente continua per depositare il materiale su un substrato conduttivo. Come rappresentato in figura 3.5 il substrato identifica il catodo e il materiale da depositare identifica l'anodo del circuito, entrambi sono immersi in una soluzione elettrolita in cui ioni permettono il flusso di corrente. Una tensione continua viene applicata tra anodo e catodo: l'ossidazione degli atomi di metallo dell'anodo permette la loro dissoluzione in soluzione, mentre al catodo gli ioni metallici si riducono all'interfaccia soluzione-substrato, formando il film sottile. La velocità con cui avviene il processo di ossido-riduzione è proporzionale alla corrente che circola, è possibile con questa dunque controllare lo spessore del film depositato.

Globalmente con le deposizioni chimiche è possibile ottenere la deposizione del materiale contemporaneamente su tutte le superfici del substrato. I film ottenuti hanno spessori uniformi e più elevata densità rispetto a quelli ottenuti con tecniche PVD. L'utilizzo di reagenti organometallici porta alla necessità di sintetizzare composti organometallici, diversamente alle tecniche PVD in cui il materiale viene depositato direttamente.

4 Electron Beam Evaporation

In questo lavoro è stata utilizzata la tecnica *Electron Beam Evaporation*, della categoria dei processi fisici. Caratteristica peculiare è il riscaldamento del materiale da depositare per mezzo di un fascio di elettroni, emesso da un cannone elettronico, che causa l'evaporazione del materiale per la deposizione.

4.1 L'evaporazione del materiale

Per ottenere velocità di deposizione accettabili durante il processo di deposizione ciascun materiale deve trovarsi ad una caratteristica pressione di vapore. Il continuo pompaggio per il mantenimento del vuoto durante il processo di deposizione non permette di ottenere una pressione di deposizione costante che corrisponda alla reale pressione di vapore. Nonostante questo, si ottengono velocità di deposizione accettabili per pressioni di vapore comprese tra 10^{-4} mbar e 10^{-5} mbar [1].

È però necessario evitare velocità di deposizione troppo elevate, infatti in tal caso il controllo dello spessore durante il processo di deposizione risulta difficile ed il film depositato potrebbe essere più assorbente a causa delle caratteristiche strutturali descritte precedentemente.

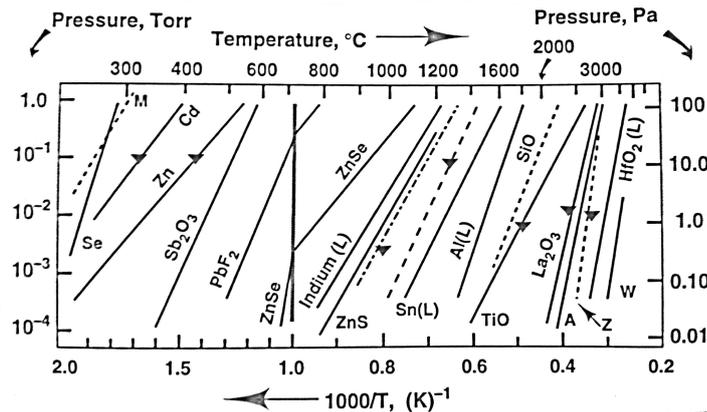


Figura 4.1: grafico della pressione di vapore di alcuni materiali usati nelle deposizioni di film sottili.

Il range di temperature alle quali gli evaporanti devono essere scaldati per raggiungere la pressione di vapore è molto ampio, come descritto in figura 4.1

queste vanno dagli 800°C ai 3000°C. Per ogni deposizione è necessario individuare le condizioni di pressione e temperatura del target più opportune per ottenere un risultato ottimale.

La sorgente di energia utilizzata per l'evaporazione deve essere in grado di ottenere le temperature di target ottimali per la deposizione, con alcuni requisiti. Questa deve consentire di ottenere intensità molecolari ripetibili tra le diverse deposizioni, deve garantire un'intensità molecolare costante rispetto al livello di esaurimento del materiale, e non deve reagire chimicamente con l'evaporante.

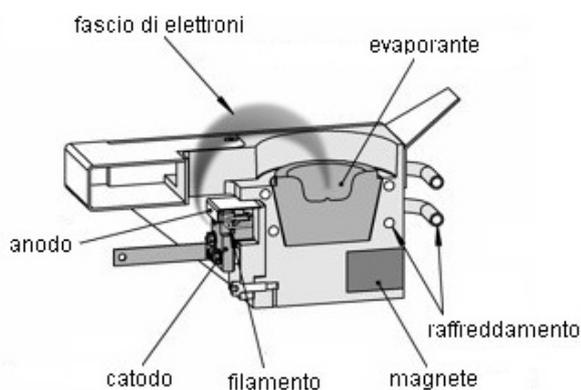


Figura 4.2: schema del fascio di elettroni emesso dal cannone elettronico.

In questa tecnica di deposizione la sorgente di energia è costituita da un *cannone elettronico*, di cui uno schema è raffigurato in figura 4.2. Un filamento, il catodo del cannone, viene scaldato a temperature elevate e si verifica emissione di elettroni per effetto termoionico. Questi vengono accelerati in un fascio da un campo elettrico e la focalizzazione avviene per mezzo di campi magnetici. Infatti il fascio non viene emesso in direzione del target di evaporante quindi viene deflesso da opportuni campi magnetici in modo tale che investa il target perpendicolarmente. Gli elettroni che collidono con il materiale cedono energia cinetica agli atomi di quest'ultimo, sotto forma di energia termica. Si ha dunque un trasferimento di calore che porta all'aumento della temperatura dell'evaporante. Il riscaldamento deve avvenire uniformemente al fine di ottenere un'evaporazione e un consumo di evaporante uniforme, aspetto di notevole importanza per le deposizioni di materiali di prezzo elevato.

Ogni materiale posto in vuoto rilascia gas contenuto all'interno delle porosità. Il vapore acqueo contenuto al loro interno viene emesso rapidamente quando il materiale viene scaldato dal fascio di elettroni, e nel caso siano presenti anche granuli di polvere atmosferica questi vengono spinti fuori dalle porosità violentemente. Il produttore di materiali destinati alla deposizione quindi *sinterizza* il materiale, procedura che elimina le polveri e consente di ottenere target adatti all'evaporazione. Il target viene poi fatto *degasare*, ovvero rilasciare il gas contenuto al loro interno, in condizioni di vuoto spinto.

Il materiale da evaporare viene posizionato all'interno del crogiolo in forma di granuli o piccole tavolette. Solitamente il materiale viene sottoposto ad una fase di prefusione: dopo aver posizionato alcuni granuli, vengono fusi utilizzando il fascio di elettroni, dopodiché ne vengono aggiunti pochi altri e fusi nuovamente. Il procedimento si ripete fino ad ottenere la quantità prestabilita di materiale da

depositare. Ogni prefusione avviene dopo aver creato il vuoto all'interno della camera. Questa procedura è necessaria per evitare la formazione di sacche d'aria all'interno del materiale fuso nel crogiolo le quali, al momento del riscaldamento per l'evaporazione, possono provocare piccole esplosioni. Alcuni materiali non fondono ma sublimano all'interazione con il fascio di elettroni. Per questi non è necessaria la fase di prefusione.

Avendo predisposto il materiale ed avendone concluso l'eventuale prefusione, attivando il cannone elettronico viene scaldato il contenuto del crogiolo per dare inizio alla fase di evaporazione. Raggiunta l'opportuna temperatura per la pressione di vapore, il vapore si deposita con velocità apprezzabili sulle superfici ad esso esposte, secondo le dinamiche analizzate in seguito.

La velocità di evaporazione, proporzionale alla temperatura in prossimità della soglia di evaporazione, deve poter essere controllata per ottenere i risultati prestabiliti. I parametri fisici correlati alla velocità di evaporazione sono principalmente: la temperatura del target di evaporante, misurabile utilizzando un sensore di temperatura; lo spessore del film depositato controllato per mezzo di una microbilancia al quarzo; la corrente di elettroni scatterati dalla nube di vapore in prossimità del target a causa delle collisioni elettroni-vapore; la densità fisica del flusso vapore che può essere misurata utilizzando un fascio di elettroni a bassa potenza diretto nel vapore e misurandone quindi la fluorescenza con un fotorivelatore.

La variazione della velocità di evaporazione avviene regolando la corrente di filamento del cannone elettronico. Maggiore è l'intensità di corrente, maggiore è l'intensità del fascio di elettroni emesso, maggiore è il trasferimento di calore al target e quindi maggiore è la velocità con cui l'evaporante evapora.

I vantaggi dell'utilizzo del fascio di elettroni sono diversi. Il riscaldamento è concentrato su una superficie di basso spessore quindi l'evaporazione è molto più efficiente rispetto al riscaldamento dell'intero target, che richiederebbe potenze maggiori. Permette inoltre di scaldare ed evaporare combinazioni di dielettrici al fine di ottenere film con indici di rifrazione intermedi rispetto a quelli che si ottengono depositando i singoli materiali separatamente. Infine la contaminazione da filamento, come avviene nel riscaldamento per effetto Joule, viene evitata perché il crogiolo non interagisce direttamente con il fascio di elettroni.

Nonostante i notevoli lati positivi, l'utilizzo del cannone elettronico come sorgente di energia presenta alcuni aspetti non trascurabili. Durante l'emissione di elettroni una parte di questi esula dal campo d'azione del fascio, vagando casualmente all'interno della camera, bombardandone le pareti e la superficie del substrato. Questo è dovuto alle imperfezioni presenti nei sistemi di focalizzazione del fascio e al fenomeno di backscattering che si presenta in prossimità del target. Inoltre per l'elevato vuoto richiesto durante la deposizione via Electron Beam e per i sistemi in gioco, l'apparecchiatura risulta essere più costosa rispetto ad un più semplice evaporatore per effetto Joule.

4.2 Preparazione e riscaldamento del substrato

Per ottenere deposizioni con risultati ottimali il substrato deve essere pulito. In particolare è necessario rimuovere dalla superficie eventuali contaminanti che possono ridurre l'aderenza del film sottile al substrato, ed eventuali residui o particolato che riducono la qualità della deposizione.

Per la rimozione del particolato è possibile utilizzare un panno umido oppure un flusso di azoto. Per la rimozione dei contaminanti invece viene utilizzata una soluzione detergente, in grado di emulsionare ed isolare unto e olio dalla superficie. Successivamente all'immersione nel detergente, il substrato viene sciacquato in acqua distillata, e come ultimo sciacquo vengono utilizzati solventi come metanolo o acetone.

L'asciugatura del substrato richiede particolari attenzioni infatti ogni goccia che evapora rilascia dei residui indesiderati sulla superficie. Questa fase deve avvenire in modo tale che la rimozione del liquido avvenga uniformemente con la minore quantità di deposito residuo.

Conclusa la fase di pulizia, il substrato può essere montato sul supporto rotante, posizionato nella parte superiore della camera. Durante il processo di deposizione solitamente il substrato viene riscaldato, questo comporta un aumento di adesione e di resistenza meccanica del film depositato, e nella realizzazione di film costituiti da ossidi si ha anche una riduzione dell'assorbimento ottico.

Il riscaldamento del substrato avviene per irraggiamento e la parte interessata dall'aumento di temperatura è la superficie destinata alla deposizione del film sottile. L'azione dei riscaldatori dipende dalla loro posizione rispetto al substrato, all'area d'azione, e dalla frazione di calore irradiato assorbito dal substrato.

Il trasferimento di calore è ottimizzato posizionando i riscaldatori in prossimità del substrato, mantenendo però una determinata distanza in modo da non ostacolare il vapore che dal target si dirige verso la superficie. L'energia che perviene al substrato in parte è dovuta all'irraggiamento diretto del riscaldatore ed in parte dovuta all'energia riflessa dalle pareti della camera, come rappresentato in figura 4.3. Se queste sono rivestite da ossidi rilasciati da precedenti deposizioni, assorbenti nella zona degli infrarossi, allora l'energia incidente sulle pareti della camera viene assorbita e il calore trasferito al substrato è minore.

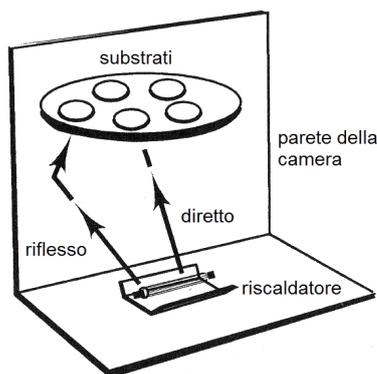


Figura 4.3: interazione tra la sorgente di calore e il substrato.

I riscaldatori utilizzati possono essere *riscaldatori ceramici*, involucri ceramici contenenti filamenti di tungsteno e funzionanti a 600°C , oppure *riscaldatori al quarzo*, funzionanti a temperature molto più elevate ed in cui il filamento di tungsteno è contenuto in un cilindro di quarzo. L'aspettativa di vita dei riscaldatori dipende da eventuali guasti e da contaminazioni da deposizione. La

potenza di funzionamento di questi dispositivi è riferita a condizioni di lavoro a pressione ambiente in cui una frazione non trascurabile di calore è dissipata non radiativamente. In condizioni di vuoto durante la deposizione del film la dissipazione non radiativa di calore è molto inferiore, quindi per prevenire guasti è necessario alimentare i riscaldatori a potenze ridotte. La superficie esterna dei riscaldatori può essere contaminata dal vapore del materiale utilizzato nella deposizione o da agglomerati di evaporante fuso i quali possono perforare istantaneamente l'involucro dei riscaldatori ceramici. Per evitare guasti di questo tipo viene inserita una lamina di protezione in prossimità della superficie del riscaldatore interessata dalla deposizione del vapore.

Per la misurazione ed il controllo della temperatura di riscaldamento del substrato vengono comunemente utilizzati sensori come termocoppie o termistori. Questi possono essere incapsulati in vetro o altri materiali al fine di seguire più fedelmente la temperatura del substrato.

4.3 La deposizione del film

Per lo studio delle dinamiche di deposizione è necessario riferirsi al modello della *cella di Knudsen*, ovvero una cella contenente evaporante gassoso alla temperatura T e pressione di vapore P con un'apertura di area A attraverso cui può diffondersi il gas. La pressione esterna si considera inferiore a quella interna quindi il vapore può espandersi all'esterno della cella.

Per *flusso molecolare* si intende il numero di molecole al secondo che si diffondono attraverso l'apertura, ed è definito dalla relazione

$$\Phi = \frac{3.5 \times 10^{26} PA}{\sqrt{M T}}$$

dove M il peso molecolare dell'evaporante. Il flusso è proporzionale all'area A e alla pressione P perché la densità fisica dell'evaporante all'interno della cella aumenta e dunque aumenta il numero di molecole che ne escono.

Per *intensità molecolare* si intende il numero di molecole al secondo provenienti dalla sorgente in funzione dell'angolo θ rispetto alla normale all'apertura, è misurata ad una distanza d dal target ed è definita dalla relazione

$$I(\theta) = I_0 \cos \theta,$$

quindi il flusso totale Φ si determina integrando l'intensità molecolare

$$\Phi = 2\pi \int_0^{\frac{\pi}{2}} \cos \theta \sin \theta d\theta = \pi I_0 .$$

Queste relazioni permettono di ricavare il rate di deposizione su una superficie infinitesima dS posizionata direttamente sopra all'area A , entrambe perpendicolari alla linea di lunghezza d che le collega. Approssimando l'angolo π a dS/d^2 si ottiene la relazione che individua il numero di molecole al secondo che si depositano sulla superficie infinitesima:

$$N \simeq \frac{I_0 dS}{d^2} \simeq \frac{\Phi dS}{\pi d^2} .$$

Infine si ricava la relazione dello spessore h depositato per unità di tempo, conoscendo la densità fisica ρ del materiale utilizzato nella deposizione:

$$h \simeq \frac{1.84 \times 10^5 A P \sqrt{M}}{\rho d^2 \sqrt{T}}.$$

Durante il processo di deposizione il substrato non può essere posizionato casualmente all'interno della camera, la sua posizione è stabilita in base ad alcuni parametri quali l'angolo di incidenza delle molecole sulla superficie interessata dal film, la massima quantità di evaporante che si deposita, lo spessore del film in funzione della porzione di superficie. Questo ultimo parametro spesso si riferisce alla necessità di realizzare un film di spessore uniforme. Dipendentemente dalla situazione, alcuni parametri possono essere sacrificati in favore di altri: ad esempio, per ottenere un'uniformità ottimale solitamente la percentuale di evaporante raccolto della superficie dell'evaporante è bassa.

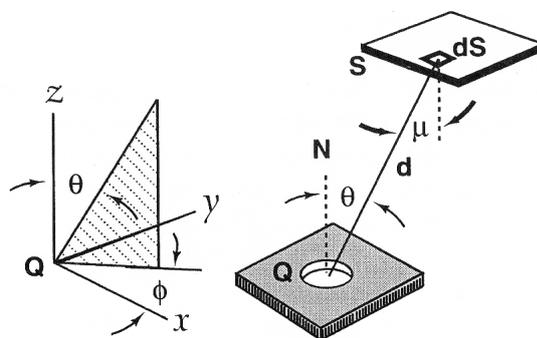


Figura 4.4: posizionamento del substrato rispetto al target di evaporante.

La velocità di deposizione del film sottile su una determinata frazione infinitesima di superficie dS del substrato dipende dall'intensità molecolare, dall'angolo polare θ compreso tra il substrato e il target di evaporante e dal coefficiente di adesione η dell'evaporante. Le grandezze sono raffigurate in figura 4.4, viene utilizzato un sistema di coordinate sferiche in cui Φ non rappresenta il flusso molecolare ma l'angolo azimutale. Utilizzando le relazioni precedentemente esposte, la relazione dello spessore depositato per unità di tempo diventa

$$h \simeq \frac{I(\theta) \eta \cos \mu k}{d^2}$$

dove k è una costante necessaria per la conversione da densità molecolare a spessore del film. Il coefficiente di adesione η a sua volta dipende dalla temperatura del substrato, dall'angolo μ di urto delle molecole di evaporante con la superficie del substrato e dalla composizione chimica della superficie del substrato. Se ad esempio la temperatura non è la stessa per l'intera superficie del substrato, la crescita di spessore non avviene allo stesso modo per l'intero substrato, ottenendo quindi un film di spessore non uniforme.

La relazione della velocità di crescita dello spessore però non tiene conto di altri fattori come il vapore riflesso dalle pareti della camera. Questo avviene quando la temperatura all'interno è sufficientemente elevata da ottenere un coefficiente di adesione riguardante le pareti minore dell'unità. Questi rimbalzi di evaporante possono portare a deposizioni anche sulla parte superiore del substrato, ovvero sulle superfici non interessate dalla deposizione del film sottile.

Un altro aspetto non considerato è la parziale ionizzazione dell'evaporante in stato gassoso, fenomeno per cui ogni campo elettrico o magnetico può influire sulle dinamiche di deposizione agendo sulle particelle ionizzate. La distribuzione del vapore non solo varia a causa dei campi, ma anche a causa delle differenze di pressione all'interno della camera di deposizione. Queste sono dovute alle caratteristiche intrinseche della camera: nella zona in prossimità della pompa per il vuoto la pressione sarà minore rispetto alla pressione presente nella zona più lontana dalla pompa. Nelle zone a pressione più elevata le collisioni tra evaporante e gas residuo saranno maggiori rispetto ad altre zone, e questo influisce sull'uniformità della deposizione.

Facendo riferimento al sistema di figura 4.4 l'intensità molecolare dipende dagli angoli polare e azimutale θ e Φ . Sul piano azimutale non è possibile approssimare simmetricamente l'intensità molecolare perché questa è maggiore lungo la direzione di arrivo degli elettroni sul target. Sul piano assiale invece l'approssimazione simmetrica è valida, per qualunque angolo Φ l'intensità molecolare in funzione dell'angolo θ , $I(\theta)$, è uguale. Sfruttando l'approssimazione simmetrica si può normalizzare $I(\theta)$ per ottenere W , ovvero la massa totale per unità di tempo proveniente dal target:

$$dW = (m + 1) W (2\pi)^{-1} (\cos \theta)^m d\omega$$

è la massa depositata su una superficie che sottende l'angolo $d\omega$ con il target. Il parametro m è caratteristico del materiale utilizzato come evaporante. Integrando sull'angolo solido si ottiene

$$W = 2\pi \int_0^{\pi/2} (m + 1) W (2\pi)^{-1} (\cos \theta)^m \sin \theta d\theta .$$

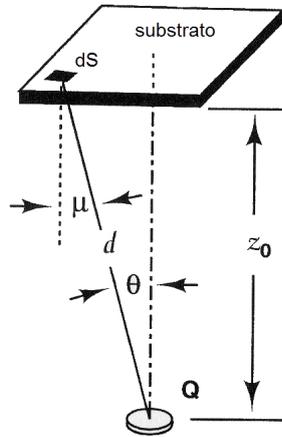


Figura 4.5: substrato posizionato sopra il target di evaporante.

Supponendo che il substrato sia fisso e posizionato esattamente sopra l'evaporante alla distanza z_0 come in figura 4.5, con la superficie destinata alla deposizione del film sottile parallela alla superficie del target, l'angolo solido sotteso dall'infinitesima superficie dS lo si ricava dalle equazioni descritte e diventa $d\omega = d^{-2} \cos \mu dS$.

Geometricamente si ha che $\cos \theta = \cos \mu = \frac{z_0}{d}$ e quindi si ottiene la velocità di crescita dello spessore

$$h = \frac{dW}{dS \rho} = \frac{W \cos^4 \theta}{\rho \pi z_0^2}$$

in cui ρ rappresenta la densità del film.

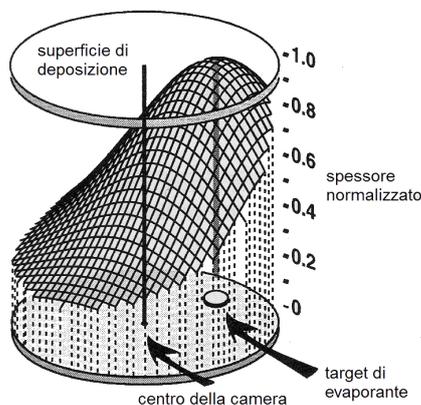


Figura 4.6: spessore normalizzato del film depositato.

In figura 4.6 è rappresentato lo spessore relativo del film sottile depositato con substrato stazionario, è proporzionale alla quantità $\cos^4 \theta$ e dunque decresce rapidamente all'aumentare dell'angolo polare θ . Maggiore è la distanza della generica area infinitesima dS dal target e minore è la quantità di materiale che viene depositato.

La differenza di spessore del film dovuta alla stazionarietà del substrato può essere ridotta con il movimento del substrato durante il processo di deposizione.

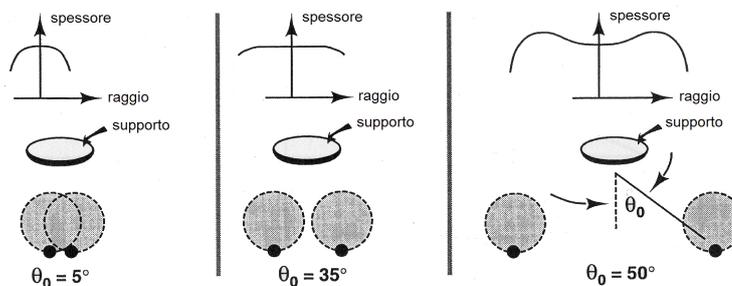


Figura 4.7: spessore del film in relazione alla posizione del substrato durante la singola rotazione.

Una prima possibilità di movimentazione del substrato è la singola rotazione della superficie su cui viene effettuata la deposizione, parallela alla superficie del target. Come descritto in figura 4.7 la caratterizzazione dello spessore del film dipende dalla distanza dell'asse di rotazione dal target. Individuando con θ_0 l'angolo sotteso dal centro di rotazione con l'evaporante, per angoli di valori molto bassi lo spessore maggiore del film si trova al centro della superficie, mentre per angoli via via crescenti lo spessore maggiore si sposta ai lati del substrato, mentre al centro si ha lo spessore minimo. È corretto quindi affermare

che la singola rotazione del substrato permette di ottenere risultati analoghi ad una ipotetica deposizione con substrato fermo e target di evaporante circolare, di raggio proporzionale a $\sin \theta_0$.

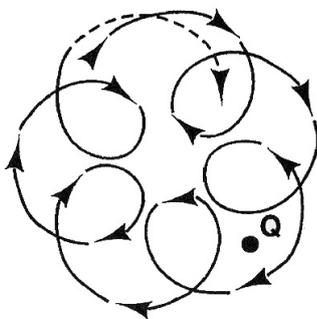


Figura 4.8: traiettoria percorsa dal substrato durante la rotazione planetaria.

Un modo per migliorare l'uniformità dello spessore del film durante la deposizione è la rotazione planetaria del substrato, la cui traiettoria è schematizzata in figura 4.8. Oltre alla rotazione descritta precedentemente, il substrato viene fatto ruotare rispetto ad un secondo asse di rotazione, compiendo quindi un moto di rotazione ed un moto di rivoluzione. I parametri che caratterizzano la deposizione con questo tipo di movimentazione sono la distanza tra gli assi di rotazione e di rivoluzione, l'offset dell'asse di rivoluzione dalla sorgente di evaporante, la velocità di rotazione del substrato e l'inclinazione di ciascun substrato. Riguardo alla distribuzione degli spessori, il grado di uniformità ottenibile è molto maggiore rispetto alle situazioni precedenti, infatti la dipendenza dalla distanza dal target è molto minore, e le molecole di evaporante si depositano sulla superficie con angoli sempre diversi garantendo quindi una maggiore uniformità. Di contro si ha una maggiore sensibilità a guasti tecnici a causa di un maggior numero di parti in movimento sottoposte a ripetute fasi di riscaldamento-raffreddamento e l'area massima su cui è possibile effettuare la deposizione è minore rispetto ai casi precedenti a causa dello spazio necessario alla movimentazione.

5 Electron Beam Deposition facility

Le deposizioni di questo lavoro sono state realizzate presso il laboratorio LUXOR di Padova, dell'Istituto di Fotonica e Nanotecnologie del CNR. Il *laboratorio deposizione film sottili* ha a disposizione un evaporatore Electron Beam fornito dalla IONVAC Process.

L'inizio del lavoro di deposizione è coinciso con la consegna dell'evaporatore, dopo un periodo di assenza dal laboratorio necessario ad una completa revisione dei sistemi che lo compongono.

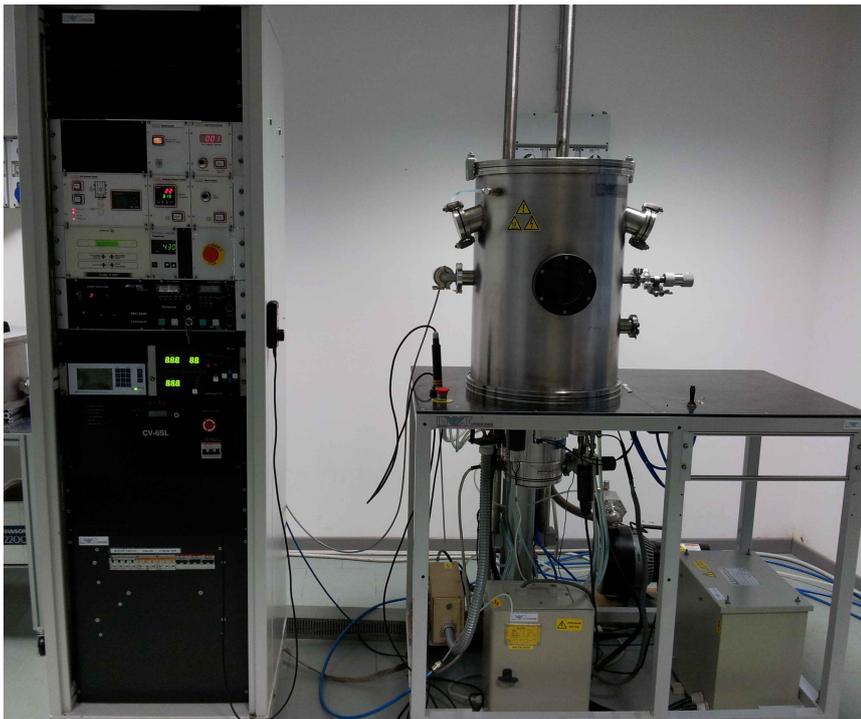


Figura 5.1: Electron Beam Deposition facility del laboratorio LUXOR.

Come da figura 5.1, l'evaporatore è costituito da due unità separate. L'armadio rack raggruppa la strumentazione necessaria al controllo del processo di deposizione, mentre la camera da vuoto in cui avviene il processo di deposizione è parte della seconda unità, comprendente anche le pompe necessarie per il vuoto ed il cannone elettronico.

5.1 La camera di evaporazione

La camera di evaporazione e deposizione, raffigurata in figura 5.2, è un contenitore per alto vuoto dotata di diverse flange per eventuali espansioni della strumentazione e di un oblò di vetro Pyrex (3), necessario per il monitoraggio visivo del processo di evaporazione. L'intero contenitore può essere sollevato dall'operatore mediante pistoni a pressione per l'apertura della camera, operazione necessaria per la preparazione dell'evaporatore alla deposizione e per la rimozione del substrato al termine dell'operazione.



Figura 5.2: esterno della camera di deposizione.

Le pareti della camera (1) sono raffreddate ad acqua (2) da un circuito di ricircolo, la cui temperatura può essere regolata dall'operatore. Solitamente non è indicato raffreddare le pareti a temperature eccessivamente basse, soprattutto in ambiente di lavoro con un alto tasso di umidità, in quanto la condensa del vapor d'acqua all'interno della camera può andare a danneggiare la circuiteria in prossimità del cannone elettronico.

La pressione interna alla camera è monitorata da un sensore di pressione *Pirani/Penning* (4). Il sensore di vuoto Pirani è in grado di rilevare pressioni nel range compreso tra i 10^3 mbar e i 10^{-4} mbar, mentre il Penning misura pressioni tra i 10^{-2} mbar e i 10^{-7} mbar, dunque dovendo monitorare un elevato range di pressioni, tra la pressione ambiente e i 10^{-7} mbar è necessario l'utilizzo accoppiato di queste due tipologie di sensori.

Sulla superficie del tavolo su cui risiede la camera di deposizione si trova inoltre un *fioretto* (6) ed un pulsante per l'interruzione d'emergenza (5) dell'alimentazione al cannone elettronico, necessario in caso di malfunzionamenti improvvisi che possono danneggiare l'apparecchiatura o il personale. Il fioretto è collegato all'impianto di *terra*, ed è necessario per la scarica verso terra di

eventuali cariche accumulate durante il funzionamento del cannone elettronico sulle superfici che possono entrare in contatto diretto con l'operatore, una volta aperta la camera. Questa operazione è strettamente necessaria in quanto le tensioni di lavoro del cannone sono dell'ordine delle migliaia di volt, dunque scariche accidentali sull'operatore possono provocare seri danni.



Figura 5.3: interno della camera di deposizione.

L'interno della camera di deposizione è raffigurato in figura 5.3, ambiente che si presenta dopo aver sollevato le pareti, con pressione interna alla camera pari alla pressione ambiente.

Sulla parte superiore si trova il supporto per il montaggio del substrato su cui effettuare la deposizione. Questo è collegato per mezzo di una catena ad un albero che viene fatto ruotare da un motore elettrico. La rotazione dell'intero supporto è necessario alla movimentazione del substrato ed è attivabile dall'operatore.

Nella parte superiore si trovano anche i riscaldatori (3), ovvero tre lampade al quarzo della potenza di 1000 W in grado di riscaldare il substrato fino a temperature di 300-400°C. Si tratta di trasferimento di calore per irraggiamento, adatto per riscaldamenti in vuoto. Le lampade sono poste in prossimità del supporto rotante e ai lati della camera, questo per evitare *zone d'ombra* per la deposizione del vapore, che andrebbero ad alterare l'uniformità dello spessore del film depositato. Immediatamente sotto a ciascun riscaldatore è installato un piccolo pannello metallico per prevenire la deposizione di evaporante sulla superficie della lampada e dunque preservarne il funzionamento.

Per la misurazione dello spessore depositato viene utilizzata una microbilancia al quarzo (1), posizionata anch'essa in una zona marginale per prevenire zone d'ombra e con la superficie di misura rivolta nella direzione di spostamento degli atomi di evaporante. La risoluzione delle misure di rate di deposizione e spessore è di 0.123 Å, e l'accuratezza delle misure di spessore è dello 0.5 %. È

costituita principalmente da un cristallo di quarzo connesso ad un circuito oscillante. Il cristallo oscilla ad una determinata frequenza di risonanza determinata dalla relazione

$$f = \frac{N}{t}$$

dove N è la costante di frequenza e t lo spessore del cristallo. La frequenza dipende dalla massa del cristallo che a sua volta dipende dallo spessore del cristallo e dalla densità del materiale ρ_k . Si ottiene quindi la relazione

$$df = -\frac{f^2}{N \rho_k} \frac{dm}{t}$$

che evidenzia la dipendenza della frequenza di oscillazione dallo spessore del cristallo di quarzo [9].

Nella parte inferiore della camera si trovano i due contatti per l'evaporazione e deposizione da effetto Joule (2). Utilizzando questa fonte di energia, l'evaporante viene inserito in un crogiolo di tungsteno che viene posizionato tra i due contatti a chiudere il circuito. La corrente che fluisce cede calore per effetto Joule al materiale da depositare, che evapora. Questa tecnica solitamente viene trascurata in favore dell'evaporazione Electron Beam.



Figura 5.4: fronte del cannone elettronico e relativi conduttori di alimentazione.

Il componente principale della camera è il cannone elettronico Temescal (5) di figura 5.4. Opera con tensione di accelerazione di 8 kV e correnti di filamento comprese tra 0 A e 1.5 A . Il fascio di elettroni viene emesso in direzione parallela alla superficie del tavolo e viene poi convogliato e deflesso di 270° dal campo magnetico generato da un magnete permanente posizionato nella parte posteriore del catodo di emissione. Sulla parte anteriore sono presenti degli elettromagneti la cui alimentazione dipende dal rack di controllo. Questi si occupano della deflessione secondaria del fascio di elettroni, ovvero la posizione di incidenza sul target e la funzione di *sweep*. Questa caratteristica della Temescal permette di deflettere lateralmente e longitudinalmente il fascio in funzione di diverse forme d'onda selezionabili dall'operatore, al fine di ottenere un riscaldamento più mirato o uniforme del target [8].

Il sistema per EBD della Temescal dispone di un selettore rotante (3) che permette la gestione di quattro crogioli in cui riporre altrettanti diversi materiali. Ciascun crogiolo è contenuto in un *pocket*, ed il tutto è strutturato in modo tale che durante la deposizione di un materiale i contenuti dei rimanenti crogioli non vengano contaminati dal vapore.

L'intera torretta comprendente cannone elettronico e il sistema di rotazione e selezione dei *pocket* è raffreddata ad acqua, per evitare un eccessivo surriscaldamento dell'intera struttura dovuta allo scambio termico tra il crogiolo e la struttura di supporto, perché il crogiolo può arrivare a temperature molto elevate in seguito al riscaldamento del fascio di elettroni.

Per controllare l'esatto momento di inizio e di fine della deposizione viene utilizzato uno *shutter* (4) movimentato a pressione e azionabile dall'operatore. Quando è in posizione di *chiuso* questo si posiziona esattamente sopra al crogiolo, il vapore dell'evaporante è ostacolato nel suo percorso verso il substrato e si deposita interamente sulla superficie interna dello shutter. Quando invece è *aperto* si scosta e permette al vapore di fluire senza ostacoli verso il substrato e le superfici ad esso esposte.



Figura 5.5: a sinistra, pompa turbomolecolare per il vuoto spinto; a destra, pompa scroll per il vuoto iniziale necessario al funzionamento della pompa turbomolecolare.

Collegata alla base della camera di deposizione si trova la pompa turbomolecolare Varian, a sinistra in figura 5.5, genere di pompa da vuoto che permette di raggiungere pressioni di 10^{-7} mbar con velocità di rotazione fino a 42k giri al minuto. Per ottenere risultati di vuoto ottimali è necessario che questa pompa operi in serie con una pompa *scroll*, a destra in figura 5.5. Quest'ultima crea il vuoto iniziale necessario all'avvio della pompa turbomolecolare e scarica in ambiente l'aria rimossa dall'interno della camera.

La pompa turbomolecolare opera in vuoto, e le proprietà costruttive, volte alla massimizzazione delle prestazioni, sono tali da minimizzare attriti tra i sistemi a cuscinetto che permettono il moto delle parti rotanti al suo interno. Per la fase di ventilazione della camera, senza alcun intervento le parti rotanti della pompa perseverano nel loro moto, e dunque nel pompaggio, fino ad alcune ore dopo il suo spegnimento. Per ottenere tempi di ventilazione accettabili è necessario un intervento esterno, con l'immissione di gas direttamente all'inter-

no della pompa turbomolecolare per decelerare la rotazione delle parti rotanti. L'immissione del gas avviene per mezzo di un'elettrovalvola comandata dal PLC di controllo, alla quale viene collegato il raccordo all'impianto di distribuzione di azoto.

5.2 Il rack di controllo

Il rack, raffigurato in figura 5.6, raggruppa i comandi necessari all'avvio, alla terminazione e al controllo del processo di evaporazione del materiale e deposizione del film sottile.



Figura 5.6: rack di controllo dell'evaporatore.

Nella parte inferiore è presente il pannello di monitoraggio della deposizione (1) che controlla la microbilancia al quarzo all'interno della camera di deposizione. Per ogni materiale utilizzato è necessario impostare la microbilancia al fine di ottenere misure coerenti con quanto avviene durante la deposizione, l'impostazione avviene inserendo i valori di tre parametri: *tooling* tiene conto dell'uniformità di deposizione del film, in particolare il rapporto tra materiale depositato sulla microbilancia e spessore effettivo del film sul substrato; *Z-ratio* tiene conto del rapporto di impedenze acustiche; *density* rappresenta la densità del materiale di cui si sta effettuando la deposizione. Questi ultimi due vengono presi da un manuale in cui vengono elencati tutti i materiali utilizzati nelle

deposizioni di film sottili, per ciascuno dei quali viene anche indicato quanto si presta ad essere depositato per electron beam.

I parametri monitorati da questo pannello sono lo spessore del film, il rate di deposizione e il tempo di deposizione. Prevede inoltre la possibilità di comandare la chiusura dello shutter al raggiungimento di un determinato spessore regolabile dall'operatore, automatizzando il processo. In alternativa, è possibile controllare l'apertura e la chiusura dello shutter manualmente dal pannello di controllo apposito (10).

Sopra al controllo della microbilancia si ha il controllo della selezione del crogiolo (3) e i comandi di alimentazione del cannone elettronico (4), di notevole importanza per il controllo della deposizione. Un interruttore a chiave abilita l'alimentazione ad 8 kV del cannone e un potenziometro permette di regolare la corrente di filamento per variare l'intensità di emissione degli elettroni e dunque per controllare la velocità di deposizione del processo. Solitamente all'accensione della macchina la corrente di filamento si attesta ad una decina di milliAmpere, per ottenere velocità di deposizioni accettabili è necessario portarla in un intorno di 25 mA, a seconda del materiale che viene depositato.

Per la deflessione del fascio è presente il pannello di controllo della deflessione del fascio della Temescal (2) che comanda gli elettromagneti posizionati sulla parte anteriore del cannone elettronico.



Figura 5.7: paddle per la regolazione della posizione del fascio di elettroni sul target.

A questo pannello è collegato il paddle di figura 5.7 con cui è possibile regolare la posizione di incidenza degli elettroni sulla superficie del target di evaporante. Abilitando la funzione di sweep si assegnano due distinte forme d'onda ai magneti della deflessione laterale e longitudinale rispettivamente, in questo modo il fascio non è fisso ma si sposta seguendo traiettorie circolari o ellittiche. L'ampiezza e l'offset degli spostamenti sono regolabili dal paddle.

Per il monitoraggio del vuoto all'interno della camera si fa riferimento al pannello della Pfeiffer (7) che visualizza la pressione misurata dal Pirani/Penning. Il pannello della Varian (6) visualizza informazioni riguardanti lo status della pompa turbomolecolare e il numero di giri di funzionamento. A pieno regime, si attestano ai 42k giri al minuto.

Il monitoraggio della temperatura del substrato è affidato al pannello (8) che visualizza la temperatura rilevata da una termocoppia posizionata in prossimità del supporto dei substrati all'interno della camera. Questa termocoppia è inserita in un guscio metallico che funge da inerzia termica. L'operatore ha la possibilità di impostare un set-point con la temperatura desiderata per il substrato, e il funzionamento delle lampade al quarzo è controllato da un regolatore PID che permette il raggiungimento della temperatura impostata.

Il pannello (9) permette l'azionamento del motore elettrico collegato al piano di posizionamento del substrato che permette a quest'ultimo di ruotare, al fine di ottenere deposizioni più uniformi. È possibile regolarne la velocità di rotazione agendo sul potenziometro adibito a tale scopo.

Effettuando una deposizione con effetto Joule anziché con riscaldamento da bombardamento elettronico, il pannello di controllo del filamento di tungsteno (11) permette di regolare l'alimentazione del filamento e dunque la temperatura di riscaldamento del materiale da depositare.

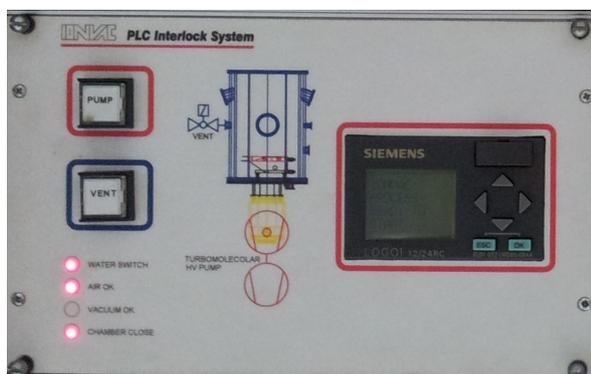


Figura 5.8: interfaccia dell'Interlock.

Il controllo generale dell'evaporatore è affidato al sistema Interlock (7), la cui interfaccia è rappresentata in figura 5.8, realizzato con un PLC Siemens. Questo verifica che vengano soddisfatte quattro condizioni: apertura del flusso d'acqua per il raffreddamento delle pareti della camera di deposizione, attivazione dell'aria compressa, camera di deposizione chiusa, pressione all'interno della camera inferiore ai $1.8 \cdot 10^{-1}$ mbar. Verificate queste condizioni, viene attivata la pompa turbomolecolare per il vuoto spinto e dunque vengono resi attivabili il cannone elettronico e le lampade per il riscaldamento del substrato. Se anche una singola condizione non viene soddisfatta l'Interlock interdice all'operatore qualunque operazione che comporti il riscaldamento delle parti all'interno della camera di deposizione.

Con il comando *pump* viene dato avvio alla procedura di depressurizzazione della camera, con l'azionamento della pompa scroll il cui funzionamento porta al raggiungimento della soglia di pressione necessaria all'attivazione della pompa turbomolecolare.

Il comando *vent* invece è necessario per la procedura di ventilazione della camera. Con l'azionamento di questo comando la pompa scroll e la pompa turbomolecolare vengono spente. Le parti rotanti della pompa turbomolecolare rimangono in rotazione e dunque continuano nella loro operazione di rimozione

di gas dalla camera. Dopo un tempo di attesa di 2 minuti necessario ad una parziale diminuzione del numero di giri delle parti rotanti, l'Interlock comanda l'apertura dell'elettrovalvola e viene immesso gas all'interno della pompa turbomolecolare che causa un rallentamento drastico di quest'ultima, fermandola. Il gas fluisce all'interno della camera ristabilendo la pressione ambiente sufficiente per l'apertura.

5.3 La procedura di deposizione del film

La deposizione del film sottile richiede l'utilizzo dell'evaporatore secondo una procedura ben determinata che permette di evitare il danneggiamento delle componenti ed ottenere risultati di deposizioni ottimali. In questo lavoro per le deposizioni effettuate è stata seguita la procedura descritta nel seguito.

Operazioni preliminari all'accensione sono l'alimentazione dell'intero apparato e l'apertura delle valvole per l'allacciamento all'aria compressa, senza la quale la camera non può essere aperta, e all'azoto, necessario per il termine del processo di deposizione. Viene inoltre impostata la microbilancia al quarzo inserendo i parametri relativi al materiale evaporante.



Figura 5.9: substrato di vetro posizionato per la deposizione del film.

Aperta la camera, il substrato su cui viene effettuata la deposizione viene posizionato nella parte superiore della camera come in figura 5.9. In condizioni ordinarie questo verrebbe assicurato ad un'isola rotante che facilita il montaggio e che viene poi fissata al pannello rotante nella parte superiore della camera di deposizione. Questo permetterebbe una doppia rotazione del substrato, con i vantaggi nell'uniformità di deposizione descritti nel capitolo 3. Durante lo svolgimento di questo lavoro la mancanza di queste isole ha reso necessario il fissaggio direttamente sul pannello rotante, ottenendo al più un'unica rotazione. Per tutte le deposizioni realizzate però il pannello è stato tenuto fermo, ottenendo quindi deposizioni a substrato fermo. Per mantenere il substrato in posizione vengono utilizzate viti e nastro di *kapton*, che coprono piccole sezioni di superficie su cui non avviene la deposizione del film. Questa discontinuità

nella superficie del substrato viene sfruttata per l'analisi dello spessore del film depositato, come spiegato in seguito.

Utilizzando il nastro di kapton viene creato un rivestimento al vetro dell'oblò della camera, in questo modo si evita che il vapore del target si depositi permanentemente sul vetro, la cui sostituzione risulta nettamente più costosa rispetto alla sostituzione del rivestimento di nastro.



Figura 5.10: granuli di MgF_2 posizionati all'interno del crogiolo.

Il materiale evaporante, sotto forma di granuli o piccole tavolette come in figura 5.10, viene posizionato all'interno di un crogiolo neutro o già utilizzato per deposizioni di quello stesso materiale. Se viene utilizzato un crogiolo con residui di un materiale differente si otterrebbe una deposizione inquinata. Il crogiolo riempito viene inserito in un pocket libero, e dunque viene spostato in posizione di evaporazione, dove verrà colpito dal fascio di elettroni. Viene azionato lo shutter in posizione di chiuso

Terminata la preparazione del materiale viene chiusa la camera abbassandone le pareti. Con il comando *pump* viene avviato il processo di depressurizzazione, che culmina con l'entrata in funzione della pompa turbomolecolare e il raggiungimento dei 42k giri al minuto. I film sottili di questo lavoro sono stati depositati a pressioni di lavoro dell'ordine di grandezza dei 10^{-6} mbar, pressione che viene raggiunta dopo un pompaggio di circa 60-80 minuti.

Se la deposizione del particolare film sottile richiede il riscaldamento del substrato, viene impostato un set-point con la temperatura necessaria e le lampade al quarzo provvedono al riscaldamento per irraggiamento. Con l'aumento di temperatura il substrato degasa, quindi al momento dell'accensione delle lampade si verifica un aumento di pressione all'interno della camera. L'azione continua del sistema di pompaggio provvede alla rimozione del gas, procedendo con l'abbassamento di pressione interna alla camera.

Durante l'utilizzo dell'evaporatore è stato riscontrato che l'accensione delle lampade al quarzo interferisce con le misure della microbilancia. Per questo motivo per le deposizioni che necessitano il riscaldamento del substrato, quest'ultimo viene riscaldato ad una temperatura maggiore di quella prestabilita durante la fase di pompaggio, e prima di iniziare la deposizione i riscaldatori vengono spenti. In questo modo le misurazioni della microbilancia sono affidabili e la temperatura del substrato durante la deposizione si attesta attorno ai valori di quella prestabilita a causa della dissipazione del calore.

Raggiunta la pressione adatta alla deposizione viene attivato il cannone elettronico, prestando attenzione alla posizione del potenziometro di regolazione della corrente di filamento, che deve trovarsi in posizione di minimo. La tensione di filamento viene portata direttamente al valore di 8.05 kV e la corrente di filamento, al minimo, si attesta sul valore di 7 mA. Aumentando di poco l'intensità di corrente si verifica, attraverso l'oblò, che sulla superficie del materiale evaporante all'interno del crogiolo viene evidenziata una frazione quadrata della superficie del target, di colore tendente al verde. Questa rappresenta la sezione del fascio di elettroni che incide sull'evaporante, riscaldandolo. Procedendo con il riscaldamento il target diventa incandescente, come in figura 5.11, e la sezione del fascio si distingue per aver un colore più vivace rispetto alla rimanente superficie del target. Azionando la funzione di sweep questa sezione quadrata si muove descrivendo traiettorie ellittiche o circolari, ed utilizzando il paddle viene regolata la deflessione del fascio in modo tale che l'incidenza del fascio venga confinata all'interno del crogiolo. Le superfici che entrano in contatto con il fascio di elettroni si danneggiano ed evaporano parzialmente, quindi se questo non incide unicamente sul materiale da depositare il film viene inquinato da materiali non desiderati.

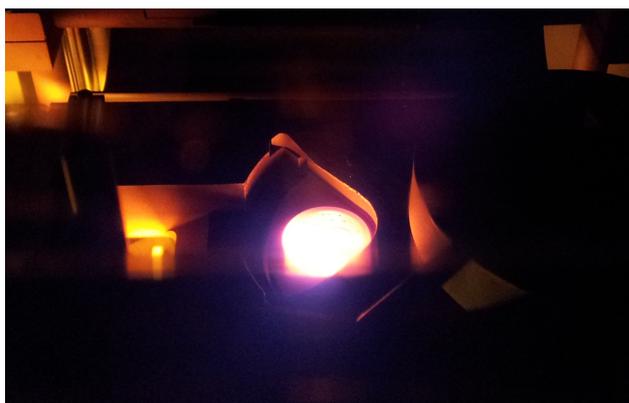


Figura 5.11: crogiolo incandescente durante la fusione del MgF_2 .

Verificato che il fascio spazzoli l'intera superficie del target di evaporante, viene aumentata la corrente di filamento fino al valore prestabilito sapendo che da questa dipende direttamente la temperatura dell'evaporante e dunque la velocità di deposizione. Il momento adatto per l'apertura dello shutter e quindi per l'inizio della deposizione viene valutato visivamente dall'operatore e dipende dalla temperatura del materiale e dal tipo di materiale. Se questo è fondente l'apertura dello shutter avviene dopo la completa fusione del contenuto del crogiolo, altrimenti se si tratta di un materiale che sublima l'apertura viene azionata non appena il target diventa incandescente. Il controllo è quindi visivo, infatti per questo evaporatore non è possibile monitorare la temperatura del target di evaporante.

Per le deposizioni realizzate non sono state seguite le fasi di prefusione descritte nel capitolo 4, le quantità di materiale utilizzato per l'evaporazione infatti sono state sufficientemente ridotte da poter fondere direttamente il materiale

senza il rischio della presenza di bolle d'aria. È stata comunque effettuata la procedura di degas.

Contemporaneamente all'apertura dello shutter vengono azzerati i valori misurati dalla microbilancia. Il vapore si deposita sulle superfici ad esso esposte secondo le dinamiche esposte precedentemente, compresa la superficie del quarzo della microbilancia. La crescita dello spessore del film viene controllato dall'operatore monitorando lo spessore e la velocità di deposizione segnati dalla microbilancia.

Raggiunto lo spessore prestabilito viene interrotto il processo di deposizione chiudendo lo shutter e riducendo al minimo la corrente di filamento del cannone elettronico, fino al completo spegnimento di quest'ultimo. Il processo di evaporazione si interrompe e, nel caso la deposizione lo richieda, il substrato viene ulteriormente scaldato dalle lampade al quarzo per l'annealing finale del film depositato.

Nel caso venga depositato un ulteriore strato di materiale diverso, la microbilancia viene nuovamente azzerata ed impostata, e successivamente viene selezionato il pocket del crogiolo contenente il successivo materiale da depositare. La deposizione di questo nuovo materiale viene completata secondo quanto descritto.

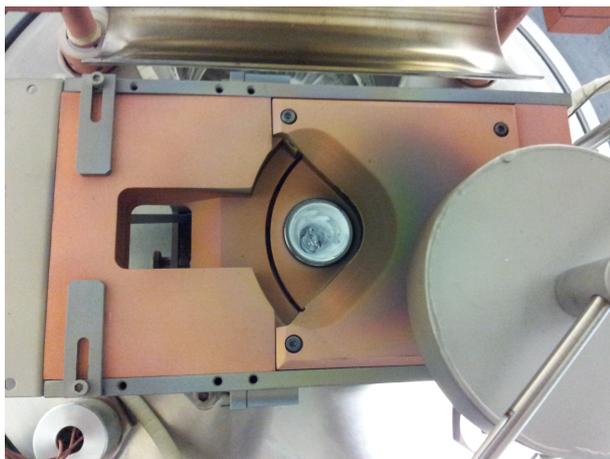


Figura 5.12: crogiolo e torretta del cannone elettronico a deposizione di MgF_2 conclusa.

Terminata la deposizione dei materiali viene avviata la ventilazione della camera tramite l'apposito comando dell'interfaccia dell'Interlock, che porta allo spegnimento totale della pompa turbomolecolare. Ottenuta una pressione interna pari alla pressione ambiente è possibile aprire la camera. Dopo aver scaricato verso terra preventivamente i conduttori di alimentazione del cannone elettronico usando il fioretto, si procede alla rimozione del substrato e all'analisi del film sottile depositato. Le pareti della camera e tutte le superfici rivolte verso il target sono ricoperte da un film sottile di materiale, e vengono quindi pulite per ridurre la probabilità di contaminazione delle deposizioni successive. Al termine della deposizione il crogiolo, come raffigurato in figura 5.12, contiene residui non evaporati di materiale.

5.4 Il profilometro

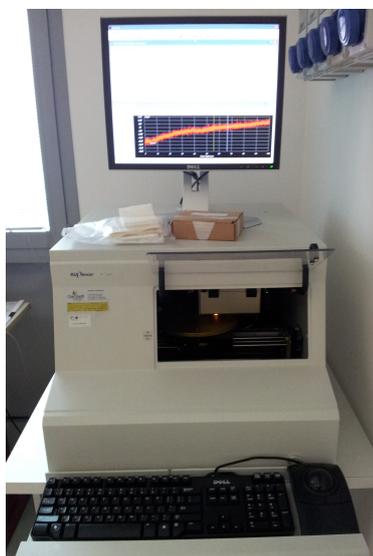


Figura 5.13: profilometro per l'analisi della superficie dei film depositati.

Per l'analisi delle caratteristiche della superficie dei film sottili è stato utilizzato il profilometro *KLA Tencor P-16+ Profiler*, di figura 5.13, ad alta sensibilità in grado di misurare altezze di gradini, forma d'onda del profilo della superficie in analisi e rugosità con una risoluzione di 0.5 \AA [10].



Figura 5.14: sistema di rilevazione del profilometro.

Il sistema di rilevazione, raffigurato in figura 5.14, è basato su uno stilo che incide e si sposta sulla superficie del campione con una pressione selezionabile dall'operatore. Il campione viene posizionato su una piattaforma mobile, il cui spostamento è affidato all'operatore e al software di gestione delle misurazioni, gli spostamenti avvengono con la risoluzione di $1 \mu\text{m}$. Lo stilo è parte di un equipaggio mobile, il cui unico spostamento permesso è in altezza. Questa

unità comprende anche due ottiche per l'analisi visiva del campione, una per la visione laterale ed una per la visione perpendicolare, di cui è possibile catturare istantanee.

Stabiliti i limiti dell'area della scansione il sistema provvede automaticamente al posizionamento dello stilo sulla superficie secondo una manovra di avvicinamento per mezzo di sensori di prossimità. Entrato in contatto con la superficie del campione, la piattaforma si sposta per permettere allo stilo di percorrere la superficie selezionata dall'operatore. Al termine della scansione i dati vengono elaborati dal software di gestione dello strumento per il calcolo dei valori selezionati di forma d'onda e rugosità.

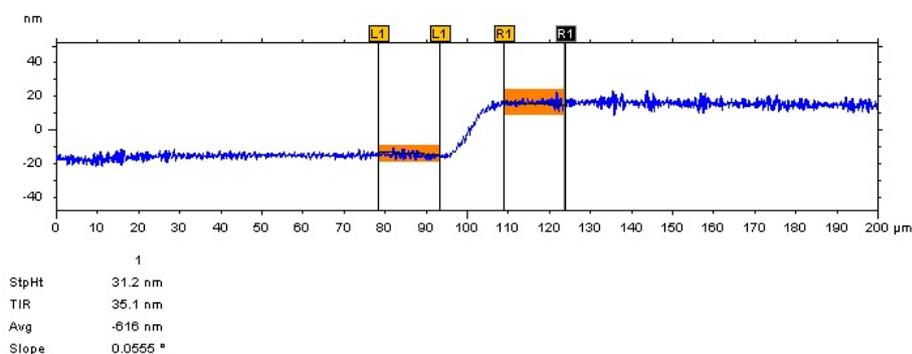


Figura 5.15: finestra di Apex per la misurazione dell'altezza dello scalino.

Per la misura degli spessori è stato utilizzato il software *Apex 2D/3D*, con cui sono stati importati i dati ricavati dalle misure del profilometro. Tra le numerose possibilità di calcolo e analisi dei dati, sono state utilizzate prevalentemente le funzioni di *levelling*, necessaria al livellamento del grafico ottenuto con la scansione, e *step height*. Quest'ultima viene utilizzata successivamente al livellamento del grafico, e permette di utilizzare due cursori da posizionare in due punti del grafico di cui si vuole misurare la differenza di altezza, di cui la figura 5.15 è un esempio. La larghezza di ciascun cursore è regolabile e l'altezza ad esso associata corrisponde alla media dei punti del grafico compresi nel cursore. Le misure di altezza hanno la risoluzione di 1 Å.

Per la misura della rugosità è stata sfruttata la possibilità di misura del software di gestione delle scansioni proprietario dello strumento. Questo permette diversi tipi di misurazioni, tra tutti sono stati considerati il valore medio Ra (Å) e il valore quadratico medio Rq (Å), che compaiono successivamente tra le misurazioni eseguite.

Per tutte le misurazioni nei diversi punti di rilevazione sono state effettuate scansioni in due dimensioni, della larghezza variabile a seconda del tipo di misurazione e delle caratteristiche della superficie.

Il profilometro permette inoltre di eseguire scansioni in tre dimensioni e dunque di ricostruire una mappa topologica della porzione selezionata di superficie, di cui si ha un esempio in figura 5.16. In questo lavoro sono state eseguite principalmente scansioni in due dimensioni per la determinazione della rugosità e la misura di scalini e dunque dello spessore del film depositato.

Le scansioni sono regolate principalmente da tre parametri: velocità di spostamento, frequenza di campionamento e pressione dello stilo.

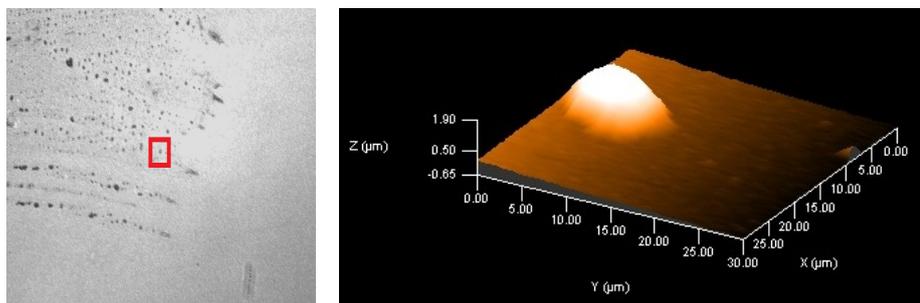


Figura 5.16: a sinistra, immagine della superficie di un film depositato, l'area analizzata è racchiusa dal rettangolo colorato; a destra, mappa topografica dell'area ricostruita dal profilometro.

La velocità di spostamento incide sulla fedeltà con cui lo stilo segue il profilo della superficie del campione. Una bassa velocità permette alla punta dello stilo di apprezzare maggiormente le discontinuità soprattutto nel passaggio da un'altezza ad un'altra inferiore.

La frequenza di campionamento incide sulla fedeltà con cui il grafico del profilo viene riprodotto rispetto al profilo reale. Bassi valori di frequenza di campionamento comportano la perdita della rilevazione di particolarità che diversamente vengono apprezzate con una frequenza più elevata. Nell'analisi a livello di struttura del cristallino della superficie del film, per apprezzare la il profilo delle isole del film è necessario utilizzare la frequenza massima di campionamento.

La pressione dello stilo anch'essa incide sulla fedeltà con cui vengono rilevate le caratteristiche della superficie. Una maggiore pressione permette alla punta dello stilo di incunearsi maggiormente nelle fenditure della superficie e quindi permette una scansione più fedele alla superficie effettiva.

Questi parametri non sono indipendenti tra loro, l'impostazione di una scansione richiede una scelta accurata dei valori in funzione anche della lunghezza del tratto di superficie da analizzare. Nel caso della scansione di un profilo molto rugoso e discontinuo, con un'elevata velocità di scansione e un'elevata pressione dello stilo si può verificare la rottura di quest'ultimo. Nell'analisi di altezza dello scalino non è necessario impostare una bassa velocità di scansione con un'elevata frequenza di campionamento, si incorre altrimenti in una situazione di sovracampionamento inutile e di bassa praticità. Per l'analisi di profili con discontinuità di notevole entità invece è indicato impostare una bassa velocità di scansione per tratti molto corti, con una pressione dello stilo sufficientemente elevata per apprezzare ottimamente le discontinuità.

Le scansioni per la misura degli scalini sono state impostate solitamente con una velocità di $10 \mu\text{m}/\text{sec}$ e una lunghezza di scansione variabile a seconda della forma e delle caratteristiche di ciascun scalino. La frequenza di campionamento è stata mantenuta bassa.

Le scansioni per la misura delle rugosità sono state impostate con una lunghezza di scansione di $100 \mu\text{m}$, velocità di scansione di $2 \mu\text{m}/\text{sec}$ e frequenza di campionamento massima, 2 kHz .

5.5 Lo spettrofotometro



Figura 5.17: spettrofotometro per l'analisi di riflettività dei film depositati.

Le misure di riflettività dei film sottili depositati sono state eseguite utilizzando lo spettrofotometro *Cary 5000 Uv-Vis-NIR* della Varian Inc, di figura 5.17. Questo spettrofotometro ad alte prestazioni ha uno spettro di misura dai 175 nm ai 330 nm [11].

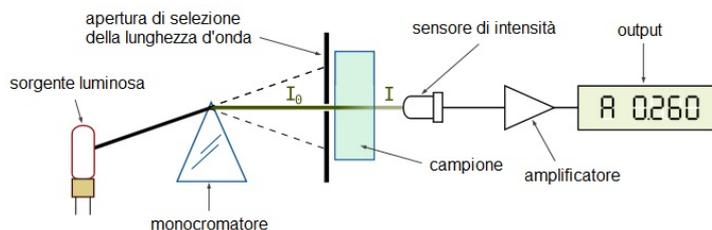


Figura 5.18: schema di funzionamento dello spettrofotometro.

Il funzionamento dello spettrofotometro si basa sullo schema di figura 5.18. Delle lampade emettono radiazione luminosa policromatica che viene scomposta in più fasci di radiazione monocromatica da un monocromatore. Un'apertura permette di selezionare la lunghezza d'onda di cui si vuole eseguire la misura, il fascio viene poi diviso: una prima parte viene usata dallo strumento come riferimento di onda incidente, la seconda incide sul campione da analizzare. L'onda riflessa o trasmessa dal campione, a seconda del tipo di analisi, viene rilevata da un sensore di intensità luminosa che permette allo strumento di elaborare i valori di output.

Sono state eseguite unicamente analisi di riflettività dei film sottili depositati. Per questo tipo di misura i valori misurati per il campione vengono normalizzati dallo strumento con valori di riflettività misurati per un campione di riferimento. Per gli strati antiriflesso come campione di riferimento è stato usato un substrato di vetro borosilicato, mentre per gli specchi di alluminio è stato usato un pezzo di wafer di silicio.

6 Le deposizioni realizzate

In questo lavoro sono state realizzate deposizioni di film sottili di diversi materiali, conduttori ed isolanti, per la creazione di specchi e superfici antiriflesso. Di questi film ne sono state valutate le caratteristiche strutturali e ottiche in relazione ai parametri di deposizione con cui è stato utilizzato l'evaporatore EBD.

6.1 Le deposizioni del cromo

Nelle prime quattro deposizioni realizzate è stato depositato del cromo. La finalità è stata l'acquistare dimestichezza nell'utilizzo dell'evaporatore per le successive deposizioni di materiali diversi. Sono state inoltre verificate le dinamiche del processo in relazione ai parametri di deposizione.

Per queste deposizioni i substrati sono stati posizionati sul pannello superiore della camera di deposizione utilizzando viti e nastro di kapton, e le deposizioni sono state realizzate a substrato fermo, senza rotazione. In tutte le deposizioni a funzione di sweep è stata abilitata al fine di scaldare uniformemente il target di evaporante. I parametri della microbilancia sono stati inizialmente impostati con i seguenti valori: Density = 7.19, Z-ratio = 0.31, Tooling = 100. Questi non sono stati modificati per le successive deposizioni di cromo. L'impostazione del parametro di tooling al valore di 100 è stata fatta in via sperimentale, la correttezza di questa scelta viene discussa successivamente.

I film di questa sezione sono stati depositati su wafer di silicio Polished Wafer della MEMC Electronic Materials, di spessore dichiarato di 600-700 μm . L'unico requisito verificato per questi substrati è stata la pulizia e l'assenza di particolato dalla superficie, per non ottenere discontinuità o deformazioni del film depositato.

6.1.1 I deposizione



Figura 6.1: risultato della prima deposizione di Cr.

Parametri di deposizione:

Parametro	Valore
Data	08/10/2012
Materiale	Cr
Substrato	wafer di Si
Pulizia del substrato	nessuno
Pressione iniziale della camera	$6 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$7.3 \cdot 10^{-6}$
Temperatura del substrato	temperatura ambiente
Corrente di filamento	23.7 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	0.2 Å/sec
Tempo totale di deposizione	28 min e 25 sec
Spessore finale (microbilancia)	40 nm

In questa prima deposizione sono stati testati i sistemi e il funzionamento dell'intero evaporatore. Si può affermare che è stata una deposizione di prova per verificare l'effettiva deposizione del materiale sul substrato selezionato.

Durante la deposizione del film il valore del rate di deposizione misurato dalla microbilancia al quarzo oscilla, il valore inserito in tabella ad essa relativo è con buona approssimazione il valor medio del rate di deposizione che è stato ottenuto durante il processo. Nonostante questo non sono state rilevate brusche accelerazioni o decelerazioni di deposizione, la velocità di deposizione pertanto è da considerarsi costante.

A deposizione completata il risultato ottenuto è quello di figura 6.1. È evidente che sulla superficie ricoperta dai supporti non viene depositato il film, la discontinuità del film, sottolineata dalla variazione del colore della superficie, permette un primo riscontro visivo dell'avvenuta deposizione. La superficie del film sottile realizzato risulta essere lucida e riflettente nel visibile, di colore grigio, priva di deformazioni percepibili ad occhio nudo.

Misure eseguite sul film sottile depositato:

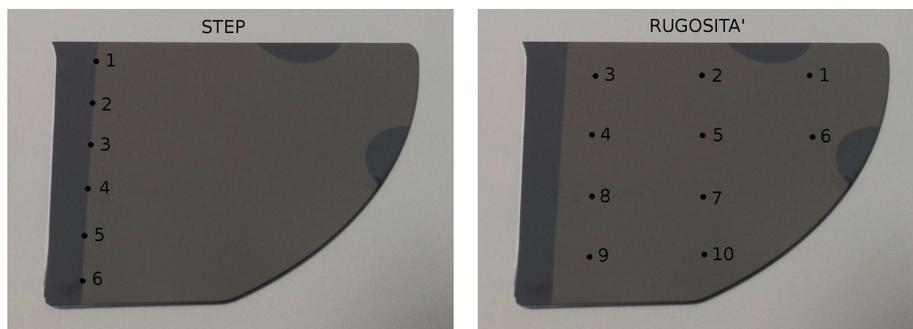


Figura 6.2: punti di misura della prima deposizione.

Misure dello spessore

Misura	Step (nm)
1	36.5
2	32.1
3	38.2
4	34.1
5	34.2
6	36.3

Misure della rugosità

Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1	8.1	10.2
2	7.0	8.8
3	6.3	8.0
4	7.6	9.4
5	7.9	9.7
6	7.5	9.6
7	7.0	8.8
8	8.1	10.1
9	7.8	9.6
10	8.7	11.2

Dati ricavati:

- Rugosità media = 7.6 Å
- Spessore reale medio = 35.2 nm
- Rugosità/spessore = 2.2 %
- Rate di deposizione effettivo = 0.2 Å/sec

Le misure dello spessore del film depositato sono state eseguite misurando lo scalino dovuto alla presenza del nastro di kapton, le misure sono equidistanti. Le misure per il calcolo della rugosità media si sono basate su 10 rilevazioni di rugosità distribuite uniformemente sulla superficie.

Lo spessore reale medio del film realizzato è il 12 % inferiore rispetto a quanto misurato dalla microbilancia al quarzo durante la deposizione. Nonostante questo, lungo lo scalino lo spessore misurato del film risulta essere tendenzialmente costante nonostante le variazioni dovute alla deposizione non perfettamente uniforme. Il rate di deposizione misurato dalla microbilancia è compatibile con il rate di deposizione effettivo con cui è avvenuta la deposizione.

Durante la misurazione dello spessore del film è stato riscontrato che il profilo dello scalino è quello di figura 6.3.

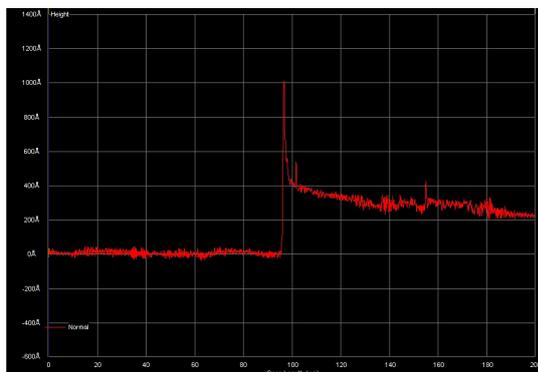


Figura 6.3: profilo dello scalino misurato.

Lo spike in prossimità dello scalino denota un accumulo di cromo in prossimità del nastro di kapton: questo può essere dovuto all'alterazione del bordo del film durante la rimozione del nastro oppure ad un accumulo di evaporante dovuto al cono di evaporazione.

6.1.2 II deposizione

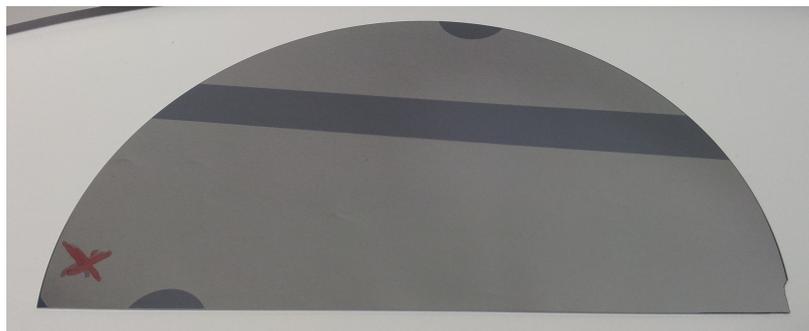


Figura 6.4: risultato della seconda deposizione di Cr.

Parametri di deposizione:

Parametro	Valore
Data	10/10/2012
Materiale	Cr
Substrato	wafer di Si
Pulizia del substrato	nessuno
Pressione iniziale della camera	$2.3 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$8.7 \cdot 10^{-6}$
Temperatura del substrato	temperatura ambiente
Corrente di filamento	23.8 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	$0.5 \text{ \AA/sec} - 3 \text{ \AA/sec}$
Tempo totale di deposizione	6 min
Spessore finale (microbilancia)	40 nm

Scopo principale di questa deposizione è stato quello di relazionare lo spessore del film depositato alla distanza dal target di evaporante. Il substrato è stato fissato alla parte superiore della camera con delle viti e per ottenere scalini privi di accumuli è stata utilizzata una striscia di alluminio. È stata fissata anch'essa con delle viti, orizzontalmente sulla superficie del substrato con la funzione di ostacolare la deposizione dell'evaporante sull'area di substrato da essa ricoperta. La striscia di alluminio è stata posizionata lungo la direzione radiale della camera, la X segnata sulla superficie del substrato indica la parte di quest'ultimo più vicina al target di evaporante.

Durante questa deposizione è stata impostata una minore ampiezza della funzione di sweep. Il rate di deposizione oscilla tra i $0.3 \text{ \AA}/\text{sec}$ e i $3 \text{ \AA}/\text{sec}$. Il tempo totale di deposizione del film è risultato essere di 6 minuti, molto inferiore rispetto alla prima deposizione.

Il risultato è quello di figura 6.4, la superficie del substrato ricoperta dalla striscia di alluminio viene preservata dalla deposizione del cromo, quindi si nota la discontinuità nel film depositato. Come nella deposizione precedente anche in questo caso la superficie del film sottile appare lucida e riflettente nel visibile.

Misure eseguite sul film sottile depositato:

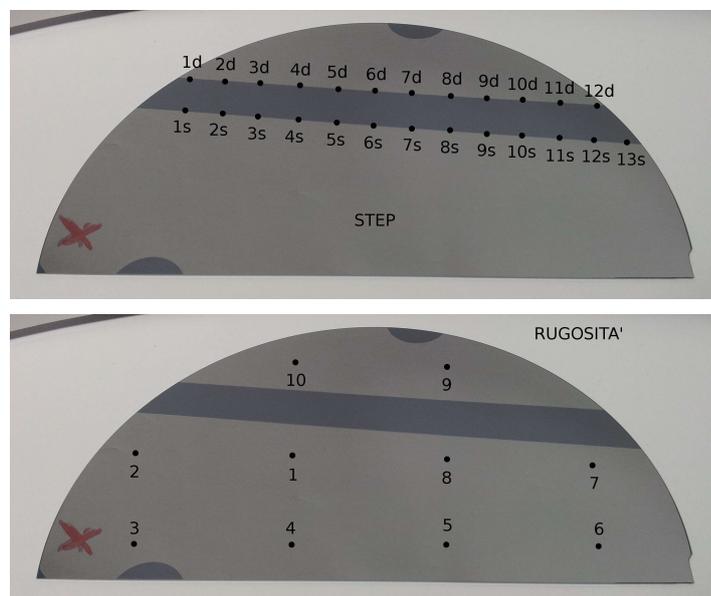


Figura 6.5: punti di misura della seconda deposizione.

Misure dello spessore			
Misura	Step (nm)	Misura	Step (nm)
1s	35.8	1d	30.8
2s	37.6	2d	31.3
3s	34.4	3d	30.6
4s	36.5	4d	33.2
5s	35.0	5d	31.0
6s	35.3	6d	30.5
7s	34.3	7d	33.9
8s	35.6	8d	31.6
9s	32.6	9d	33.9
10s	32.3	10d	30.6
11s	31.7	11d	29.4
12s	31.8	12d	26.2
13s	30.2	/	/

Misure della rugosità		
Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1	9.7	12.0
2	6.3	8.0
3	13.4	16.5
4	8.2	10.2
5	11.7	14.6
6	7.7	9.8
7	6.9	8.6
8	17.1	22.2
9	7.7	9.6
10	9.2	11.3

Dati ricavati:

- Rugosità media = 9.8 Å
- Spessore reale medio = 32.6 nm
- Rugosità/spessore = 3.0 %
- Rate di deposizione effettivo = 0.9 Å/sec

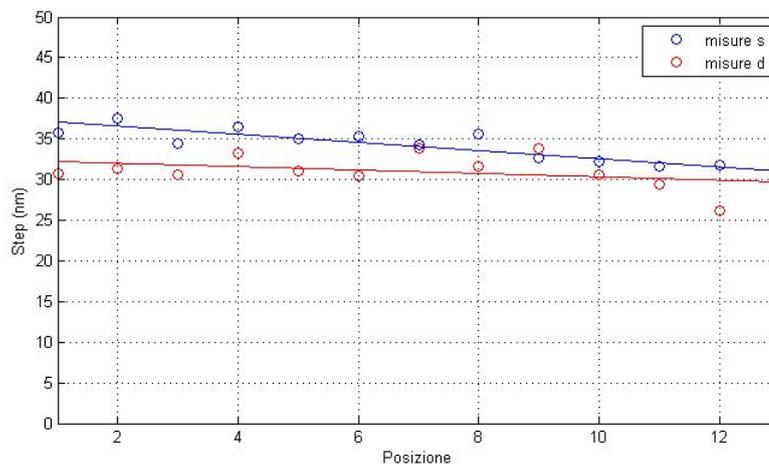


Figura 6.6: altezze dello scalino misurate in funzione della posizione.

Lo spessore del film è stato determinato dalla misura delle altezze dello scalino. In totale sono state eseguite 25 misure equidistanti, distribuite uniformemente su entrambi gli scalini. Come raffigurato nel grafico di figura 6.6, lo spessore rilevato è decrescente all'aumentare della distanza dalla X segnata sulla superficie del substrato, ovvero all'aumentare della distanza dal target di evaporante. Le misure di altezza dello scalino d risultano essere generalmente

inferiori rispetto alle altezze dello scalino s . Considerando che lo scalino d è, tra i due, lo scalino più lontano dal target, la differenza nelle altezze è causata dallo spessore della striscia di alluminio e dalla non perfetta aderenza alla superficie del substrato che ha ostacolato la deposizione degli atomi di cromo in prossimità dello scalino più lontano dal target.

Il calcolo della rugosità media si è basato su 10 rilevazioni distribuite uniformemente sulla superficie del film, i cui valori sono presenti in tabella.

Come per la deposizione precedente, i valori misurati dalla microbilancia al quarzo risultano essere discordi da quanto misurato a deposizione terminata, infatti lo spessore medio determinato in seguito alle misure degli scalini risulta il 18.5 % inferiore dello spessore misurato durante la deposizione. Il rate di deposizione effettivo calcolato è invece compatibile con quanto rilevato dalla microbilancia.

6.1.3 III deposizione



Figura 6.7: risultato della terza deposizione di Cr.

Parametri di deposizione:

Parametro	Valore
Data	15/10/2012
Materiale	Cr
Substrato	wafer di Si
Pulizia del substrato	nessuno
Pressione iniziale della camera	$7.7 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$6.0 \cdot 10^{-6}$
Temperatura del substrato	temperatura ambiente
Corrente di filamento	23.8 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	$0.3 \text{ \AA/sec} \rightarrow 3 \text{ \AA/sec}$
Tempo totale di deposizione	15 min
Spessore finale (microbilancia)	40 nm

Scopo di questa deposizione di cromo è stato quello di ottenere una deposizione più lenta della precedente per valutare la dipendenza della rugosità dal rate di deposizione.

Durante i primi 10 minuti circa il rate di deposizione misurato dalla microbilancia si è attestato nell'intorno degli 0.3 \AA/sec . A causa della bassa quantità

di evaporante rimasta all'interno del crogiolo, lo spessore del film cresce molto lentamente. La funzione di sweep è stata quindi spenta concentrando il fascio di elettroni sull'unica tavoletta di cromo rimasta nel crogiolo. In questo modo la temperatura del target è aumentata bruscamente e di conseguenza negli ultimi 5 minuti di deposizione il rate di deposizione è cresciuto bruscamente, arrivando a misurare valori nell'intorno di $3 \text{ \AA}/\text{sec}$. Lo spessore del film depositato è aumentato di ulteriori 10 nm. Complessivamente il tempo totale di deposizione risulta essere sensibilmente maggiore del tempo impiegato per la deposizione precedente, con uno spessore totale misurato di 40 nm.

Il film sottile ottenuto è raffigurato in figura 6.7, in apparenza dalle caratteristiche analoghe alle deposizioni precedenti. Il film infatti è lucido e riflettente nel visibile, di colore grigio.

Misure eseguite sul film sottile depositato:

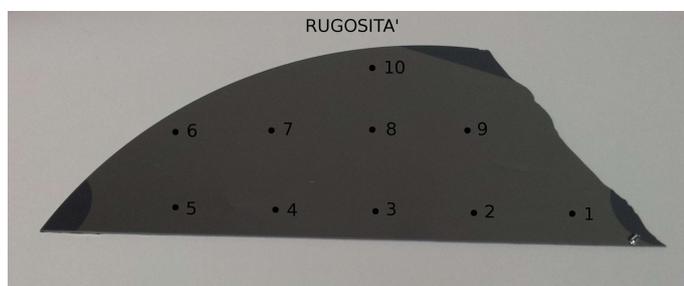


Figura 6.8: punti di misura della terza deposizione.

Misure della rugosità

Misura	Ra (\AA)	Rq (\AA)
1	7.9	9.8
2	7.5	9.6
3	10.4	13.6
4	12.5	16.6
5	8.6	10.9
6	9.6	12.5
7	12.2	16.0
8	8.2	10.4
9	9.5	12.5
10	11.5	14.1

Dati ricavati:

- Rugosità media = 9.8 \AA

Di questo film non ne è stato calcolato lo spessore depositato, quindi non è stata verificata l'esattezza della misurazione di spessore e di rate di deposizione della microbilancia. Sono state eseguite 10 misure di rugosità disposte uniformemente sulla superficie del film, i cui risultati sono in tabella e di cui ne è stata calcolata la rugosità media.

Questa deposizione non è servita allo scopo prefisso perché la velocità di deposizione ha subito un brusco aumento in seguito allo spegnimento della funzione

di sweep. Il valore di rugosità ottenuto, che è uguale a quello della deposizione precedente, sarebbe servito allo scopo se la deposizione fosse avvenuta a velocità costante. È stata però verificata l'importanza della funzione di sweep, e l'importanza che ha nel processo di evaporazione.

6.1.4 IV deposizione



Figura 6.9: risultato della quarta deposizione di Cr.

Parametri di deposizione:

Parametro	Valore
Data	15/10/2012
Materiale	Cr
Substrato	wafer di Si
Pulizia del substrato	nessuno
Pressione iniziale della camera	$9.0 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$4.0 \cdot 10^{-6}$
Temperatura del substrato	temperatura ambiente
Corrente di filamento	26.7 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	0.8 Å/sec - 1 Å/sec
Tempo totale di deposizione	10 min 8 sec
Spessore finale (microbilancia)	40 nm

In questa ultima deposizione di cromo è stato depositato un film sottile di spessore 40 nm con l'obiettivo, come nelle precedenti deposizioni, di valutare la rugosità del film in funzione alla velocità di deposizione. È stata verificata inoltre la variazione di spessore in funzione della distanza dal target.

Il substrato è stato posizionato sul pannello superiore della camera, direttamente sopra il target di evaporante. Il bordo ricurvo è stato rivolto al centro della camera, mentre il lato rettilineo rivolto verso la parete della camera.

Durante il processo il rate di deposizione misurato dalla microbilancia al quarzo si è attestato a valori compresi tra 0.8 Å/sec e 1 Å/sec, senza repentini incrementi o decrementi. Ottenendo un rate di deposizione globalmente costante, la durata della deposizione è stata minore rispetto alla deposizione precedente.

Per la verifica dello spessore depositato è stata posizionata anche in questo caso una striscia di alluminio sulla superficie del substrato per ottenere una

discontinuità del film e poterne misurare l'altezza dello scalino al profilometro. Questa è stata posizionata lungo la direzione radiale della camera.

Il film sottile di cromo realizzato è raffigurato in figura 6.9, anche in questo caso il film si presenta lucido e riflettente nel visibile, senza la presenza evidente di particolato depositato sulla superficie.

Misure eseguite sul film sottile depositato:

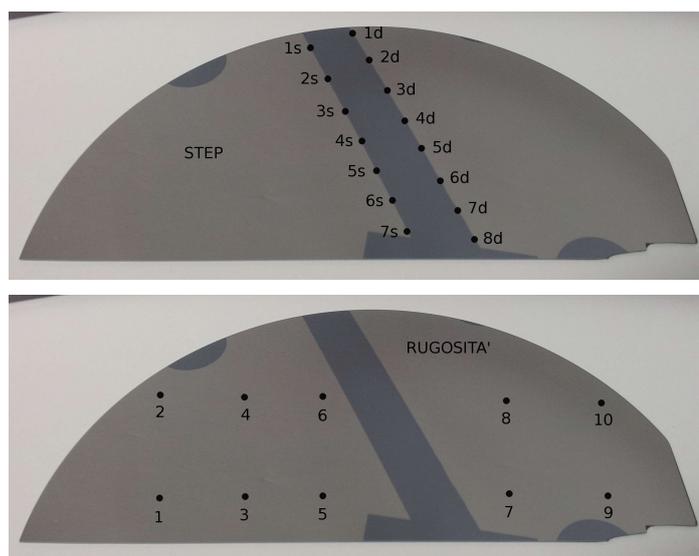


Figura 6.10: punti di misura della quarta deposizione.

Misure dello spessore			
Misura	Step (nm)	Misura	Step (nm)
1s	33.5	1d	31.0
2s	33.0	2d	29.6
3s	32.5	3d	31.4
4s	31.0	4d	29.9
5s	34.1	5d	29.1
6s	33.4	6d	29.5
7s	32.2	7d	30.7
/	/	8d	30.1

Misure della rugosità		
Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1	9.7	12.0
2	6.3	8.0
3	13.4	16.5
4	8.2	10.2
5	11.7	14.6
6	7.7	9.8
7	6.9	8.6
8	17.1	22.2
9	7.7	9.6
10	9.2	11.3

Dati ricavati:

- Rugosità media = 9.3 Å
- Spessore reale medio = 31.4 nm
- Rugosità/spessore = 3.0 %
- Rate di deposizione effettivo = 0.5 Å/sec

Per le misure degli spessori sono state misurate le altezze dei due scalini in 15 punti equidistanti, da cui è stato ricavato lo spessore medio del film depositato. Gli spessori dello scalino s , il più vicino dei due al target di evaporante, sono maggiori rispetto agli spessori dello scalino d . Questa differenza, come nella II deposizione, è dovuta allo spessore della striscia di alluminio che ostacola la deposizione del vapore, frazionandosi nel cammino degli atomi di evaporante. Nonostante questo, dai dati raccolti le altezze dei due scalini non risultano avere un particolare andamento crescente o decrescente, sono tendenzialmente costanti lungo la direzione di misurazione salvo differenze tra le misure dovute alla deposizione non uniforme del film.

La rugosità media del film è stata calcolata da 10 misurazioni uniformemente distribuite sulla superficie.

Lo spessore medio del film depositato risulta essere inferiore del 21.5 % rispetto alla misura della microbilancia durante la deposizione. Anche la misura del rate di deposizione non risulta compatibile con quanto avvenuto realmente, il rate calcolato dalle rilevazioni eseguite è inferiore rispetto a quello misurato.

6.1.5 Osservazioni

I film sottili di cromo depositati risultano essere molto simili a occhio nudo, lucidi e riflettenti nel visibile, presentando lo stesso colore grigio.

Ad esclusione della terza deposizione, le rimanenti tre deposizioni sono avvenute con un rate di deposizione pressoché costante. Nonostante le oscillazioni dovute alle caratteristiche della microbilancia, le velocità di deposizione sono state lineari senza particolari accelerazioni o decelerazioni. La terza deposizione invece si è distinta dalle altre per il termine dell'evaporante che ha portato la necessità di concentrare il fascio di elettroni sull'unica tavoletta di cromo rimasta, causando un improvviso aumento di velocità di deposizione. Questa discontinuità, in aggiunta alla non possibilità di calcolare lo spessore del film, e dunque di determinare un rate di deposizione medio, rende non confrontabile la rugosità media calcolata con le rugosità delle rimanenti deposizioni di cromo.

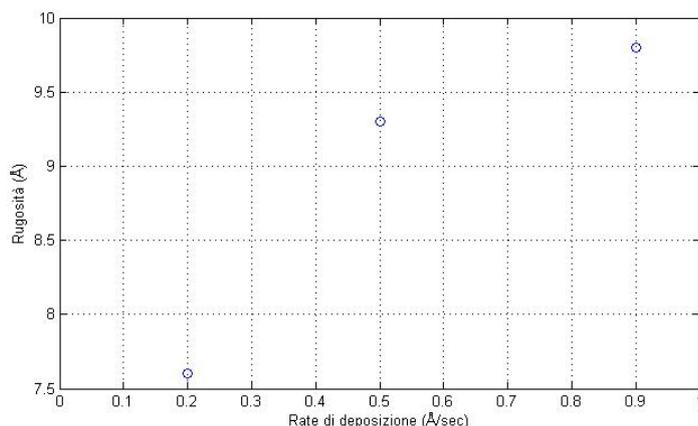


Figura 6.11: rugosità dei film in funzione del rate di deposizione.

Nel grafico di figura 6.11 di figura sono state inserite le rugosità dei film depositati in funzione dei rate di deposizione effettivi. Al crescere della velocità di deposizione cresce la rugosità del film depositato. Questo è in linea con quanto descritto teoricamente nel capitolo 2, in cui si afferma che minore è la velocità di deposizione e maggiore è la possibilità che gli atomi di evaporante si cristallizzino in isole con orientazioni uniformi, portando dunque alla formazione di una superficie a bassa rugosità.

Riguardo l'andamento degli spessori dei film depositati, nella II deposizione le altezze degli scalini presentano un chiaro andamento decrescente in funzione dell'aumento della distanza dal target di evaporante. Questa caratteristica è in linea con quanto affermato teoricamente nel capitolo 4, riguardo alla distribuzione degli spessori in funzione della posizione del target: all'aumentare della distanza dell'area infinitesima del punto di misura dal target di evaporante, aumenta l'angolo polare θ misurato dalla normale del target e dunque diminuisce lo spessore del film depositato.

Per la IV deposizione invece il substrato è stato posizionato normalmente al target di evaporante. L'andamento tendenzialmente costante degli spessori misurati è dovuto proprio a questo fatto, secondo quanto descritto precedentemente: trovandosi il substrato esattamente sopra all'evaporante, le infinitesime aree dei punti di misura sottendono analoghi angoli polari con la normale del target. La quantità di materiale depositato su ciascuna di esse dunque è molto simile, quindi lo spessore è tendenzialmente lo stesso. Il film viene depositato più uniformemente rispetto al caso in cui il substrato si trova in posizione non normale al target, come avviene per la II deposizione.

Tutti gli spessori reali medi calcolati si discostano da quanto misurato dalla microbilancia, le differenze in percentuale sono molto maggiori rispetto all'accuratezza di misurazione dello strumento. Questo è principalmente dovuto all'impostazione non corretta del parametro di tooling, che sperimentalmente è stato impostato al valore di 100. Successivamente, dagli spessori medi ottenuti è stato calcolato che un valore ottimale per la corretta misurazione sarebbe circa 80. Le deposizioni però sono state realizzate mantenendo fermo il pannello di supporto dei substrati. Se durante le deposizioni i substrati avessero percorso traiettorie secondo la rotazione planetaria, gli spessori dei film sarebbero stati più uniformi e le misure di spessore della microbilancia sarebbero state più compatibili con quanto ottenuto. Nonostante questo, nella maggior parte delle deposizioni realizzate il rate di deposizione effettivo calcolato è risultato compatibile con il rate di deposizione misurato dalla microbilancia. Quest'ultimo è di fondamentale importanza durante il processo di deposizione perché permette di rilevare ed eventualmente correggere eventuali discontinuità del processo che si verificano durante l'esecuzione della deposizione, come avvenuto per la III deposizione.

6.2 Gli strati antiriflesso

In questa sezione vengono descritti ed analizzati gli strati antiriflesso realizzati mediante la deposizione di film sottili di fluoruro di magnesio.

I film sono stati depositati su substrati di *vetro borosilicato* SHOTT, della dimensione di 5 cm x 5 cm. Questi substrati, dielettrici e trasparenti, hanno per-

messo di eseguire analisi di trasmittività dei film sottili depositati per verificare il fenomeno dell'interferenza distruttiva.

Durante ciascuna deposizione il substrato è stato fissato con alcune viti al pannello superiore della camera. Anche per queste deposizioni la funzione di sweep è stata mantenuta attiva per scaldare e fondere uniformemente il materiale all'interno del crogiolo. La microbilancia al quarzo è stata impostata con i seguenti parametri: Density = 3.0 g/cm³, Z-ratio = 0.68, Tooling = 100. Per ottenere una discontinuità nel film depositato per la misura dello spessore, in tutte le deposizioni è stata utilizzata una striscia di alluminio posizionata sulla superficie del vetro, fissata anch'essa al pannello superiore con delle viti.

6.2.1 V deposizione

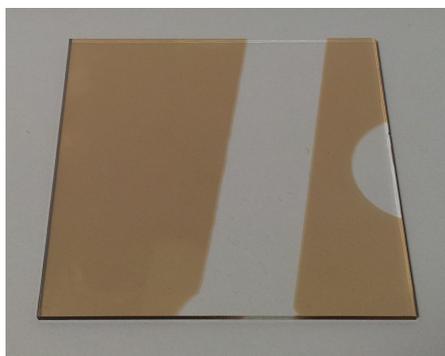


Figura 6.12: risultato della quinta deposizione, MgF₂ su vetro.

Parametri di deposizione:

Parametro	Valore
Data	16/10/2012
Materiale	MgF ₂
Substrato	vetro borosilicato
Pulizia del substrato	acetone + propanolo
Pressione iniziale della camera	$2.0 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$1.0 \cdot 10^{-5}$
Temperatura del substrato	300°C
Corrente di filamento	22.0 mA - 25.5 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	?
Tempo totale di deposizione	30 min
Spessore finale (microbilancia)	?

Scopo di questa deposizione è stata la realizzazione di un film sottile di fluoruro di magnesio per valutarne la rugosità e lo spessore in funzione dei parametri di deposizione.

Per questa deposizione il substrato è stato riscaldato. Le lampade sono state impostate alla temperatura di 300°C e la temperatura effettiva del substrato, misurata della termocoppia, si è attestata a 295°C. La corrente di filamento del cannone elettronico inizialmente è stata impostata al valore di 22 mA. Fin

dall'inizio della deposizione, iniziata non appena il materiale all'interno del crogiolo è stato interamente fuso, le misure della microbilancia al quarzo hanno oscillato vistosamente, con rate di deposizione alternativamente positivi e negativi, spessori misurati a tratti crescenti o decrescenti. Questa situazione è durata per un totale di 10 minuti, dopodiché i riscaldatori sono stati spenti e la misura del rate di deposizione della microbilancia ha assunto valori attendibili, non oscillanti. A riscaldatori spenti la temperatura del substrato è diminuita fino a 200°C, mentre il rate di deposizione è diminuito fino a diventare nullo. La corrente di filamento è stata aumentata al valore di 25.5 mA e a 19 minuti dall'inizio della deposizione i riscaldatori sono stati nuovamente accesi. Con le misurazioni della microbilancia nuovamente inattendibili, la deposizione è stata interrotta al trentesimo minuto dall'inizio del processo.

Il risultato ottenuto è il film sottile di figura 6.12, dal colore arancione e trasparente, non opaco. Ad occhio nudo la discontinuità del film depositato risulta essere netta e ben definita.

Misure eseguite sul film sottile depositato:

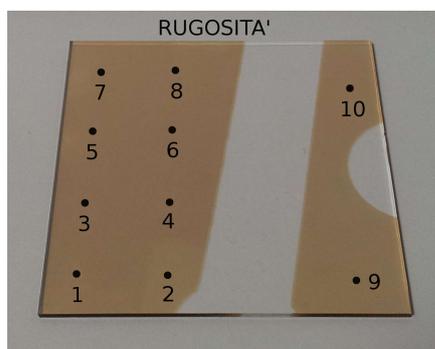


Figura 6.13: punti di misura della quinta deposizione.

Misure della rugosità

Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1	15.5	19.7
2	15.9	20.2
3	27.5	36.0
4	15.4	19.6
5	14.7	18.7
6	13.7	17.1
7	18.9	23.8
8	18.4	25.0
9	17.4	21.7
10	16.6	20.5

Dati ricavati:

- Rugosità media = 17.4 Å

Nonostante la discontinuità del film possa apparire netta ad occhio nudo, all'analisi al profilometro gli scalini della discontinuità risultano essere non ben

definiti. Il passaggio dal substrato al film avviene molto gradualmente in uno spazio troppo grande per ottenere una misura di altezza attendibile, infatti il livellamento del grafico non è risultato attendibile per scansioni molto lunghe. Non è stata ottenuta una discontinuità netta a causa della dilatazione termica della striscia di alluminio: dilatandosi si è allontana dalla superficie del substrato e quindi non è stata ottenuta un'ombreggiatura netta nella deposizione del film.

Sono state eseguite 10 misure di rugosità distribuite uniformemente sulla superficie del film depositato, da cui ne è stata ricavata la rugosità media.

6.2.2 VII deposizione

Parametri di deposizione:

Parametro	Valore
Data	24/10/2012
Materiale	MgF ₂
Substrato	vetro borosilicato
Pulizia del substrato	acetone + propanolo
Pressione iniziale della camera	$5.4 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$1.0 \cdot 10^{-5}$
Temperatura del substrato	310°C - 263°C
Corrente di filamento	24.2 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	3 Å/sec
Tempo totale di deposizione	2 min
Spessore finale (microbilancia)	31 nm

In questa deposizione è stato realizzato un film di fluoruro di magnesio con lo scopo di ottenere delle misure della microbilancia attendibili, con lo spegnimento dei riscaldatori, per relazionarle quindi allo spessore reale del film.

Le lampade per il riscaldamento sono state accese solo prima dell'inizio del processo di deposizione. Queste sono state spente alla completa fusione del materiale nel crogiolo, e subito dopo è stato aperto lo shutter per dare inizio alla deposizione sul substrato. In questo modo le misure della microbilancia non sono state affette da oscillazioni o comportamenti indesiderati, il rate di deposizione misurato è stato di 3 Å/sec e, dopo 2 minuti dall'inizio della deposizione, lo spessore misurato è stato di 31 nm. Durante la deposizione la temperatura del substrato è diminuita fino al valore di 263°C. Al termine la camera è stata mantenuta in vuoto fino alla diminuzione a temperatura ambiente della temperatura del substrato.

Al termine della deposizione il substrato è completamente trasparente ed incolore, ad occhio nudo non è possibile apprezzare la presenza di alcun film depositato sul vetro. Neanche utilizzando le videocamere del profilometro è stato possibile individuare una qualche discontinuità sulla superficie. Questo fatto, in aggiunta alla breve durata della deposizione, lascia presagire che sul substrato non sia stato depositato materiale sufficiente alla formazione del film sottile, nonostante la microbilancia misuri che è stato depositato uno spessore di 31 nm. Per questo motivo non è stata eseguita alcuna misura, né di spessore né di rugosità né di riflettività.

6.2.3 VIII deposizione



Figura 6.14: risultato dell'ottava deposizione, MgF_2 su vetro.

Parametri di deposizione:

Parametro	Valore
Data	26/10/2012
Materiale	MgF_2
Substrato	vetro borosilicato
Pulizia del substrato	acetone + propanolo
Pressione iniziale della camera	$5.0 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$1.0 \cdot 10^{-5}$
Temperatura del substrato	$310^\circ\text{C} - 280^\circ\text{C}$
Corrente di filamento	24.7 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	?
Tempo totale di deposizione	1 min 30 sec
Spessore finale (microbilancia)	60 nm

In questa deposizione è stato ripetuto il tentativo di realizzare un film di fluoruro di magnesio per poterne valutare le caratteristiche ottiche, di spessore e rugosità.

Anche per questa deposizione il substrato è stato scaldato alla temperatura di 310°C , spegnendo i riscaldatori prima dell'inizio del processo di deposizione. Lo spessore misurato dalla microbilancia al quarzo è stato ritenuto attendibile per il non presentarsi di oscillazioni nella misura dello spessore, mentre il rate di deposizione ha oscillato tra valori positivi e negativi. Per questo motivo questa misura non è stata ritenuta attendibile. Durante la deposizione, durata 1 minuto e 30 secondi, la temperatura del substrato è diminuita al valore di 280°C e sono stati depositati 60 nm di materiale.

Il film depositato è raffigurato in figura 6.14. Ad occhio nudo, osservando normalmente la superficie del substrato, questo appare trasparente e incolore, senza alcun segno della presenza del film. Diversamente dalla deposizione precedente, osservando invece la superficie in incidenza radente è possibile individuare la discontinuità del film causata dalla presenza della striscia di alluminio, chiaro segno dell'avvenuta deposizione del film.

Misure eseguite sul film sottile depositato:

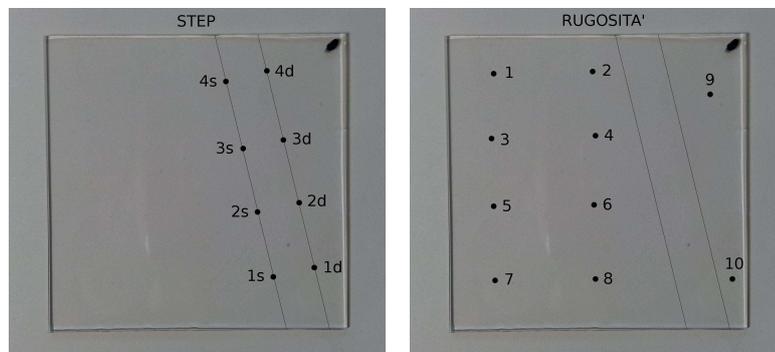


Figura 6.15: punti di misura dell'ottava deposizione.

Misure dello spessore

Misura	Step (nm)	Misura	Step (nm)
1s	41.3	1d	37.3
2s	41.7	2d	42.0
3s	39.0	3d	42.4
4s	41.5	4d	41.9

Misure della rugosità

Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1	29.9	39.9
2	13.0	16.5
3	14.3	18.0
4	13.2	16.7
5	13.3	16.8
6	13.8	17.2
7	17.7	22.9
8	15.7	19.4
9	15.4	19.6
10	17.0	21.4

Dati ricavati:

- Rugosità media = 16.3 Å
- Spessore reale medio = 40.9 nm
- Rugosità/spessore = 5 %
- Rate di deposizione effettivo = 4.5 Å/sec

In figura 6.15 l'area del substrato su cui non è stato depositato il film è stata demarcata graficamente da due linee sottili, sulle quali sono state indicate le posizioni di misura delle altezze degli scalini. L'individuazione della discontinuità al profilometro è stata difficoltosa in quanto la discontinuità non è apprezzabile dalle videocamere dello stilo dello strumento. È stato quindi necessario procedere per approssimazioni successive: da una scansione molto ampia la si è ristretta mano a mano che la zona di scansione, sufficientemente stretta per misure attendibili, è stata centrata sullo scalino. Per questo motivo sono state eseguite unicamente 8 misure di spessore dei due scalini equamente distribuite ed equidistanti. Le altezze misurate dei due scalini hanno andamenti costanti lungo la direzione di misurazione salvo differenze dovute alla deposizione non perfettamente uniforme.

Individuati i limiti del film sottile, le 10 misure di rugosità sono state eseguite in punti uniformemente distribuiti sulla superficie.

Dai dati ricavati lo spessore reale medio del film risulta essere il 31.8 % inferiore rispetto a quanto misurato dalla microbilancia al quarzo, quindi i due valori non sono compatibili. Dallo spessore medio si deduce il rate di deposizione ottenuto durante il processo che risulta essere di 4.5 Å/sec.

Il film realizzato è stato analizzato allo spettrofotometro per un'analisi di riflettività in funzione di alcuni angoli di riflessione.

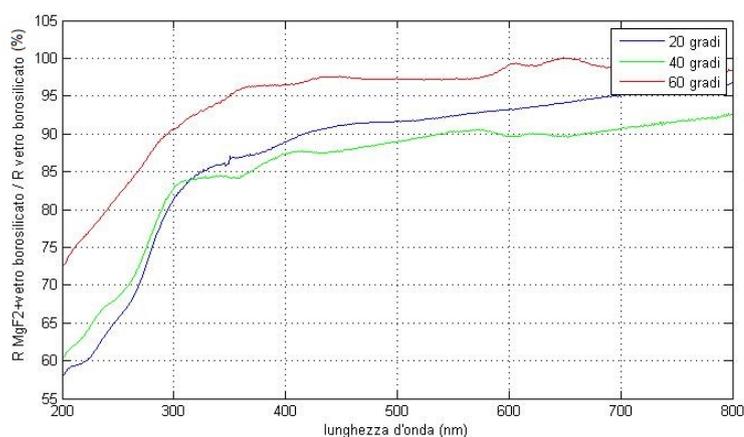


Figura 6.16: riflettività dell'ottava deposizione rapportata alla riflettività del vetro borosilicato.

La misura è stata eseguita per lo spettro compreso tra i 200 nm e gli 800 nm, per gli angoli di incidenza θ_i di 20°, 40° e 60°. Inizialmente è stata misurata la riflettività del vetro borosilicato, e successivamente sono state misurate le riflettività del substrato a deposizione realizzata, queste sono poi state rapportate alla riflettività del solo vetro. I risultati ottenuti sono graficati in figura 6.16. Le tre curve hanno un andamento crescente all'aumentare della lunghezza d'onda, quindi per lunghezze d'onda corte il fenomeno dell'interferenza distruttiva introdotto dal film depositato porta ad una riduzione della riflettività. Non è possibile però individuare i minimi delle tre curve a causa del range di misura limitato imposto dallo strumento, lo spessore del film non è sufficiente da ottenere minimi di riflettività per lunghezze d'onda comprese nello spettro di misura.

6.2.4 XII deposizione



Figura 6.17: risultato della dodicesima deposizione, MgF_2 su vetro.

Parametri di deposizione:

Parametro	Valore
Data	8/11/2012
Materiale	MgF_2
Substrato	vetro borosilicato
Pulizia del substrato	acetone + propanolo
Pressione iniziale della camera	$1.4 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$5.1 \cdot 10^{-7}$
Temperatura del substrato	130°C
Corrente di filamento	24.5 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	50 Å/sec
Tempo totale di deposizione	30 sec
Spessore finale (microbilancia)	170 nm

In questa deposizione è stato realizzato un film di fluoruro di magnesio avente spessore maggiore rispetto al film della deposizione precedente, per poter meglio apprezzare l'andamento dell'analisi di riflettività in funzione della lunghezza d'onda.

Seguendo quanto detto in [6], per ottenere una superficie più uniforme la deposizione è avvenuta alla temperatura di 130°C . Prima dell'inizio del processo la temperatura del substrato è stata portata al valore di 150°C , quindi è poi diminuita al valore prestabilito durante la deposizione, a riscaldatori spenti. Dopo la completa fusione del materiale a shutter chiuso, la deposizione è stata fatta partire ed è terminata nell'arco di 30 secondi, con un rate di deposizione misurato oscillante nell'intorno dei 50 Å/sec.

Il film ottenuto a deposizione terminata è quello di figura 6.17. Come per la deposizione precedente, osservando normalmente il substrato, trasparente ed incolore, appare come se non fosse stato depositato alcun film sottile. Osservando con un'inclinazione sufficiente è possibile apprezzare la discontinuità del film introdotta dalla striscia di alluminio, e quindi verificare l'avvenuta deposizione del film.

Misure eseguite sul film depositato:

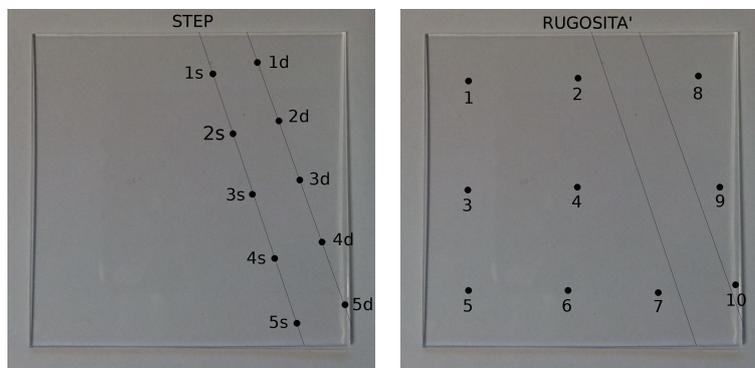


Figura 6.18: punti di misura della dodicesima deposizione.

Misure dello spessore				Misure della rugosità		
Misura	Step (nm)	Misura	Step (nm)	Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1s	198.0	1d	205.0	1	14.2	18.2
2s	185.0	2d	203.0	2	21.7	27.4
3s	155.0	3d	193.0	3	16.2	20.3
4s	177.0	4d	182.0	4	18.5	23.7
5s	183.0	5d	176.0	5	12.4	15.7
				6	12.0	15.1
				7	12.9	16.4
				8	16.7	21.4
				9	17.8	22.7
				10	11.8	15.0

Dati ricavati:

- Rugosità media = 15.4 Å
- Spessore reale medio = 185.7 nm
- Rugosità/spessore = 0.08 %
- Rate di deposizione effettivo = 61.9 Å/sec

Come per la precedente deposizione, in figura 6.18 sono stati evidenziati i contorni della discontinuità del film. Le misure delle altezze degli scalini si riferiscono a 10 punti di misura equidistanti posizionati in corrispondenza dei due scalini, da cui è stato ricavato lo spessore reale medio del film depositato. Da queste misure si deduce un andamento decrescente lungo la direzione di misurazione, dovuto principalmente alle dinamiche di deposizione e dal cono di evaporazione del fluoruro di magnesio in relazione alla posizione del substrato. Gli spessori misurati differiscono tra le diverse misure di altezza a causa della deposizione poco uniforme, dovuta all'elevata velocità di deposizione con cui è stato realizzato il film.

Nonostante l'elevato rate di deposizione la rugosità media, ricavata da 10 misure distribuite sulla superficie, assume un valore molto basso, soprattutto se relazionata allo spessore depositato.

Anche per questa deposizione le misure della microbilancia al quarzo non corrispondono con quanto avvenuto durante la deposizione. Lo spessore reale medio depositato è maggiore del 9 % rispetto ai 170 nm misurati dalla microbilancia, quindi i due valori non sono compatibili. Il rate di deposizione effettivo è maggiore di quanto rilevato durante la deposizione, ma quest'ultimo è da considerarsi solo una stima di quanto comunicato dallo strumento perché la deposizione è durata molto poco e le oscillazioni del valore misurato sono state notevoli.

La misura di riflettività del film depositato è stata eseguita anche per questa deposizione, considerando gli angoli di incidenza θ_i di 20°, 40° e 60°, e per lo spettro compreso dai 200 nm agli 800 nm.

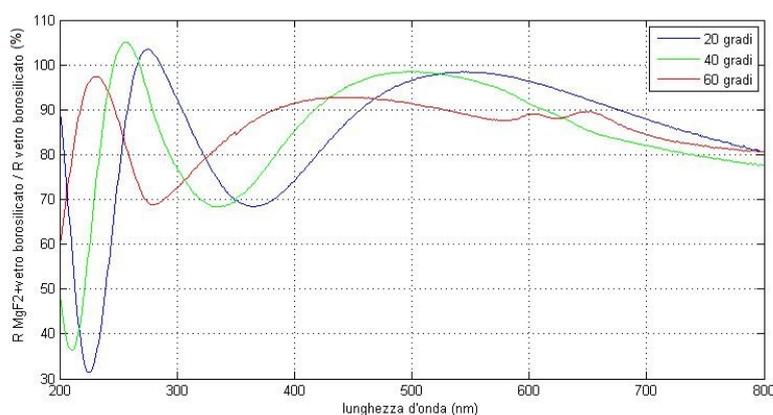


Figura 6.19: riflettività del risultato della dodicesima deposizione rapportata alla riflettività del vetro borosilicato.

Per le tre curve di riflettività, graficate in figura 6.19, ogni minimo rappresenta un minimo di riflettività dovuto all'interferenza distruttiva causata dal film sottile di fluoruro di magnesio. I minimi delle curve si trovano in corrispondenza delle lunghezze d'onda:

- $\theta_i = 20^\circ \rightarrow$ minimo a 225 nm e 361 nm
- $\theta_i = 40^\circ \rightarrow$ minimo a 211 nm e 334 nm
- $\theta_i = 60^\circ \rightarrow$ minimo 281 nm

Per le tre curve si ha un massimo nell'intorno dei 250 nm che supera il valore del 100 %, questo significa che in corrispondenza di tale lunghezza d'onda si verifica un incremento della riflettività dovuto ad interferenza costruttiva causata dal film.

6.2.5 Osservazioni

I risultati della VIII e XII deposizione hanno permesso di calcolare lo spessore reale medio dei film depositati e quindi di determinare i rate di deposizione con

cui sono stati realizzati. Dati i risultati, si può dedurre che il film depositato durante la V deposizione sia caratterizzato da uno spessore molto maggiore, questo spiegherebbe infatti l'intensa colorazione arancione del film.

I rate di deposizione effettivi della VIII e XII deposizione sono molto diversi tra loro, si passa da 4.5 Å/sec a 61.9 Å/sec. Le rugosità dei film depositati però sono molto simili tra loro e la rugosità della XII deposizione è inferiore rispetto a quella della VIII deposizione, ed entrambi assumono valori molto simili alla rugosità del vetro di cui è costituito il substrato, che vale 15.2 Å. La minore rugosità della XII deposizione è in linea con quanto affermato in [6], per la temperatura di deposizione del fluoruro di magnesio nell'intorno dei 130°C. Quanto ottenuto sembrerebbe andare contro quanto affermato teoricamente nel capitolo 2, infatti rate di deposizione elevati portano alla formazione di una struttura del film meno ordinata e dunque ad una superficie più rugosa rispetto a rate di deposizione inferiori. Nonostante questo, dati i bassi valori di rugosità si deduce che la struttura dei film realizzati è ordinata ed è riconducibile alla situazione della *zona II* secondo quanto illustrato nel capitolo 2.

Per tutte le deposizioni realizzate in questa sezione le misure di spessore della microbilancia non sono compatibili con gli spessori effettivi. Neanche i rate di deposizione sono risultati attendibili, le continue oscillazioni non hanno permesso un controllo accurato e certo del processo. Anche per queste deposizioni questo è dovuto al parametro di tooling e al substrato fisso durante la deposizione, una rotazione planetaria avrebbe permesso misure più accurate e spessori più uniformi.

Confrontando l'insieme di deposizioni del cromo e del fluoruro di magnesio, queste sono state tutte realizzate impostando correnti di filamento molto simili tra loro. Nonostante questo, i rate di deposizione ottenuti con il cromo, di cui il massimo ottenuto è di 0.9 Å/sec, sono stati molto inferiori rispetto ai rate di deposizione ottenuti per il fluoruro di magnesio.

Dalle analisi allo spettrofotometro della VIII deposizione è emerso che il rapporto tra le riflettività diminuisce al diminuire della lunghezza d'onda. Utilizzando le formule del capitolo 1 dell'interferenza distruttiva e conoscendo il valore dell'indice di rifrazione del fluoruro di magnesio, sono state calcolate le lunghezze d'onda in corrispondenza delle quali si ha il primo minimo di riflettività a causa dell'interferenza distruttiva:

θ_i	ordine 0 (nm)
20°	234
40°	216
60°	194

Le lunghezze d'onda calcolate corrispondono ai minimi di ordine *zero* per il film sottile di fluoruro di magnesio di spessore 40.9 nm. I valori graficati in figura 6.16 decrescono al diminuire della lunghezza d'onda perché si avvicinano ai minimi di riflettività teorici calcolati. Non è però possibile verificare le esatte posizioni dei minimi ottenuti perché lo spettro di misura consentito è troppo limitato.

Diversamente accade per la XII deposizione, lo spessore del film realizzato è tale da ottenere un'analisi di riflettività più significativa. Come per la deposizione precedente, utilizzando le formule per l'interferenza distruttiva sono state calcolate le lunghezze d'onda dei primi tre minimi di riflettività, per un film di spessore medio di 185.7 nm:

θ_i	ordine 0 (nm)	ordine 1 (nm)	ordine 2 (nm)
20°	1062	354	212
40°	982	327	196
60°	882	294	176

I minimi delle curve di figura 6.19 si trovano in corrispondenza di lunghezze d'onda molto vicine a quelle calcolate in tabella. Delle curve ottenute dalle misure non è possibile apprezzare alcuni minimi in quanto questi sono in corrispondenza di lunghezze d'onda fuori dal range di misura, l'unica curva di cui è possibile individuare i minimi di ordine 1 e 2 è quella relativa all'angolo di incidenza di 20°. La non perfetta corrispondenza tra i minimi rilevati e quelli calcolati è dovuta allo spessore non uniforme del film depositato, infatti per il calcolo è stato utilizzato lo spessore medio del film, è possibile quindi che le misure di riflettività del film depositato siano state eseguite in un punto in cui lo spessore è diverso dallo spessore medio.

Globalmente l'andamento della riflettività del film depositato è compatibile con quanto descritto dalla teoria dell'interferenza, nonostante le imprecisioni e gli errori introdotti dalla deposizione non uniforme. Il film quindi, dipendentemente dallo spessore, causa interferenza distruttiva per determinati valori di lunghezza d'onda, riducendo in corrispondenza di essi la riflettività.

6.3 Gli specchi di alluminio

Le deposizioni di questa sezione riguardano la realizzazione di specchi di alluminio ricoperti da un film sottile di fluoruro di magnesio. Questo, come descritto nel capitolo 2, ha la funzione di proteggere il film di alluminio dall'ossidazione e ne incrementa la resistenza meccanica.

I substrati utilizzati principalmente sono di vetro borosilicato SHOTT di dimensioni 5 cm x 5 cm, ma è stato utilizzato anche un substrato in silicio per confrontare i risultati della deposizione su vetro con quelli della deposizione su silicio. Partendo dal substrato pulito, viene depositato un film sottile di alluminio sulla cui superficie si ha la riflessione principale, e sopra a questa viene depositato il film di fluoruro di magnesio.

Per la deposizione del fluoruro di magnesio la microbilancia al quarzo viene impostata con i valori utilizzati per le deposizioni già viste nella precedente sezione, mentre per la deposizione dell'alluminio vengono utilizzati i valori: Density = 2.70 g/cm³, Z-ratio = 1.05, Tooling = 100. Per la misura degli spessori effettivi dei film depositati anche per queste deposizioni è stata utilizzata una striscia di alluminio posizionata sulla superficie del substrato al fine di creare una discontinuità nel film depositato. Il substrato e la striscia sono fissati al pannello superiore con delle viti. Quest'ultimo viene mantenuto fermo anche per queste deposizioni.

6.3.1 VI deposizione

Per questa deposizione sono stati utilizzati contemporaneamente due substrati: un wafer di silicio ed un substrato di vetro. Le deposizioni dei due film sono avvenute per entrambi i substrati

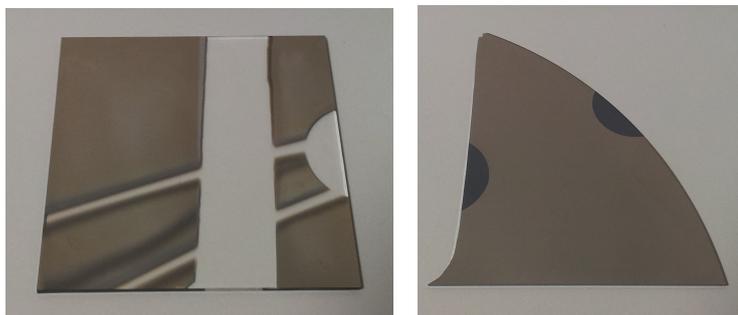


Figura 6.20: risultato della sesta deposizione, a sinistra su vetro borosilicato, a destra su wafer di silicio.

Parametri di deposizione dell'alluminio:

Parametro	Valore
Data	18/10/2012
Materiale	Al
Substrato	vetro borosilicato + wafer Si
Pulizia del substrato	acetone
Pressione iniziale della camera	$1.5 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$3.0 \cdot 10^{-6}$
Temperatura del substrato	temperatura ambiente
Corrente di filamento	25.5 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	0.3 Å/sec
Tempo totale di deposizione	36 min
Spessore finale (microbilancia)	63 nm

Parametri di deposizione del fluoruro di magnesio:

Parametro	Valore
Data	18/10/2012
Materiale	MgF ₂
Substrato	Al
Pulizia del substrato	nessuna
Pressione iniziale della camera	/
Pressione della camera durante la deposizione	$6.2 \cdot 10^{-6}$
Temperatura del substrato	300°C
Corrente di filamento	24.3 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	2.3 Å/sec
Tempo totale di deposizione	2 min
Spessore finale (microbilancia)	20 nm

Scopo di questa deposizione è stata la realizzazione di due specchi su due differenti substrati per confrontarne le caratteristiche della superficie. La misura degli spessori è stata sufficiente per un solo substrato, quindi la striscia di alluminio è stata posizionata unicamente sul substrato di vetro, sul wafer di silicio la deposizione del film non è stata ostacolata.

Non appena l'alluminio all'interno del crogiolo è stato fuso completamente, la deposizione del film ha avuto inizio con un rate di deposizione oscillante il cui valor medio si è attestato a $0.3 \text{ \AA}/\text{sec}$. Dopo 30 min di deposizione di alluminio sono stati accesi i riscaldatori per portare i substrati alla temperatura di 300°C , per la successiva deposizione di fluoruro di magnesio. La deposizione di alluminio è durata per altri 6 minuti a riscaldatori accesi fino allo spessore di 63 nm. La lunga durata della deposizione di questo film, in tutto 36 min, è dovuta alla piccola quantità di evaporante rimasta all'interno del crogiolo. Terminata la deposizione del film di alluminio il crogiolo contenente fluoruro di magnesio è passato alla fusione ed evaporazione. Spente le lampade, la deposizione del secondo film è stata fatta partire. L'evaporazione del fluoruro di magnesio è stata esplosiva: inizialmente il rate di deposizione elevato ha indicato un'elevata quantità di materiale depositato in breve tempo, successivamente il rate si è stabilizzato sul valore di $2.3 \text{ \AA}/\text{sec}$ fino al termine della deposizione, a 2 minuti.

I film depositati sono quelli di figura 6.20. Il film depositato sul substrato di vetro presenta diverse discontinuità a causa della posizione in cui è stato montato, infatti i collegamenti della microbilancia hanno interferito nel percorso del vapore e dunque hanno ombreggiato la superficie del substrato. Le superfici di entrambi i substrati risultano essere poco riflettenti nel visibile, di colore tendente all'arancione.

Misure eseguite per la deposizione sul substrato di vetro:

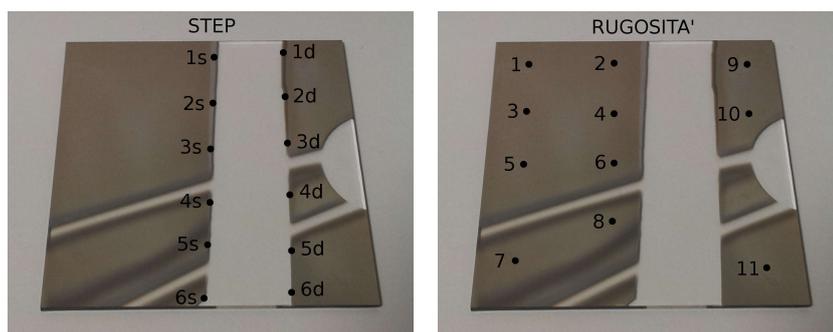


Figura 6.21: punti di misura della deposizione su vetro.

Misure degli spessori

Misura	Step Al (nm)	Step MgF_2 (nm)	Step totale (nm)
1s	35.4	102.0	137.0
2s	37.9	104.0	141.0
3s	36.8	96.6	133.0
4s	33.5	99.0	132.0
5s	17.2	48.1	65.3
6s	/	/	131.0
1d	78.1	67.2	146.0
2d	74.7	61.5	136.0
3d	76.8	59.1	136.0
4d	33.4	38.9	72.5
5d	58.8	56.6	116.0
6d	44.2	102.0	146.0

Misure della rugosità di MgF₂

Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1	241.7	293.9
2	207.8	263.6
3	335.7	395.3
4	175.2	226.6
5	211.5	256.3
6	211.9	256.4
7	299.2	354.9
8	301.8	381.2
9	273.1	325.4
10	214.6	269.3
11	221.9	263.7

Dati ricavati del film di Al:

- Rugosità media = 23.1 Å
- Spessore reale medio = 52.9 nm
- Rugosità/spessore = 4.4 %
- Rate di deposizione effettivo = 0.2 Å/sec

Dati ricavati del film di MgF₂:

- Rugosità media = 244.9 Å
- Spessore reale medio = 83.1 nm
- Rugosità/spessore = 29.5 %
- Rate di deposizione effettivo = 6.9 Å/sec

Per la misura degli spessori sono state eseguite in totale 12 misure distribuite sui due scalini della discontinuità del film, per ogni scalino le posizioni di misura sono equidistanti.

La figura 6.22 rappresenta una delle scansioni eseguite per la misura degli spessori. Si identifica distintamente lo scalino più in basso relativo alla deposizione di alluminio e lo scalino più in alto, più traslato lungo l'asse delle ascisse, relativo alla deposizione del fluoruro di magnesio. Lo scostamento è visibile anche in figura 6.20 in cui si distingue una parte grigia in prossimità degli scalini dovuta all'emergere del film di alluminio. Questo è dovuto principalmente ai percorsi degli atomi di evaporante e ai coni di evaporazione diversi tra i vari materiali, ed è dovuto anche alla dilatazione della striscia che ostacola l'evaporante diversamente a seconda della sua lontananza dal substrato.

Grazie allo scostamento degli scalini è stato possibile misurare separatamente gli spessori dei due film depositati oltre allo spessore complessivo. Dai valori misurati inseriti in tabella risulta che alcuni di essi, relativi alle misure 5s e 4d, sono nettamente inferiori rispetto alle rimanenti misure di spessore dello scalino a cui appartengono. Queste differenze sono dovute principalmente alle discontinuità del film dovute all'ombra della microbilancia, infatti le misure a cui ci si riferisce sono state prese nelle aree del substrato maggiormente in ombra

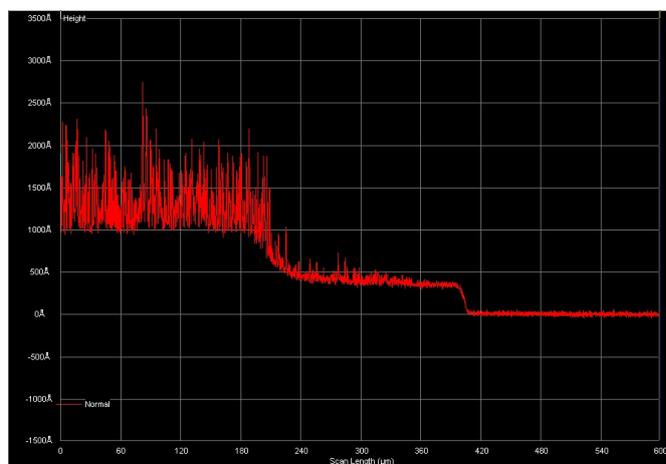


Figura 6.22: scansione dello scalino dello specchio di alluminio realizzato nella VI deposizione.

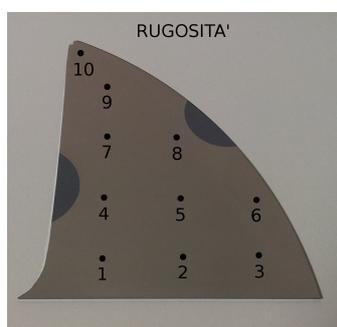
dalla deposizione dell'evaporante. Nel calcolo dello spessore medio per entrambi i film sono state quindi escluse. Nonostante questi valori anomali, gli spessori risultano essere costanti lungo la direzione di misurazione, salvo variazioni dovute alla non perfetta uniformità dei film depositati. I dati evidenziano una differenza netta tra gli spessori dei due scalini: le misure s evidenziano spessori del film di alluminio minori rispetto agli spessori delle misure d , per gli spessori del film di fluoruro di magnesio invece accade il contrario, sono maggiori nelle misure s e minori nelle misure d . Anche questo fatto è dovuto principalmente ai diversi coni di evaporazione e ai diversi percorsi che gli evaporanti seguono durante il processo di deposizione. Per la misura $6s$ non è stato possibile misurare gli spessori dei due film separatamente perché in quel punto i due scalini sono sovrapposti, quindi è stato possibile misurare unicamente lo spessore totale.

Il calcolo della rugosità media del film di fluoruro di magnesio è basato su 11 rilevazioni di rugosità distribuite uniformemente sulla superficie del film, nei punti meno interessati dall'ombra dei supporti della microbilancia. Della rugosità del film di alluminio invece sono state eseguite 7 misurazioni distribuite sulla sezione di superficie di alluminio emersa dal film di fluoruro di magnesio. Durante le scansioni per la misura della rugosità dell'alluminio è stata rilevata la presenza di numerosi spike la cui densità decresce all'aumentare della distanza dallo scalino del fluoruro di magnesio, visibili anche in figura 6.22 sulla parte di spessore centrale. Questi sono agglomerati di fluoruro di magnesio che rendono graduale la discontinuità con il film di alluminio, la quale risulta molto meno netta rispetto alla discontinuità tra il film di alluminio e la superficie del substrato.

Il rate di deposizione effettivo calcolato per la deposizione del film di alluminio è compatibile con quanto misurato dalla microbilancia. Il rate di deposizione calcolato per la deposizione del fluoruro di magnesio invece è molto maggiore rispetto a quanto misurato durante la deposizione a causa dell'evaporazione esplosiva. Riguardo la misura degli spessori, per lo scalino s la media delle altezze dell'alluminio calcolata vale 35.9 nm, inferiore del 43 % di quan-

to misurato, e lo spessore medio del fluoruro di magnesio calcolato vale 100.4 nm, maggiore del 402 % del valore misurato dalla microbilancia. Per lo scalino d lo spessore medio dell'alluminio calcolato vale 66.5 nm, maggiore del 5.6 % del valore misurato, e lo spessore medio del fluoruro di magnesio calcolato vale 69.3 nm, maggiore del 246.5 % di quanto misurato durante la deposizione. Lo spessore medio del film di alluminio è del 16 % inferiore da quanto misurato, mentre lo spessore medio del film di fluoruro di magnesio risulta essere il 315.5 % maggiore della misura della microbilancia. Gli spessori effettivi della deposizione pertanto risultano incompatibili con quanto misurato dalla microbilancia durante la deposizione.

Misure eseguite per la deposizione sul substrato di silicio:



Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1	350.8	421.1
2	332.7	454.6
3	303.9	397.3
4	262.5	334.3
5	297.9	365.1
6	347.2	437.7
7	264.9	345.7
8	186.5	230.3
9	146.2	180.9
10	258.0	318.5

Figura 6.23: punti di misura della deposizione su wafer di silicio.

- Rugosità media = 275 Å

Di questa deposizione non è stato possibile misurare lo spessore effettivo del film depositato però sono state eseguite 10 misure di rugosità distribuite sulla superficie del film. Da queste ne è stata ricavata la rugosità media.

6.3.2 IX deposizione



Figura 6.24: risultato della nona deposizione, MgF₂ su Al.

Parametri di deposizione dell'alluminio:

Parametro	Valore
Data	26/10/2012
Materiale	Al
Substrato	vetro borosilicato
Pulizia del substrato	acetone + propanolo
Pressione iniziale della camera	$9.6 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$1.2 \cdot 10^{-5}$
Temperatura del substrato	temperatura ambiente
Corrente di filamento	24.7 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	3 Å/sec
Tempo totale di deposizione	11 min
Spessore finale (microbilancia)	200 nm

Parametri di deposizione del fluoruro di magnesio:

Parametro	Valore
Data	26/10/2012
Materiale	MgF ₂
Substrato	Al
Pulizia del substrato	nessuna
Pressione iniziale della camera	/
Pressione della camera durante la deposizione	$1.2 \cdot 10^{-5}$
Temperatura del substrato	300°C
Corrente di filamento	24.7 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	?
Tempo totale di deposizione	1 min 30 sec
Spessore finale (microbilancia)	?

L'obiettivo di questa deposizione è stata la realizzazione di uno specchio di alluminio analogo alla deposizione precedente caratterizzato da una rugosità superficiale minore della precedente.

La deposizione dell'alluminio è avvenuta a temperatura ambiente ed è iniziata dopo 7 minuti di condizionamento del target, per raggiungere la completa fusione del materiale. Durante il processo il rate di deposizione misurato dalla microbilancia ha oscillato nell'intorno del valore di 3 Å/sec, quindi dopo un tempo di 11 minuti la deposizione è stata interrotta, ad uno spessore del film di 200 nm. Come per la deposizione precedente, mantenendo in vuoto la camera è stato cambiato crogiolo passando il fluoruro di magnesio in posizione di evaporazione. Prima della deposizione il substrato è stato scaldato alla temperatura di 300°C, spegnendo le lampade prima dell'inizio della deposizione. Al momento di apertura dello shutter il fluoruro di magnesio ha iniziato a *split-tare*, agglomerati di evaporante si sono sollevati in direzione del substrato. La deposizione di questi agglomerati porterebbe alla formazione di una struttura non omogenea e con noduli, quindi lo shutter è stato chiuso per fondere ulteriormente e più uniformemente il materiale nel crogiolo. Alla successiva riapertura dello shutter la deposizione del film di fluoruro di magnesio è stata portata a termine in un tempo di 1 minuto e 30 secondi, non conoscendo però il rate di deposizione e lo spessore depositato a causa delle oscillazioni nelle misurazioni della microbilancia.

Lo specchio realizzato è raffigurato in figura 6.24, molto opaco e non riflettente nel visibile, di colore tendente all'arancione con sfumature sparse di grigio. Nell'angolo in alto a destra nonostante la colorazione sia analoga al resto del film, la superficie è più lucida e riflettente.

Misure eseguite sui film sottili depositati:

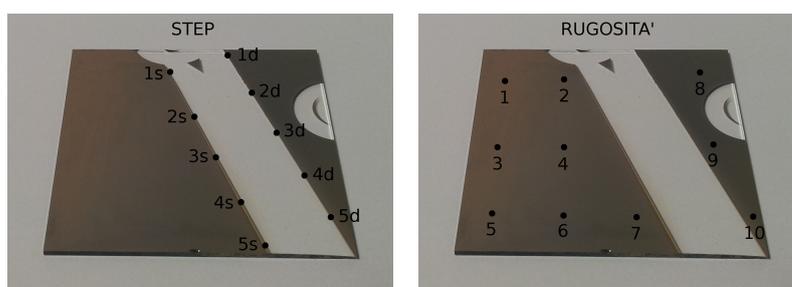


Figura 6.25: punti di misura della nona deposizione.

Misure degli spessori

Misura	Step Al (nm)	Step MgF ₂ (nm)	Step totale (nm)
1s	141.0	180.0	321.0
2s	120.0	176.0	293.0
3s	117.0	177.0	294.0
4s	108.0	191.0	298.0
5s	122.0	179.0	302.0
1d	/	/	297.0
2d	199.0	80.8	281.0
3d	169.0	99.9	270.0
4d	175.0	104.0	279.0
5d	189.0	102.0	291.0

Misure della rugosità

Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1	189.3	228.2
2	167.1	207.7
3	129.9	169.5
4	146.5	182.0
5	165.9	211.7
6	137.6	189.3
7	215.1	286.3
8	100.5	124.1
9	140.4	183.4
10	122.1	147.0

Dati ricavati del film di alluminio:

- Spessore reale medio = 148.9 nm
- Rate di deposizione effettivo = 2.3 Å/sec

Dati ricavati del film di fluoruro di magnesio:

- Rugosità media = 151.4 Å
- Spessore reale medio = 143.3 nm
- Rugosità/spessore = 10.6 %
- Rate di deposizione effettivo = 15.9 Å/sec

Analizzando lo specchio realizzato al profilometro è stato individuato anche per questa deposizione lo scostamento tra gli scalini dei due film depositati, in prossimità della discontinuità del film. Anche per questa deposizione la non sovrapposizione degli scalini dei due film è dovuta ai diversi coni di evaporazione e dai diversi percorsi che gli atomi di evaporante dei due materiali seguono durante l'evaporazione. È stato possibile quindi misurare gli spessori dei singoli film separatamente oltre allo spessore totale, nonostante la superficie di film di alluminio non sia stata sufficiente per la misura di rugosità di quest'ultimo. Le misure dell'altezza degli scalini sono 10, distribuite tra i due scalini ed equidistanti. Della misura *1d* non è stato possibile determinare lo spessore dei singoli film perché in quella posizione gli scalini dei due film sono sovrapposti.

Come per la deposizione precedente gli spessori misurati per ogni film sono tra loro sensibilmente diversi da scalino a scalino. Per il film di alluminio si passa da uno spessore medio di 121.6 nm ad uno spessore medio di 183 nm, per il film di fluoruro di magnesio si passa da uno spessore medio di 180.6 nm ad uno spessore medio di 96.7 nm per lo scalino opposto. Complessivamente però lo spessore totale medio dello specchio depositato è analogo per i due scalini e misura 293 nm.

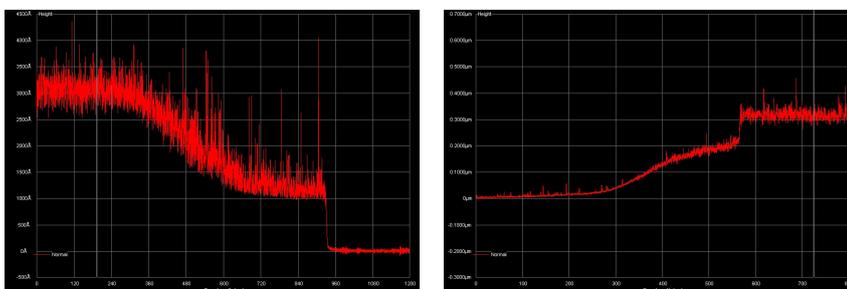


Figura 6.26: a sinistra, profilo dello scalino *s*; a destra, profilo dello scalino *d*

Durante la misura degli spessori è stata individuata una differenza tra i profili dei due scalini. Per le misure *s* la deposizione è caratterizzata dallo scalino del film di alluminio molto netto e quello del fluoruro di magnesio molto graduale; per le misure *d* la situazione è opposta, il passaggio dalla superficie del substrato al film di alluminio avviene gradualmente e lo scalino del fluoruro di magnesio è ripido e ben definito. La situazione è raffigurata in figura 6.26. Anche questo fatto è dovuto ai diversi coni di evaporazione e alle diverse dinamiche di evaporazione tra diversi materiali.

Per la misura della rugosità media del film di fluoruro di magnesio sono state eseguite 10 misure distribuite uniformemente sulla superficie.

Anche per questa deposizione il funzionamento della microbilancia al quarzo è stato di dubbia attendibilità. Lo spessore medio del film di alluminio relativo allo scalino d si discosta dallo spessore misurato dalla microbilancia dell' 8.5 %. Lo spessore medio dell'alluminio relativo allo scalino opposto si discosta dal valore misurato del 39.2 %. Mediamente lo spessore del film di alluminio si discosta del 25.6 % da quanto misurato dalla microbilancia. Nonostante gli spessori misurati dello scalino d si avvicinino maggiormente a quanto rilevato durante la deposizione, tutti gli spessori effettivi calcolati risultano incompatibili con il valore misurato dalla microbilancia. Il rate di deposizione effettivo per l'alluminio è risultato essere minore di quanto misurato dalla microbilancia a causa del minore spessore depositato. Non è possibile valutare le misurazioni per la deposizione del fluoruro di magnesio perché non è stato possibile ottenere misure attendibili durante la deposizione.

6.3.3 X deposizione

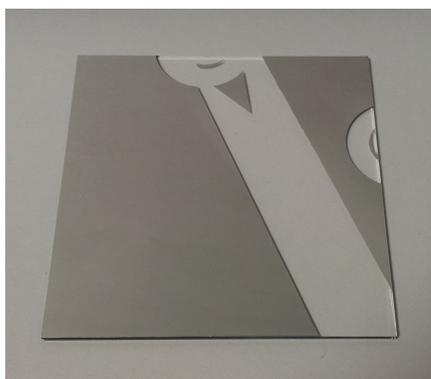


Figura 6.27: risultato della decima deposizione, MgF_2 su Al.

Parametri di deposizione dell'alluminio:

Parametro	Valore
Data	30/10/2012
Materiale	Al
Substrato	vetro borosilicato
Pulizia del substrato	acetone + propanolo
Pressione iniziale della camera	$1.5 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$6 \cdot 10^{-6}$
Temperatura del substrato	temperatura ambiente
Corrente di filamento	27.4 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	2 Å/sec
Tempo totale di deposizione	9 min
Spessore finale (microbilancia)	90 nm

Parametri di deposizione del fluoruro di magnesio:

Parametro	Valore
Data	30/10/2012
Materiale	MgF ₂
Substrato	Al
Pulizia del substrato	nessuna
Pressione iniziale della camera	/
Pressione della camera durante la deposizione	$7.0 \cdot 10^{-6}$
Temperatura del substrato	temperatura ambiente
Corrente di filamento	25.0 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	$7.0 \text{ \AA/sec} \rightarrow 1.2 \text{ \AA/sec}$
Tempo totale di deposizione	2 min 12 sec
Spessore finale (microbilancia)	30 nm

L'obiettivo di questa deposizione è stata la realizzazione di uno specchio di alluminio ricoperto da un film di fluoruro di magnesio avente qualità migliori rispetto agli specchi precedentemente realizzati.

Facendo riferimento a [7] e [3], per questa deposizione entrambi i film sono stati depositati a temperatura ambiente, diversamente da quanto accaduto nelle deposizioni precedenti. L'alluminio, dopo la fase di fusione a shutter chiuso, è stato depositato lentamente con rate medio misurato di 2.0 \AA/sec senza il verificarsi di oscillazioni accentuate. In un tempo totale di 9 minuti è stato depositato uno spessore, misurato dalla microbilancia, di 90 nm. Mantenendo in vuoto la camera è stato cambiato il crogiolo per la successiva deposizione del fluoruro di magnesio. Questo viene lasciato fondere con lo shutter chiuso con una corrente di filamento di 25.0 mA, ed all'apertura dello shutter a fusione completata la corrente è stata portata al valore di 27.4 mA per ottenere velocità di deposizione apprezzabili. Inizialmente il rate di deposizione misurato dalla microbilancia si è attestato sul valore di 7 \AA/sec , per poi scendere durante la deposizione al valore medio di 1.2 \AA/sec . La deposizione del fluoruro di magnesio è durata 2 minuti e 12 secondi per uno spessore totale di 30 nm.

Il risultato della deposizione è in figura 6.27, lo specchio presenta una superficie lucida di colore grigio, riflettente nel visibile, molto diversa dalle superfici degli specchi realizzati precedentemente.

Misure eseguite sui film sottili depositati:

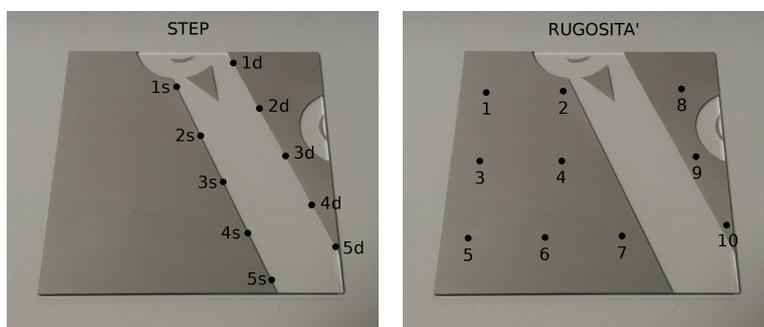


Figura 6.28: punti di misura della decima deposizione.

Misura	Step (nm)	Misura	Step (nm)
1s	97.5	1d	90.2
2s	89.8	2d	91.5
3s	89.5	3d	94.1
4s	86.6	4d	93.5
5s	85.3	5d	92.4

Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1	17.5	22.1
2	15.3	19.3
3	14.6	18.5
4	14.8	18.5
5	14.4	18.0
6	16.2	21.0
7	15.5	19.6
8	13.6	17.4
9	14.2	17.8
10	18.3	23.4

Dati ricavati:

- Rugosità media = 15.4 Å
- Spessore reale medio = 91.0 nm
- Rugosità/spessore = 1.7 %

Per la misura degli spessori sono state eseguite 10 misure di altezza distribuite tra i due scalini ed equidistanti. Durante l'analisi al profilometro è stato rilevato che, diversamente dai precedenti specchi di alluminio realizzati, non si ha lo scostamento tra gli scalini dei due film depositati, nelle scansioni si individua un unico scalino i cui spessori sono inseriti in tabella. È stato quindi possibile misurare unicamente lo spessore complessivo della deposizione.

La rugosità media è stata calcolata a partire da 10 misure di rugosità distribuite uniformemente sulla superficie. Questa è nettamente inferiore rispetto alla rugosità media della superficie degli altri specchi di alluminio realizzati.

La misura di spessore complessivo eseguita dalla microbilancia ammonta a 120 nm, quindi lo spessore complessivo ricavato dalle misure si discosta del 24.2 % rispetto a quanto rilevato dalla microbilancia. Non potendo misurare al profilometro gli spessori dei singoli film non è possibile valutare la compatibilità delle misure di spessore e rate di deposizione eseguite durante la deposizione.

6.3.4 XI deposizione



Figura 6.29: risultato dell'undicesima deposizione, Al su vetro.

Parametri di deposizione dell'alluminio:

Parametro	Valore
Data	5/11/2012
Materiale	Al
Substrato	vetro borosilicato
Pulizia del substrato	acetone + propanolo
Pressione iniziale della camera	$2 \cdot 10^{-6}$
Pressione della camera durante la deposizione	$4.6 \cdot 10^{-6}$
Temperatura del substrato	temperatura ambiente
Corrente di filamento	27.1 mA
Rate di deposizione (microbilancia)	1.5 Å/sec
Tempo totale di deposizione	9 min 15 sec
Spessore finale (microbilancia)	90.4 nm

In questa deposizione è stato realizzato uno specchio di alluminio senza copertura di fluoruro di magnesio con un processo di deposizione analogo a quello per l'alluminio della deposizione precedente, con lo scopo di verificare l'inesattezza delle misure di spessore della microbilancia e dunque stimare lo spessore di fluoruro di magnesio della deposizione precedente.

L'alluminio all'interno del crogiolo è stato fuso, a shutter chiuso, con una corrente di filamento di 24,6 mA. All'apertura dello shutter la corrente di filamento è stata portata al valore di 27.1 mA, molto prossimo a quello utilizzato nella precedente deposizione di alluminio. Il rate di deposizione oscilla tra gli 0.5-2.5 Å/sec, nell'intorno del valore di 1.5 Å/sec.

Il film realizzato è raffigurato in figura, la superficie è di colore grigio, lucida, e riflettente nel visibile, caratteristiche analoghe allo specchio realizzato nella deposizione precedente.

Misure eseguite sul film sottile depositato:

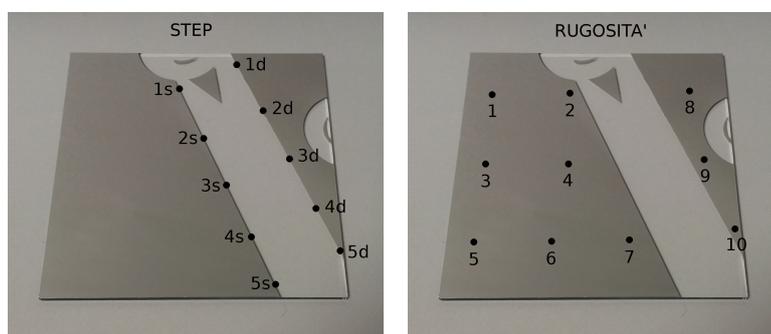


Figura 6.30: punti di misura dell'undicesima deposizione.

Misura	Step (nm)	Misura	Step (nm)
1s	78.8	1d	73.8
2s	75.4	2d	75.7
3s	72.9	3d	76.1
4s	67.5	4d	74.6
5s	75.6	5d	74.2

Misura	Ra (Å)	Rq (Å)
1	21.4	27.2
2	14.1	18.4
3	15.3	19.1
4	12.9	16.2
5	16.8	21.2
6	14.7	18.3
7	16.4	21.4
8	13.3	16.6
9	16.9	21.4
10	17.5	22.7

Dati ricavati:

- Rugosità media = 15.9 Å
- Spessore reale medio = 74.5 nm
- Rugosità/spessore = 2.1 %
- Rate di deposizione effettivo = 1.3 Å/sec

Lo spessore medio reale medio del film depositato è stato ricavato da 10 misure di altezza equidistanti, in corrispondenza dei due scalini. Per entrambi gli scalini è stato rilevato che dalla misura 1 alla misura 5 gli scalini sono sempre meno netti, a causa della non aderenza della striscia di alluminio al substrato che ha creato una zona d'ombra dai contorni sempre meno definiti. Globalmente, i valori di spessore misurati sono tendenzialmente costanti, non si hanno andamenti crescenti o decrescenti lungo la direzione di misurazione e non sono stati riscontrati notevoli differenze tra le altezze dei due scalini.

La rugosità media è stata ricavata da 10 misure di rugosità uniformemente distribuite sulla superficie del film.

È stata posta particolare attenzione sulla correttezza delle misure della microbilancia. Lo spessore reale medio ricavato risulta essere il 17.6 % inferiore rispetto a quanto misurato durante la deposizione. Il rate di deposizione effettivo si discosta di poco da quanto misurato, nonostante però i due valori non siano compatibili.

6.3.5 Osservazioni

La realizzazione degli specchi di alluminio protetti con film sottile di fluoruro di magnesio è risultata difficoltosa e molto sensibile ai parametri di deposizione.

I film di fluoruro di magnesio depositati nella VI deposizione sono caratterizzati da una rugosità superficiale molto elevata, e dai risultati ottenuti si nota che la rugosità del film depositato sul wafer di silicio è mediamente superiore rispetto a quella ottenuta per il film sul vetro borosilicato. Diversamente accade per l'alluminio, la cui rugosità media vale circa un decimo di quella del fluoruro di magnesio. Da quanto ottenuto solo l'alluminio ha una struttura approssimabile a quella modellizzata in *zona II* come descritto nel capitolo 2. La struttura del fluoruro di magnesio, il cui profilo è rappresentato in figura 6.31, invece si identifica come quella modellizzata in *zona I*, è evidente la struttura a colonne

costituita da agglomerati disordinati e l'assenza di isole cristallizzate ordinate. La deposizione dell'alluminio è avvenuta a temperatura ambiente tranne per l'ultimo lasso di tempo, mentre la deposizione del fluoruro di magnesio è avvenuta con il riscaldamento del substrato. La struttura ottenuta quindi non è compatibile con quanto illustrato nella teoria, secondo la quale all'aumentare della temperatura del substrato si ottiene una cristallizzazione più ordinata del film.

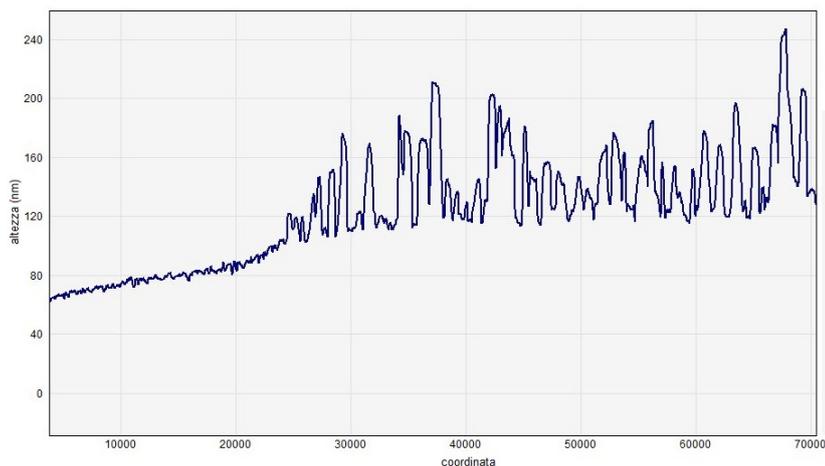


Figura 6.31: profilo del film di MgF_2 . Sulla sinistra della figura la sezione piana corrisponde al profilo del film di Al.

Anche per la IX deposizione il film di alluminio è stato depositato a temperatura ambiente e il fluoruro di magnesio alla temperatura di 300°C . I risultati di rugosità superficiale sono elevati analogamente agli specchi precedenti, il profilo del film di fluoruro di magnesio infatti è lo stesso di figura 6.31, varia unicamente il valor medio di rugosità. Anche per questo film la struttura a colonne e disordinata dà origine a fenomeni di scattering che fanno apparire opaca la superficie del film depositato. La superficie dell'angolo meno opaco del resto della superficie è stata rilevata una rugosità sensibilmente inferiore rispetto agli altri punti di misura, quindi si ha un minor scattering.

La procedura di ottimizzazione del processo di deposizione degli specchi è avvenuta parallelamente alle deposizioni dei film di fluoruro di magnesio, trattati precedentemente. Per la X deposizione infatti alluminio e fluoruro di magnesio sono stati depositati a temperatura ambiente. Durante l'analisi del risultato della deposizione sono stati notati i seguenti aspetti:

- non sono stati individuati gli scalini distinti dei due film depositati diversamente dagli specchi realizzati precedentemente;
- la rugosità media è di molto inferiore rispetto alle rugosità superficiali precedenti, più prossima ai valori di rugosità dei film di fluoruro di magnesio depositati sul vetro o di quelle dell'alluminio;
- lo spessore reale medio ricavato dalle scansioni è molto prossimo allo spessore misurato dalla microbilancia del film di alluminio, i due differiscono infatti del 1 %;

- il colore della superficie risulta essere grigio senza alcuna traccia di arancione, diversamente dagli specchi precedenti;

queste considerazioni porterebbero portare ad affermare che non è stato depositato il film di fluoruro di magnesio, ma è stato depositato unicamente il film di alluminio. Questo però significherebbe che la misura di spessore della microbilancia relativo al film di alluminio è compatibile con quanto realmente depositato, cosa mai accaduta per le deposizioni precedenti.

La corretta deposizione dei due film è stata dimostrata dal film sottile realizzato nella XI deposizione. Questo è stato depositato utilizzando gli stessi parametri dell'alluminio della deposizione precedente, senza modificare le impostazioni della microbilancia. Il film di alluminio così ottenuto ha uno spessore medio di 74.5 nm, minore dello spessore di 90 nm relativo alla precedente deposizione. Da questo si deduce che lo specchio realizzato nella X deposizione è costituito da un film sottile di alluminio dello spessore di circa 75 nm e da un film sottile di fluoruro di magnesio dello spessore di circa 15 nm.

Da quanto ottenuto si deduce un comportamento diverso del fluoruro di magnesio a seconda del substrato su cui viene depositato. Per le deposizioni sul vetro temperature elevate consentono di ottenere strutture ordinate e bassi valori di rugosità, come ottenuto per le deposizioni degli strati antiriflesso. Per le deposizioni su alluminio invece all'aumentare della temperatura di deposizione si ottiene una struttura a colonne che porta ad una superficie rugosa, mentre a temperatura ambiente si ottiene una struttura ordinata ed omogenea.

Un'ulteriore prova della presenza del film di fluoruro di magnesio nella X deposizione è data dall'analisi della riflettività. Utilizzando lo spettrofotometro sono state misurate la riflettività dello specchio protetto dal fluoruro di magnesio e dello specchio di solo alluminio, per lo spettro compreso tra i 185 nm e i 500 nm ed un angolo di incidenza θ_i di 40° . Le curve di riflettività ottenute sono graficate in figura 6.32.

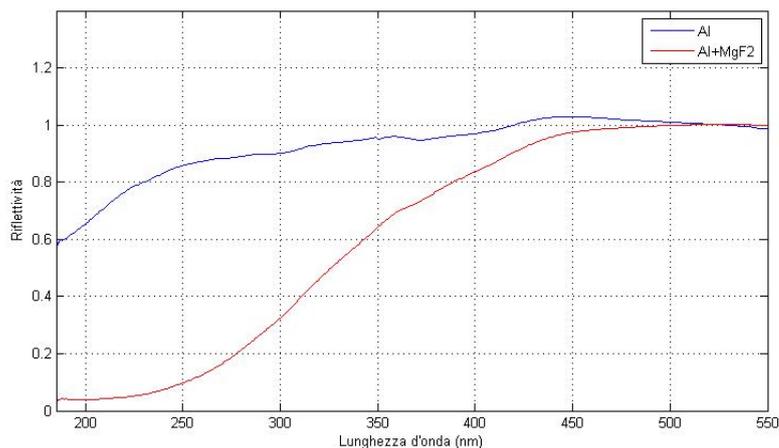


Figura 6.32: riflettività dello specchio Al+MgF₂ e dello specchio Al.

I due specchi hanno comportamenti diversi, in particolare la riflettività dello

specchio protetto dal fluoruro di magnesio decresce più velocemente al diminuire della lunghezza d'onda, rispetto alla riflettività dello specchio di solo alluminio. Come riferito in [2], il calo di riflettività per entrambi gli specchi può essere dovuto alla rugosità che fa sì che la componente dell'onda incidente parallela alla superficie si accoppi con i plasmoni di superficie del metallo, causando un calo di riflettività. I *plasmoni di superficie* sono onde evanescenti che si propagano in direzione parallela alla superficie del film metallico in questione. Questi vengono eccitati quando il vettore d'onda della rugosità è minore del rapporto $\frac{\omega}{c}$, mentre quando è maggiore la rugosità influisce con i fenomeni di scattering. Diversamente da quanto accade nello scattering, per cui la riflettività decresce all'aumentare della lunghezza d'onda, la diminuzione di riflettività dovuta ai plasmoni di superficie è limitata ad una banda ben definita di cui è possibile determinare la lunghezza d'onda alla quale è centrata mediante la relazione

$$\lambda_{sp} = \lambda_p \sqrt{1 + \epsilon}$$

in cui λ_p rappresenta la lunghezza d'onda del plasmone caratteristica del metallo, ϵ corrisponde alla costante dielettrica del mezzo da cui proviene l'onda elettromagnetica che incide sul metallo, e λ_{sp} corrisponde alla lunghezza d'onda del plasmone di superficie, ovvero la lunghezza d'onda a cui si verifica il minimo di riflettività. Quest'ultima vale 117 nm all'interfaccia vuoto/Al, mentre vale 152 nm all'interfaccia MgF₂/Al.

I due film di alluminio in questione sono stati realizzati con parametri di deposizione analoghi, dunque è corretto affermare che sono caratterizzati dalla stessa rugosità superficiale. Il calo di riflettività relativo allo specchio Al+MgF₂ è però traslato rispetto a quello dello specchio di solo alluminio. Questo è dovuto al film di fluoruro di magnesio, i cui indici di rifrazione e costante dielettrica sono diversi da quelli dell'aria, quindi la lunghezza d'onda del plasmone di superficie è maggiore e comporta un calo di riflettività per lunghezze d'onda maggiori.

Dalle curve di riflettività ricavate non è però possibile apprezzare l'aumento di riflettività che si verifica nell'intorno dei 120 nm, caratteristico degli specchi di alluminio, a causa dei limiti di analisi imposti dallo spettrofotometro utilizzato. Solitamente infatti gli specchi di alluminio vengono utilizzati per l'estremo ultravioletto, per lunghezze d'onda nell'intorno dei 120 nm, valori per cui la riflettività torna ad assumere valori elevati perché esterni dalla banda di eccitazione dei plasmoni di superficie.

7 Conclusioni

Dalle deposizioni realizzate in questo lavoro è stato possibile verificare le dinamiche di evaporazione illustrate nella teoria. In particolare, dalle deposizioni del cromo è stato possibile verificare che l'uniformità dello spessore dei film depositati varia in funzione della posizione del substrato, in relazione alla distanza dal target di evaporante. È stato verificato inoltre che la rugosità superficiale dei film depositati varia dai parametri di velocità di deposizione, temperatura di deposizione e dal materiale di cui è costituito il substrato.

Per il fluoruro di magnesio è stato verificato infatti che a parità di temperatura di deposizione, la rugosità del substrato varia notevolmente a seconda che venga depositato su vetro oppure su un film di alluminio. Su quest'ultimo, si è visto che per ottenere rugosità contenute il fluoruro di magnesio deve essere depositato a temperatura ambiente, diversamente da quanto accade per il vetro per cui è stato visto che rugosità contenute si ottengono con temperature nell'intorno dei 150°C. Gli strati antiriflesso realizzati verificano quanto viene descritto nella teoria dell'interferenza, i minimi di riflettività misurati combaciano con quanto ricavato dalle formule a meno di imprecisioni dovute a deposizioni non uniformi.

Particolarmente difficoltosa è stata la realizzazione di specchi di alluminio protetti da fluoruro di magnesio. Ottenuto il risultato migliore, questo è stato confrontato con uno specchio di solo alluminio per la verifica delle differenze nelle caratteristiche ottiche. L'individuazione dell'eccitazione dei plasmoni di superficie, che si ripercuote nei cali di riflettività per entrambi gli specchi, è stata fondamentale per verificare definitivamente la presenza dello strato di fluoruro di magnesio sul film di alluminio.

Il funzionamento della facility EBD si è rivelato stabile nonostante alcuni problemi riscontrati durante la fase di ventilazione, che però non ne hanno precluso l'utilizzo.

In particolare, il funzionamento della microbilancia al quarzo è stato prevalentemente inattendibile per la misura degli spessori durante la deposizione, tutti i film depositati hanno necessitato infatti un'analisi al profilometro per la misura dello spessore medio. Si suppone che, una volta entrato in funzione il sistema di rotazione planetaria dei substrati, l'attendibilità delle misure di spessore della microbilancia possa aumentare notevolmente. Anche il parametro di tooling ha influito notevolmente, un attento dimensionamento abbinato alla rotazione planetaria porterebbe a misure durante la deposizione molto più accurate. Le misure di rate di deposizione della microbilancia sono state però sostanzialmente attendibili e di primaria importanza per il controllo del processo di evaporazione. È stato necessario agire sempre attivamente sull'intensità del fascio di elettroni emessi dal cannone elettronico, per prevenire evaporazioni

troppo lente o veloci che avrebbero portato a risultati inattesi, come successo per alcune deposizioni.

Per tutte le deposizioni realizzate i livelli di pressione sono stati sufficientemente bassi da non considerare necessaria un'analisi dei film in funzione della quantità di contaminanti in camera. Nel complesso, la deposizione di film sottili si è rivelata un'attività molto sensibile alle condizioni in cui avviene.

Bibliografía

- [1] Philip W. Baumeister, “Optical Coating Technology”, SPIE Press, 2004.
- [2] M. Fernandez-Perea, J. I. Larruquert, J. A. Aznárez, A. Pons, J. A. Méndez, “Vacuum ultraviolet coatings of Al protected with MgF₂ prepared both by ion-beam sputtering and by evaporation”, *Applied Optics* 22, 2008.
- [3] M. Fernandez-Perea, J.A. Aznárez, J. Calvo-Angós, J.I. Larruquert, J.A. Méndez, “Far ultraviolet reflectance variation of MgF₂-protected aluminum films under controlled exposure to the main components of the atmosphere”, *Thin Solid Films* 497, 2006.
- [4] I. Petrova, P. B. Barna, L. Hultman, J. E. Greene, “Microstructural evolution during film growth”, *J. Vac. Sci. Technol.* 21, 2003.
- [5] L. Dumas, E. Quesne, J.-Y. Robic, Y. Pauleau, “Characterization of magnesium fluoride thin films deposited by direct electron beam evaporation”, *J. Vac. Sci. Technol.* 18, 2000.
- [6] I. Lee, W. J. Lee and J. Yi, “Optimization of MgF₂/CeO₂/Si for Antireflection Coatings on Crystalline Silicon Solar Cell”, *Journal of the Korean Physical Society* 39, 2001.
- [7] G. Hass, W. R. Hunter, R. Tousey, “Influence of Purity, Substrate Temperature, and Aging Conditions on the Extreme Ultraviolet Reflectance of Evaporated Aluminum”, *Journal of the Optical Society of America* 12, 1957.
- [8] Temescal, “SuperSource2TM Convertible Electron Beam Turret Source Model STIH-270-2CK/2CKB”, 1997.
- [9] INFICON, “XTM/2 Deposition Monitor Operating Manual”, 2001.
- [10] KLA Tencor, “P-16+ User’s Guide”, 2006.
- [11] http://www.chem.agilent.com/Library/brochures/5990-7786EN_Cary-4000-5000-6000i-UV-Vis-NIR_Brochure.pdf