

Allegato Tecnico

Specifica di fornitura e installazione per l'aggiornamento del sistema di sputtering denominato LS500

C.R. CASACCIA – TERIN-PSU- IPSE CUP: **I83C22001170006**

Danilo Zola
ENEA, TERIN-PSU-IPSE, C.R. Casaccia

Sommario

Il documento riguarda la specifica di fornitura per l'aggiornamento del sistema di sputtering LS500 ubicato nel laboratorio L024 dell'edificio F18 del Centro di Ricerca ENEA Casaccia, Roma. La fornitura si inquadra nelle attività del PNRR Ricerca Idrogeno (POR 222-2025), obiettivo "Sviluppo di un processo di Steam Reforming elettrico", WP 1.1, LA 1.1.19. La fornitura riguarda essenzialmente la revisione, la sostituzione ed installazione di parti meccaniche, elettriche, strumenti elettronici, parti e sistemi idraulici, nonché il sistema di controllo hardware e software e di tutto quanto necessario all'aggiornamento del sistema di sputtering secondo quanto specificato nel presente documento. Lo scopo della fornitura è dotare il laboratorio di un sistema di deposizione PVD per film sottili, idoneo alla realizzazione di membrane permeabili all'idrogeno secondo il piano previsto nel progetto sopra menzionato.

1. Introduzione

La fornitura è finanziata dal progetto PNRR Ricerca Idrogeno (POR 222-2025), obiettivo “Sviluppo di un processo di Steam Reforming elettrico”, WP 1.1, LA 1.1.19, nel quale si svilupperanno dei reformer di nuova generazione per la produzione di idrogeno alimentati con fonti rinnovabili. In tale ambito si svilupperanno in particolare dei steam reformer elettrici funzionanti a temperatura inferiore ai 600 °C (denominati nel progetto electrical Steam Reformer at Low Temperature eSR-LT). In particolare, lo sviluppo del reattore di eSR-LT richiederà lo sviluppo di specifiche membrane selettive e permeabili all'idrogeno operanti tra 250 - 600 °C. Tali membrane sono realizzate utilizzando un impianto di sputtering mediante deposizione fisica da vapore (Physical Vapour Deposition PVD). Per eseguire le attività previste è necessario aggiornare il sistema di sputtering LS500 dotandolo delle caratteristiche idonee alla realizzazione del film di spessore nanometrico che rappresenta la parte attiva dell'intera membrana.

2. Descrizione dell'impianto di sputtering esistente

Il sistema di sputtering LS500 è stato acquisito da ENEA nei primi anni del '90 dalla società SISTEC S.r.l. di Rocca di Papa (RM) ed è collocato nel laboratorio L024 dell'Edificio F18 del C.R. Casaccia. Il laboratorio è una camera pulita classe 100. Il sistema di sputtering ha una sorgente RF e ha subito nel tempo delle modifiche. Alcuni sottosistemi dell'impianto non sono più utilizzabili e in generale il sistema di deposizione ha necessità di essere aggiornato in molte delle sue parti per poter funzionare.

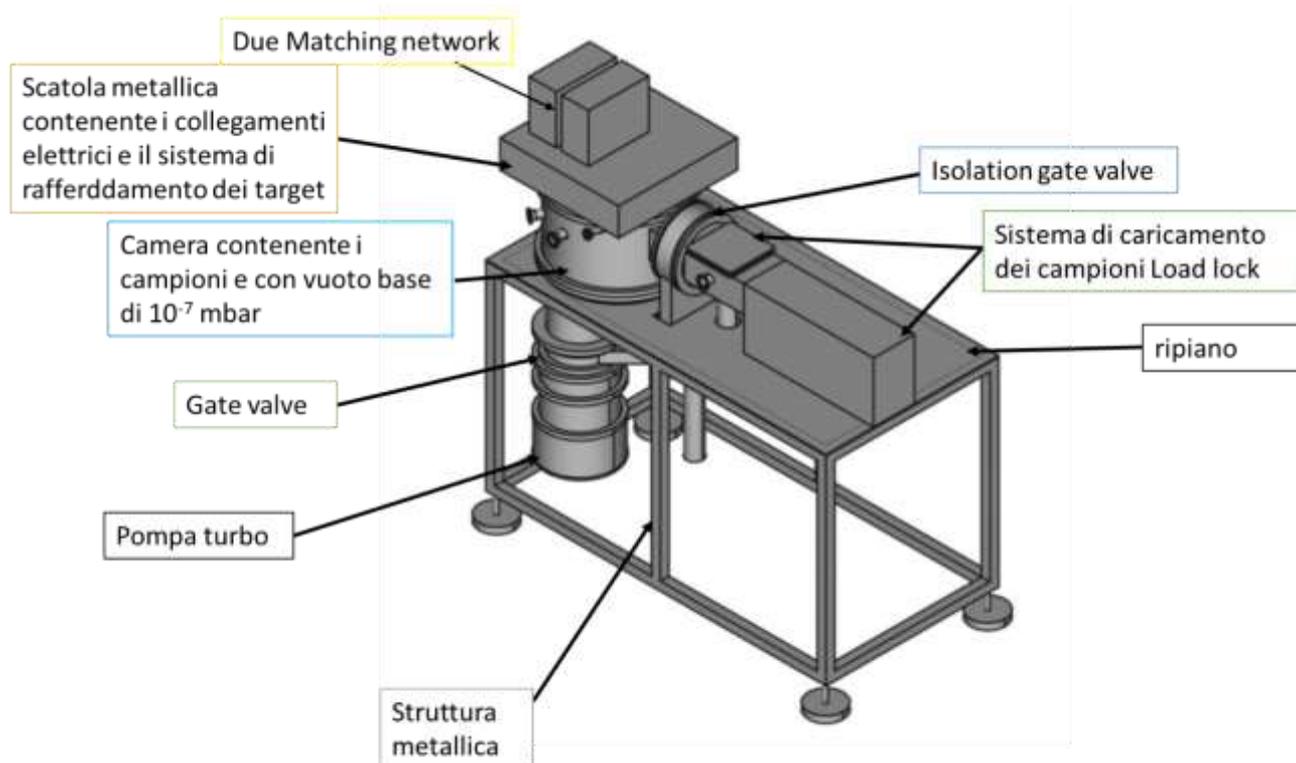


Figura 1 Disegno schematico dell'intero apparato di sputtering LS500

L'impianto attualmente ha un ingombro pari a $L_u \times L_a \times H = 1590 \times 900 \times 1920$ mm ed è mostrato schematicamente in Figura 1. La struttura metallica su cui LS500 è appoggiato ha dimensioni pari 1575 mm \times 800 mm \times 1050 mm, comprendendo anche l'altezza dei quattro piedi.

Nel documento, le misure riportate possono avere un errore del 5%. I disegni tecnici illustrano adeguatamente la struttura su cui intervenire ma le misure riportate possono discostarsi da quelle reali anche del 5% perché sarebbe stato necessario smontare lo sputtering. ENEA non possiede i disegni tecnici originali perché a suo tempo la società non li ha rilasciati.

La flangia principale della camera di sputtering mostrata in Figura 2 ha gli attacchi inferiore e superiore del tipo ISO-K. La camera ha diametro esterno pari 550 mm e diametro interno di 500 mm e altezza di 300 mm. Come mostrato nella Figura 2 e Figura 3, la camera ha una flangia saldata tipo ISO-K DN 100 che è utilizzata come oblò. Inoltre, ci sono due attacchi ISO-KF DN 40 e due ISO-KF DN 25 sulla parete laterale uscenti con angolo inferiore a 90°. In posizione opposta alla flangia ISO-K DN 100, vi è saldato un tubo di sezione rettangolare terminante con un disco che consente il collegamento della camera ad una valvola gate di isolamento ISO-F DN 200 (vedi Figura 2).



Figura 2 Flangia principale della camera di sputtering

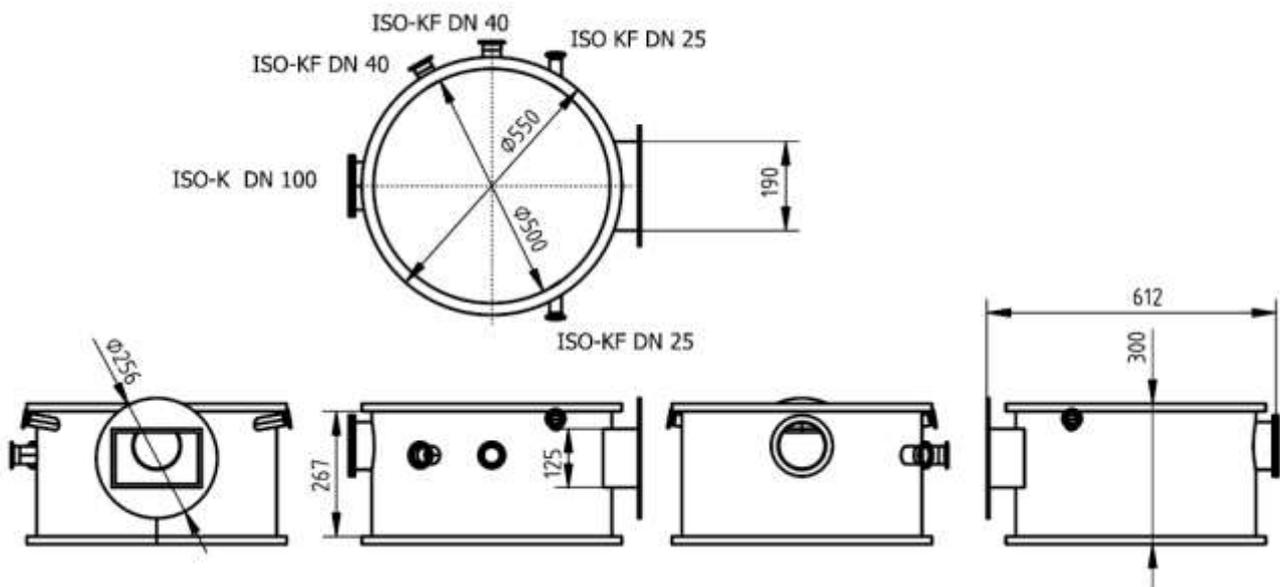


Figura 3 Viste della flangia della camera dello LS500

La flangia che chiude inferiormente la camera è mostrata in Figura 4. Ad essa è saldato un tubo flangiato ISO-K con dimensioni non standard a cui sono attualmente collegati una serie di altri raccordi da vuoto, una valvola gate e infine a valle, una pompa turbo molecolare come mostrato schematicamente in Figura 1. Il tubo ha diametro 240 mm e lungo 226 mm. Sul tubo vi è saldato un attacco flangiato ISO-KF DN 40, utilizzato per fare il pre-vuoto in camera prima di aprire la valvola gate per pompare la camera con la pompa turbomolecolare, isolando contemporaneamente la camera dalla pompa di basso vuoto, che è attualmente una rotativa a due stadi. Sulla parte inferiore della flangia vi sono alloggiati diversi attacchi ISO-KF. Un attacco ISO-KF DN 40 due ISO KF DN 25 e 3 ISO-KF DN 16. Inoltre, nella parte centrale della flangia vi

sono tre attacchi flangiati tipo ISO-KF DN 40 ricavati nell'acciaio della flangia. Mediante tre bulloni di 10 mm (non mostrati in figura) si possono fissare altri dispositivi flangiati allo stesso modo. Attualmente due di questi ingressi sono utilizzati per agganciare i due motori che assicurano il movimento rotatorio ai portacampioni nella camera. Attualmente, un moto rotatorio assicura il posizionamento del piattello sotto uno dei due target o in posizione da permettere il caricamento dalla load lock, mentre l'altro motore consente la rotazione dei singoli piattelli attorno al loro asse. Il terzo degli attacchi flangiati descritti non è utilizzato ed è tappato con un oring e un tappo ISO-KF DN 40.

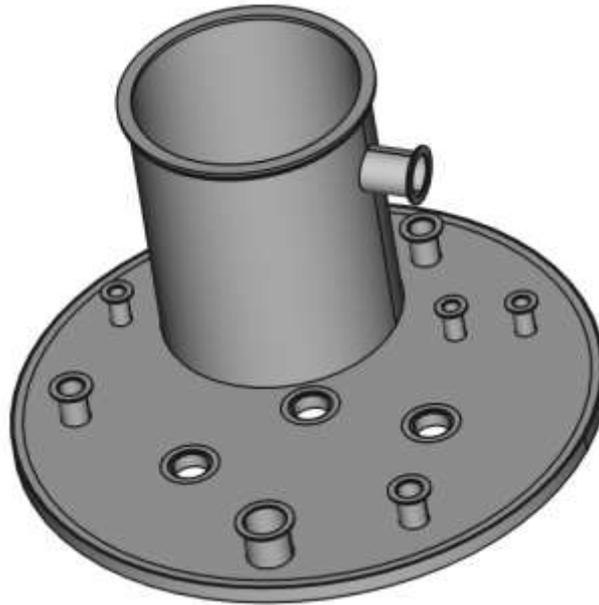


Figura 4 Flangia inferiore. La vista della flangia inferiore è rovesciata per far vedere tutti gli attacchi presenti nella parte inferiore della camera

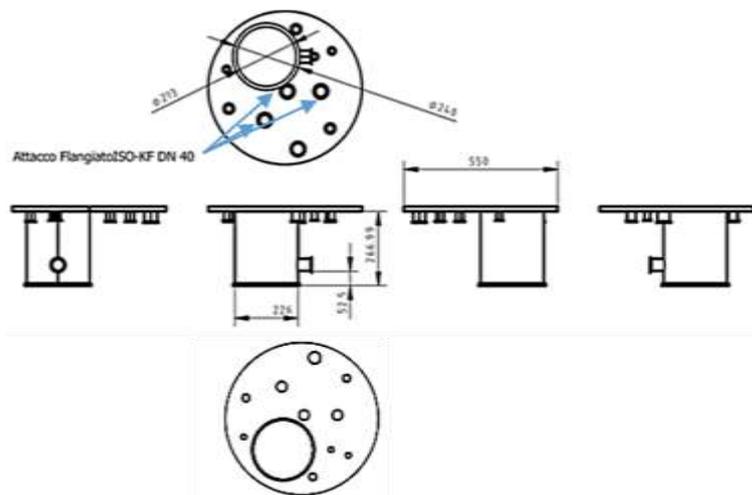


Figura 5 Viste laterali e inferiore (in alto) e superiore (in basso) della flangia che chiude la camera

La flangia superiore porta due target da 6 ½ pollici e un terzo attacco attualmente tappato. Questa terza "porta" si vorrebbe fosse predisposta per collegare una sorgente ionica per il plasma etching. I tre "ingressi" sulla flangia superiore sono a 120°. Alla stessa flangia è collegato il sollevatore pneumatico della flangia superiore. La flangia superiore ha un o-ring in viton e non ha morsetti che la bloccano. La flangia inferiore è agganciata al ripiano mediante piedini imbullonati ed è collegata alla flangia principale con i morsetti e i bulloni standard delle flange ISO-K. In Figura 6 è mostrata una visione d'insieme nella camera di sputtering. Il cilindro uscente dalla flangia superiore rappresenta la sorgente per il plasma etching.

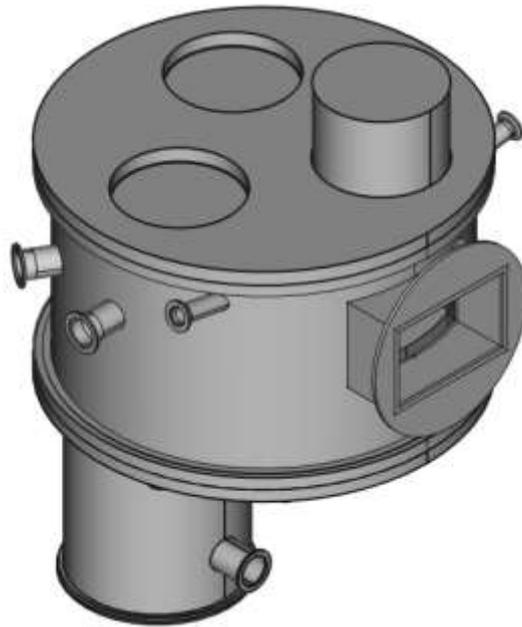


Figura 6 Vista d'insieme della camera di sputtering.

Mediante due flange non standard il tubo ISO-K della flangia inferiore è collegato alla valvola gate a monte della pompa turbo che ISO-F e poi tramite opportuni collegamenti la gate è collegata alla turbo anche essa flangiata ISO-F (vedi Figura 7).



Figura 7 Attacchi flangiati fino alla pompa turbomolecolare

I campioni su cui depositare i film si possono caricare riportando la camera di sputtering a pressione ambiente e sollevando la flangia superiore mediante un sollevatore pneumatico oppure utilizzando il sistema di caricamento load lock senza dover rompere il vuoto in camera. In quest'ultimo caso si ha una minore contaminazione della camera e dei target. In Figura 8 è mostrato schematicamente il sistema di carica dei campioni così come è adesso. Il sistema di load-lock è attualmente non funzionante. Non ha la pompa turbo dedicata. È possibile il riscaldamento del substrato mediante lampade alogene in modo da degassarlo prima di inserirlo in camera



Figura 8 Sistema di caricamento del campione load lock.

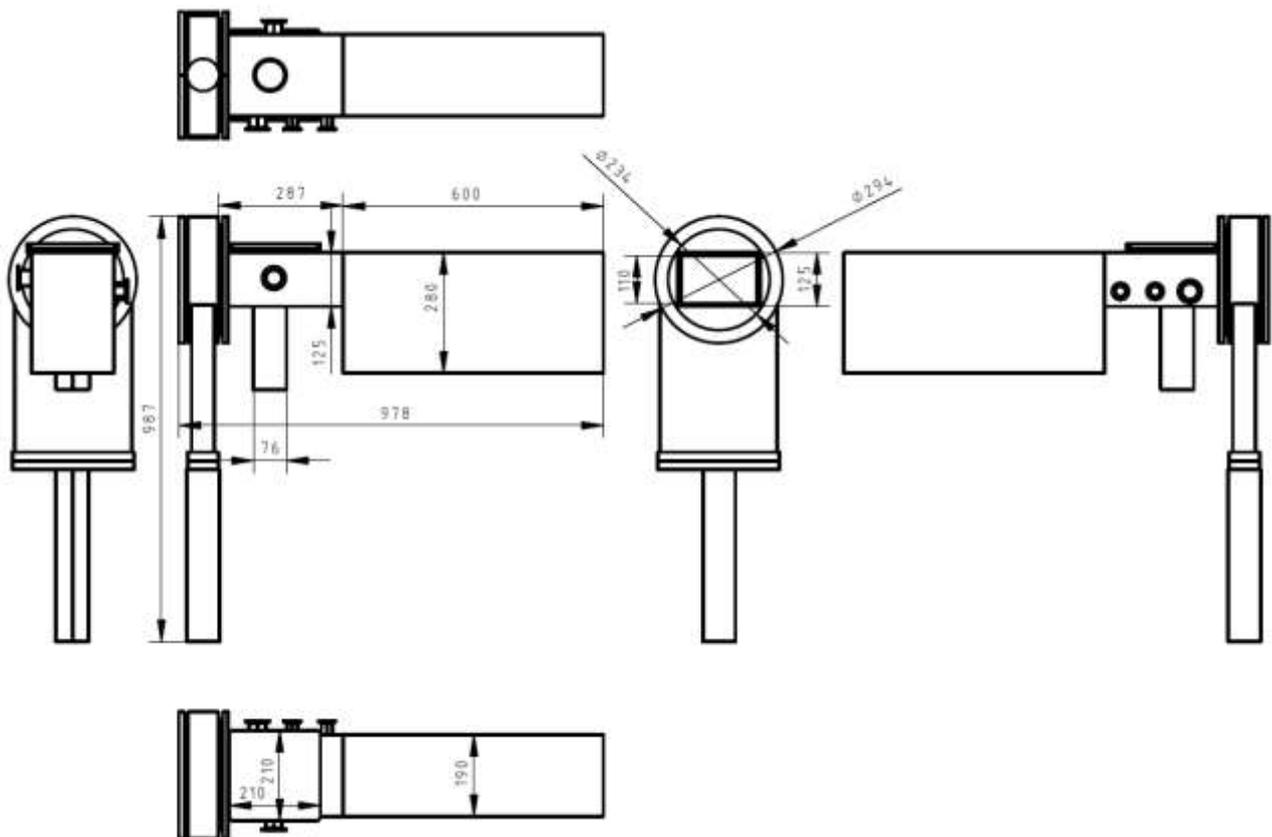


Figura 9 Vista dal basso (in alto in figura), viste laterali e vista dall'alto (in basso in figura) del sistema di load lock esistente.

Infine, nella camera dello sputtering è presente uno schermo che protegge le pareti della flangia. Ciò consente di mantenere pulite le pareti della camera. Mediante pallinatura dello schermo si mantiene sufficientemente pulita la camera senza che sia necessario smontare tutto ogni qual volta viene cambiato il materiale del target e si vuole evitare la contaminazione del film depositato.

Nella camera vi è un piatto che può ruotare e che può montare su tre supporti a pinza, tre piattelli portacampioni che a loro volta possono ruotare su stessi. Il piatto principale consente lo spostamento del piattello portacampione da un target all'altro. Una volta posizionato il piattello portacampione sotto uno dei due target, questo può avere un moto rotatorio attorno un asse perpendicolare al target e passante per il suo centro. Il software in dotazione consente di selezionare il piattello da posizionare sotto uno dei due target e di selezionare il piattello che si vuole montare/smontare utilizzando il sistema del load-lock. In questo caso il porta piattello (se si smonta) o il supporto (se si inserisce) si posiziona in corrispondenza dell'ingresso della camera corrispondente al braccio del load-lock

La flangia principale nelle regioni in cui vi sono gli oring in viton è raffreddata mediante circolazione di acqua.

Modifiche e forniture richieste dalla presente RDO

- 1) Pulizia di tutte le flange e componenti da vuoto non sostituiti.
- 2) Revisione e/o sostituzione di tutti gli o-ring.
- 3) Per il sistema di sputtering che genera il plasma si richiede la possibilità di depositare o a potenza di sputtering costante selezionabile dal generatore RF oppure di depositare fissando il voltage bias anodo catodo ad un valore costante. Le due sorgenti devono essere indipendenti e si deve poter sputterare contemporaneamente dalle due sorgenti (co-sputtering).
Si richiede inoltre:
 - a) Revisione e/o aggiornamento delle due sorgenti di plasma sputtering considerando il sistema di generazione del plasma, il raffreddamento dei target, i collegamenti elettrici, gli isolamenti, lo smontaggio e montaggio agevole del target, la stabilità del plasma.
 - b) Fornitura di due generatori per l'accensione del plasma sui due target
 - c) Fornitura di due matching network con regolazione automatica dell'impedenza
- 4) Revisione e/o aggiornamento del sistema di raffreddamento della camera e dei target.
- 5) Predisposizione per il sistema del plasma etching anche per quanto attiene la polarità del portacampione
- 6) Fornitura di un sistema di raffreddamento a ciclo chiuso con controllo della temperatura
- 7) Revisione o upgrade del sistema di sollevamento pneumatico della flangia superiore e dei componenti del sistema ad aria compressa (valvole, tubi)
- 8) Revisione e upgrade del sistema per il vuoto. Il sistema realizzato attraverso opportuni collegamenti e valvole e potendo utilizzare la pompa turbo esistente ed eventualmente revisionare o sostituire la pompa rotativa esistente deve rispettare le seguenti caratteristiche:
 - a) Vuoto in camera fino a $5 \cdot 10^{-3}$ mbar da stato iniziale della camera a pressione ambiente con turbo isolata dalla valvola gate valve in funzione a pieno regime e con vuoto base di almeno $5 \cdot 10^{-7}$ mbar in ingresso
 - b) Pre-vuoto fino a $1.0 \cdot 10^{-2}$ mbar sulla pompa turbo spenta con camera a pressione ambiente isolata dalla gate valve
 - c) Vuoto in camera a pressioni idonee per tenere il plasma acceso in condizione di flusso di gas tecnico in camera ottenuto con turbo in funzione e gate valve in modalità trottle.
 - d) Vuoto nella cameretta del loadlock fino a $5 \cdot 10^{-7}$ mbar con isolation valve chiusa e camera di sputtering al vuoto base di $5 \cdot 10^{-7}$ mbar con gate valve aperta e turbo a pieno regime.

- e) Rientro in aria fino a pressione ambiente della camera del load lock con isolation valve chiusa e camera con vuoto di $5 \cdot 10^{-7}$ mbar e turbo a pieno regime.
- f) Rientro in aria della camera di sputtering con isolation gate valve e gate valve chiuse e turbo a pieno regime con vuoto sull'ingresso della pompa turbo di $5 \cdot 10^{-7}$ mbar e pressione nella camera del load lock a $5 \cdot 10^{-7}$ mbar con turbo dedicata a pieno regime.
- g) Possibilità di partenza della pompa turbo della load-lock da pressione ambiente.
- h) Presenza di sistemi di protezione hardware con interlock relativi rientro in aria in camera con gate aperte e pompe turbomolecolari in funzione.

La realizzazione di tale sistema da vuoto prevede:

- la fornitura di valvole, misuratori di pressione alto e basso vuoto in numero sufficiente da poter monitorare e misurare i valori di pressione in tutte le sezioni del sistema.
 - Fornitura di una pompa turbo idonea per il vuoto nella camera del load lock.
 - Revisione/aggiornamento dei componenti del sistema ad aria compressa che controlla le due valvole gate e ogni altra valvola utilizzata nel circuito da vuoto
 - Fornitura di valvole che permettano il rientro nella sola camera di sputtering
 - Controllo via software per tutte le sequenze di vuoto descritte con controlli e guardie/interlock che impediscano il danneggiamento delle pompe e degli strumenti a causa di malfunzionamenti o errore umano.
- 9) Sistema per i gas tecnici multicanale con misura dei flussi e miscelazione dei gas prima dell'ingresso in camera. Le portate sono non superiori a 50 SCCM con sensibilità non superiore a 0.1 SCCM. Quattro canali almeno per Ar, O₂ N₂ e uno canale ausiliario
- 10) Sistema per il riscaldamento del substrato in camera durante la deposizione. Il sistema deve essere con controllore retroazionato al valore della temperatura misurato sul substrato o sul piattello. Il termometro può essere una termocoppia un pirometro o qualunque altro termometro idoneo

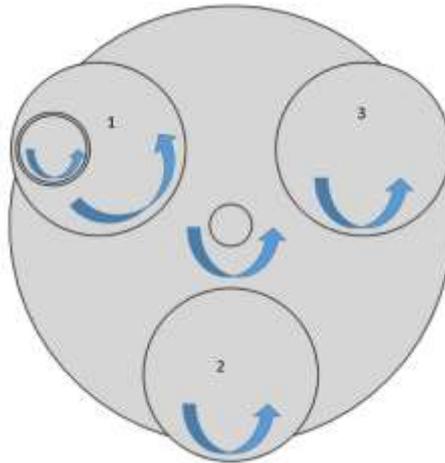
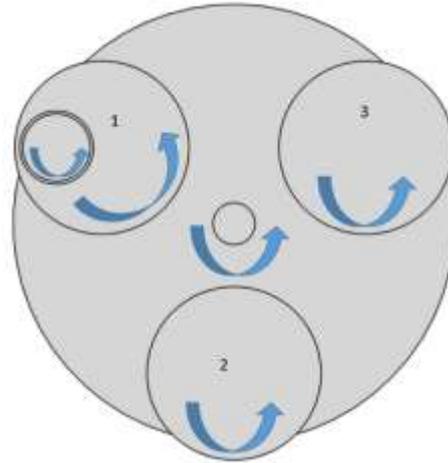


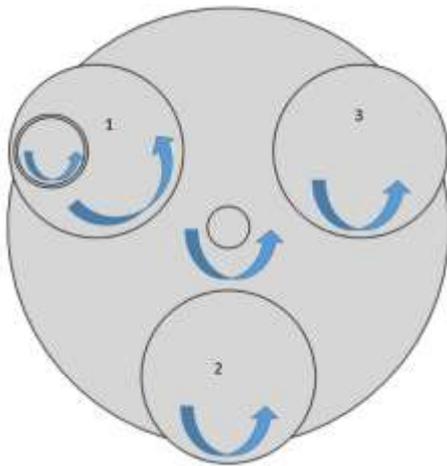
Figura 10 Schema dei tre movimenti indipendenti. Moto planetario su un solo piattello

11) Si richiede la progettazione e la realizzazione di un sistema portacampioni secondo lo schema



concettuale mostrato in

12) Figura 10 Schema dei tre movimenti indipendenti. Moto planetario su un solo piattello



13) Figura 10.

- (a) Il sistema deve consentire che possa essere caricato il campione o i piattelli portacampioni attraverso il braccio del load-lock descritto più avanti.
- (b) Il piatto più grande deve ruotare di 360° per posizionare il piattello portacampione selezionato al di sotto dei due target e della sorgente ionica o in posizione tale da consentire il caricamento del piattello con il braccio del load lock.
- (c) Ciascun piattello deve poter ruotare in senso orario o antiorario indipendentemente dal piatto principale
- (d) Almeno su un piattello va realizzato il sistema di rotazione planetario con rotazione concorde o opposta rispetto alla rotazione del piattello portacampione con eventuale oscillazione di pochi gradi del piatto principale o altra soluzione tecnica idonea. Mediante i tre moti rotatori indipendenti con eventuale oscillazione si vuole ottenere il massimo grado di uniformità nello spessore del film evitando che ci siano condizioni in cui i moti rotatori che compongono il moto planetario siano commensurabili.
- (e) Possibilità di montare sul piattello maschere che facciano da sede per substrati con $\phi = 2.5$ mm, 3.0 mm 5.0 mm, 7.5 mm aventi spessore di 1 mm e 3 mm, 5 mm con movimento planetario sul piattello.
- (f) Possibilità di montare substrati rettangolari con diagonale massima di 6.5'' senza movimento planetario sul piattello
- (g) Controllo software che permetta di programmare i movimenti di ogni piattello e del piattello portacampione (rotatorio su se stesso, planetario) con eventuale oscillazione o meno del piatto principale. Selezione del piattello e posizionamento di questo al di sotto di uno dei due target o

della sorgente di plasma etching. Controllo del caricamento mediante braccio del load lock e suo prelievo con trasferimento nella camera del load lock.

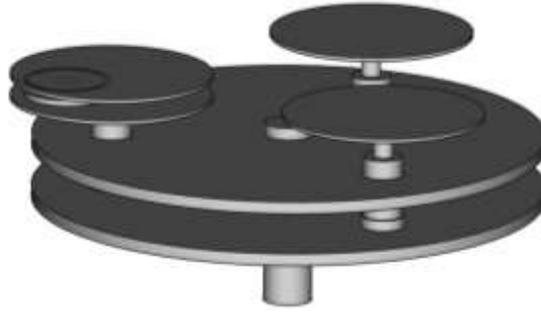


Figura 11: Sistema portacampione

- 14) Sistema di caricamento tramite load lock mediante sistema elettromeccanico. Il piattello deve essere caricato su uno dei tre supporti del piatto principale per posizionarsi sotto il target o la sorgente selezionata. Nel load lock vi deve essere un sistema che riscaldi il substrato per consentire il degasaggio. Il vuoto nella camera deve essere base pari a $5 \cdot 10^{-7}$ mbar ottenuto da turbo che si avvia da pressione ambiente. La camera deve essere riportata a temperatura ambiente con rientro guidato dallo spegnimento della pompa turbo dedicata al load lock. Sistema di controllo della temperatura del load lock con range di temperatura identico a quello per la camera di sputtering.
- 15) Posizionamento del piattello portacampione sotto il target o la sorgente di plasma etching mediante sistema software che ne permetta la selezione.
- 16) Sistema di raffreddamento dei target e della camera mediante circolazione di liquido refrigerante a circuito chiuso
- 17) Fornitura del PC e di ogni interfaccia remota necessaria al controllo remoto dell'apparato di sputtering
- 18) Sistemi di protezione secondo le norme vigenti per apparati di questa tipologia

Realizzazione dell'aggiornamento dello sputtering LS500

Il Fornitore dovrà rispettare le scelte effettuate dal Cliente nei requisiti e le prestazioni descritti nella sezione precedente, ma potrà proporre delle modifiche che ne semplifichino il design e il cui risultato sia la realizzazione di un impianto più efficiente e funzionale. Le soluzioni proposte dal Fornitore non dovranno in alcun modo compromettere le prestazioni complessive dell'oggetto della fornitura.

In caso in cui il Fornitore rilevasse difformità nelle richieste del Cliente, può proporre modifiche ma queste devono essere approvate dal Cliente.

Il Cliente parteciperà ai collaudi in Ditta e a quelli effettuati alla consegna.

Qualora i requisiti di funzionamento non venissero rispettati, il Fornitore dovrà proporre modifiche e/o correzioni atte a risolvere i problemi e rientrare così nelle prestazioni richieste.

In particolare, nel collaudo si dovranno superare le seguenti prove:

- a) la tenuta del sistema di raffreddamento mediante prova a 1 bar al di sopra della pressione di esercizio.
- b) il raggiungimento del vuoto base in camera, di $5 \cdot 10^{-7}$ mbar ($5 \cdot 10^{-5}$ Pa) con sistema di raffreddamento della camera e riscaldamento del campione spenti.
- c) il raggiungimento del vuoto base di $5 \cdot 10^{-7}$ mbar ($5 \cdot 10^{-5}$ Pa) nel load lock con sistema di riscaldamento del campione spento.
- d) Tenuta del vuoto in camera con isolation gate chiusa e load lock a pressione ambiente
- e) Nel collaudo presso il cliente si dovrà effettuare una prova di sputtering con l'accensione dei due target di materiale scelti dal clienti della durata di un ora

Durata della fornitura

La presente fornitura dovrà essere ultimata non oltre sei mesi solari dall'affidamento dei lavori.

Servizi post-vendita

È richiesta l'assistenza per almeno un anno per quanto riguarda l'aggiornamento del software di controllo per bug nelle procedure automatiche o errori negli attuatori pneumo elettro meccanici (esempio errori nel posizionamento dei piattelli, nel caricamento dei campioni mediante load lock, etc) che si dovessero rilevare nell'uso dell'impianto.

Roma 16/3/2023

Danilo Zola

