

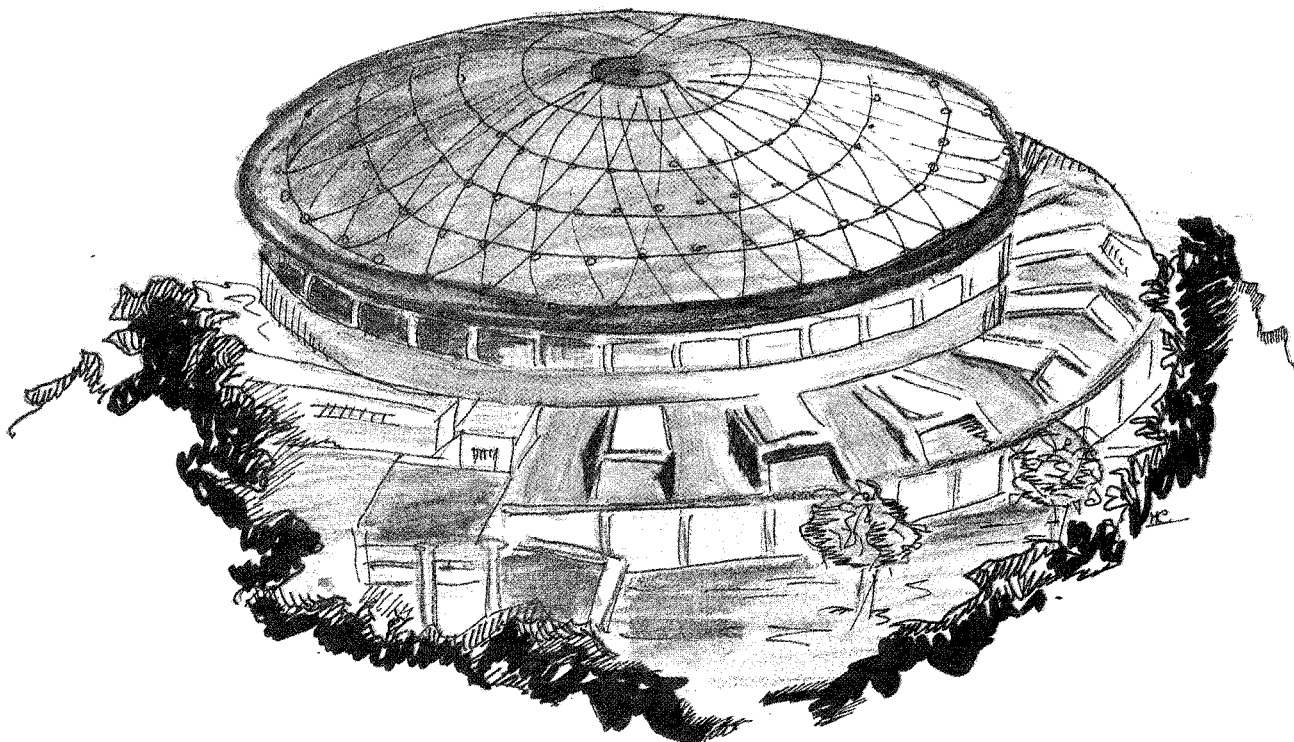


# Laboratori Nazionali di Frascati

LNF-88/51(NT)  
12 Settembre 1988

R. Ceccarelli, M. De Giorgi, S. Faini, G. Fiore, R. Lanzi e L. Maritato:

**REALIZZAZIONE E PRIMA CARATTERIZZAZIONE DI FILM SOTTILI DI NIOBIO CON TECNICHE DI SPUTTERING**



Servizio Documentazione  
dei Laboratori Nazionali di Frascati  
P.O. Box, 13 - 00044 Frascati (Italy)

**REALIZZAZIONE E PRIMA CARATTERIZZAZIONE DI FILM SOTTILI DI NIOBIO CON TECNICHE DI SPUTTERING**

R. Ceccarelli, M. De Giorgi, S. Faini, G. Fiore, R. Lanzi e L. Maritato  
INFN - Laboratori Nazionali di Frascati, P.O.Box 13, 00044 Frascati (Italy)

**1. - INTRODUZIONE**

Il progetto LISA<sup>(1)</sup> prevede, accanto alla realizzazione pratica di un acceleratore lineare superconduttore da ~40 MeV con cavità in Niobio massiccio, anche lo studio del comportamento elettrico e superconduttivo di altri materiali, con temperature critiche più alte, che possano essere usati per applicazioni nel campo delle cavità ricoperte.

I recenti risultati ottenuti al CERN su cavità a multicella di Rame ricoperte con un film sottile di Niobio ottenuto per sputtering, hanno decisamente mostrato come questo tipo di cavità abbia non solo un costo minore, ma presenti inoltre delle prestazioni migliori (campi acceleranti più intensi a causa della maggiore stabilità termica e fattori di merito più alti per la migliore purezza del Niobio depositato). Le proprietà termiche del Rame, permetterebbero infine una notevole semplificazione nei disegni dei sistemi di raffreddamento, con un risparmio nei costi ed una facilitazione nelle pratiche di esercizio.

La recente scoperta di materiali superconduttori con temperature critiche intorno ai 100 K<sup>(2,3,4)</sup> ha reso ancora più stimolante la ricerca nel campo delle cavità ricoperte. Mentre, infatti, la realizzazione di cavità "bulk" di questi nuovi materiali ceramici presenta grosse limitazioni e difficoltà legate alla natura granulare di questi composti, l'eventuale realizzazione di cavità ricoperte con film sottili epitassiali di questi ossidi superconduttori<sup>(5)</sup> aprirebbe la strada al funzionamento di macchine acceleranti superconduttrici in presenza di Azoto liquido invece che di Elio liquido.

Per seguire da vicino gli sviluppi nel campo delle cavità ricoperte e per acquisire esperienze sulle tecniche di deposizione di film sottili, i Laboratori Nazionali di Frascati si sono di recente forniti di un sistema di deposizione di film sottili per sputtering con cui si intendono realizzare film di materiali superconduttori come il Niobio, il Nitrato di Niobio<sup>(6,7)</sup>, il Nitrato di Niobio Titanio<sup>(8)</sup> ed anche dei nuovi composti ad alta  $T_c$ <sup>(9,10,11)</sup>, in modo da studiarne le proprietà in vista di applicazioni nel campo delle nuove macchine acceleratrici.

## 2. - DEPOSIZIONE DI FILM SOTTILI PER SPUTTERING

La tecnica di deposizione di film sottili per sputtering è largamente usata anche a livello industriale e consiste in un processo di polverizzazione catodica.

In esso, Fig. 1, si introduce in una camera da vuoto tenuta a pressione  $\lesssim 10^{-7}$  Torr. una pressione parziale di Argon gas in genere  $\sim 10^{-3}$  Torr., nella zona compresa tra il catodo ed i substrati. L'applicazione di una tensione negativa al catodo provoca la ionizzazione a valanga dell'Argon gas e gli ioni positivi urtano la targhetta di cui è composto il catodo. Ciò provoca l'emissione di atomi che dalla targhetta raggiungono i substrati dove si depositano a formare i film sottili. Durante lo sputtering sono inoltre presenti altri fenomeni, come ad esempio l'emissione secondaria di elettroni e la presenza di carica spaziale che rendono più complicata la descrizione particolareggiata del processo<sup>(12)</sup>. In generale, comunque, almeno per il processo in DC, i parametri importanti sono i seguenti:

- a) pressione dell'Argon gas
- b) distanza tra catodo e substrati
- c) tensione fornita al catodo

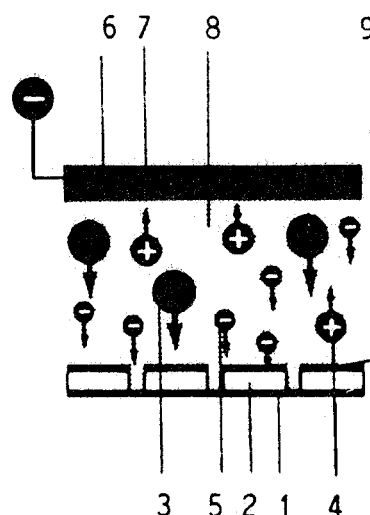


FIG. 1 - Illustrazione schematica del processo di sputtering. 1. Piattaforma portacampioni; 2 - substrati; 3 - Atomi sputterati; 4 - Ioni; 5 - Elettroni secondari; 6 - Catodo; 7 - Targhetta; 8 - Argon gas; 9 - Film.

Per l'ottenimento di film molto puri è poi molto importante il vuoto limite del sistema prima dell'introduzione dell'Argon, in modo da minimizzare l'eventuale presenza di atomi spuri.

### 3. - MESSA A PUNTO DEL SISTEMA DI SPUTTERING E PRIMA CARATTERIZZAZIONE DI FILM SUPERCONDUTTORI DI NIOBIO

Il sistema di sputtering presente nei Laboratori Nazionali di Frascati, schematicamente illustrato in Fig. 2, è fornito di due catodi che possono essere posizionati liberamente all'interno della camera da vuoto, scegliendo in modo opportuno la loro inclinazione rispetto all'asse verticale e la distanza catodo-substrato. La piattaforma portacampioni può rotare con diverse velocità in modo da permettere la deposizione di film a multistrati con diversi spessori per i singoli strati, facendo passare i substrati alternativamente sui due catodi.

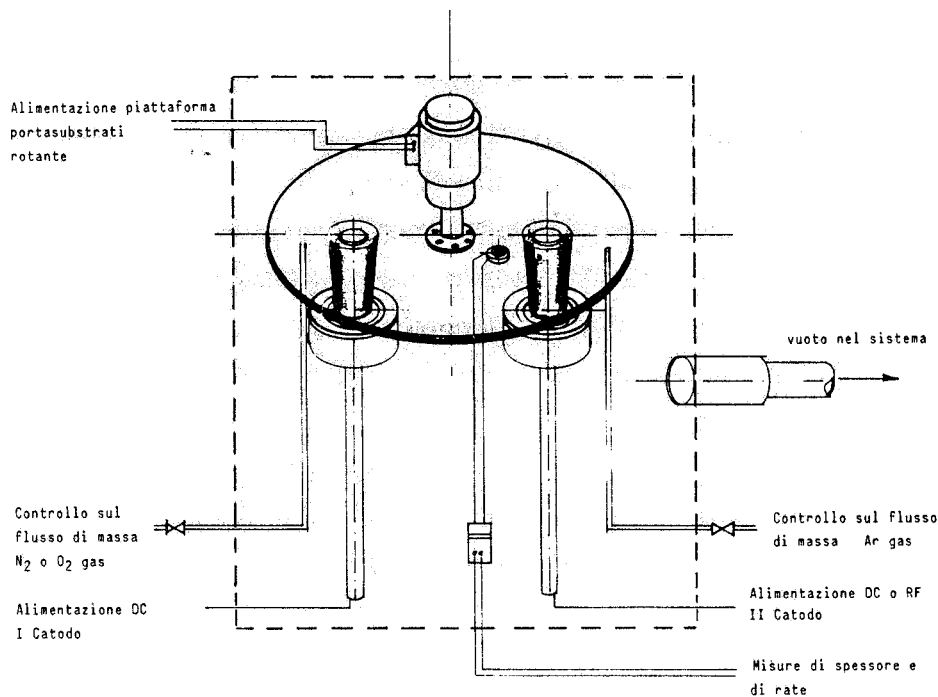


FIG. 2 - Diagramma schematico del sistema di sputtering.

L'Argon gas viene introdotto nel sistema attraverso un controllo sul flusso di massa, in modo da permettere una migliore ripetibilità delle condizioni di sputtering tra una deposizione e l'altra.

Il sistema è pure fornito di un controllo sul flusso di massa di un eventuale secondo gas, il cui uso può rendersi necessario per effettuare deposizioni con processi di sputtering reattivo. I catodi possono essere alimentati sia in DC che in RF. Le tecniche di sputtering RF, pur essendo più complicate di quelle DC, permettono l'ottenimento di film sottili di materiali isolanti e semiconduttori altrimenti non ottenibili con le normali tecniche DC. Il sistema in particolare è dotato di due alimentatori DC, uno da 2 kW e l'altro da 6 kW, e di un alimentatore RF da 2 kW con la opportuna rete di adattamento.

Il sistema da vuoto prevede uno stadio di pompaggio per il prevuoto con una rotativa da 75 m<sup>3</sup>/h ed una roots da 500 m<sup>3</sup>/h, ed uno stadio di alto vuoto con una turbomolecolare da 1000 l/sec che permette il raggiungimento di pressioni nel basso range dei 10<sup>-7</sup> Torr. in 4-5 ore.

Il sistema di raffreddamento ad acqua della pompa turbomolecolare, dei catodi e degli alimentatori è a circuito chiuso controllato in pressione e temperatura.

Sebbene quindi il sistema sia fornito industrialmente dalla Leybold esso è sufficientemente versatile da permettere deposizioni di film a multistrato, codeposizioni, deposizioni per sputtering reattivo, con materiali sia metallici che isolanti o semiconduttori.

Le prime deposizioni sono state effettuate usando come substrati degli zaffiri cristallini su cui si è depositato un film di Niobio di circa 2500 Å di spessore.

Prima di essere introdotti nella camera da vuoto, i substrati sono stati puliti in Acetone in bagno ultrasonico e in Alcool Etilico ultrapuro. Tipiche distanze catodo-substrato erano ~ 8 cm.

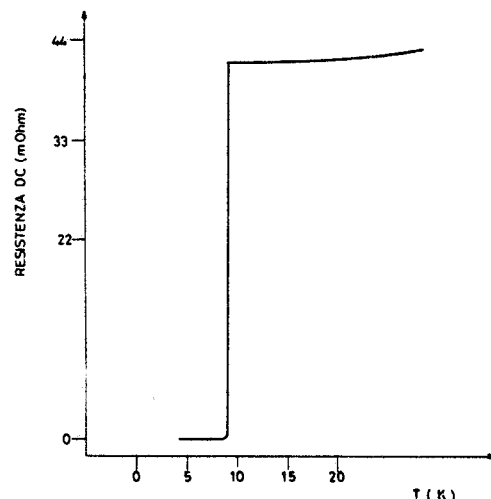
Il vuoto limite di partenza era di ~ 4x10<sup>-7</sup> Torr. e la pressione dell'Argon gas di ~ 5x10<sup>-3</sup> Torr., con un flusso di massa di 75 SCCM. Per pulire il catodo di Niobio dalle eventuali impurezze superficiali, prima della deposizione vera e propria è stato in genere effettuato un presputtering di ~ 5'.

Dopo il presputtering, ruotando la piattaforma portacampioni, si iniziava la deposizione portando i substrati in posizione opportuna. Fornendo al catodo una tensione negativa di ~ 300 V con una corrente di ~ 1.2 A per una potenza di ~ 400 W, i tipici rate di deposizione misurati con un cristallo di quarzo oscillante erano di ~ 7 Å/sec.

Dopo lo sputtering il film mostrava una superficie speculare senza problemi di aderenza.

Con una tecnica a quattro contatti si è misurato il rapporto  $\beta_{77}$  tra la resistenza a temperatura ambiente e quella a 77 K in azoto liquido. Il valore di questo rapporto, per un buon film di Niobio può variare tra 2 e 3.5 con un valore teorico massimo di 4. Nel nostro caso i film hanno sempre mostrato un valore di  $\beta_{77} \sim 2.7$ .

La buona qualità dei film così ottenuti è stata confermata anche da misure di temperatura critica effettuate con la tecnica standard a quattro contatti in un dewar contenente Elio liquido misurando la temperatura con un termometro al Germanio. In Fig. 3 è mostrata la curva di transizione di un film con  $T_c = 9.1$  K.  $\Delta T_c$ , l'intervallo in temperatura entro cui il film transisce alla superconduttività è sempre risultato minore di 0.03 K.



**FIG. 3** - Curva di transizione alla superconduttività di un film di Niobio ottenuto col sistema di sputtering mostrato in Fig. 2.

#### 4. - CONCLUSIONI

I primi incoraggianti risultati ottenuti con film sottili di Niobio hanno mostrato come la messa a punto del sistema di sputtering sia stata portata a termine in modo soddisfacente. L'acquisizione degli opportuni materiali per i catodi permetterà in un breve futuro di poter passare alla fase di fabbricazione di film sottili di materiali con  $T_c$  più alte.

Inoltre, l'ampliamento delle dotazioni di sorgenti con un ulteriore catodo ed un evaporatore termico renderà possibile il passaggio alla deposizione di film sottili dei nuovi materiali superconduttori ad alta  $T_c$ .

Lo studio delle proprietà superconduttive di questi materiali, come ad esempio la corrente critica o il campo magnetico critico, permetterà poi di valutare la possibilità di una loro eventuale applicazione al caso delle cavità acceleranti ricoperte.

#### BIBLIOGRAFIA

- 1) A. Aragona et al., Proceedings of the III Workshop on RF Superconductivity, Argonne, USA (1987) 169.
- 2) J. Bednorz, A.K. Muller, Z Phys. B64 (1986) 189.
- 3) M.K. Wu et al., Phys Rev. Lett. 58 (1987) 908.
- 4) Vedi ad es. Proceedings of the M2HTSC Conference, Interlaken, Switzerland, (February 1988).
- 5) L. Maritato, LNF-87/102(NT), (1987).
- 6) A. M. Cucolo et al., Cryogenics, (January 1984), pag. 45.
- 7) R.T. Kampwirth, K.E. Gray, IEEE Trans. Mag. MAG-17 (1981) 573.
- 8) A. Nigro et al., Advances in Cryogenics Engineering Materials, Vol. 34 (1987).
- 9) J.L. Makous et al., Appl. Phys. Lett. 51 (1987) 25.
- 10) K. Char et al., Appl. Phys. Lett. 51 (1987) 17.
- 11) M. Gurvitch, A.T. Fiory, Appl. Phys. Lett. 51 (1987) 13.
- 12) Vedi ad es. L. Maissel, M. Francombe "An Introduction To Thin Films", Gordon & Breach (1973).