

UNIVERSITA' DEGLI STUDI DI PADOVA

DIPARTIMENTO DI SCIENZE CHIMICHE

DIPARTIMENTO DI FISICA E ASTRONOMIA

CORSO DI LAURA IN SCIENZA DEI MATERIALI

TESI DI LAUREA

Deposizione di materiali superconduttori tramite tecniche PVD

Relatore: Prof. Antonella Glisenti

Laureando/a: Calise Matteo
1192629

Anno Accademico 2021/2022



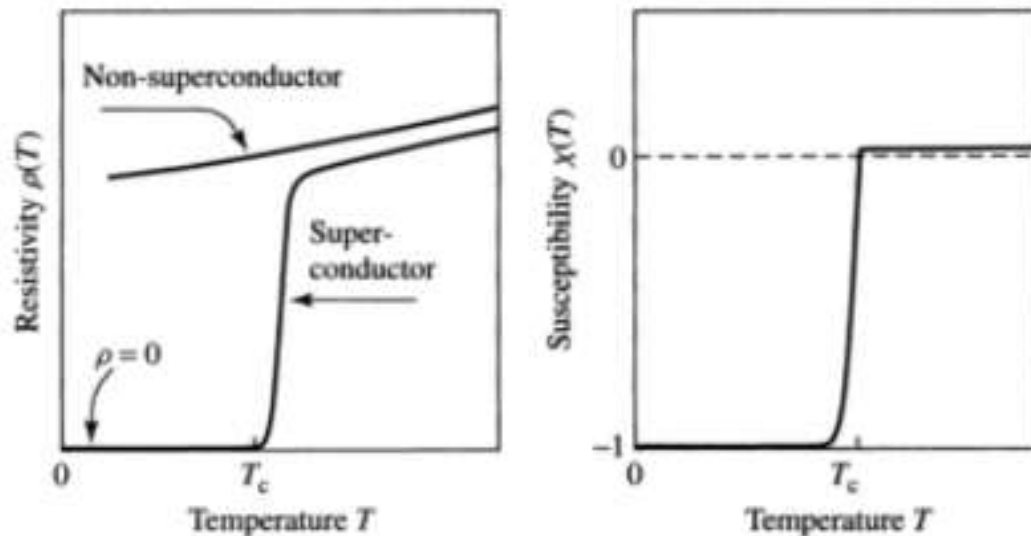
Superconduttori



Heike Kamerlingh
Onnes

Il fenomeno della **superconduttività** venne scoperto nel 1911 da Heike Kamerlingh Onnes, è caratterizzato da:

- Dall'annullamento della resistività a una certa T_c caratteristica di ogni materiale, al di sotto della quale avrò: $\rho = 0$ e quindi $\sigma = \infty$
- Cambio della suscettibilità magnetica χ da un basso valore paramagnetico a $\chi = -1$ cioè il diamagnetismo



Grafici dell'andamento della resistività in funzione della temperatura (a sinistra) e della suscettibilità magnetica sempre in funzione della temperatura (a sinistra) in un superconduttore.

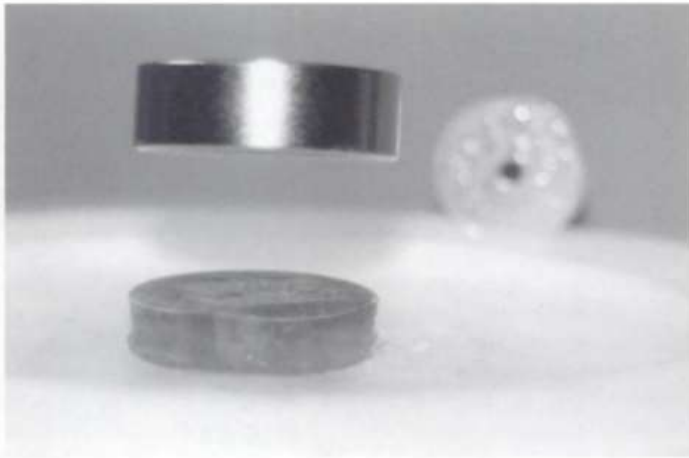


Superconduttori

L'effetto Meissner scoperto nel 1933 da Walther Meissner e Robert Ochsenfeld mostra che: un superconduttore immerso in un campo magnetico B non permette al campo di penetrare al suo interno a causa della legge di Lenz.

Se invece inseriamo il materiale a una $T > T_c$ e poi abbassiamo la temperatura osserveremo come il materiale espelle il campo magnetico.

Possiamo quindi dire che la superconduttività non è semplicemente il fatto di avere una resistività nulla ma è uno stato termodinamico caratterizzato da $\rho = 0$.



Levitazione data dall'effetto Meissner in un superconduttore ad alta T_c di $YBa_2Cu_3O_7$



Scopritori dell'effetto Meissner, da sinistra: Walther Meissner e Robert Ochsenfeld

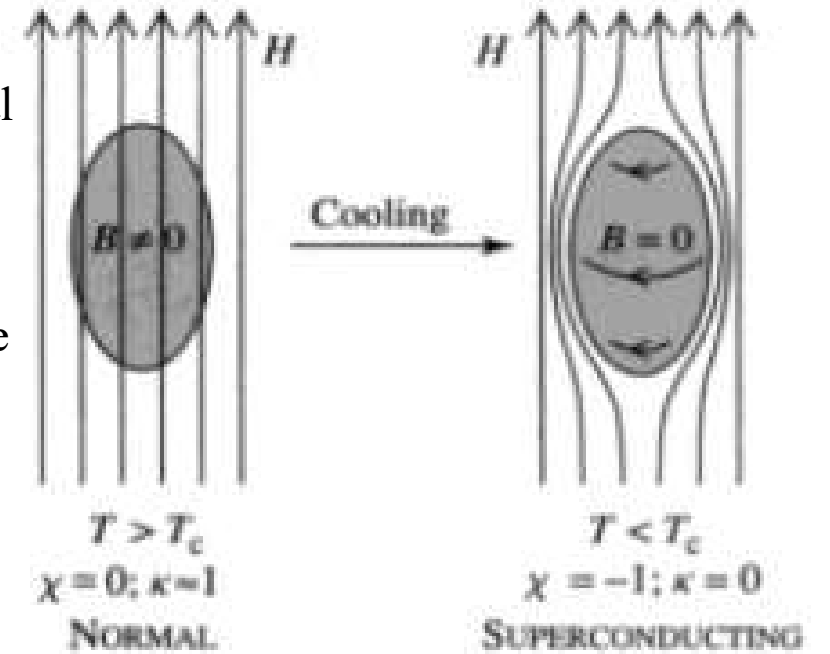


Figura 3: Effetto Meissner in un superconduttore raffreddato fino alla T_c .



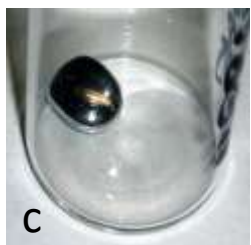
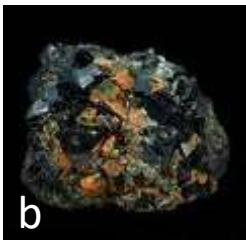
UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

Superconduttori

Superconduttori di tipo I

Caratterizzati da un brusco passaggio dallo stato di Meissner ad uno stato di totale penetrazione del flusso magnetico ad un campo critico detto H_c .

Esempi di superconduttori di tipo I sono: Hg, Al, Sn, In.

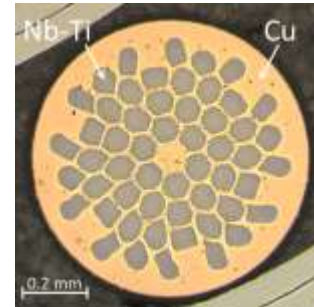


Materiali superconduttori di tipo I: alluminio (a), stagno (b), mercurio (c), Indio (d)

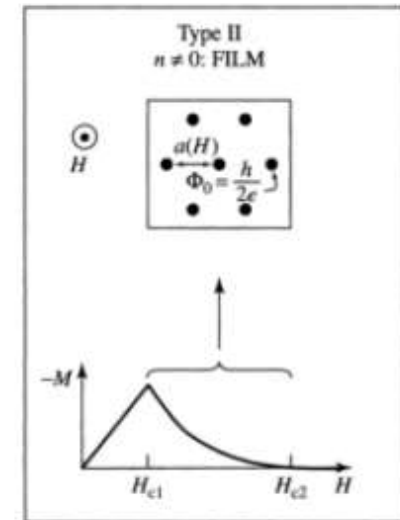
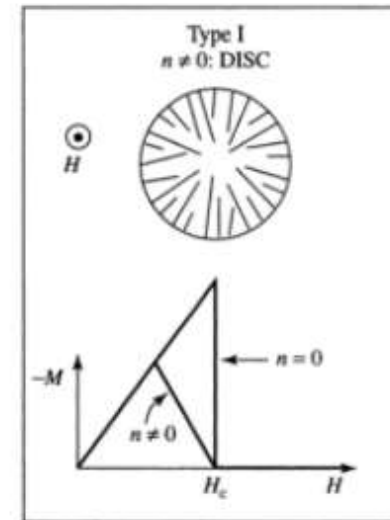
Superconduttori di tipo II

Nei quali si ha il passaggio dallo stato di Meissner a uno stato penetrazione parziale del flusso magnetico ad un campo critico detto H_{c1} mentre ad H_{c2} ho il passaggio a uno stato normale di totale penetrazione.

Materiali con questo comportamento sono ad esempio: Nb_3Sn , NbTi e tutti i cuprati con alta T_c



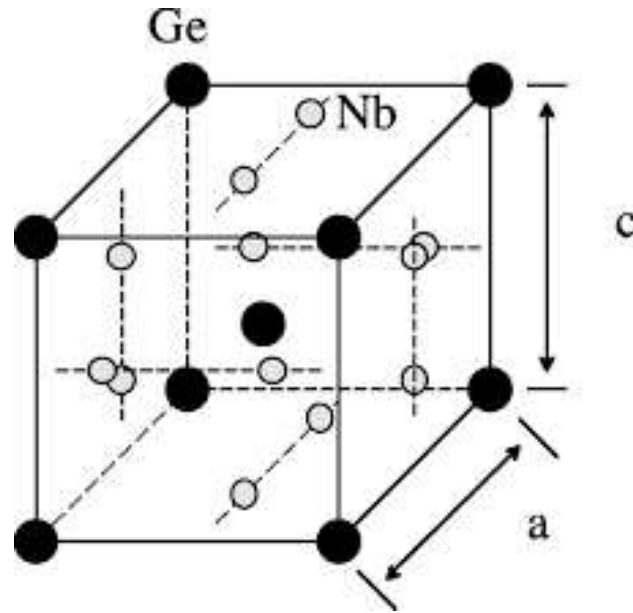
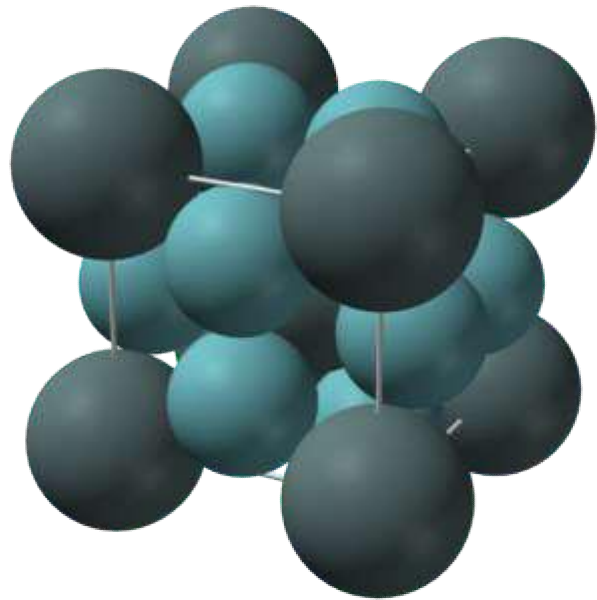
Esempi di due materiali superconduttori di tipo II Nb_3Sn (a), NbTi (b).



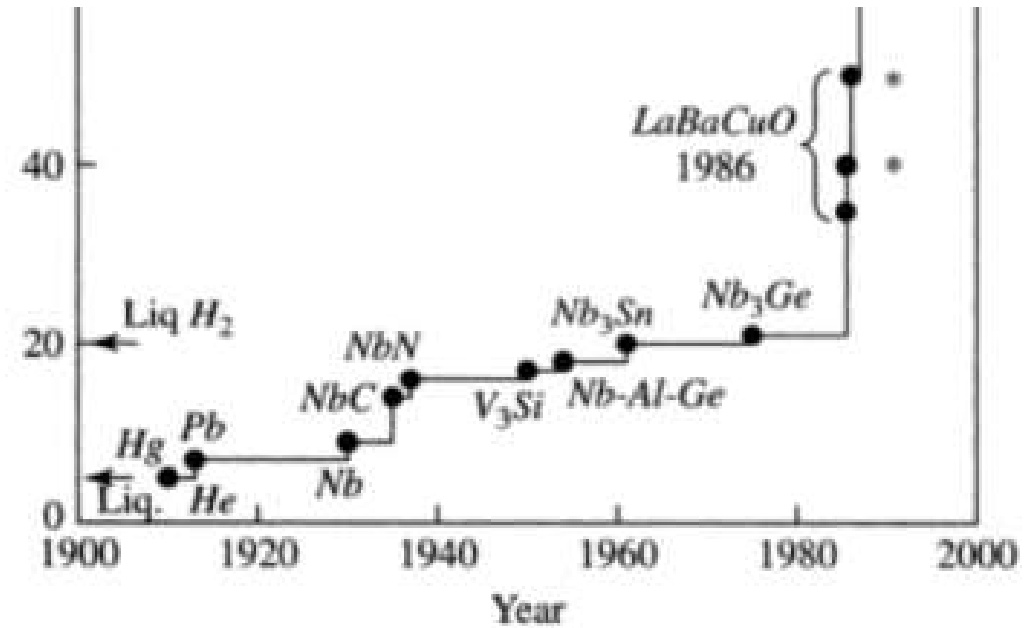
Grafici che mostrano la penetrazione del flusso magnetico nel caso di due semiconduttori di diverso tipo.



Niobio (Nb)



Tc di vari tipi di Superconduttori nell'asse X vediamo anche l'anno nel quale ne sono state scoperte le proprietà

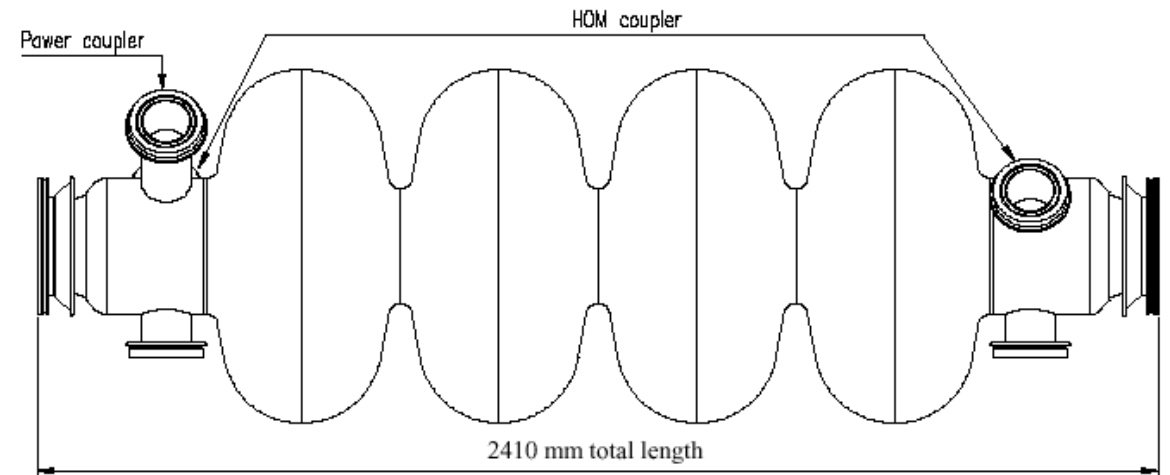


Strutture cristalline del Nb₃Sn (a sinistra) e del Nb₃Ge (a destra), si nota che hanno la stessa struttura essa è chiamata A15. Sono Superconduttori a Tc di 18K e 23,2K.



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

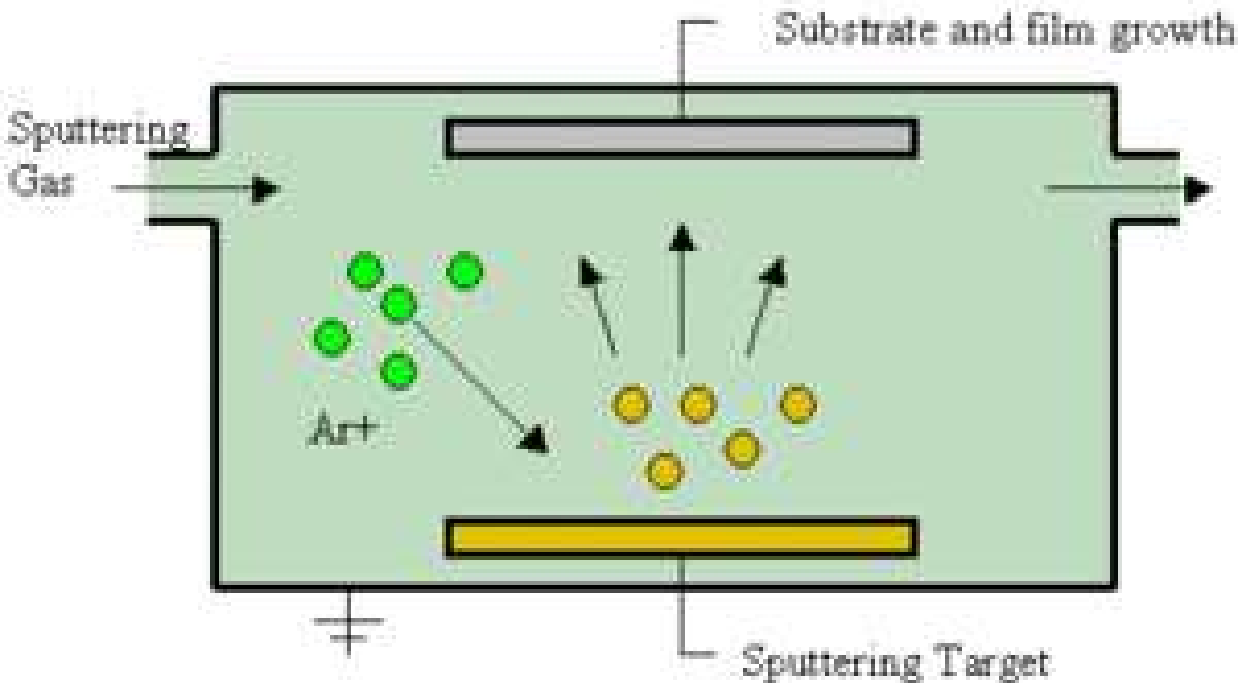
Cavità LEP



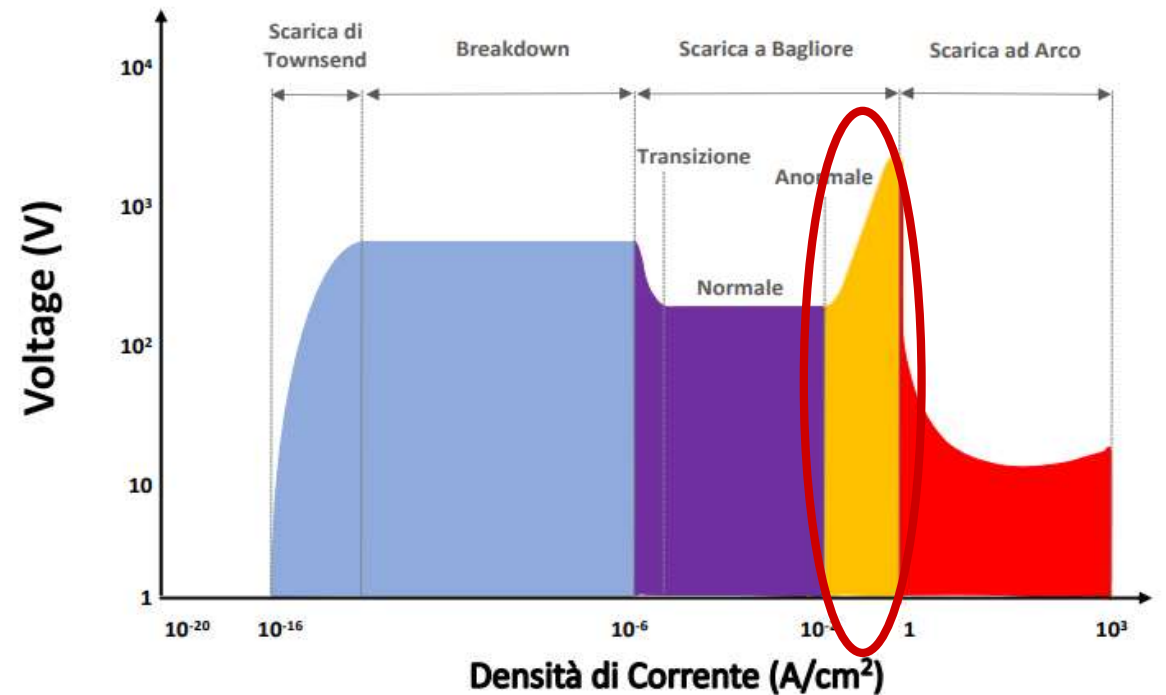
Rappresentazione schematica di cavità LEP

Cavità a radiofrequenza di LEP esposta al CERN

Magnetron Sputtering



Semplice schema di un apparecchio per il Magnetron Sputtering

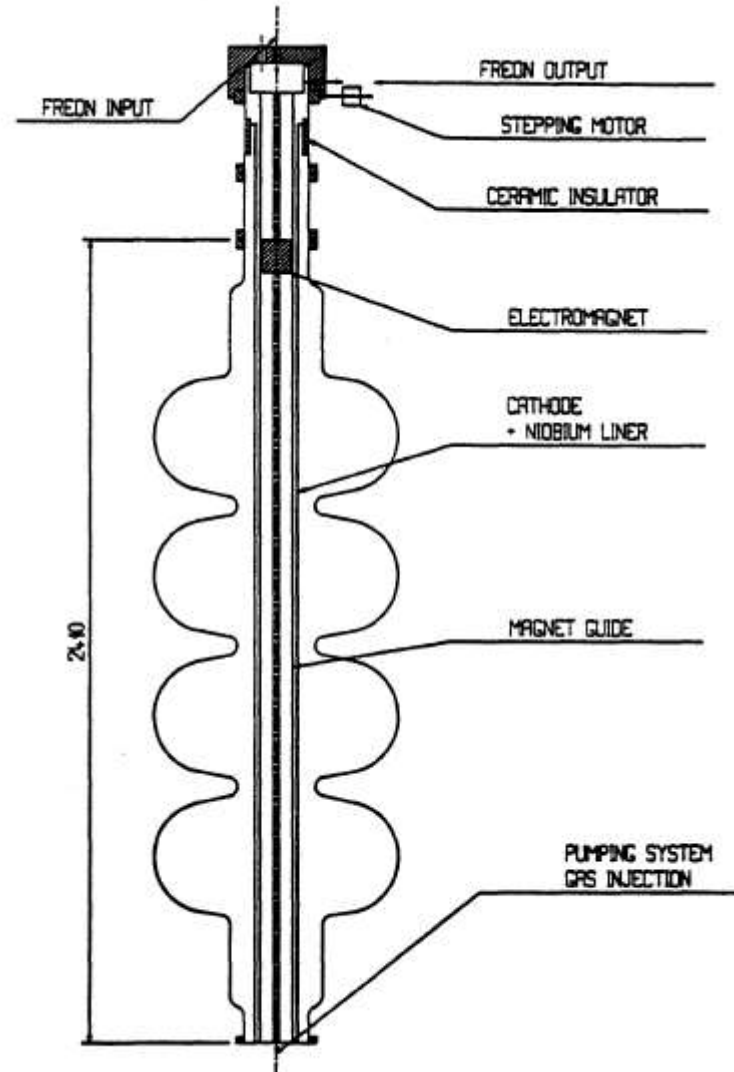
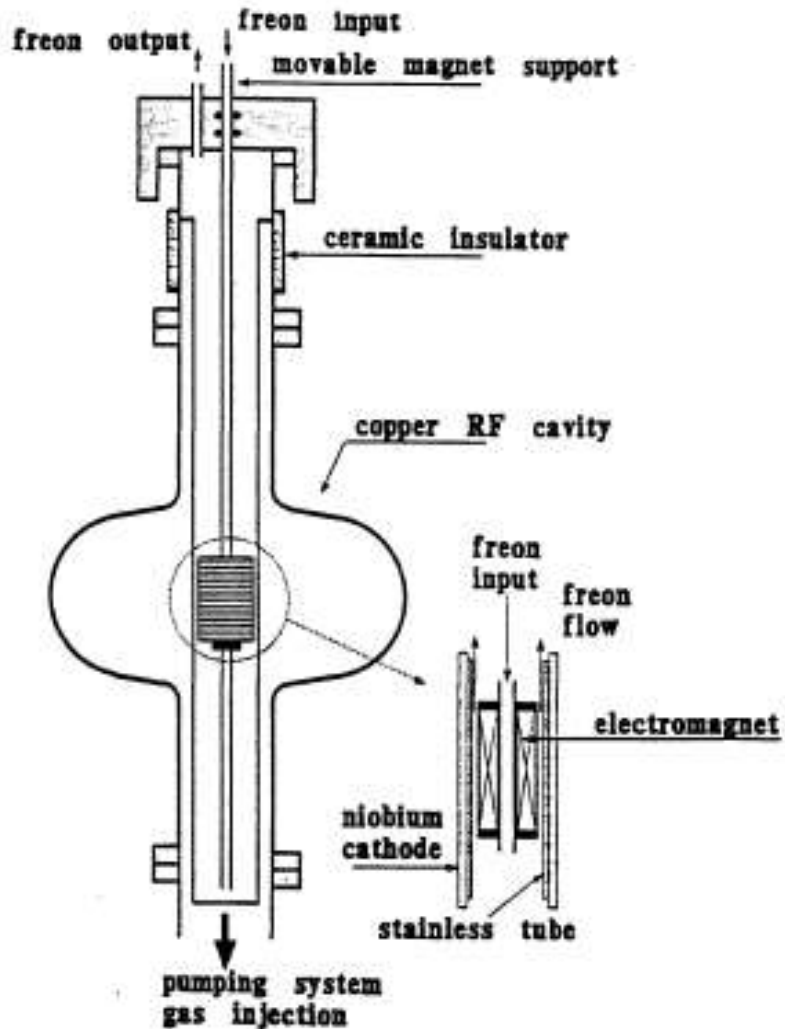


Andamento del voltaggio in funzione della densità di corrente, per effettuare lo sputtering dovremo trovarci nella zona anomala



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

Apparato per la deposizione

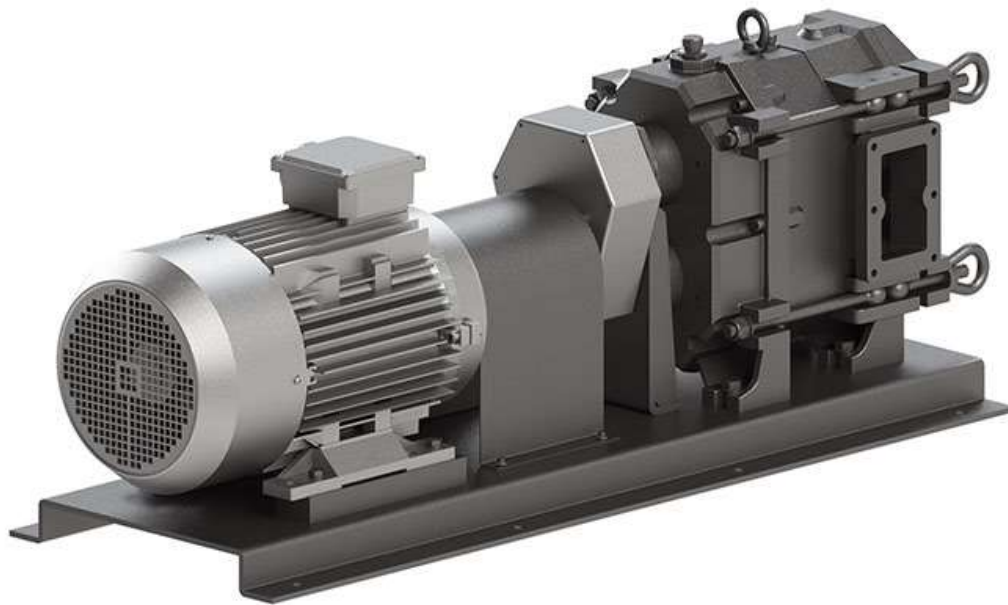


Rappresentazione dell'apparato utilizzato per la deposizione del Niobio all'interno delle cavità a sinistra vediamo il prototipo utilizzato per la deposizione di una singola cella a 500 MHz mentre a destra l'apparato utilizzato per la deposizione in quattro celle a 352MHz



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

Sistema di pompaggio



Esempio a scopo illustrativo di pompa primaria in questo caso si tratta di una pompa rotativa.

Esempio di pompa turbomolecolare utilizzata per raggiungere il range di vuoto richiesto per effettuare lo sputtering all'interno delle cavità.





UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

Preparazione cavità

Le cavità vengono filate ed saldate mediante fascio elettronico tramite una pistola interna. Verranno successivamente sgrassate per rimuovere le impurità fino a 80 pm tramite un bagno chimico, con un secondo bagno chimico otterrò una superficie di rame lucido ($Ra \approx 0,1 \mu m$) con la composizione mostrata in tabella Avverrà un'ulteriore pulizia acqua demineralizzata di elevata purezza ed etanolo.

Sarà successivamente inserito il catodo anteriormente ad un flow wall laminare e si installerà la cavità nel sistema di deposizione e sottoposta ad un baking a 150 °C per 24 ore.



Spettrometro Auger

Elemento	Composizione
Cu	41%
C	36%
O	10%
Cl	8%
N	4%
S	1%

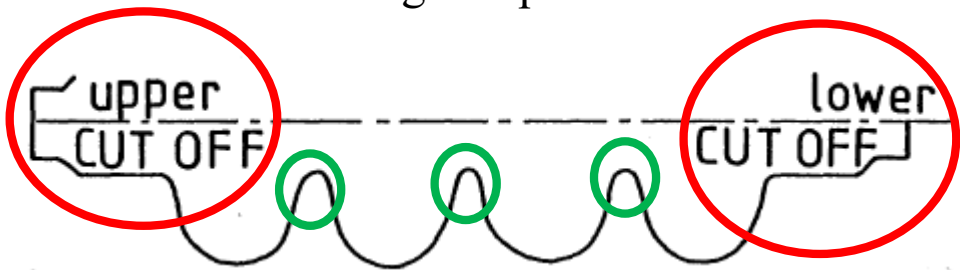
Composizione chimica misurata attraverso spettroscopia Auger, l'ossido superficiale avrà spessore di circa 1 nm



Procedura di deposizione

Fasi della deposizione

- I. Pre-sputtering delle zone di transizione superiore ed inferiore per 4 minuti.
- II. Sputtering del tubo superiore ed inferiore per 36 minuti in questo caso magnete sarà spostato lungo la lunghezza di taglio nell'arco del processo.
- III. Sputtering delle cavità per 50 minuti nel caso delle cavità esterne e per 75 minuti nel caso delle cavità interne con il magnete posizionato al centro della cella.



Schema della cavità dove avviene la deposizione sono segnate in rosso le zone dove avviene la fase II e in verde le zone dove avviene la fase I della deposizione.

	Pressione	i	d.d.p.
I	6×10^{-4} Torr	2A	700V
II	6×10^{-4} Torr	3A	400V
III	6×10^{-4} Torr	15,6A	400V

Vengono qui riportati i dati relativi a pressione, differenza di potenziale e intensità di corrente utilizzati nelle varie fasi della deposizione.



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

Spessore del film

Lo spessore del film non è costante all'interno di tutta la cavità ma varia a seconda della distanza dal catodo e all'angolo rispetto alla normale del catodo, e costante nel caso in cui venga preso in esame un piano perpendicolare all'asse della cavità a causa della simmetria.

Le misurazioni sono state eseguite mediante un microscopio elettronico a scansione su strisce di prova inserite dentro alla cavità.

Avrò quindi spessori variabili: nel caso di cavità singola lo spessore varierà dagli 1,7 μm all'equatore fino a 1,2 μm alle iridi mentre nel caso di deposizione in quattro cavità avrò uno spessore minimo di 0,7 μm agli iridi e un spessore variabile tra 1,5 μm e 2 μm all'interno delle celle.

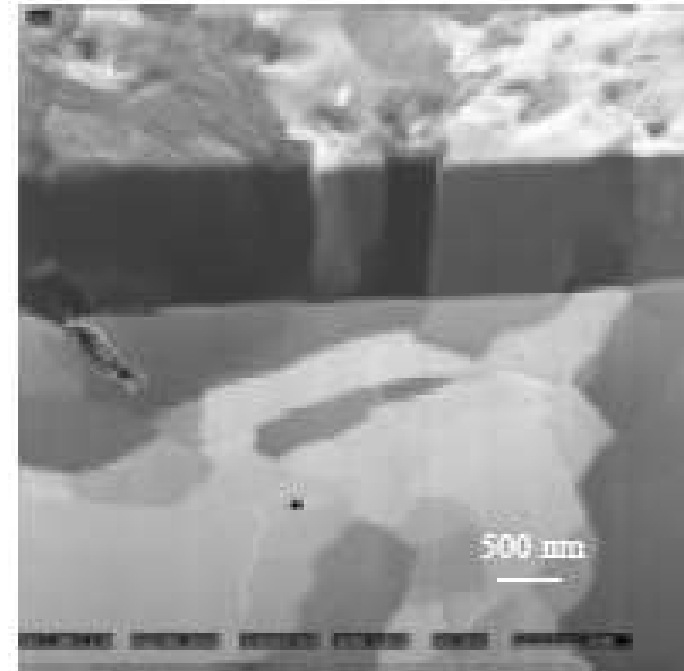
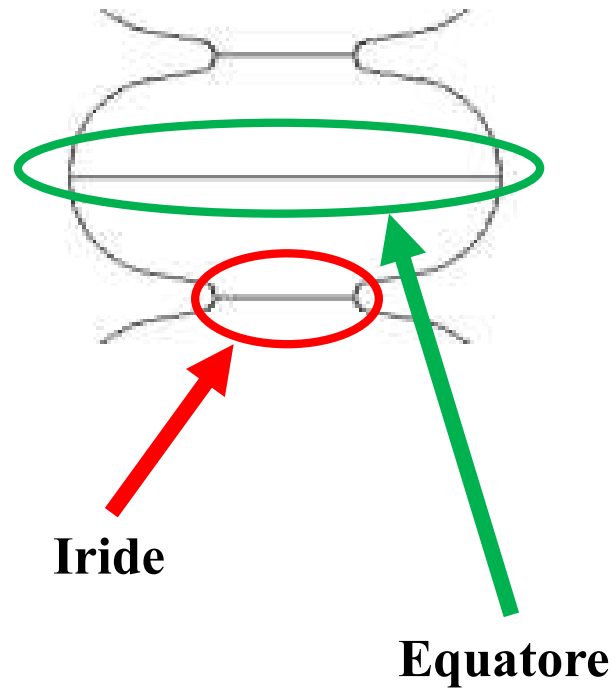


Immagine al microscopio FIB di Niobio depositato su substrato di Rame



Composizione chimica del film

Elemento	Quantità
H	1%
C	0.4%
O	1.6%
Cu	0.06%
Fe	0.005%
N	Non misurato

Viene qui riportata la percentuale di impurezze rilevata dai vari metodi.

Le analisi sono effettuate con diversi metodi quali reazioni nucleari per Carbonio e Ossigeno , analisi ERDA per l'Idrogeno mentre per le misurazioni di Ferro e Carbonio sono effettuate mediante misurazioni di assorbimento atomico eseguite dopo aver eliminato il Rame. I risultati sono riportati in tabella .



Apparato per Elastic Recoil Detection Analysis (ERDA)

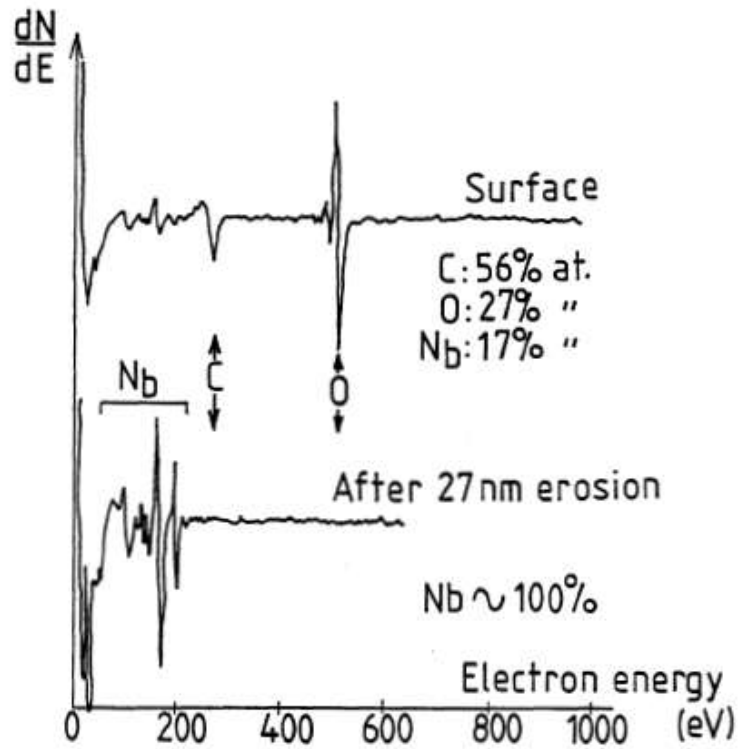


Apparecchiatura per effettuare misure di assorbimento atomico

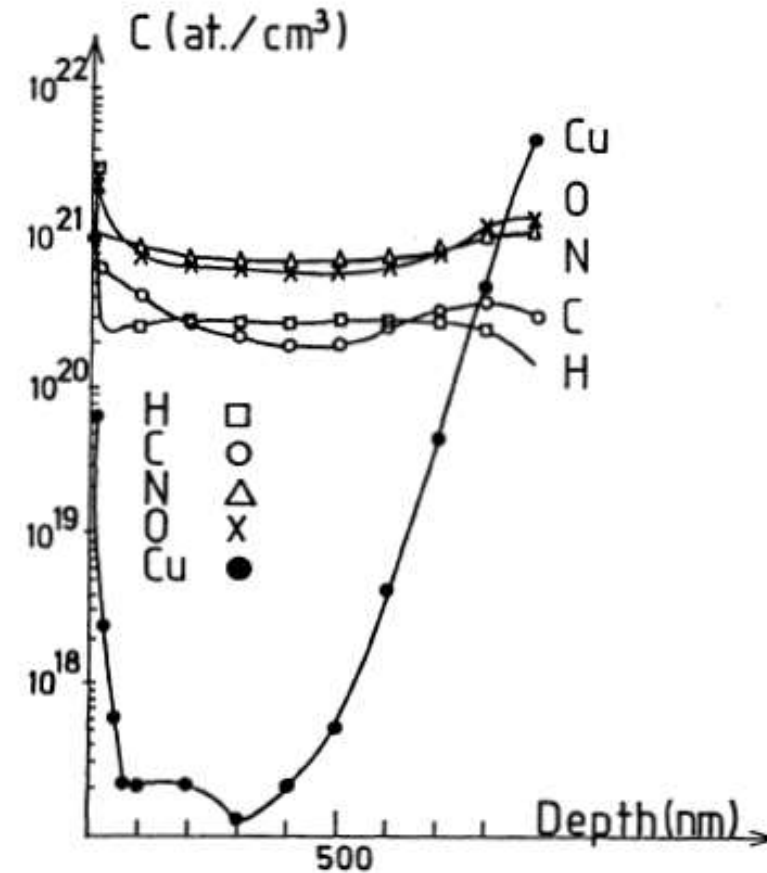


UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

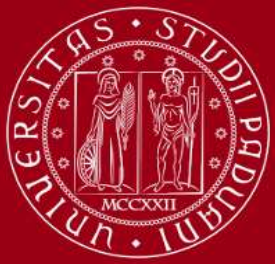
Composizione chimica del film



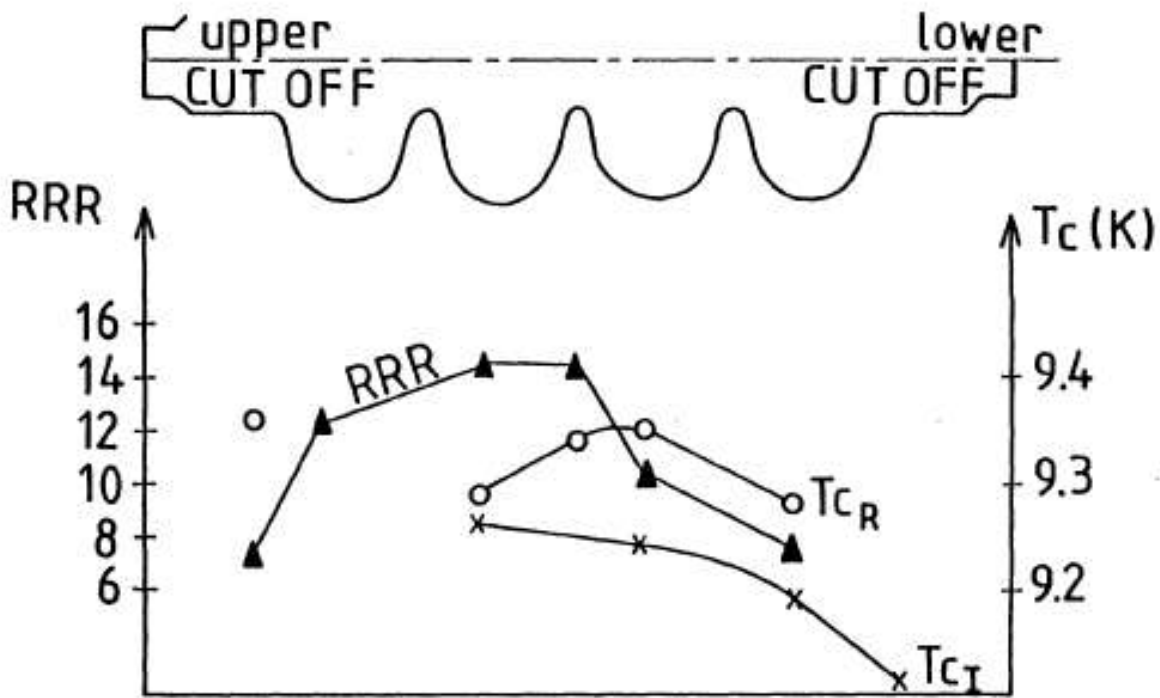
Spettroscopia Auger della superficie e dopo erosione di campione di film



Profilo SIMS delle impurità contenute in un layer di 800 nm di niobio.



Misurazione T_c e RRR

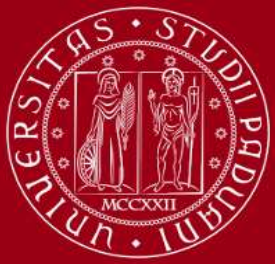


Andamento di T_{cR} , T_{cI} e RRR in funzione della posizione in un sistema a quattro celle.

Come nel caso dello spessore del film anche la temperatura critica e la resistenza residua dipendono dalla posizione all'interno dell'apparato preso in considerazione.

Si può notare come la cella più in basso abbia minori T_c e RRR questo è causato dal fatto che è la cella più vicina al sistema di pompaggio.

La resistenza residua misurata è causata da difetti del film depositato quali impurezze e rugosità superficiali.



• Libri

- Superconductivity: Physics and Applications, Kristian Fossheim, Asle Sudboe 2005, Capitolo 1 pagine da 5 a 18, Capitolo 2 pagine 28,29,30.

• Articoli

- Superconductive Cavities produced by magnetron sputtering of niobium on copper C. Benvenuti, D. Bloess, E. Chiaveri, N. Hilleret, M. Minestrini, W. Weingarten CERN, 1211 GENEVA 23, Switzerland.
- Niobium coating techniques S. Calatroni 2008 *J. Phys.: Conf. Ser.* 114 012006



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

Ringraziamenti

Un sentito ringraziamento al Professor Oscar Azzolini per l'ottimo materiale fornito e per la sua disponibilità nella revisione dell'elaborato.