



centroappunti.it

CORSO LUIGI EINAUDI, 55/B - TORINO

Appunti universitari

Tesi di laurea

Cartoleria e cancelleria

Stampa file e fotocopie

Print on demand

Rilegature

NUMERO: 2511A

ANNO: 2021

A P P U N T I

STUDENTE: Petitto Gabriele

**MATERIA: Tecnologie per le nanoscienze - prof. Lamberti,
prof. Gonnelli**

Il presente lavoro nasce dall'impegno dell'autore ed è distribuito in accordo con il Centro Appunti.

Tutti i diritti sono riservati. È vietata qualsiasi riproduzione, copia totale o parziale, dei contenuti inseriti nel presente volume, ivi inclusa la memorizzazione, rielaborazione, diffusione o distribuzione dei contenuti stessi mediante qualunque supporto magnetico o cartaceo, piattaforma tecnologica o rete telematica, senza previa autorizzazione scritta dell'autore.

**ATTENZIONE: QUESTI APPUNTI SONO FATTI DA STUDENTIE NON SONO STATI VISIONATI DAL DOCENTE.
IL NOME DEL PROFESSORE, SERVE SOLO PER IDENTIFICARE IL CORSO.**

Tecnologie per le nanoscienze (parte Prof. Lamberti)

Gabriele Petitto

Marzo 2021

3.3	Sensori di deformazione: Strain Gauge	46
3.4	Avvicinamento punta-campione	47
3.4.1	Riduttore a leva	47
3.4.2	Riduttore a leva-molla	48
3.5	Motori a passo	49
3.6	Motori a passo piezoelettrici	49
3.7	Sistemi anti-vibranti	50
3.8	Schermaggio dal rumore acustico	51
3.9	Deriva termica	52
3.10	Acquisizione dell'immagine	53
3.10.1	Post processing	54
3.10.2	Ricostruzione della superficie per deconvoluzione	55
3.10.3	Reticoli di calibrazione	55
3.11	Scanning Tunneling Microscopy STM	56
3.12	Atomic Force Microscope AFM	58
3.12.1	Trasduzione della deflessione del cantilever	61
3.12.2	Proprietà dei cantilever e della punta	63
3.13	Altri esempi di SPM	64
3.13.1	Microscopia a forza elettrica EFM	64
3.13.2	Microscopia a forza magnetica MFM	65
3.13.3	Microscopia a risposta piezoelettrica	65
3.14	Altre applicazioni della microscopia a scansione di sonda	66
4	Produzione e lavorazione del silicio	68
4.1	Tecniche di produzione del silicio	68
4.2	Cleanroom	70
4.3	Fotolitografia	72
5	Film sottili	73
5.1	Chemical Vapor Deposition CVD	74
5.1.1	Tecniche CVD	76
5.2	Physical Vapor Deposition PVD	77
5.2.1	Evaporazione	78
5.2.2	Sputtering	82
6	Tecnologie del vuoto	86
6.1	Descrizione dei processi di pompaggio	87
6.1.1	Portata o flusso ponderale	88
6.1.2	Velocità o flusso volumetrico	89
6.1.3	Conduttanza	89
6.2	Meccanismi di flusso dei gas in un condotto	90
6.2.1	Regime molecolare e legge di Knudsen	90
6.3	Classificazione delle pompe	91
6.4	Pompe a variazione di volume	92
6.4.1	Pompe rotative	92
6.4.2	Pompe a membrana	94

Capitolo 1

Microscopia elettronica

1.1 Microscopia elettronica a scansione

La **microscopia elettronica a scansione**, comunemente indicata con l'acronimo **SEM**, a differenza della microscopia ottica, non sfrutta la luce come sorgente di radiazioni.

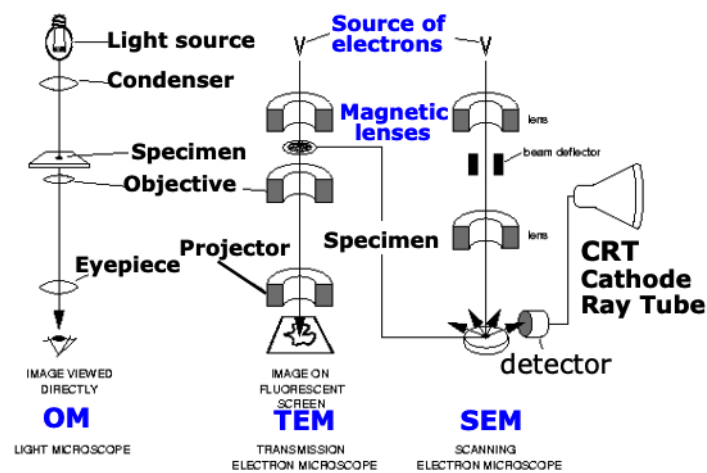


Figura 1.1: Comparazione OM-TEM-SEM

Il fascio viene generato da una sorgente elettronica, tipicamente un filamento in Tungsteno, che emette un flusso di elettroni primari concentrato da una serie di lenti elettromagnetiche e deflesso da una lente obbiettivo. Quest'ultima, oltre a rifocalizzare ulteriormente il fascio, impone allo stesso una deflessione controllata, in modo da permettere la scansione di aree del campione.

1.2.1 Risoluzione nella microscopia ottica

Consideriamo il caso di due onde elettromagnetiche che diffrangono su di una fenditura di ampiezza paragonabile o minore alla lunghezza d'onda dell'onda incidente. Le sorgenti, e quindi gli oggetti, saranno distinguibili quando i massimi delle onde che giungono sullo schermo rivelatore distano tra loro di una distanza maggiore di metà lunghezza d'onda.

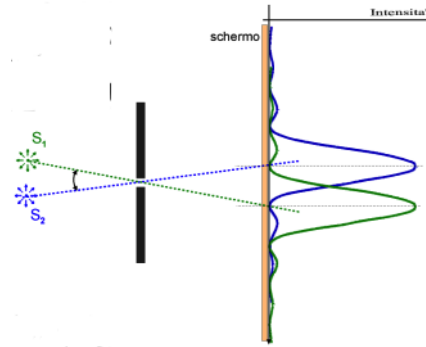


Figura 1.3: Diffrazione di due onde elettromagnetiche

Di conseguenza la risoluzione dei microscopi ottici sarà limitata e dipendente dalla lunghezza d'onda della luce visibile (o al massimo dei raggi UV nel caso di sensori capaci di rilevarli). Il ragionamento si applica in egual modo agli OM, tenendo conto di alcuni fattori aggiuntivi:

$$d = \frac{\lambda}{n \cdot \sin \alpha} \quad (1.1)$$

- λ : lunghezza d'onda dell'onda elettromagnetica con cui si lavora
- n : indice di rifrazione
- α : angolo di apertura dell'obbiettivo

Per avere una risoluzione maggiore è necessario dunque ridurre il fattore d . È possibile intervenire sull'indice di rifrazione aumentandolo (lavorando in immersione ad esempio, interponendo una goccia d'olio $n=1.55$ tra obiettivo e campione) ma la risoluzione rimane comunque molto limitata.

1.2.2 Lunghezza d'onda elettronica

Dalla fisica quantistica sappiamo che ad ogni elettrone è associata un'onda di lunghezza d'onda data dalla relazione di de Broglie:

$$\lambda = \frac{h}{(mv)} \quad (1.2)$$

- il **numero atomico** del campione: maggiore è il numero atomico e minore sarà la distanza media che gli elettroni percorrono prima di collidere, perché ci sono più particelle (protoni) con cui interagire.

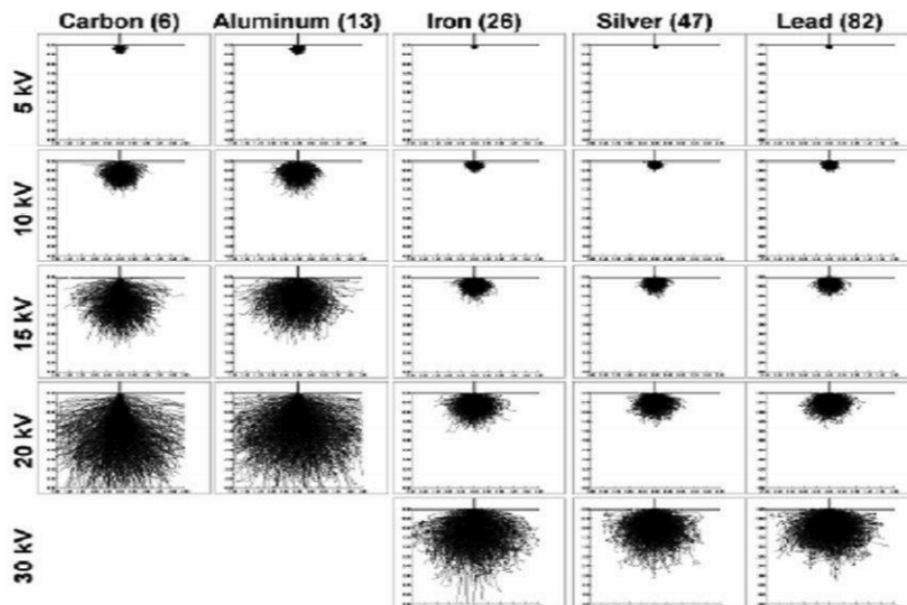


Figura 1.5: Dipendenza del volume d'interazione da NA e dalla tensione

La formazione delle immagini per microscopia elettronica a scansione dipende dall'acquisizione di segnali dalle interazioni fascio di elettroni-campione. Queste interazioni possono essere divise in due categorie:

- interazioni elastiche, caratterizzate da una perdita di energia trascurabile e da un ampio angolo di deflessione. Gli elettroni incidenti che sono "scattered" con un angolo di deflessione > 90 prendono il nome di **elettroni retrodiffusi (backscattered, BSE)**.
- interazioni anelastiche, caratterizzate da un basso angolo di scattering e un'elevata perdita di energia da parte dell'elettrone incidente. Questa perdita dipende dal fatto che gli elettroni del campione siano eccitati singolarmente o collettivamente e dalla loro energia di legame. Da tali interazioni vengono generati gli **elettroni secondari (SE)** che sono soliti possedere una energia $< 50eV$

Tutti i segnali che non sono generati da interazioni elastiche/anelastiche derivano da meccanismi di stabilizzazione:

- raggi x
- elettroni di Auger
- catodoluminescenza

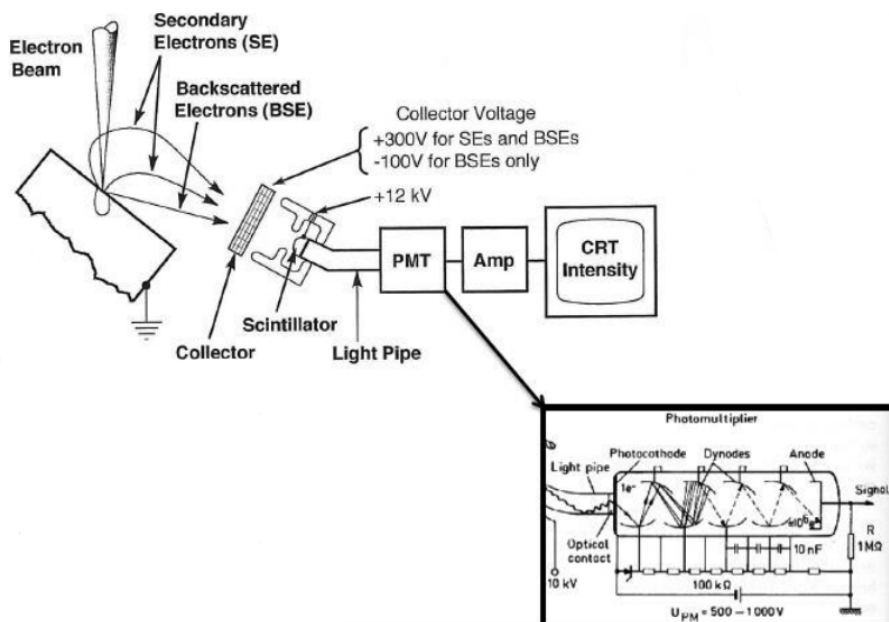


Figura 1.7: Detector Evengart-Thornley

Il detector di elettroni secondari è posto al lato della camera elettronica, in un angolo, in modo da incrementarne l'efficienza.

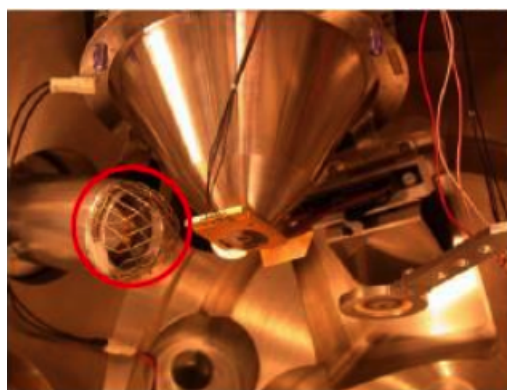


Figura 1.8: Detector Evengart-Thornley nella camera del microscopio

L'immagine topografica dipende dal numero di elettroni secondari che raggiungono il detector, il quale, a sua volta, dipende dall'angolo di incidenza dei SE: un corpo sulla superficie apparirà in ombra se l'angolo di incidenza non è abbastanza ampio da superare gli ostacoli superficiali permettendo al detector di rilevare gli elettroni secondari.

rileva BSE è costituito da una gabbia di Faraday polarizzata non più negativamente per attrarre elettroni (come nel caso dei SE), ma negativamente, per essere sicuri che gli elettroni che oltrepassano la barriera di potenziale siano quelli ad alta energia, cioè gli elettroni retrodiffusi.

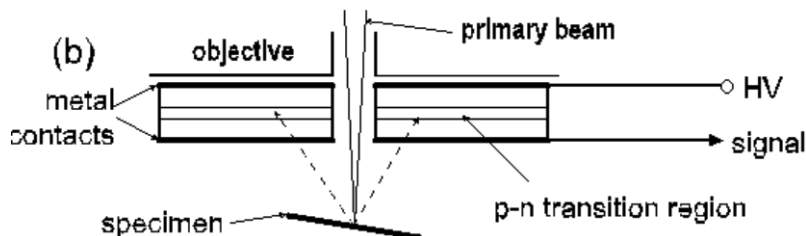


Figura 1.11: Detector di elettroni backscattered

Come già accennato i BSE sono fondamentali nel fornire un'analisi composizionale del campione: maggiore è il numero atomico del campione, più grandi sono i nuclei atomici e quindi maggiore è il numero di elettroni del fascio incidente che subiscono interazioni elastiche.

Definiamo resa di backscattering la percentuale di elettroni retrodiffusi sul totale di quelli incidenti:

$$\%_{BSE} = \frac{\#BSE}{\#e_{tot}} \tag{1.4}$$

Essa è dipendente dal numero atomico del campione (es.: 6% nel carbonio, 50% nel tungsteno o nell'oro).

I BSE hanno, generalmente, un'energia $> 50eV$, per questo ad essi è spesso associata una risoluzione minore ($\approx 1\mu m$) rispetto ai SE ($\approx 10nm$). Come possiamo vedere dalla Figura 1.13, l'analisi topografica è nettamente migliore con i SE, ma nell'immagine ottenuta mediante BSE si distinguono bene le due diverse composizioni degli elementi.

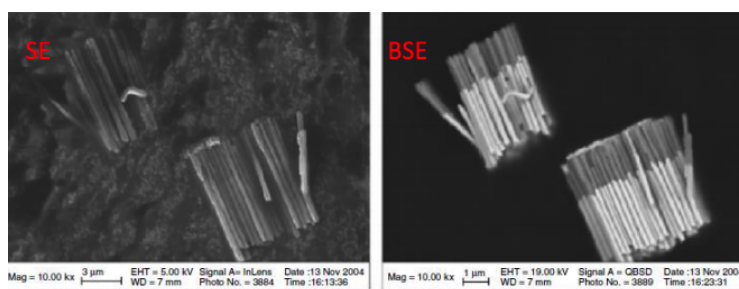


Figura 1.12: Comparazione dell'immagine fornita da SE e da BSE per una eterostruttura di nanoelementi di Nichel/Oro

E' possibile a volte, per alcuni sistemi di microscopia elettronica, acquisire una combinazione di entrambe le immagini fornite da SE e BSE:

analisi chimica del campione che permette di determinare le specie chimiche che lo compongono analizzando i raggi-X emessi dall'interazione dello stesso con il fascio elettronico incidente: se un elettrone incidente provoca l'espulsione di un elettrone appartenente alla shell più interna di un atomo del campione, un altro elettrone, appartenente alla shell più esterna, decadrà emettendo raggi-X per riequilibrare l'atomo allo stato fondamentale.

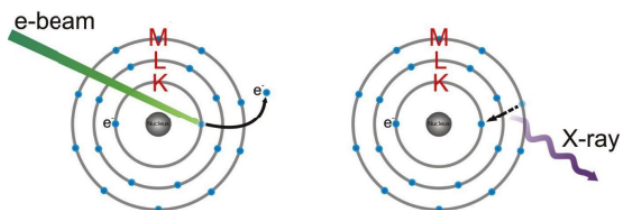


Figura 1.15: Emissione di raggi-X in seguito al decadimento di un elettrone

I raggi-X che riescono ad uscire invariati dal campione hanno un'energia che è caratteristica dell'atomo che li ha emessi. Altri invece riescono sì ad uscire dal campione, ma perdendo energia lungo il percorso: sono difatti inutili all'analisi chimica del campione e costituiscono esclusivamente un fondo di rumore (Bremsstrahlung).

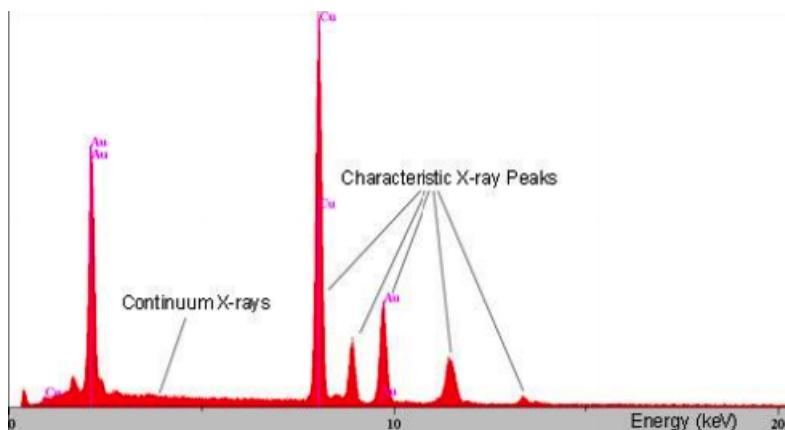


Figura 1.16: Spettro di raggi-X

N.B.: Elementi simili hanno simile energia di trasmissione dunque non è possibile individuare in modo univoco la specie chimica in base ai raggi-X caratteristici: sta a chi analizza escludere elementi in base a ciò che si conosce del campione

Un detector di raggi-X è simile a quello per BSE, esso sfrutta l'interazione tra i fotoni X e il semiconduttore di cui è fatto il sensore (Silicio drogato con Litio protetto da una finestra di Berillio o da un polimero organico): il fotone genera nel cristallo coppie elettrone-lacuna che, in presenza del campo elettrico applicato alle due facce del rivelatore, generano impulsi di corrente proporzio-

1.3.4 Elettroni di Auger

L'emissione di elettroni Auger avviene, così come per i raggi-X, per via di un meccanismo di stabilizzazione, in particolare per bilanciare la ionizzazione di un atomo del campione dovuta all'interazione tra il fascio primario incidente e un elettrone di una sua shell interna. Il processo di generazione è quasi del tutto simile a quello dei raggi-X con la differenza che, in questo caso, l'energia rilasciata dall'elettrone che decade è tale da permettere ad un terzo elettrone (elettrone di Auger) di abbandonare l'atomo.

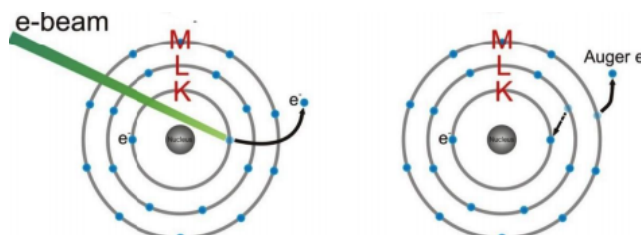


Figura 1.19: Emissione di elettroni di Auger in seguito al decadimento di un elettrone

Anche gli elettroni Auger hanno una loro (bassa) energia caratteristica e sono quindi usati per analisi composizionali, nonostante siano generati da zone molto più superficiali dei SE e ciò farebbe pensare ad un loro impiego come segnali per analisi topografiche.

1.3.5 Catodoluminescenza

La catodoluminescenza è anch'essa un fenomeno che ha origine dal riequilibrio degli atomi ionizzati dopo interazioni con il fascio di elettroni primario. A differenza dei raggi-X e delle emissioni Auger, la catodoluminescenza emette l'energia necessaria per stabilizzarsi sotto forma di fotoni nello spettro degli infrarossi e degli ultravioletti. Tali segnali sono, ancora una volta, raccolti da un conduttore ottico e amplificati da un fotomoltiplicatore. Essi trasportano informazione sulle transizioni energetiche (solitamente nei semiconduttori) ma possono anche essere utilizzati per imaging nonostante diano una risoluzione non elevatissima ($100\text{nm} \sim 300\text{nm}$): conteggiando e plottando sulla scala di grigi i fotoni derivanti da catodoluminescenza, è possibile compiere un'analisi (non distruttiva) dei difetti e delle impurità superficiali del campione.

1.3.6 Transmitted electrons

Le metodologie di analisi viste fin ora sono tutte basate sulla rilevazione dei segnali dovuti all'interazione tra elettroni e fascio primario. È possibile però compiere un'indagine del campione anche attraverso i "transmitted electrons", ovvero gli elettroni del fascio primario trasmessi attraverso il campione, rilevati attraverso un opportuno detector posto "dietro" di esso. Perché sia possibile,

- ++ COME SI SUDDIVIDONO TUTTE LE TIPOLOGIE DI ELETTRONI
GENERATI?++
- ++ COME SONO SUDDIVISI ENERGETICAMENTE O SPAZIALMENTE?
++
++ COME POSSONO ESSERE RILEVATI?
- ++ CHE TIPO DI INFORMAZIONE PUÒ ESSERE RICAVATA DAI
DIVERSI SEGNALI?
- ++ COME VARIA IL VOLUME AL VARIARE DELL'ACCELERAZIONE
DEGLI ELETTRONI DEL FASCIO PRIMARIO O DEL PESO ATOMICO
DEL CAMPIONE?++
- ++ COME UN'INTERAZIONE DI RILASSAMENTO POSSA ESSERE
USATO PER COMPIERE UN'ANALISI COMPOSIZIONALE (RAGGI X,
AUGER ...)?
- ++ QUALE IMMAGINE E' OTTENUTA DA BSE E DAGLI SE?++
- ++ DA COSA SONO STATE ESTRATTE QUESTE IMMAGINI
(RAGGI-X) E COME SONO STATE ASSEMBLATE? ++

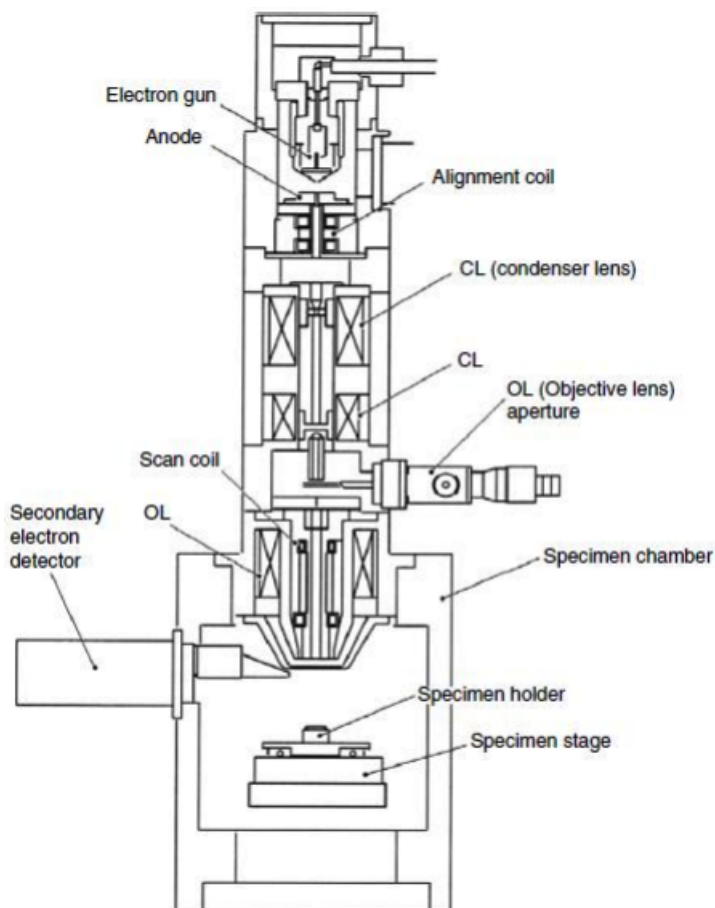


Figura 2.1: Configurazione di un microscopio elettronico a scansione

2.1 Electron Guns

Una electron gun che sia ottimale deve avere alcune fondamentali caratteristiche:

- essere stabile, sia nel tempo sia dal punto di vista delle emissioni energetiche (può creare difetti in fase di focalizzazione, come per esempio l'aberrazione cromatica)
- generare elevate correnti, ma soprattutto elevate brillanze (percentuale di elettroni che incidono sulla superficie con un determinato angolo solido)
- spot molto piccolo
- permettere di modificare l'energia del fascio
- bassa dispersione di energia
- tempo di vita lungo, è molto difficile cambiare una camera ad ultra vuoto

Esistono principalmente due famiglie di electron guns:

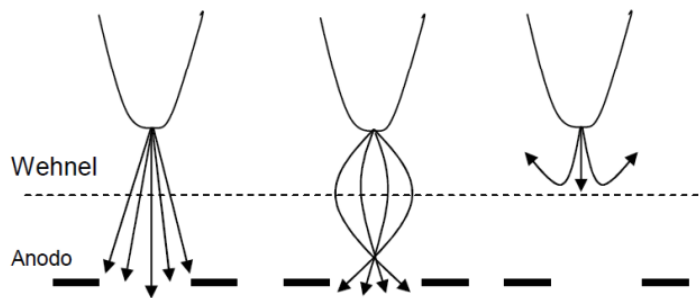
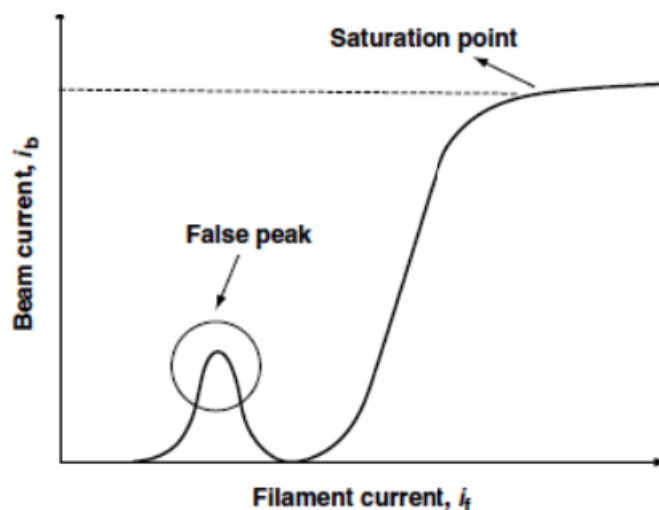


Figura 2.3: Effetto rispettivamente di un bias nullo, equilibrato ed eccessivo

- anodo, accelera gli elettroni ed opera una seconda collimazione

Come si può vedere dalla Figura ?? ad elevate correnti di filamento la corrente del fascio primario satura ad un valore stabile, per questo la maggior parte delle volte si lavora in saturazione. Esiste poi un falso picco che avviene prima della saturazione, la cui causa non è ancora totalmente spiegata, che si verifica per determinate sorgenti termoioniche. Può avere senso lavorare al falso picco, nonostante sia un punto di lavoro instabile, quando si necessitano di correnti di fascio non elevate: in questo modo si possono ottenere tali valori di correnti per basse correnti di filamento, aumentando quindi la vita dello stesso.



Il fine vita di questo tipo di pistole elettroniche si verifica con il burnt-out del filamento: questo si scalda in maniera eccessiva e si "buca", il materiale fuso si accumula su un'estremità.

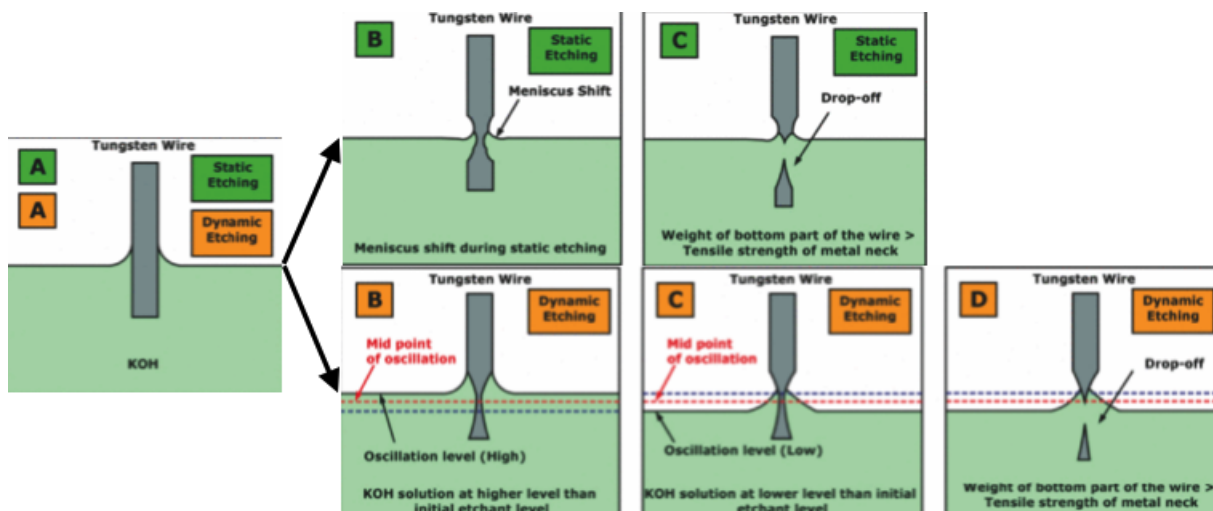


Figura 2.6: Etching elettronico statico e dinamico

La punta di Tungsteno è quindi montata su un apparato che applica due differenze di potenziale molto elevate, una per estrarre gli elettroni, l'altra per accelerarli. L'unico importante svantaggio che presenta questa tipologia di pistole elettroniche è che queste necessitano di un ultra-vuoto molto alto per stabilizzare l'emissione di elettroni dalla sorgente. In base alle condizioni in cui lavorano le guns a emissioni di campo vengono distinte in:

- **Could Field Emission (CFE) Sources** , sono sorgenti che lavorano a temperatura ambiente: le emissioni dipendono esclusivamente dal campo elettrico applicato, la corrente di fascio primario è molto bassa ma può raggiungere elevate brillanze. Queste sorgenti necessitano di una procedura detta "flashing" per cui vengono portate, per pochi secondi, a temperature molto elevate (sopra i 1500 °C) per eliminare le impurezze e i gas assorbiti sulla punta.
- **Termal Field Emission (TFE) Sources** (o emettitori Schottky), lavorano ad alte temperatura: l'emissione del fascio primario avviene sia per effetto termoionico sia per effetto di campo. Le elevate temperature evitano il depositarsi di impurezze sulla punta, ragion per cui tali sorgenti necessitano di un basso livello di vuoto.

2.2 Lenti elettromagnetiche

Le lenti elettromagnetiche sono utilizzate per focalizzare (o defocalizzare) il fascio di elettroni primario. In realtà, la maggior parte delle lenti che sono usate in microscopia ottica sono lenti magnetiche, questo deriva dal fatto che spesso i campi elettromagnetici possono causare più difetti in fase di gestione del fascio (aberrazioni).

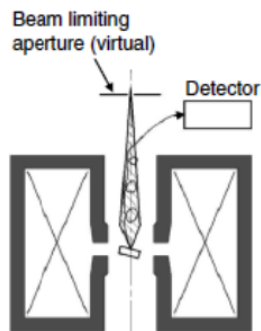


Figura 2.8: Lente a immersione

Le lenti in-lens sono anche insensibili agli elettroni secondari di tipo 3 (SE3), dei segnali d'interferenza generati dalle interazioni dei BSE con gli elementi del microscopio. Questo permette loro di individuare con più precisione alcune densità di carica superficiali (contaminazioni di materiale organico):

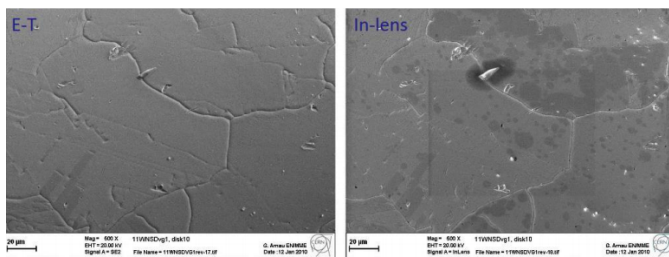


Figura 2.9: Osservazione SEM con lenti in-lens

- **lenti snolker**, uniscono l'asimmetria delle lenti pin hole al fine controllo del campo magnetico caratteristico delle lenti in-lens. Il campo magnetico è generato all'interno delle lenti ma si estende al di fuori di esse, tale configurazione permette, mantenendo una bassa aberrazione, di risolvere gli svantaggi relativi alle dimensioni del porta campione e alla posizione del detector che, per via dell'asimmetria, può essere posizionato appena al lato del campione

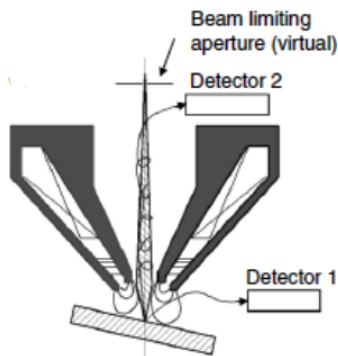


Figura 2.10: Lente Snolker

Un modo per intervenire sull'aberrazione sferica senza perdere risoluzione è introdurre dei correttori, ovvero dei poli magnetici che aiutano ad applicare il campo magnetico in modo uniforme.

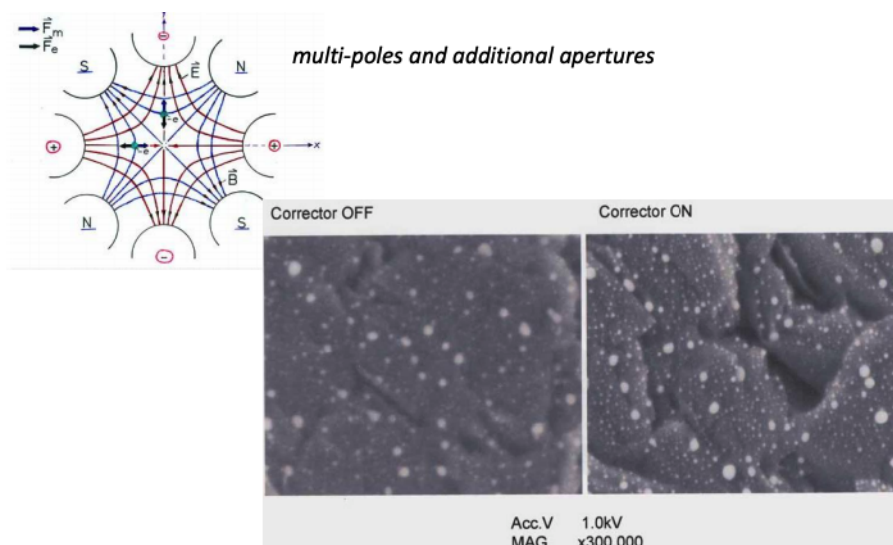


Figura 2.12: Effetto dei correttori sull'aberrazione sferica

2.2.2 Aberrazione cromatica

È un difetto del quale, in diversa misura, sono affetti tutti i sistemi ottici a lenti ed è dovuta al diverso valore di rifrazione delle lunghezze d'onda che compongono la luce che passa attraverso il mezzo ottico: per radiazioni policromatiche le componenti dello spettro con lunghezza d'onda più corta vengono rifratte maggiormente rispetto a quelle con lunghezza d'onda più lunga, causando una dispersione dell'immagine sul piano focale.

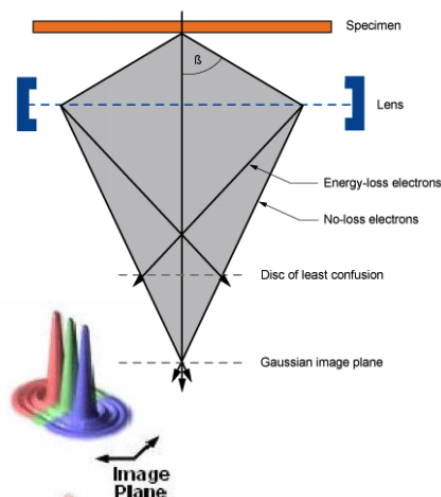


Figura 2.13: Aberrazione cromatica

2.3 Colonna ad ultra-vuoto

Due parametri caratterizzanti la colonna ad ultra-vuoto che possono facilmente essere regolati sono:

- l'apertura
- la working distance (la distanza di lavoro)

Vediamo come questi influiscono sulla qualità dell'immagine ed in particolare sulla profondità di campo, ovvero la zona in cui gli oggetti nell'immagine appaiono ancora nitidi e sufficientemente focalizzati. Come si può facilmente intuire, la profondità di campo dipende dalla convergenza del fascio elettronico primario: più questa è bassa e meno l'apertura dello spot aumenta spostandosi in profondità, la "depth of field" aumenta.

2.3.1 Aperture

Una o più aperture possono essere poste all'estremità terminale della colonna ad ultra-vuoto per escludere gli elettroni più divergenti portando ad una diminuzione dell'angolo di convergenza degli elettroni.

La Figura 2.16 mostra come a parità di distanza di lavoro (posizione del campione rispetto alla parte terminale della colonna) si abbia un fascio più convergente e dunque maggiore profondità di campo:

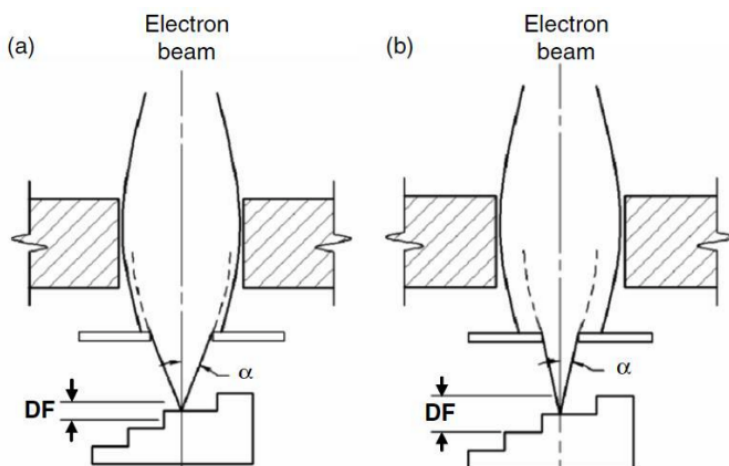


Figura 2.16: Aumento della convergenza del fascio dovuta alla presenza di aperture

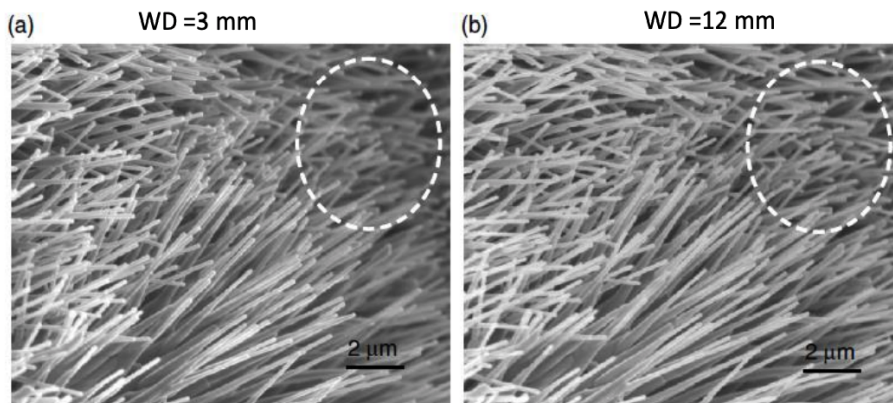


Figura 2.19: Effetto della distanza di lavoro sulla profondità di campo

N.B.: Questi due parametri aumentano solo la depth of field e non la risoluzione, anzi, possono peggiorarla!

2.4 Enviromental SEM (ESEM)

Fino ad ora abbiamo discusso microscopi elettronici a scansione con colonne e camere ad ultra-vuoto che fossero in grado di:

- evitare lo scattering degli elettroni
- mantenere un'alta tensione stabile
- prolungare la vita della sorgente di elettroni (il filamento)
- ridurre le contaminazioni

In particolare creando vuoti molto spinti è possibile ottenere un cammino libero medio degli elettroni superiore alla lunghezza della colonna:

<u>P</u>	<u>MFP</u>
10^5 Pa	660 Å.
10^{-3} Pa	6.6 m
10^{-7} Pa	6600 m

Figura 2.20: Cammino libero medio in relazione a diversi valori di vuoto

Esiste tuttavia un altro tipo di approccio che consiste nel porre la camera dove è situato il campione da analizzare a pressione ambiente (circa 10-50 mbar, usando diverse tipologie di gas) in una tecnologia che prende il nome, appunto, di "Enviromental SEM (ESEM)".

Questo metodo consente di studiare organismi viventi senza che questi debbano essere metallizzati, creando un atmosfera ad hoc per la loro sopravvivenza,

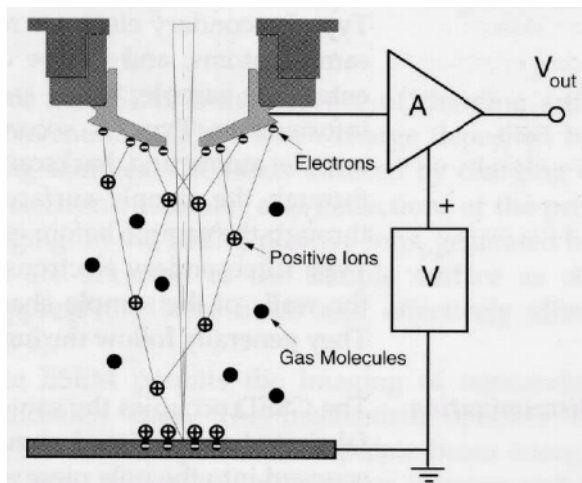


Figura 2.22: Funzionamento di un Enviromental Secondary Detector

Tools aggiuntivi Alla tradizionale microscopia elettronica a scansione è possibile aggiungere altre funzionalità:

- litografia elettronica
- micromanipolatori
- dual beam (accoppiamento al fascio elettronico di un fascio ionico)

2.4.1 Litografia elettronica

La litografia elettronica viene utilizzata sia in ricerca, sia a livello industriale per realizzare delle maschere metalliche, consiste nel trasferire una determinata geometria su di una superficie (in SEM quella del campione) mediante l'impiego di un fascio elettronico.

Analizziamo passo passo gli step necessari per compiere questo processo:

1. sul substrato del campione vengono applicati dei polimeri, in litografia elettronica sono spesso polimetilmetacrilati PMMA come il plexiglas.



Figura 2.23: Applicazione dei polimeri

2. lo stato di polimeri viene illuminato da un fascio elettronico secondo la geometria progettata.

2.4.2 Micromanipolatori

Ancorati alla parte terminale della colonna e allo stage su cui si trova il campione possono essere posti dei micromanipolatori, ovvero degli attuatori elettromeccanici che consentono di manipolare il campione in modo estremamente risoluto e preciso attraverso una serie di strumenti montati alle loro estremità (sono punte molto sottili nella maggior parte dei casi).

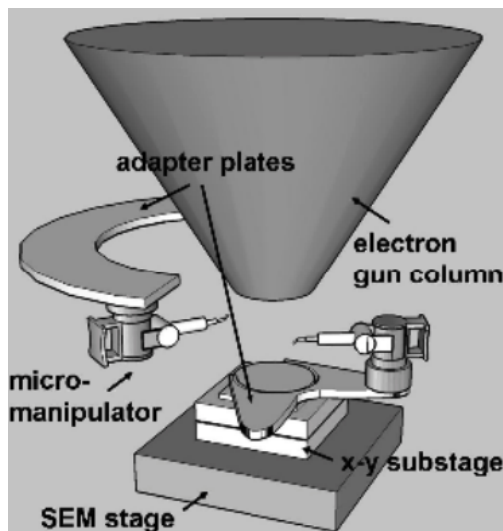


Figura 2.28: Micromanipolatori nella camera del campione

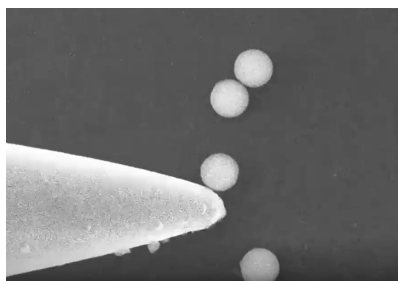


Figura 2.29: Manipolazione con micromanipolatori osservata al microscopio

2.4.3 Dual beam

Al fascio elettronico utilizzato per la restituzione delle immagini microscopiche del campione può essere aggiunto un fascio ionico denominato "Focus Ion Beam (FIB)" che serve per osservare il bombardamento ionico del campione, e dunque le erosioni che ne derivano, in tempo reale (operazione di milling).

Un ulteriore tool che può essere eventualmente presente è un dispositivo (Gas Injection Device) di iniezione di un gas precursore metallico, ovvero un gas metallo-organico contenente ioni metallici legati in molecole organiche. Questo gas può essere iniettato in prossimità della regione di lavoro del fascio ionico di

Capitolo 3

Microscopia a scansione di sonda

Il grande limite dei microscopi elettronici a scansione è che il loro potere risolutivo è limitato dalla lunghezza d'onda, seppur molto bassa, degli elettroni.

I microscopi a scansione di sonda SPM (Scanning Probe Microscopies) risolvono tale limitazione mappando la superficie del campione non più attraverso una radiazione ma misurando le interazioni tra questa e un'apposita sonda (probe) sensibile alle proprietà locali della superficie (altezza, conducibilità elettrica, magnetismo..). Per questo motivo esse non necessitano di lenti d'ingrandimento e non ci sono effetti di rifrazione che limitano la risoluzione (legata esclusivamente alla sonda).

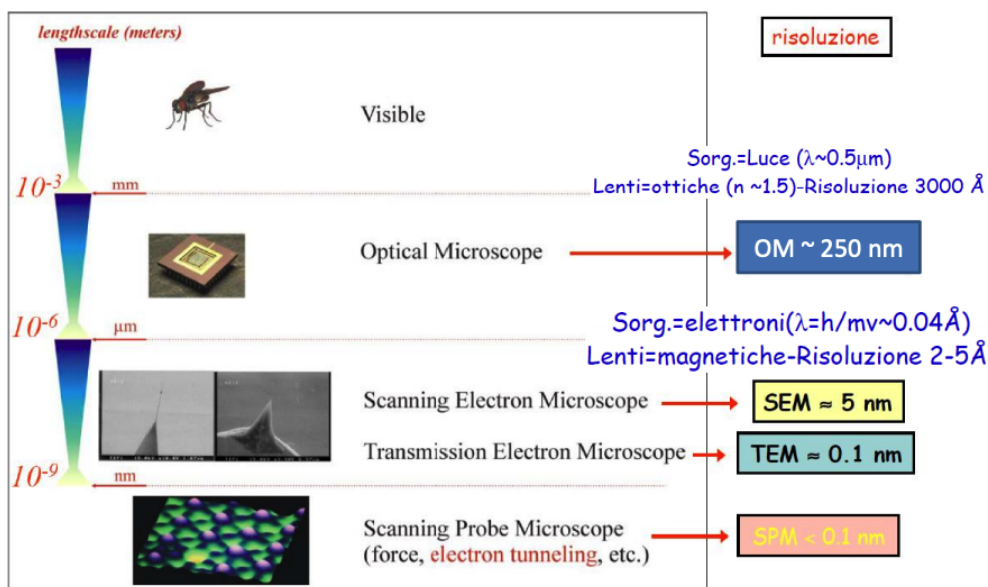


Figura 3.1: Confronto tra le risoluzioni delle varie microscopie

- effetto inverso (impiegato nell' SPM): modificando il campo elettrico a cui è sottoposto il materiale è possibile regolare il suo livello di deformazione

Per massimizzare la risposta piezoelettrica in un determinata direzione il materiale policristallino viene polarizzato, la polarizzazione si ottiene come segue: dopo aver sottoposto il materiale ad un certo campo elettrico lo si scalda sopra la sua temperature di Curie T_C (normalmente $T_C < 300C$), quindi si lascia lentamente raffreddare mantenendolo nel campo elettrico: in questo modo la piezoceramica mantiene la polarizzazione indotta acquisendo la proprietà di cambiare le sue dimensioni.

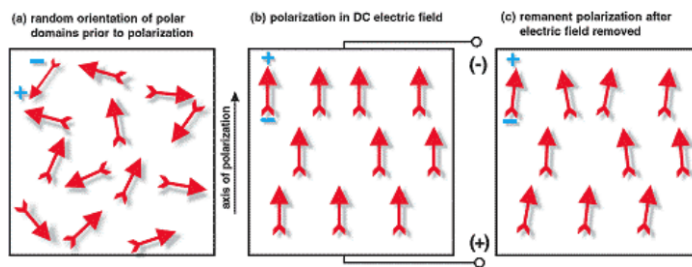


Figura 3.3: Polarizzazione di un materiale piezoelettrico

Il caratteristico comportamento dei materiali piezoelettrici è principalmente dovuto alla loro struttura cristallina a perovskite. Un cristallo perovskitico è composto da uno ione metallico tetravalente (di solito Titanio o Zinco) in un reticolo di ioni metallici divalenti (come Piombo o Bario) e ioni Ossigeno: al di sotto della temperatura di Curie ha una struttura asimmetrica caratterizzata da un certo momento di dipolo mentre al di sopra di tale temperatura assumono una struttura simmetrica con momento di dipolo nullo.

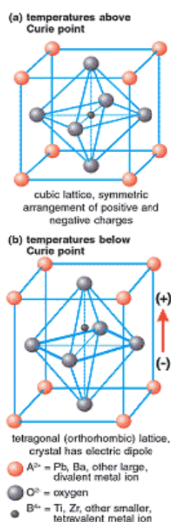


Figura 3.4: Cristallo perovskitico al di sopra (a) e al di sotto (b) della temperatura di Curie

Ora che abbiamo esaminato come funzionano i materiali piezoelettrici cerchiamo di capire come questi sono impiegati nella costruzione degli scanner per SPM.

3.2.1 Scanner a tripode

Uno scanner a tripode è costituito da una massa sulla quale è posta una punta, la sonda del microscopio. Tale massa è quindi connessa a tre pareti fisse tramite elementi piezoelettrici tubolari: applicando delle diverse differenze di potenziale lungo le tre direzioni è possibile regolare la deformazione dei tubi e quindi muoversi sia lungo la superficie del campione (assi x e y), sia lungo l'asse della sonda (asse z).

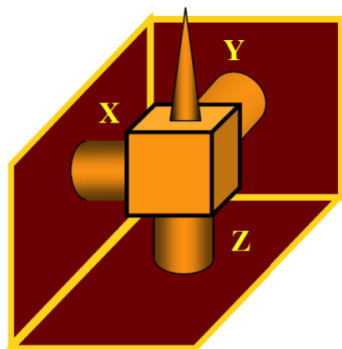


Figura 3.7: Scanner a tripode

Un'ottimizzazione dello scanner a tripode lo si ottiene cambiando leggermente la configurazione degli elementi piezoelettrici tubolari: mantenendo continuo l'elettrodo sulla superficie interna di ciascun tubo si discretizzano gli elettrodi sulla superficie esterna tramite un opportuno processo litografico. In questo modo si ottiene un aumento del grado di libertà di movimento del sistema permettendo ai singoli elementi non solo di accorciarsi o allungarsi, ma anche di distorcersi qualora si applichino potenziali diversi sui loro elettrodi discretizzati.

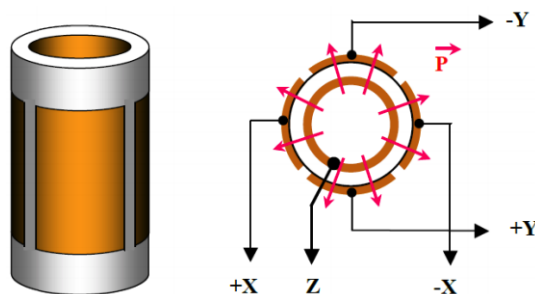


Figura 3.8: Elemento piezoelettrico tubolare discretizzato

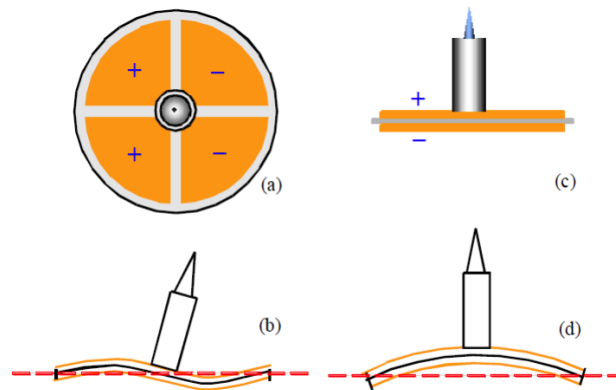


Figura 3.11: Scanner a singola cella bimorfica

3.2.3 Problemi legati ai materiali piezoelettrici

I materiali piezoelettrici non sono ideali ma introducono una serie di problemi più o meno importanti:

- non-linearità dell'allungamento. In generale, per alti valori del campo elettrico applicato, le piezoceramiche sono caratterizzate da una dipendenza non lineare della deformazione dalla tensione di controllo:

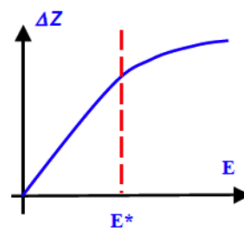


Figura 3.12: Dipendenza non lineare della deformazione sopra un certo valore di campo elettrico

- ritardo di creep ("strisciamento"), è il ritardo nella risposta ad un improvviso cambiamento nella tensione di controllo.

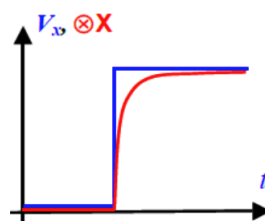


Figura 3.13: Grafici temporali della tensione di controllo (linee blu) e dei corrispondenti spostamenti dello scanner lungo l'asse x (linea rossa)

3.3 Sensori di deformazione: Strain Gauge

Uno strain gauge è un sensore in cui la deformazione elastica subita da un elemento metallico oppure da un semiconduttore si riflette nella variazione della resistenza dell'elemento. La Figura 3.16 mostra un classico strain gauge commerciale: una sottile serpentina di materiale piezoresistivo si sviluppa prevalentemente lungo l'asse x, ovvero la direzione rispetto alla quale si vuole misurare, con una certa sensibilità, la deformazione.

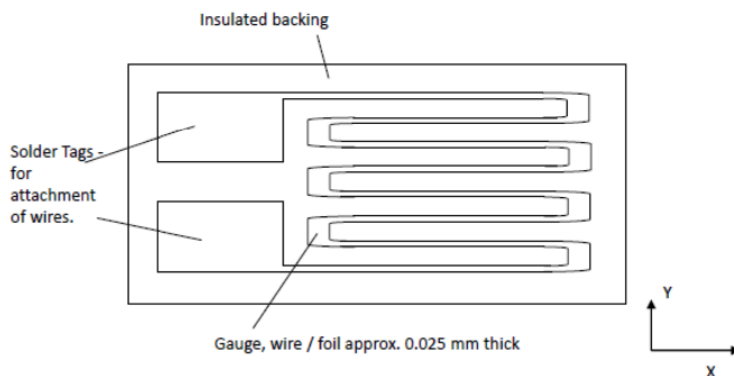


Figura 3.16: Strain gauge a serpentina

Il rapporto di sensibilità in genere è minore di 0,02, ciò significa che la sensibilità rispetto alla deformazione lungo l'asse di sviluppo della serpentina (l'asse x in Figura) è estremamente maggiore di quella rispetto all'altro asse (l'asse y in Figura). I parametri ai quali bisogna prestare attenzione sono tre: il materiale scelto e dunque la sua variazione di resistenza (che può essere anche di natura termica), lo spessore e la geometria del film e ovviamente il posizionamento.

Piezoresistenza Il fenomeno della piezoresistenza ha luogo quando le dimensioni geometriche di un conduttore subiscono una variazione, cioè quando il conduttore viene deformato da una sollecitazione esterna. La resistenza R di un elemento conduttore realizzato con materiale di resistività ρ , di lunghezza l e sezione pari a S vale:

$$R = \rho \frac{l}{S}$$

Da ciò si deduce che la variazione relativa di resistenza è direttamente proporzionale all'allungamento relativo ed in particolare è proporzionale ad esso attraverso un fattore chiamato "fattore di gauge" (GF), una costante il cui valore, solitamente compreso tra 2 e 4, dipende dal materiale con cui è costruito l'elemento resistivo:

$$\frac{\Delta R}{R} = GF \frac{\Delta l}{l}$$

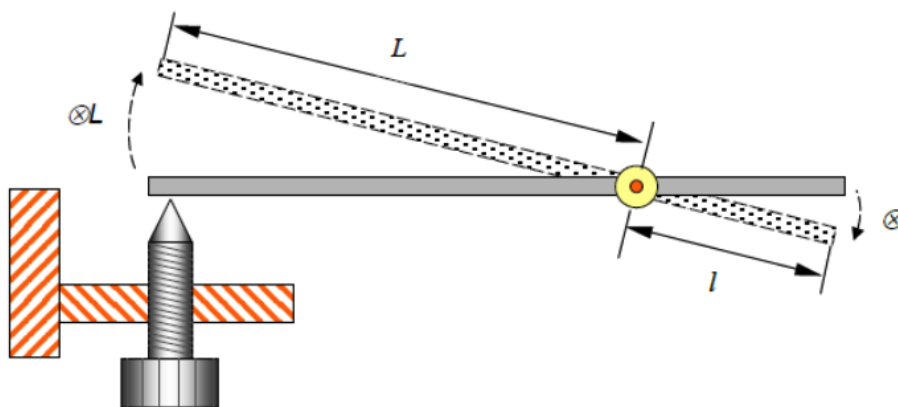


Figura 3.18: Schema di un riduttore a leva

Un'apposita vite viene avvitata o svitata per muovere il braccio più lungo della leva, o meglio la sua estremità (sulla quale è posta la sonda), di un certo spostamento ΔL . Di conseguenza, il braccio più corto della leva si sposterà di una distanza Δl ridotta rispetto allo spostamento provocato dalla vite di un certo fattore R pari al rapporto tra le lunghezze dei bracci:

$$R = \frac{\Delta L}{\Delta l} = \frac{L}{l}$$

3.4.2 Riduttore a leva-molla

Un altro dispositivo frequentemente usato è il riduttore a molla-leva in cui il movimento è scalato sfruttando la diversità della costante elastica nei due elementi di serie. La struttura consiste in una base rigida, una molla con costante elastica k e una leva flessibile con costante elastica K . I due elementi sono scelti in modo che kK .

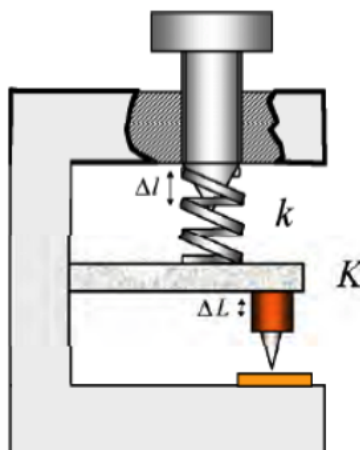


Figura 3.19: Schema di un riduttore a leva-molla

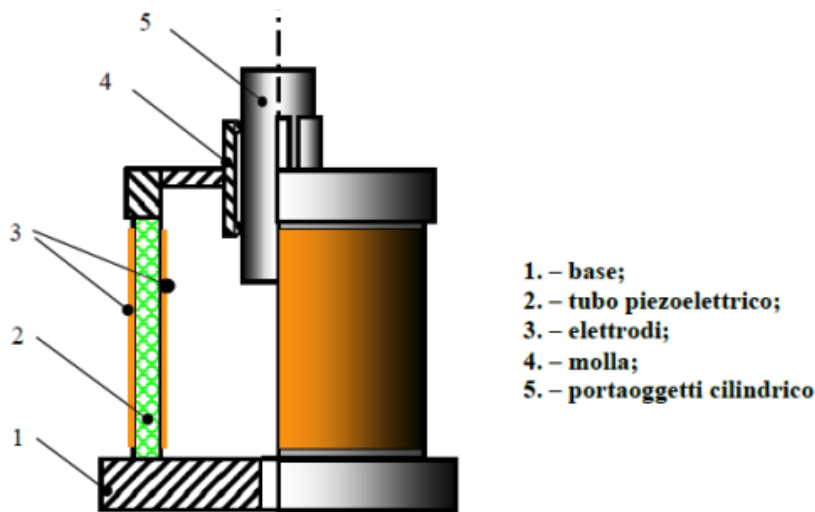


Figura 3.21: Schema di un motore a passo piezoelettrico

Il principio fisico sul quale si basa questa tecnologia sfrutta l'inerzia esistente tra il portaoggetti e la molla. In particolare lo spostamento complessivo del portaoggetti avviene attraverso una serie di contrazioni ed estensioni in rapida successione del materiale piezoelettrico tali per cui una delle due fasi avviene in modo lento (permettendo al portaoggetti di allinearsi alla molla) e l'altra in modo molto rapido di modo che prima della successiva fase il portaoggetti non riesca, per via dell'inerzia, a tornare alla posizione di partenza.

3.7 Sistemi anti-vibranti

In ogni microscopio a sonda l'insieme meccanico punta-campione (testa di misura) è un insieme oscillante con una certa frequenza di risonanza. Vibrazioni meccaniche nell'ambiente esterno alla stessa frequenza, possono eccitare la risonanza della testa di misura, producendo fluttuazioni nella distanza punta-campione che sono osservabili come rumore periodico nelle immagini SPM del campione. Per ridurre l'influenza delle vibrazioni esterne le teste di misura vengono costruite in metallo pesante e con geometrie che producono frequenze di risonanza elevate (maggiori di 100 kHz). Se si pone la testa di misura dell' SPM su una piattaforma elastica o la si sospende a cavi elastici in modo che la risonanza del sistema massa-molla sia molto bassa, allora esso si comporta come un filtro per le vibrazioni a frequenza alta provenienti dall'esterno. Dato che le frequenze risonanti in una testa SPM giacciono nell'intervallo 10-100 kHz, scegliendo la frequenza di risonanza del sistema antivibrazione sufficientemente bassa si può ottenere una protezione molto efficace.

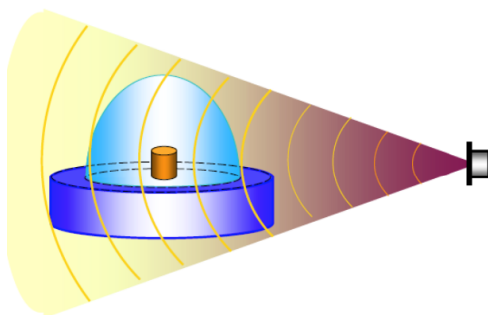


Figura 3.24: Schermaggio di un SPM da rumore acustico

Le onde sonore possono eccitare la testa SPM, provocando oscillazioni della distanza punta-campione. Schermature di vario tipo possono ridurre notevolmente questo effetto: i sistemi più efficaci sono quelli che pongono la testa di misura in una camera sotto vuoto.

3.9 Deriva termica

Come abbiamo già accennato la principale sorgente di instabilità per la testa di misura è la variazione della temperatura ambiente o il riscaldamento di parti dell'SPM durante il funzionamento che possono indurre delle deformazioni assolutamente non irrilevanti (anche dell'ordine dei micron).

$$\Delta l = l_0 \alpha \cdot \Delta T$$

Per ridurre la deriva termica si può termoregolare la testa dell'SPM o usare nella struttura della testa elementi che provvedano ad una compensazione delle deformazioni termiche. Il principio di funzionamento della compensazione termica è il seguente: dato che ogni SPM può essere schematizzato come serie di elementi con diversi coefficienti di espansione termica, per ridurre la deriva termica si possono usare geometrie che portano a zero la somma delle dilatazioni di tutti gli elementi. In parole povere, se tutti i componenti si deformano allo stesso modo, lo spostamento relativo tra di essi sarà nullo.

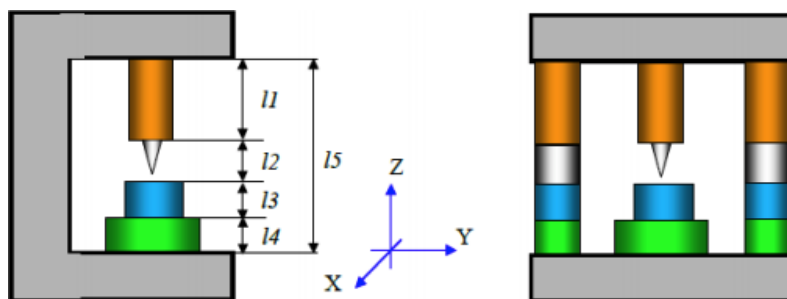


Figura 3.25: Compensazione delle distorsioni termiche in un SPM

Si noti che, a differenza della microscopia elettronica a scansione, la ATF è in grado di fornire delle informazioni quantitative sulla profondità e rugosità della superficie, inoltre mediante specifici software è possibile compensare difetti strumentali attraverso una procedura che prende il nome di "post processing".

3.10.1 Post processing

Il post processing è una procedura software che consente di correggere una serie di possibili distorsioni dovute a cause diverse. In particolare a:

- inclinazione del piano di scansione
- imperfezioni dello scanner
- rumore elettronico
- instabilità nel contatto punta-campione
- rumore indotto da vibrazioni esterne

Inclinazione del piano di scansione Le immagini SPM risultano normalmente inclinate, per effetto di diverse cause. Innanzitutto il campione, anche se piatto, può essere stato montato inclinato oppure esso stesso non è piatto e quindi ogni piccola area campionata ha una diversa inclinazione. Ci può essere stato un riscaldamento durante l'acquisizione con conseguente deriva termica che ha fatto avvicinare la punta al campione o ancora può essere presente una forte non-linearità dello scanner.

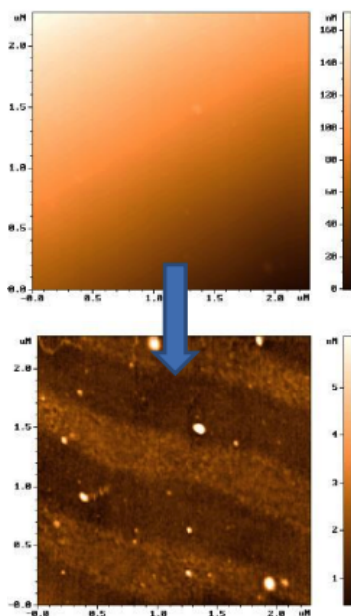


Figura 3.28: Compensazione software dell'inclinazione del piano di scansione mediante post processing

3.11 Scanning Tunneling Microscopy STM

Il microscopio a effetto tunnel (STM, dall'inglese Scanning Tunneling Microscope) è un potente strumento per lo studio delle superfici a livello atomico. Il suo sviluppo nel 1981 fruttò ai suoi inventori, Gerd Binnig e Heinrich Rohrer (all'IBM di Zurigo), il Premio Nobel per la Fisica nel 1986. Questo tipo di tecnologia si basa, appunto, sull'effetto tunnel che avviene a livello quantistico e che genera la relativa corrente di tunnel:

$$j_t = j_0(V) \exp\left(-\frac{4\pi}{h} \sqrt{2m\varphi^*} \Delta Z\right) \tag{3.1}$$

Cerchiamo di capire come e in quali condizioni questo effetto viene sfruttato.

In STM la distanza punta-campione è di pochi Angstrom: in questa situazione l'altezza della barriera di potenziale è determinata dai potenziali di estrazione degli elettroni (energia minima che occorre fornire per estrarre un elettrone da un metallo) dalla punta (φ_T) e dal campione (φ_S). Si può approssimare la forma della barriera con un rettangolo di altezza pari al valor medio dei due potenziali di estrazione φ' .

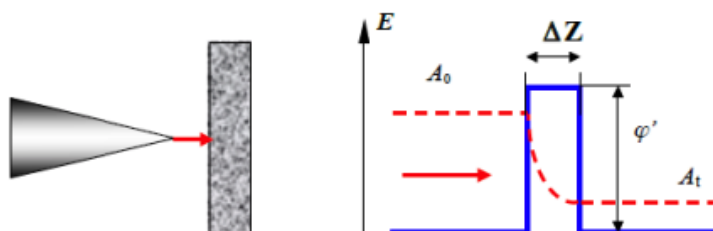


Figura 3.31: Corrente di effetto tunnel tra punta e campione in STM

Nella Formula 3.1 della corrente di tunnel si noti la dipendenza esponenziale di questa rispetto alla distanza punta-campione: piccole variazioni della distanza comportano grandi variazioni della corrente, ciò significa che misurando quest'ultima è possibile tenere sensibilmente traccia della distanza punta-campione e quindi determinare con molta precisione la topologia del campione. Questo può avvenire in due modi:

- mantenere costante il valore di corrente di tunnel che identifica una certa distanza, quindi variare attraverso un sistema di feedback la posizione della sonda affinché mantenga tale distanza dal campione e tracciare questo spostamento per ricavare il profilo della superficie che si sta scansionando;

3.12 Atomic Force Microscope AFM

Il microscopio a forza atomica (AFM, dall'inglese Atomic Force Microscope) è un microscopio a scansione di sonda (SPM) inventato da Gerd Binnig, Calvin Quate e Christoph Gerber nel 1986. Questo tipo di tecnologia campiona come variabile d'informazione non più la corrente di effetto tunnel come nel caso dell'STM, ma la forza d'interazione tra l'atomo terminale della sonda e quelli facenti parte della superficie del campione, in particolare il potenziale totale risultante comprende un termine attrattivo e uno repulsivo, i loro moduli dipendono dalla distanza tra campione e la punta:

$$w(r) = -\frac{A}{r^6} + \frac{B}{r^{12}}$$

- termine repulsivo: quando due atomi si avvicinano, le loro distribuzioni di carica si sovrappongono gradualmente. Aumentando la sovrapposizione elettronica, l'energia totale del sistema cresce e dà luogo al contributo repulsivo a corto raggio nell'interazione.
- termine attrattivo: negli atomi a simmetria sferica si possono generare dei momenti di dipolo in grado di indurre a loro volta momenti di dipolo negli atomi circostanti; si possono avere interazioni a lungo raggio di tipo dipolo-dipolo, dipolo-dipolo indotto (Van der Waals), dipolo indotto - dipolo indotto (forze di dispersione), elettrostatiche ed effetti di capillarità.

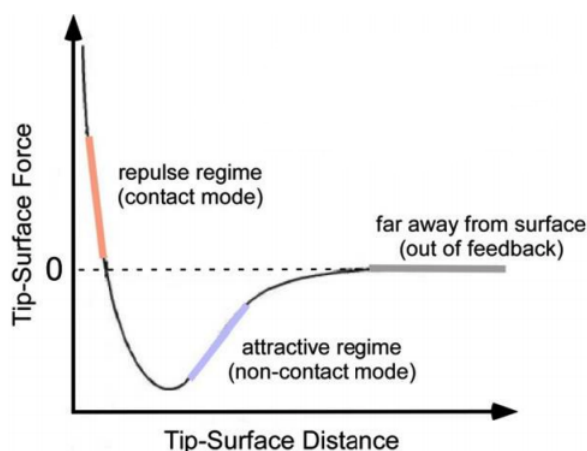


Figura 3.35: Grafico del potenziale d'interazione tra due atomi di forma sferica

Cerchiamo di capire come è possibile rilevare la superficie di un campione partendo da questo risultato: analizziamo la struttura di un AFM.

questa è allontanata dal campione per ripristinare una situazione di non interferenza si osserva sperimentalmente che la distanza rispetto alla quale si registra questa condizione è più ampia di quella di inizio contatto: questo si spiega col fatto che la microleva subisce una certa forza di adesione dovuta alla presenza di materiale sulla superficie del campione o a caratteristiche chimico-fisiche d'interazione tra questo e la punta. Campionando queste informazioni è dunque possibile misurare l'adesione e l'energia superficiale del campione (che nel grafico in Figura 3.37 corrisponde all'area individuata dai due tracciati relativi alle fasi di contatto e di distacco).

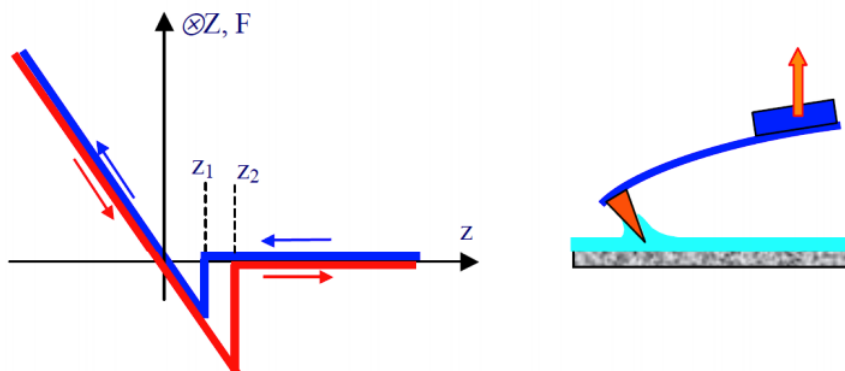


Figura 3.37: Contatto e distacco della sonda dalla superficie del campione: diagramma schematico della flessione della leva ΔZ (proporzionale alla forza F) in funzione della distanza sonda-campione z , in presenza di un film liquido adsorbito. o elevate forze di adesione

Dal punto di vista tecnico la scansione può avvenire in due modalità diverse:

- modalità statica: come nel caso della STM consiste nel fissare un parametro costante e nel rilevare la topologia della superficie del campione attraverso l'altra variabile. La scansione in modalità statica può avvenire:
 - ad altezza costante, il fulcro della microleva si muove sempre alla stessa altezza e vengono registrate le sue depressioni;
 - a forza costante, il valore della forza è fissato per cui se la microleva tende a flettersi verso l'alto o verso il basso, un opportuno sistema di feedback rispettivamente la allontana o avvicina dal campione in modo da riequilibrare la forza agente su di essa.

Inoltre rilevando la torsione della microleva dovuta anche alle forze di interazione laterali, si ottiene un segnale proporzionale a queste ultime. Su superfici irregolari, la torsione dovuta ai rilievi viene discriminata dall'attrito ripetendo la scansione nel verso opposto: le torsioni dovute a differenze di attrito si invertono nei due versi di scansione mentre quelle dovute ai rilievi rimangono uguali.

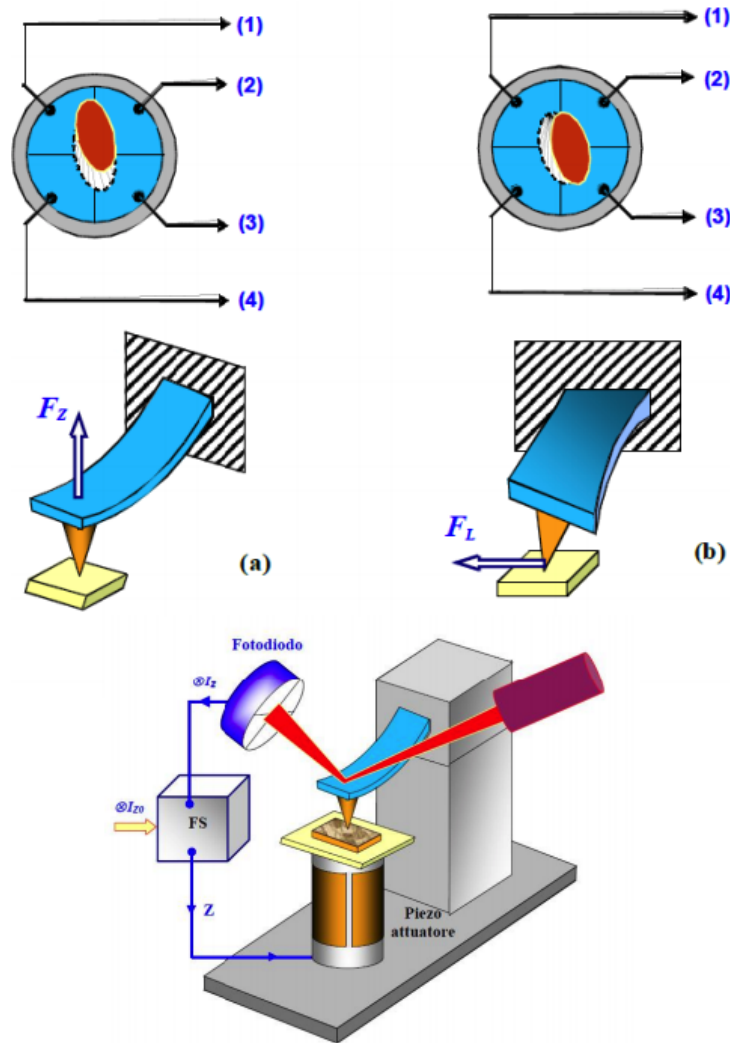


Figura 3.39: Monitoraggio delle deflessioni lungo l'asse z (a) e delle deflessioni laterali (b) con sistema a leva ottica

Altri sistemi di monitoraggio Esistono anche altri sistemi di monitoraggio della deflessione del cantilever:

- interferometria: consiste nell' inviare una radiazione e monitorare il tempo che essa impiega per venire riflessa;
- tecniche capacitive: consistono nel posizionare un piatto piano e parallelo alla microleva in modo da costituire un vero e proprio condensatore, una variazione della distanza tra questo piatto e la microleva si traducono in una variazione rilevabile di capacità;
- piezoresistenza e piezoelettricità: posizionando un sottile film di materiale piezoresistivo o piezoelettrico sulla microleva è possibile monitorare la deflessione della leva rilevando le variazioni rispettivamente di resistenza e di campo elettrico causate dalla contrazione ed espansione del materiale;

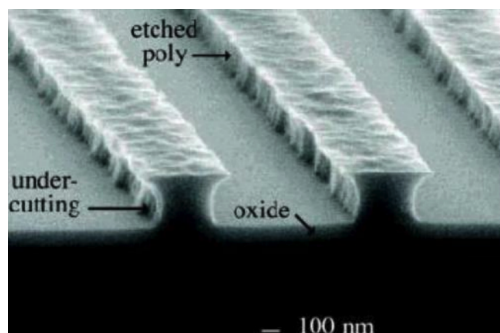


Figura 3.42: Regioni proibite alla sonda per struttura geometrica

3.13 Altri esempi di SPM

Come abbiamo già accennato, esistono numerosissime tipologie di microscopi a scansione di sonda che si differenziano gli uni dagli altri per la grandezza attraverso la cui rilevazione è possibile mappare la superficie del campione. Ne passiamo brevemente in rassegna alcuni.

3.13.1 Microscopia a forza elettrica EFM

La microscopia a forza elettrica misura la forza elettrostatica tra la punta e il campione. Poiché la punta deve essere conduttiva, su di essa viene applicato un film sottile di materiale conduttivo: imponendo una certa differenza di potenziale tra il film conduttore posto sulla sonda e la superficie del campione si otterrà una deflessione più accentuata per rilievi più alti (ovvero per distanze minori punta-campione). Come accadeva per l'AFM, misurando la deflessione è possibile ricavare le informazioni sul profilo del campione. Spesso è usata in una doppia scansione con il microscopio a forza atomica in modalità di contatto.

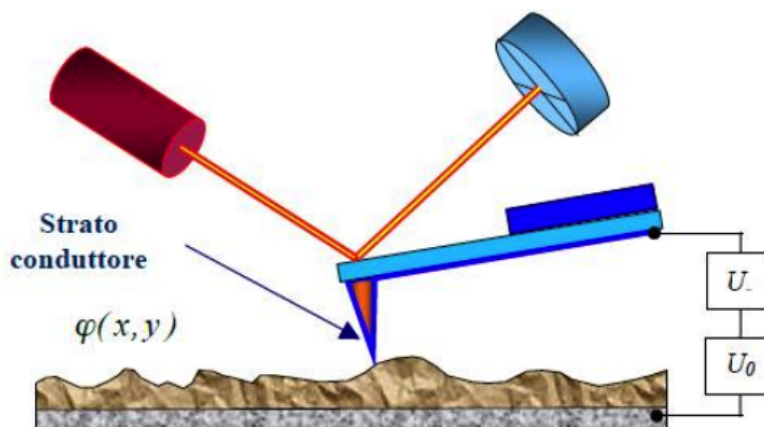


Figura 3.43: Microscopio a forza elettrica

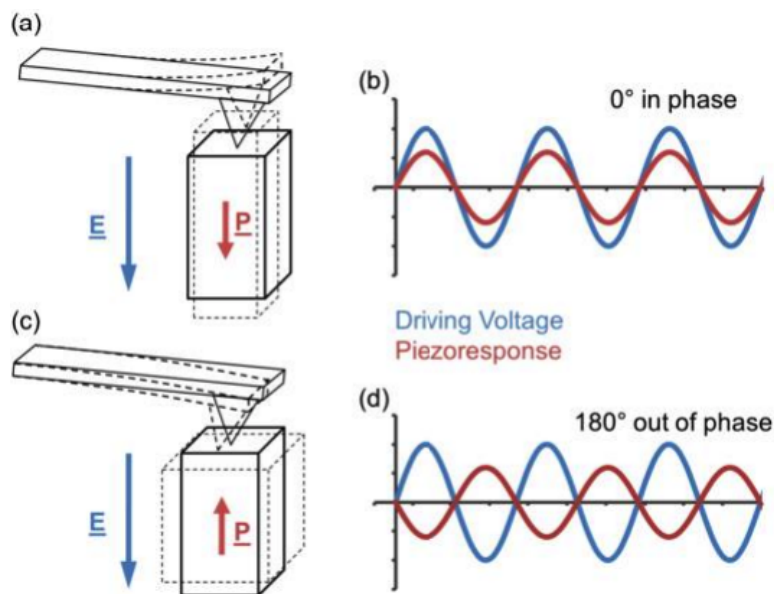


Figura 3.46: Determinazione della polarizzazione del materiale mediante risposta piezoelettrica

3.14 Altre applicazioni della microscopia a scansione di sonda

La microscopia a scansione di sonda oltre a essere fondamentale per mappare su scala nanometrica le topografie dei campioni, può essere usata in varie altre applicazioni.

Manipolazione di superfici mediante AFM Utilizzando una trave sufficientemente rigida su di un materiale sufficiente malleabile è possibile pensare di usare l' AFM per effettuare delle manipolazioni su scala nanometrica indentando il materiale: si tratta di una tecnica di misura distruttiva.

Nanolitografia su titanio Un microscopio a scansione di sonda può essere utilizzato per effettuare nanolitografia, per trasferire cioè delle geometrie, ad esempio ossidando localmente in maniera elettrochimica un campione di titanio mediante la punta.

Manipolazione di singoli atomi molecole L'STM può essere usato per spostare atomi o molecole. In generale, qualsiasi manipolazione su scala nanometrica può essere utile per scrivere informazioni binarie (nanoscopia). A livello di ricerca, la manipolazione atomica è usata per studiare fenomeni come i recinti o i miraggi quantistici.

Capitolo 4

Produzione e lavorazione del silicio

4.1 Tecniche di produzione del silicio

In varie forme il silicio è sicuramente il materiale più usato in microelettronica. I materiali da cui si parte per la produzione del silicio che verrà poi impiegato nelle applicazioni elettroniche sono materiali grezzi (raw materials, come sabbia, silice, carbone...). Da questi si è in grado di ottenere un silicio di grado metallurgico (MGS, metallurgic grade silicon) che viene purificato attraverso una serie di processi per permetterne il dopaggio e renderlo impiegabile nelle applicazioni elettroniche (EGS, electronic grade silicon, un livello accettabile di impurezze è di 1 su 10^9 atomi di silicio). Analizziamo quindi l'insieme di processi che a partire dai materiali grezzi permettono di ottenere i wafers di silicio monocristallino e policristallino:

- Raffinazione dei materiali grezzi: i materiali grezzi vengono trattati in una fornace ad elevate temperature (circa 2000 gradi centigradi), la silice (il biossido di carbonio) e il carbonio reagiscono per produrre silicio allo stato solido e molecole di CO₂.

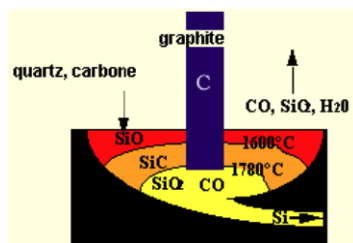
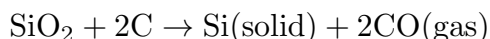


Figura 4.1: Raffinazione dei materiali grezzi

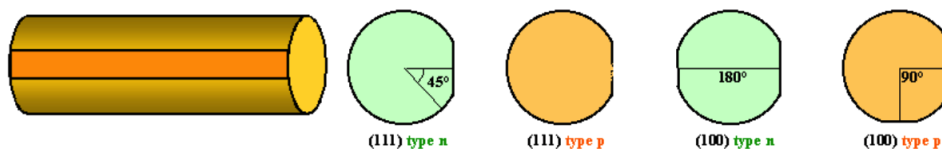


Figura 4.3: Flats grinding

- Taglio del lingotto: il lingotto così ottenuto viene tagliato per ricavarne i wafers mediante una macchina che fa uso di fili diamantati;

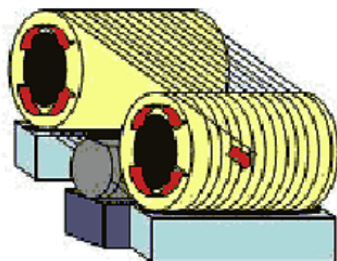


Figura 4.4: Taglio del lingotto

- Lappatura dei wafers: utilizzando delle polveri abrasive, le superfici dei wafers vengono pulite da eventuali rugosità;
- Marcatura laser: attraverso un laser i wafer così ottenuti vengono macchiati da un codice che identifica il produttore, la tipologia di dopante, l'orientazione cristallina etc ...

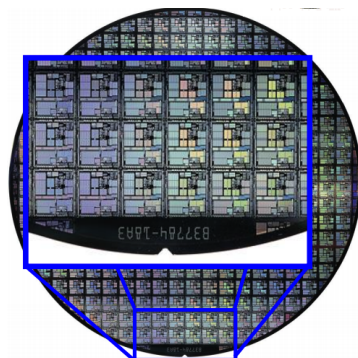


Figura 4.5: Marcatura laser

4.2 Cleanroom

Le cleanroom, o camere bianche, sono ambienti detti 'a contaminazione controllata', nei quali avviene un filtraggio attivo dell'aria, che vengono adibiti a laboratori per la produzione di beni necessitanti di una o più fasi di massima sterilità, come ad esempio il processo di produzione dei wafers di silicio appena

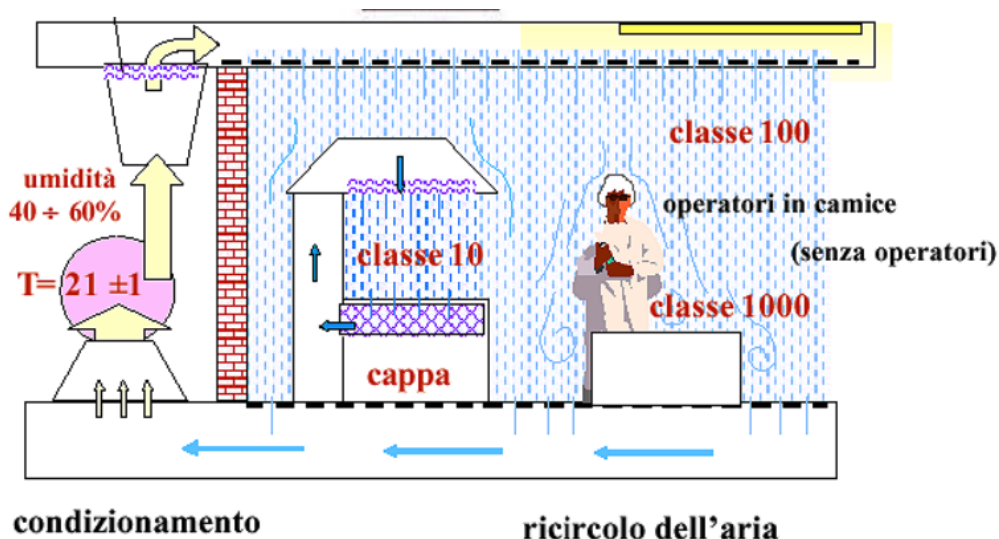


Figura 4.7: Schema di una classica cleanroom

4.3 Fotolitografia

La fotolitografia è un processo di microfabbricazione usato per trasferire opportune geometrie su di un substrato. Il pattern viene ottenuto tramite l'impiego di una serie di maschere che fanno passare selettivamente i fotoni i quali incidono su un layer polimerico fotosensibile: il processo è quasi del tutto analogo a quanto accennato nella Sezione 2.4.1 per la litografia elettronica.

Una volta ottenuto il trasferimento della geometria sul wafer di silicio sarà necessario aggiungere o rimuovere del materiale. Queste operazioni possono essere effettuate in due modi:

- bulk micromachining; che consist in una microlavorazione massiva del bulk;
- surface micromachining, che consiste invece in una microlavorazione superficiale;

++ È UN CAPITOLO DI APPROFONDIMENTO, NON VIENE CHIESTO ALL'ESAME ++

la contaminazione, le proprietà elettriche e meccaniche, la buona adesione, lo stress minimo etc...), sia dal punto di vista delle caratteristiche topografiche (un buon film deve essere uniforme e conforme, deve ricoprire bene anche superfici 3D complesse mantenendo sempre lo stesso spessore). Si noti che strutture ad alto aspect ratio (alto rapporto altezza/larghezza) sono estremamente problematiche da questo punto di vista perché difficilmente ricopribili, possono portare alla formazione di vuoti.

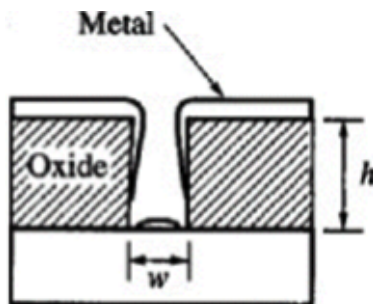


Figura 5.2: Bassa conformità dei film nelle strutture ad alto aspect ratio

Un ulteriore elemento in base al quale possono essere classificati i film sottili è la loro cristallinità, ovvero il loro livello di ordine:

- film a singolo cristallo: il materiale ha sempre la stessa orientazione cristallografica, non ci sono bordi di grano o discontinuità. Si ottiene attraverso tecniche epitassiali, depositando atomo su atomo questi riproducono l'orientazione del substrato sul quale sono depositati;
- film policristallini: formati da regioni confinanti con orientazione cristallografica diversa, presentano bordi di grano e discontinuità;
- film amorfi: senza alcuna struttura cristallina, livello di ordine a cortissimo raggio;

È possibile differenziare le tecniche di deposizione dei film sottili in due macro categorie:

- Chemical Vapor Deposition (CVD), ovvero deposizione chimica da fase vapore;
- Physical Vapor Deposition (PVD), ovvero la deposizione fisica da fase vapore. In principio queste tecniche erano completamente prive di reazioni chimiche, ora non è più del tutto vero;

5.1 Chemical Vapor Deposition CVD

La prima distinzione che può essere fatta tra i sistemi che operano con un approccio CVD è quella tra macchina a pareti fredde e macchine a pareti calde. La differenza sta non tanto nel range di temperature che sono raggiunte quanto nella modalità attraverso cui l'energia termica viene fornita al sistema.

Limitazioni del growth rate Il growth rate (tasso di crescita del film) può essere limitato principalmente da due fattori:

- limitazioni dovute al trasporto di gas: prevalgono alle alte temperature, un flusso di gas troppo intenso o troppo debole potrebbe intasare la superficie o ritardare la crescita per carenza di materiale;
- limitazioni dovute alla reattività di superficie: prevalgono alle basse temperature, il reagente potrebbe non essere ottimale per reagire con bassa energia termica;

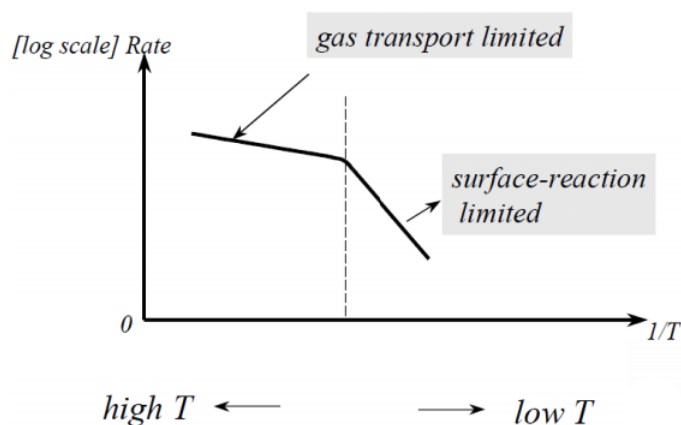


Figura 5.5: Limitazione del tasso di crescita del film sottile

5.1.1 Tecniche CVD

La seconda distinzione che viene fatta dei sistemi CVD riguarda le condizioni e le modalità con le quali queste tecniche possono essere sviluppate:

- APCVD (Atmospheric Pressure CVD), lavorano ad alte pressioni (qualche ordine di grandezza sotto la pressione atmosferica). Introducono due principali svantaggi: il tasso di crescita è limitato dall'intenso trasporto di gas reattivo (vista l'elevata pressione), inoltre la deposizione può avvenire in maniera disomogenea;
- LPCVD (Low Pressure CVD), il tasso di crescita è limitato dal basso numero di molecole reagenti. Tuttavia, questo tipo di approccio garantisce una, seppur lenta, deposizione uniforme su tutto il substrato;
- PECVD (Plasma Enhanced CVD), il plasma è utilizzato per scomporre le molecole rendendole più reattive. Un eventuale bombardamento del plasma sul substrato può favorire l'agganciamento da parte di queste delle molecole di gas reagente. L'uniformità della deposizione è in generale peggiore del LPCVD;

Il grande vantaggio delle tecnologie PVD è che, a differenza delle CVD, non è necessario trovare il precursore del materiale che si vuole depositare (tra l'altro molto spesso sono materiali nocivi per l'ambiente), ma è sufficiente utilizzare un materiale che possa essere portato ad ebollizione a temperature ragionevoli o che possa essere bombardato tramite plasma per rilasciare atomi sul substrato da ricoprire. I maggiori problemi di queste tecnologie sono legati alla conformità di deposizione: per loro natura i processi di evaporazione e sputtering avvengono in modo estremamente direzionale, per cui è possibile che particolari geometrie del substrato impediscano il passaggio degli atomi del materiale che costituisce il film, portando alla formazione di zone d'ombra o ad una deposizione non uniforme.

Per attenuare questo problema è possibile disporre di un porta campioni "a planetario" che ruota i substrati su diversi assi in modo da renderli meglio esposti al flusso di atomi emessi.

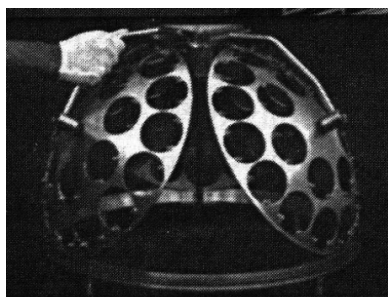


Figura 5.8: Holder di wafer "a planetario"

Come abbiamo già accennato esistono due processi attraverso cui ottenere la deposizione per PVD:

- PVD mediante evaporazione;
- PVD mediante sputtering;

5.2.1 Evaporazione

Il materiale da evaporare viene portato ad alte temperature attraverso una sorgente termica resistiva o mediante un fascio elettronico energetico. Quest'ultimo può essere vantaggioso sia perché consente di raggiungere temperature più elevate, sia perché permette di riscaldare specifiche porzioni di materiale, è usato infatti nei sistemi PVD a multi crogiolo (funzionalità utile per le deposizioni di film che necessitano di films di adesione intermedi). Di contro, un fascio elettronico è molto più costoso di una sorgente termica resistiva e potrebbe portare alla generazione di raggi X che modificano il profilo di drogaggio del materiale, le sue proprietà dielettriche etc... .

via via che il film si deposita, la variazione della frequenza di risonanza della bilancia: attraverso calcoli teorici da questa è possibile ricavare la massa del film e quindi il suo spessore.

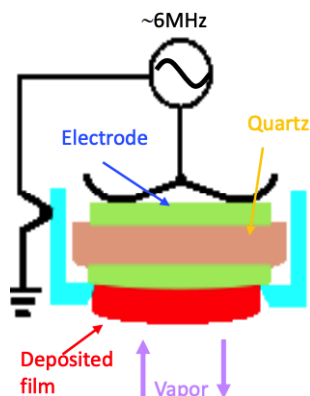


Figura 5.11: Bilancia al quarzo per il monitoraggio della deposizione in tempo reale

Deposizione delle leghe Un'ulteriore problema del PVD a evaporazione è legato alla deposizione delle leghe. Queste infatti possono essere costituite da elementi che hanno temperature di evaporazione diverse, ciò significa che scaldando il crogiolo con un'unica sorgente termica resistiva esso si impoverirà prima dell'elemento a temperatura di evaporazione minore. Per ovviare a questo problema, il processo di deposizione delle leghe è realizzato tramite crogioli separati, ciascuno contenente un elemento diverso. Tuttavia essendo l'evaporazione, come già detto, un processo estremamente direzionale e vista l'impossibilità di ottenere dei crogioli puntiformi si verranno naturalmente a creare delle zone di film a diversa composizione (in base alla loro distanza rispetto ai crogioli). Questo fenomeno può essere accentuato da particolari geometrie che possono creare zone d'ombra per determinati percorsi di evaporazione (e dunque dell'elemento relativo).

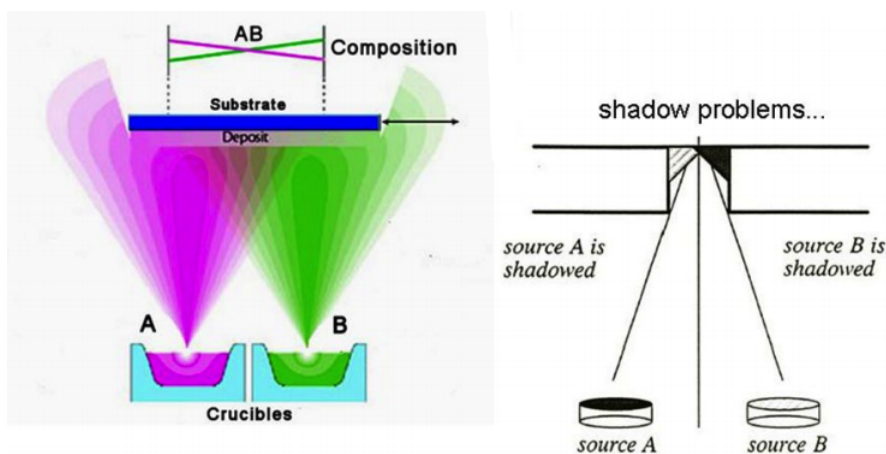


Figura 5.12: Problema della direzionalità nell'uso di sorgenti multiple

Ruotando contemporaneamente il crogiolo sorgente è possibile ottenere diverse nanostrutture di questo tipo:

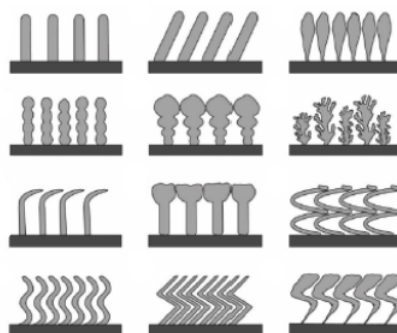


Figura 5.15

5.2.2 Sputtering

Il plasma, un gas ionizzato, viene usato per bombardare il materiale target il quale rilascerà atomi che si andranno a depositare sulla superficie del substrato. A differenza dei sistemi a evaporazione viene usato un livello di vuoto meno spinto in quanto comunque è necessario disporre di un certo numero di atomi da ionizzare.

Un gas è posto tra due elettrodi piani e paralleli, sull'anodo sono posizionati i wafer da ricoprire e sul catodo il target di materiale da bombardare: applicando una certa differenza di potenziale di gas viene ionizzato e si genera un plasma. Eventualmente è possibile aggiungere un riscaldamento del substrato per favorire l'adesione di particolari materiali.

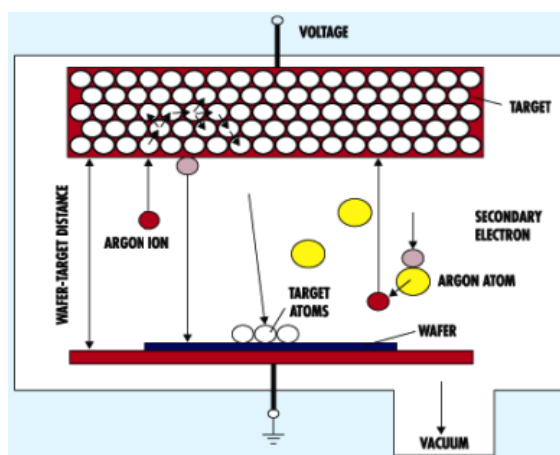


Figura 5.16: Sistema di deposizione mediante sputtering

Ricapitoliamo i principali vantaggi di questo approccio rispetto alla deposizione per evaporazione:

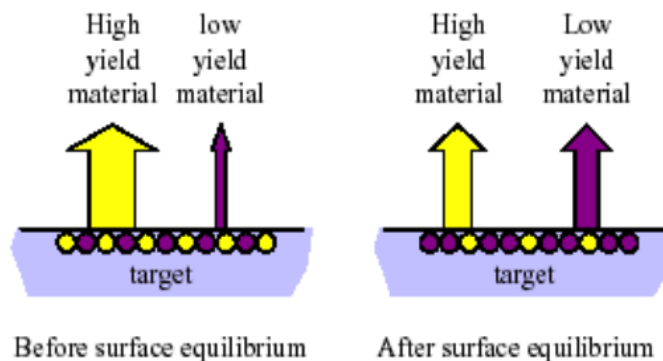


Figura 5.17: Sistema di deposizione delle leghe mediante sputtering

Tecniche di aumento della resa A proposito del tasso di crescita del film, esiste un valore ottimale di pressione per cui tale valore è massimizzato. Ciò è dovuto al fatto che una pressione troppo alta implica un numero elevato di particelle che possono fungere da ostacolo alla traiettoria degli atomi emessi dal materiale target che devono depositarsi sul substrato, al contrario, da una bassa pressione deriva un netto calo dell'intensità del bombardamento ionico esercitato dal plasma sul target con conseguente diminuzione del flusso di emissione di atomi.

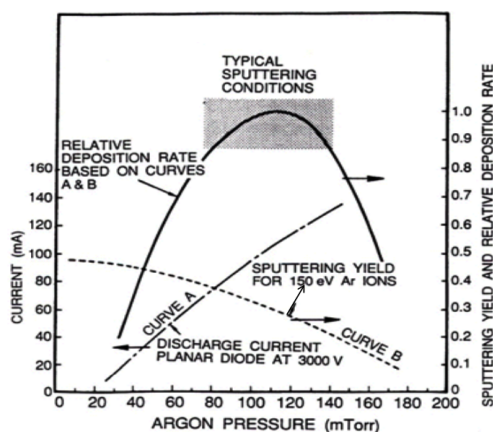


Figura 5.18: Sistema di deposizione delle leghe mediante sputtering

Un'ulteriore modo per aumentare il tasso di crescita è intervenire sul bombardamento ionico del target attraverso la tecnica del "magneton sputtering". Questa consiste nel inserire a ridosso del target un magnete che genera delle linee di campo magnetico spiraleggianti. Quando il plasma viene generato oltre agli ioni si liberano anche molti elettroni. Questi, risentendo del campo magnetico, possono essere intrappolati nelle linee di campo e quindi nella regione di spazio prossima alla superficie del target. Nel loro moto essi interagiscono con gli atomi del plasma contribuendo ad aumentarne la ionizzazione: gli ulteriori ioni così generati trovandosi in prossimità del target potranno avere anche un

Capitolo 6

Tecnologie del vuoto

I concetti base della tecnologia del vuoto si possono semplificare affermando che l'obiettivo consiste nel ridurre in modo controllato il numero di molecole di gas in un contenitore, tale riduzione deve essere compatibile con il processo che si intende realizzare.

Il monitoraggio delle molecole di gas residue N nel contenitore di volume V , avviene misurando la pressione p del gas alla temperatura T di lavoro, infatti (approssimando i gas a ideali):

$$pV = Nk_B T$$

dove N è il numero di molecole (non di moli, per questo c'è k_B e non R) di gas all'interno del volume.

Nel sistema internazionale (SI) l'unità di misura è il Pascal (Pa, con $1Pa = 1N \cdot m^{-2}$), l'equivalenza tra le varie unità di misura è la seguente:

$$1 \text{ atm} = 760 \text{ Torr} = 1013 \text{ mbar} = 1.013 \cdot 10^5 \text{ Pa}$$

In base al valore della pressione in un contenitore definiamo diversi intervalli di vuoto:

	Basso vuoto	Medio vuoto	Alto vuoto	Ultra alto vuoto
p (mbar)	10^3	1	10^{-3}	10^{-8}
p (Pa)	10^5	10^2	10^{-1}	10^{-10}

Figura 6.1: Magnetron sputtering

La seguente tabella mostra, nei vari intervalli di vuoto alla temperatura $T=25^\circ\text{C}$, il valore di alcune grandezze quali la densità delle molecole residue n , il libero cammino medio delle molecole λ , il flusso per unità di superficie J :

- degasaggio (Q_G), consiste nell'immissione nel sistema delle molecole di gas intrappolate sulla superficie del sistema stesso e liberate dalla bassa pressione;
- processi (Q_P), si tratta di sorgenti di gas immesso come conseguenza del processo stesso che avviene nel sistema;
- Altre cause, dovute al sistema di pompaggio stesso o dei fluidi di lavoro delle pompe;

Una breve parentesi sui processi di superficie: alla superficie di un materiale, come conseguenza della incompletezza dei legami, può avvenire la cattura di molecole di gas. Il legame può essere di tipo fisico (elettrostatico), cioè adsorbimento, oppure di tipo chimico, cioè chemisorbimento.

La fine dell'interazione con il rilascio della molecola prende il nome di desorbimento dalla superficie. Alla superficie di un materiale può avvenire anche il rilascio delle molecole di gas disperse nel materiale massivo stesso.

Di seguito verranno definite alcune quantità necessarie per lo studio dei sistemi di pompaggio.

6.1.1 Portata o flusso ponderale

Consideriamo due sezioni di un tubo lungo in cui fluisce un gas ideale e ai cui capi abbiamo una certa differenza di pressione ($\Delta p = p_2 - p_1$).

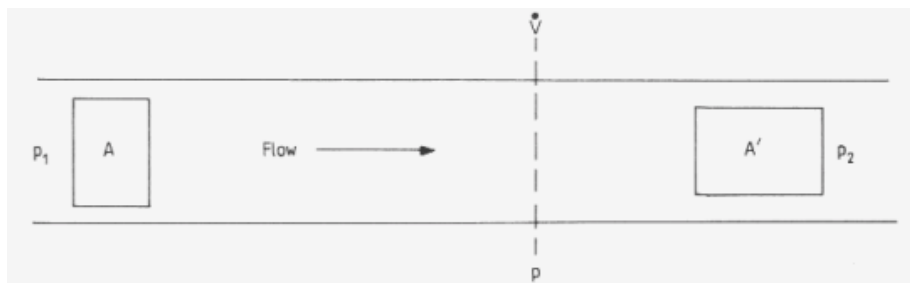


Figura 6.3

La quantità di gas che si sposta dalla sezione 1 alla sezione 2 rimane costante ma il suo volume varia secondo la legge:

$$Nk_B T = p_1 V_1 = p_2 V_2$$

Si definisce la portata Q (o flusso ponderale) di gas attraverso le sezioni 1 e 2 del tubo la quantità:

$$Q = \frac{dN}{dt} k_B T = p_1 \frac{dV_1}{dt} = p_2 \frac{dV_2}{dt} \tag{6.1}$$

è una misura di quanto gas attraversi le sezioni per unità di tempo.

6.2 Meccanismi di flusso dei gas in un condotto

Quando un gas fluisce lungo un condotto di diametro D possiamo avere due condizioni:

- regime viscoso, quando il libero cammino medio λ delle molecole è minore di D ($\lambda < D$): predominano gli urti tra le molecole e il moto nel condotto è causato da forze d'interazione tra queste;
- regime viscoso, quando il libero cammino medio λ delle molecole è maggiore di D ($\lambda > D$): predominano gli urti molecola-pareti;

Il regime molecolare si instaura a circa $p = 10^{-4}$ mbar per un condotto di diametro $D=10$ cm, quindi nelle usuali applicazioni delle tecniche del vuoto è il regime molecolare ad essere di interesse.

6.2.1 Regime molecolare e legge di Knudsen

Per una molecola che prevalentemente urta con le pareti del contenitore o di un condotto valgono le leggi di interazione con le superfici: quando una molecola urta con una superficie risente delle forze che tendono ad adsorbirla e, nel caso venga rilasciata, perde memoria della direzione di provenienza con una emissione che segue la legge di Knudsen:

”Una molecola viene rilasciata con una direzione la cui probabilità è proporzionale al coseno dell'angolo che forma con la perpendicolare alla superficie”.

Per cui, dopo un urto con le pareti del condotto, si ha la stessa probabilità che la molecola desorbita prosegua o torni indietro. Come è quindi possibile garantire un flusso lungo un condotto per svuotare un contenitore?

Per indurre una direzione preferenziale al flusso di molecole gassose in regime viscoso è sufficiente mantenere una certa differenza di pressione tra le estremità del condotto: le molecole di gas si sposteranno naturalmente, per via degli urti tra di loro, dalla zona a pressione maggiore a quella a pressione minore. Tuttavia questo vale solo in regime viscoso quando gli urti tra le molecole sono predominanti e quindi la conduttanza è lineare con la pressione. In regime molecolare le interazioni tra le molecole sono praticamente trascurabili rispetto alle interazioni molecola-pareti, per tale motivo sono solo queste ultime che contribuiscono alla conduttanza la quale sarà quindi indipendente dalla pressione.

- a impulso (kinetic pumps), come le pompe turbo-molecolari o le pompe a diffusione, in cui una quantità di moto è trasferita alle molecole del gas per spostarle verso l'uscita;

6.4 Pompe a variazione di volume

6.4.1 Pompe rotative

Nelle pompe rotative un rotore (parte mobile del motore) cilindrico è posto eccentricamente in uno statore (parte fissa del motore) a vano cilindrico. Il rotore contiene due o tre alette mobili (sliding vanes) che sono in contatto continuo con le pareti dello statore grazie all'effetto di una molla interna. Il vano dello statore e il rotore sono sigillati da un fluido, lo statore è immerso in un fluido per garantire la dissipazione termica.

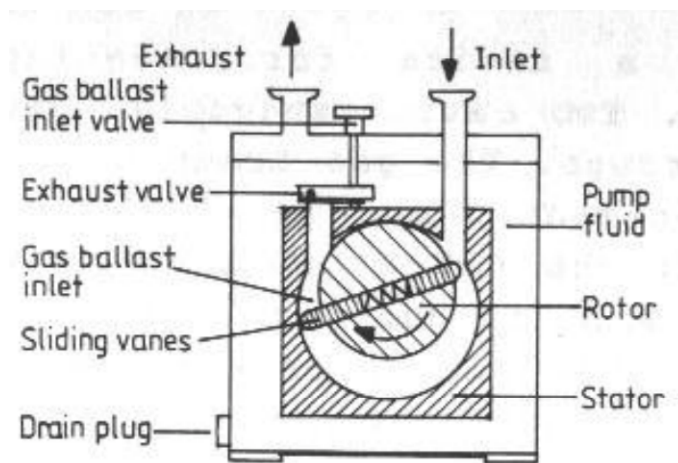


Figura 6.8: Schema di una pompa rotativa

Il gas è aspirato dall'ingresso durante il passaggio dell'aletta all'estremità terminale del condotto di ingresso, la valvola d'uscita è chiusa e il gas viene compresso, quando raggiunge una certa pressione la valvola si apre e il gas viene espulso.

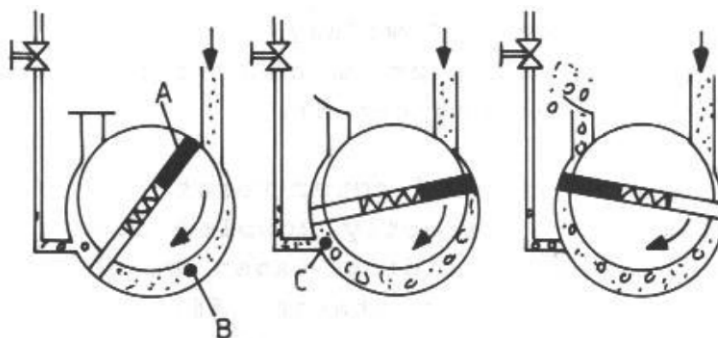


Figura 6.9: Funzionamento di una pompa rotativa

quello delle pompe rotative: due rotori sincronizzati ruotano in verso opposto spingendo il gas dall'ingresso alla uscita.

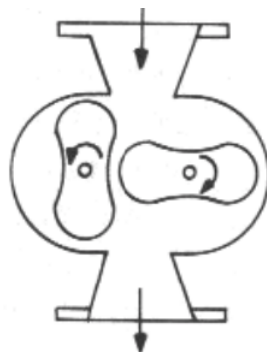


Figura 6.12: Schema di una pompa Roots

Questo tipo di pompa può essere innescato solo al di sotto dei 100 mbar, per evitare il surriscaldamento dei rotori e quindi la loro deformazione. Per questo sono messe sempre in serie a pompe rotative.

In Figura 6.13 è riportato un andamento di velocità di pompaggio in funzione della pressione per pompe roots.

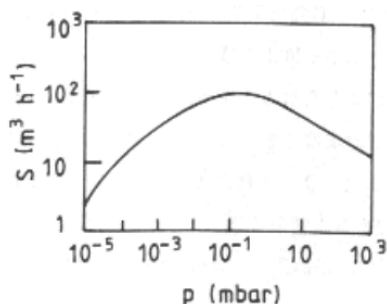


Figura 6.13: Andamento della velocità di pompaggio in funzione della pressione per pompe roots

6.4.2 Pompe a membrana

Le pompe a membrana sono intrinsecamente pulite perché non usano fluidi ma non sono in grado di raggiungere vuoti migliori di 1 mbar.

Questo tipo di pompa trasferisce gas verso l'uscita mediante la deformazione di una membrana polimerica elastica e la presenza di due valvole V1 e V2 asincrone che operano in una sola direzione. Un sistema di movimentazione alza e abbassa la membrana polimerica (come se fosse un diaframma): nella fase di sollevamento la valvola di uscita è aperta, quella di entrata è chiusa, il volume si comprime e il gas viene espulso. Nella fase di abbassamento la valvola d'ingresso è aperta, quella di uscita è chiusa, il volume si espande e il gas viene risucchiato.