



# UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PALERMO

Dottorato in Ingegneria Elettronica e delle Telecomunicazioni

SSD: ING-INF/01

DIEETCAM

---

## **RIVELATORI PER RADIAZIONE X IN TECNOLOGIA PLANARE**

**Tesi di dottorato di:**

Dott. Ing. Ugo Lo Cicero

**Coordinatore del dottorato**

Prof. Giovanni Garbo

**Tutor**

Prof. Claudio Arnone

**Co-tutor**

Prof. Marco Barbera

---

Borsa di dottorato parzialmente finanziata dall'Istituto Nazionale di Astrofisica

XXII CICLO



*A mio padre*

La vera scienza soprattutto insegna  
a dubitare e ad essere ignoranti

Miguel de Unamuno



## *Introduzione*

Le esigenze della ricerca in astrofisica spingono spesso verso lo sviluppo di tecnologie molto avanzate, anche in assenza di motivazioni derivanti da una concreta previsione di ritorno economico. Uno dei vantaggi delle tecnologie sviluppate per l'astrofisica, sta nel fatto che, in generale, il costo di un singolo componente o strumento non è un vincolo primario. Quando una tecnologia sviluppata è sufficientemente matura, può anche essere ottimizzata per la riduzione dei costi e per essere destinata ad applicazioni commerciali.

Il lavoro di progettazione e realizzazione di nuovi strumenti di misura, che possono trovare applicazione in diversi ambiti della ricerca scientifica di frontiera, presenta sfide uniche che catturano l'immaginazione e stimolano la voglia di trovare soluzioni insita nel DNA di un ingegnere. Nel corso del mio dottorato ho avuto l'opportunità di avviare un'attività di ricerca sperimentale mirata alla realizzazione di una nuova classe di rivelatori di raggi X per lo studio di fenomeni astrofisici altamente energetici, strumenti dotati simultaneamente di capacità d'immagine (anche se a bassa risoluzione) e di un'elevatissima risoluzione spettrale.

Diverse tecnologie sono in competizione per la realizzazione dei rivelatori di raggi X con le suddette caratteristiche, da impiegare negli osservatori spaziali per raggi X di nuova generazione. Tra queste, la tecnologia dei microcalorimetri con sensore in germanio, sebbene risulti promettente ed abbia già fornito ottimi risultati per rivelatori a singolo pixel, non era stata ancora sviluppata, fino ad oggi, per la realizzazione di matrici con molti pixel. Una delle ragioni di ciò sta nel fatto che diversi gruppi di ricerca hanno preferito concentrare gli sforzi su rivelatori basati su sensori di silicio che, benché caratterizzati da prestazioni teoricamente peggiori, presentano il vantaggio di fare affidamento sulla vasta conoscenza delle tecnologie del silicio.

Fino ad oggi, infatti, non erano stati messi a punto i processi tecnologici per la fabbricazione di matrici di microcalorimetri in germanio, obiettivo che ci si è posti nel presente lavoro. La ricerca in questione è stata sviluppata in collaborazione con i ricercatori dell'Osservatorio Astronomico di Palermo, struttura dell'INAF, e del Dipartimento di Fisica dell'Università di Palermo, che avevano già una considerevole esperienza relativamente a misure, calibrazioni ed esperimenti di fisica realizzati con microcalorimetri in germanio a singolo pixel. La necessità di operare questo tipo di rivelatori a temperature di poche decine di millikelvin ha costituito una sfida che è stato possibile affrontare grazie alle competenze di criogenia possedute dal team di ricerca. Una parte significativa delle attività del Dottorato, è consistita nel realizzare un laboratorio di micro-tecnologie in una realtà che non aveva grandi esperienze e dotazioni relative ai processi tecnologici, affini all'elettronica, che costituiscono la base per la realizzazione di micro-dispositivi. Per quest'attività ho fatto tesoro della grande esperienza e competenza nel campo posseduta dal Dipartimento di Elettronica dell'Università di Palermo, ed in particolare dal gruppo di ricerca del laboratorio di biofotonica.

La tesi è strutturata nel modo seguente.

Il **primo capitolo** descrive i campi di applicazione dei rivelatori di raggi X, evidenziando in particolare alcune applicazioni in campo astrofisico ed esponendo le esigenze di rivelazione nel settore. Successivamente si tratta lo stato dell'arte di svariati tipi di rivelatori per raggi X, tra cui i microcalorimetri. Il **secondo capitolo** presenta le limitazioni delle attuali tecnologie ed indica le motivazioni che hanno spinto a sviluppare una nuova tecnologia per realizzare matrici di microcalorimetri. Il **terzo capitolo** descrive in dettaglio il funzionamento e i fattori di criticità dei rivelatori a microcalorimetro con termometro a semiconduttore. Il **quarto capitolo** rappresenta la sezione principale della tesi, in cui vengono esposte le tecnologie messe a punto per la realizzazione di matrici di sensori, i risultati ottenuti e le linee guida per la prosecuzione del lavoro. Il **quinto capitolo** descrive l'elettronica di misura utilizzata per i microcalorimetri descritti e riporta le attività, svolte presso lo Harvard-Smithsonian Center for Astrophysics (Cambridge, MA, USA), relative allo studio di metodi per incrementare la velocità di funzionamento dei rivelatori e alla

misura del rumore dei componenti di front-end, che lavorano a basse temperature. Il **sesto capitolo**, infine, descrive brevemente i laboratori presso cui sono state svolte le attività nell'ambito del Dottorato. Dopo le conclusioni al **capitolo sette**, è presente un'**appendice** con una sintetica descrizione dei processi tecnologici menzionati nel corso della tesi.



# Indice

<b>1</b>	<b>Campi d'applicazione e stato dell'arte dei rivelatori a raggi X.....</b>	<b>1</b>
1.1	Analisi a raggi X.....	1
1.2	Rivelatori X ad alta risoluzione energetica e con risoluzione spaziale: impieghi astrofisici .....	3
1.2.1	L'Universo a raggi X.....	3
1.2.2	Esigenze di rivelazione.....	3
1.2.3	Esempi di fenomeni studiati mediante osservazione a raggi X.....	5
1.3	Stato dell'arte dei rivelatori per raggi X.....	6
1.3.1	Rivelatori con capacità d'immagine.....	7
1.3.2	Rivelatori per spettrometria.....	8
<b>2</b>	<b>Nuove tecnologie per la realizzazione di microcalorimetri .....</b>	<b>11</b>
2.1	Scelta della tecnologia di rivelazione .....	11
2.2	Tecnologie planari per la realizzazione di matrici di microcalorimetri .....	14
<b>3</b>	<b>Microcalorimetri per raggi X con termometro in semiconduttore.....</b>	<b>17</b>
3.1	Descrizione di un rivelatore a microcalorimetro .....	17
3.2	Dipendenza della resistività dalla temperatura .....	18
3.3	Risoluzione energetica.....	19
3.4	L'assorbitore.....	20
3.5	Contatti termici tra assorbitore, termometro e bagno termico.....	21
<b>4</b>	<b>Fabbricazione dei microcalorimetri.....</b>	<b>23</b>
4.1	Il processo costruttivo.....	23
4.2	Drogaggio NTD del germanio .....	27
4.3	Accrescimento dell' assorbitore .....	35
4.3.1	Spin-On Glass.....	37
4.3.2	Seed per l'accrescimento galvanico .....	38
4.3.3	Accrescimento galvanico dello stagno .....	40

4.4	Assottigliamento e lucidatura del germanio .....	43
4.5	Realizzazione dei sensori in germanio .....	48
4.6	Deposizione dei contatti elettrici sui sensori .....	52
4.6.1	Fabbricazione della maschera per la deposizione dei contatti .....	54
4.6.2	Scelta del materiale per i contatti .....	56
4.7	Deposizione delle piste d'interconnessione sul substrato .....	61
4.8	Brasatura flip-chip ad indio .....	64
4.8.1	Deposizione galvanica di indio .....	66
4.8.2	Brasatura.....	68
4.9	Membrane sospese per il collegamento al bagno termico.....	72
<b>5</b>	<b>Elettronica di read-out .....</b>	<b>75</b>
5.1	Circuito elettronico impiegato .....	75
5.2	Riduzione del tempo di ripristino .....	77
5.3	Criticità legate al rumore elettro-magnetico e termico .....	91
5.4	Analisi del rumore dei JFET.....	93
5.4.1	Componenti di rumore di un JFET.....	93
5.4.2	Set-up per la misura di rumore dei JFET .....	95
5.4.3	Risultati delle misure di rumore .....	99
<b>6</b>	<b>Ambito dello svolgimento delle attività di ricerca.....</b>	<b>105</b>
6.1	DIEET.....	105
6.2	INAF-OAPA.....	106
6.3	Harvard-Smithsonian Center for Astrophysics (CfA).....	107
<b>7</b>	<b>Conclusioni .....</b>	<b>109</b>
	<b>Appendice - Le tecnologie impiegate .....</b>	<b>111</b>
	Fotolitografia.....	111
	Spin-coating .....	113
	Evaporazione .....	113
	Accrescimento galvanico .....	114
	Lappatura e lucidatura.....	116
	<b>Bibliografia.....</b>	<b>117</b>

# 1 Campi d'applicazione e stato dell'arte dei rivelatori a raggi X

## 1.1 ANALISI A RAGGI X

L'utilizzo dei raggi X per l'analisi dei materiali e per la ricerca scientifica è ininterrottamente cresciuto negli anni, fino a diventare oggi una tecnologia indispensabile in una grande varietà di settori. Oltre all'impiego nelle osservazioni di interesse astrofisico, descritto più approfonditamente in un successivo paragrafo, molte discipline scientifiche sfruttano metodi d'indagine a raggi X e tali tecniche vengono ampiamente adoperate anche in campo industriale. I metodi di analisi che indagano sulla morfologia comprendono ad esempio le radiografie, in campo medico come in campo industriale (es radiografie alle saldature), e la diffrazione a raggi X, che consente di esaminare strutture quali i reticoli dei cristalli. L'analisi della composizione dei materiali viene effettuata tramite la spettroscopia X; possono essere applicate due differenti tecniche: l'analisi spettroscopica mediante eccitazione della fluorescenza X, nota come microanalisi a raggi X, e l'analisi delle righe di assorbimento.

La prima tecnica viene in genere attuata accoppiando un rivelatore di raggi X ad un microscopio elettronico a scansione (SEM); il SEM eccita la fluorescenza del campione e lo spettro di tale emissione secondaria viene analizzato da uno spettrometro X, consentendo di identificare la natura e le proporzioni degli atomi presenti. E' evidente quali siano le potenzialità di un'analisi di questo tipo nei settori più svariati della ricerca e della tecnologia. Le applicazioni vanno dall'identificazione di contaminanti, ad esempio nella realizzazione di micro-dispositivi elettronici, a campi del tutto diversi quali analisi cliniche e biologiche[1]; per citare un esempio, questa analisi consente di rivelare la presenza di metalli in tessuti biologici che, secondo studi recenti, sembra essere correlata ad attività tumorali [2][3]. Il limite della maggior parte degli strumenti attualmente in commercio sta nella risoluzione energetica del rivelatore, che limita le possibilità di

identificazione delle righe caratteristiche e conseguentemente la bontà ed affidabilità dei risultati ottenibili [4].

L'analisi dello spettro di assorbimento trova, tra le sue applicazioni, il controllo radiografico di bagagli ed involucri nel campo della sicurezza [5]. La maggior parte degli strumenti attualmente utilizzati identificano approssimativamente i materiali di cui sono composti gli oggetti contenuti nei bagagli, sulla base delle diverse opacità ai raggi X in bande larghe di energia. Un'analisi ad alta risoluzione energetica potrebbe consentire di identificare esattamente la natura di quanto contenuto all'interno dell'oggetto sotto osservazione.

Di seguito viene presentata una breve lista, non esaustiva, di campi in cui vengono ampiamente utilizzate la spettrografia X e l'analisi morfologica, con relativi esempi di applicazione [6].

**Medicina e ricerca biomedica:** esame di esemplari, di tessuti, di cellule etc., e analisi di tracce di elementi nel sangue o nelle ghiandole mediante fluorescenza X; analisi cliniche per *imaging*, quali radiografie e tomografie computerizzate [7].

**Metallurgia:** analisi di *grain boundaries*; profili di diffusione con SEM; analisi qualitative e semi-quantitative di leghe con analisi di fluorescenza X; studi della configurazione cristallina in transizioni di fasi ad alta pressione o ad alta temperatura.

**Ricerca e sviluppo di semiconduttori e dispositivi a stato solido:** studio della distribuzione spaziale di impurità nei dispositivi e nei materiali.

**Industria:** controllo di qualità; controllo in-line di processi di raffinazione di metalli; monitoraggio dell'usura di motori mediante analisi di fluorescenza X dell'olio lubrificante; identificazione di campioni di metalli.

**Ambiente:** analisi di tracce di elementi pesanti; analisi di fluorescenza X di inquinanti e di campioni di filtri d'aria.

**Archeologia ed arte:** autenticazione, classificazione, etc. di reperti archeologici; identificazione e autenticazione di dipinti, monete, etc.

**Ricerca geofisica:** analisi di campioni di suolo oceanico; classificazione di minerali.

## **1.2 RIVELATORI X AD ALTA RISOLUZIONE ENERGETICA E CON RISOLUZIONE SPAZIALE: IMPIEGHI ASTROFISICI**

### **1.2.1 L'Universo a raggi X**

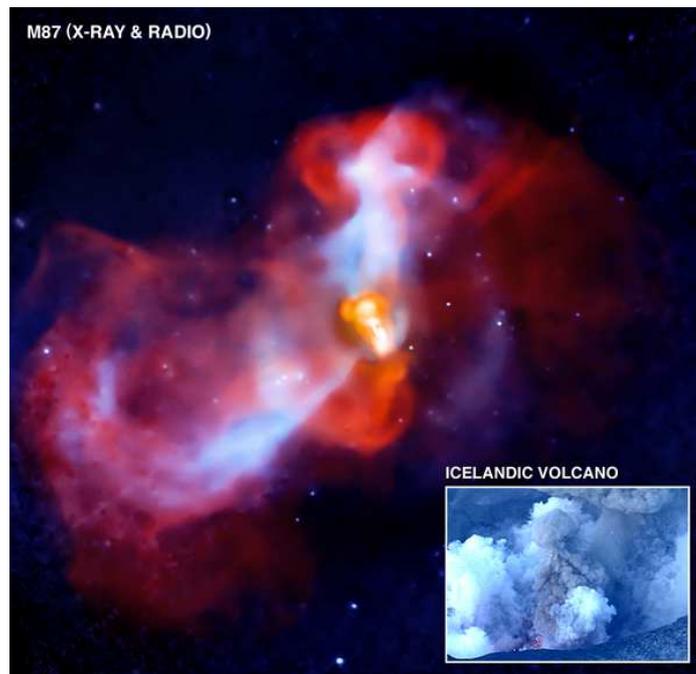
L'osservazione dell'universo in raggi X consente lo studio di una varietà di fenomeni le cui energie e/o temperature in gioco sono tali da generare emissione in questa banda. Spesso lo studio dell'emissione X è l'unico mezzo per la comprensione dei meccanismi alla base di questi fenomeni; anche nei casi in cui l'emissione X è accompagnata da emissione in altre bande, l'osservazione in raggi X aggiunge un'informazione spesso indispensabile a completare il quadro interpretativo dei fenomeni fisici oggetto di studio.

La rivelazione di radiazione X consente lo studio di plasmi a temperature tra  $10^6$  e  $10^8$  K, temperature caratteristiche delle corone stellari, dei dischi di accrescimento di oggetti collassati quali buchi neri e stelle di neutroni e dei gas caldi emessi dai nuclei di galassie attive (Figura 1.2-1). L'analisi spettroscopica della radiazione X emessa da queste sorgenti consente di ricavare la composizione chimica, la temperatura, la densità e lo stato di ionizzazione dei plasmi che le compongono. La conoscenza di questi parametri aggiunge informazioni utili alla comprensione dei processi fisici dell'universo caldo e dei meccanismi di riscaldamento e confinamento dei plasmi caldi da cui l'emissione ha origine.

### **1.2.2 Esigenze di rivelazione**

Alcuni rivelatori di raggi X, finora largamente impiegati nel campo dell'astrofisica, hanno raggiunto risoluzioni spaziali tali da consentire, unitamente a telescopi per raggi X di elevata qualità, l'acquisizione di immagini con risoluzione angolare confrontabile con quella ottenibile nella banda visibile con i più grossi telescopi con base sulla Terra. Tuttavia la risoluzione energetica, o spettrale, ottenibile con questi rivelatori è ancora suscettibile di miglioramenti. La comprensione di alcune problematiche ancora aperte nel campo dell'astrofisica delle alte energie può avere un significativo contributo dall'impiego di rivelatori ad elevata risoluzione energetica con capacità d'immagine.

Va ricordato che i rivelatori di raggi X utilizzati in campo astrofisico per spettrografia sono del tipo a "conteggio di singolo fotone" ed inoltre che il flusso di fotoni, a parità di intensità della sorgente, è molto più basso nella banda dei raggi X che non nella banda visibile, data l'energia più elevata che i fotoni X hanno rispetto a quelli visibili. A questo va aggiunto che la focalizzazione dei raggi X è basata molto spesso sull'impiego di ottiche ad incidenza radente, caratterizzate da un rapporto relativamente basso di area efficace su area geometrica. L'efficienza dei rivelatori gioca un ruolo importante nel rapporto segnale/rumore e dunque nella qualità delle osservazioni. Per questo motivo l'impiego di strumenti a dispersione di lunghezza d'onda, che pur consentendo elevate risoluzioni spettrali hanno efficienza molto bassa, non trova largo impiego nell'astronomia nei raggi X, limitandosi al Sole e a poche altre sorgenti particolarmente intense. Ne consegue che una delle linee di particolare interesse nello sviluppo dei rivelatori per astronomia X è quella legata alla realizzazione di dispositivi che offrano, unitamente ad un'elevata risoluzione energetica, un'efficienza quantica la più prossima possibile al 100% ed almeno una moderata risoluzione spaziale.



**Figura 1.2-1 - Emissione di particelle energetiche da un buco nero gigante situato nella galassia massiccia M87. Lo spettacolare fenomeno viene paragonato all'eruzione di un vulcano. Immagine composta: raggi X in blu e radio in rosso [<http://chandra.harvard.edu>].**

La prossima generazione di rivelatori per raggi X per applicazioni astrofisiche dovrà pertanto avere queste caratteristiche. La disponibilità nel prossimo futuro di tali strumenti apre le porte a nuovi studi, alcuni dei quali di seguito elencati a titolo esemplificativo.

### 1.2.3 Esempi di fenomeni studiati mediante osservazione a raggi X

Un settore di indagine di grande interesse riguarda lo **Warm-Hot Intergalactic Medium (WHIM)**. L'esistenza di questo mezzo intergalattico diffuso, altamente ionizzato e distribuito in grandi filamenti, è stata suggerita per spiegare il fatto che tra un terzo e metà dei barioni previsti nell'universo non sono stati ancora trovati. Lo WHIM potrebbe essere in effetti estremamente arduo da rivelare; l'unica radiazione caratteristica di questo mezzo sarebbe quella legata alla transizione di C, N, O, Ne e Fe altamente ionizzati: per rivelare le linee associate a tali transizioni è necessaria una spettroscopia a raggi X ad altissima risoluzione, al di fuori della portata degli strumenti attualmente in orbita. Questa permetterebbe non solo di verificare l'esistenza dello WHIM, ma anche di caratterizzare in modo completo il suo stato, inclusa la sua temperatura, la densità ed il contenuto di metalli, consentendo di ricavare l'evoluzione del mezzo ed il suo contributo alla formazione delle stelle.

Un'altro fenomeno oggetto di studi che implica un'analisi spettrografica a raggi X è la caduta di materia all'interno di **buchi neri supermassicci**. L'analisi della traiettoria fino all'orizzonte degli eventi richiede una spettrografia X ad alta risoluzione, capace di misurare lo shift Doppler durante lo spostamento della materia.

Un fenomeno, che può essere studiato in modo più approfondito impiegando rivelatori a raggi X ad alte prestazioni, è quello dei **processi di feedback**, che legano la crescita di buchi neri all'evoluzione della galassia ospite e sono attuati mediante flussi di materia in ingresso ed in uscita dai buchi neri.



**Figura 1.2-2 - Tycho, resti di supernova prodotti dall'esplosione di una nana bianca nella nostra galassia. L'immagine a raggi X è stata catturata dall'osservatorio X spaziale Chandra. Lo sfondo stellare, ottico, viene dal Digitized Sky Survey [<http://chandra.harvard.edu>].**

Tra le sorgenti X il cui studio ad elevata risoluzione spettrale darebbe un significativo impulso al quadro interpretativo dei fenomeni fisici responsabili dell'emissione, si citano i **resti di supernovae** (Figura 1.2-2), il **mezzo interstellare (IM)** della nostra galassia, le emissioni dei **nuclei galattici attivi (AGN)**, gli **ammassi di galassie**, le **stelle di neutroni (NS)**, che costituiscono la materia più densa osservabile nell'universo e che rappresentano una grande fonte di informazioni per lo studio di particelle fondamentali e le **corone stellari**, involucri di plasma otticamente sottile a temperature di qualche milione di gradi che circondano la maggior parte delle stelle normali, compreso il Sole.

### **1.3 STATO DELL'ARTE DEI RIVELATORI PER RAGGI X**

Il successo delle tecniche di analisi basate su raggi X è stato consentito dal costante miglioramento tecnologico degli strumenti per la generazione e la rivelazione.

Esistono svariati tipi di rivelatori per raggi X. Alcuni di questi sono dotati di capacità di risoluzione in energia, altri invece sono sostanzialmente utilizzati per ricostruire immagini (*imaging*) e sono sensibili soltanto all'intensità della radiazione incidente.

### 1.3.1 Rivelatori con capacità d'immagine

I rivelatori con capacità d'immagine sono di tipo diretto o indiretto. I primi sono in genere fotodiodi a giunzione pn o fotoconduttori sensibili ai raggi X; quando la radiazione viene assorbita, l'effetto fotoelettrico genera coppie elettrone-lacuna che possono essere facilmente rivelate da un'elettronica di misura. Un limite di tali dispositivi consiste nel fatto che i materiali utilizzati per la realizzazione di fotodiodi standard hanno una capacità di assorbimento della radiazione X molto bassa; ad esempio, per potere assorbire interamente una radiazione da 100 keV, un rivelatore in silicio dovrebbe avere uno spessore di almeno 20 mm, che per molte applicazioni sarebbe poco pratico. Ciò richiede l'uso di materiali differenti, con maggiori capacità di assorbimento, le cui tecnologie costruttive non sempre sono altrettanto ben note. Alcuni dei materiali fotoconduttori utilizzati sono CdTe, CdZnTe, HgI<sub>2</sub> e PbI<sub>2</sub> [8]. I rivelatori di tipo indiretto sfruttano ancora una volta l'effetto fotoelettrico, ma in questo caso la radiazione X viene assorbita da materiali, chiamati scintillatori, che convertono l'energia in luce visibile o infrarossa la quale è facilmente rivelata da normali fotodiodi. Il processo di conversione, tuttavia, non è molto efficiente e parte dell'energia viene persa sotto forma di calore. I dispositivi descritti sono facili da realizzare con tecnologie standard e possono essere costruiti sotto forma di matrici anche di grandi dimensioni. Essi non dispongono di buone capacità di discriminazione energetica, ma consentono di ottenere immagini ad alta definizione. Attualmente, nel campo medico, si sta assistendo ad una progressiva digitalizzazione della disciplina della radiografia i cui protagonisti sono i nuovi sensori con capacità d'immagine a raggi X disponibili. Oltre ai dispositivi già in commercio esistono prototipi di rivelatori ad alte prestazioni quale un pannello con area sensibile di 35.5x21.6 mm con 3.9 milioni di pixel che sfrutta l'effetto fotoelettrico del selenio amorfo [9]. Rivelatori di tipo indiretto vengono adoperati, tra l'altro, negli strumenti CT (Computer Tomography) per ottenere immagini volumetriche tridimensionali [7]. I migliori strumenti sono in grado di acquisire 64 sezioni simultanee con un tempo di rotazione del sistema di rivelazione di 0.3 secondi, disponendo di sensori capaci di operare a velocità di campionamento > 10 KHz.

**Tabella 1.3-1 - Principali materiali usati come scintillatori ad alte prestazioni.**

<i>Scintillator</i>	<i>Density (g/cm<sup>3</sup>)</i>	<i>Thickness<sup>a</sup> to stop 99 % (mm)</i>	<i>Relative Light output<sup>b</sup></i>	<i>Emission band maximum (nm)</i>	<i>Primary decay time (μs)</i>	<i>Afterglow (% at 3 ms)</i>
CdWO <sub>4</sub>	7.9	2.6	1	495	2, 15	<0.1
Gd <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :Eu <sup>+3</sup>	7.55	2.6	-	610	-	-
(Y,Gd) <sub>2</sub> O <sub>3</sub> :Eu	5.9	6.1	1.52	610	1000	5
Gd <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S:Pr,Ce,F	7.34	2.9	1.8	520	2.4	<0.1
Gd <sub>2</sub> O <sub>2</sub> S:Tb(Ce)	7.34	2.9	1.8	550	600	0.6
La <sub>2</sub> HfO <sub>7</sub> :Ti	7.9	2.8	0.45	475	10	-
Gd <sub>3</sub> Ga <sub>5</sub> O <sub>12</sub> :Cr,Ce	7.09	4.5	1.38	730	150	<0.1

<sup>a</sup>Thickness to absorb 99 % of x-ray photons generated by tungsten anode x-ray tube at 140 kVp.

<sup>b</sup>Relative light output measured using silicon photodiode, under 140 kVp tungsten anode XRT excitation.

### 1.3.2 Rivelatori per spettrometria

I rivelatori utilizzati per la spettroscopia X, a differenza dei dispositivi appena descritti, devono essere dotati di una buona risoluzione energetica. Essi si distinguono primariamente in WDS (Wavelength Dispersive Spectrometer) e EDS (Energy Dispersive Spectrometer). I WDS sfruttano reticoli di diffrazione di Bragg per rivelare singole lunghezze d'onda in modo molto selettivo, mentre gli EDS effettuano una discriminazione basata sull'energia della radiazione rivelata. I WDS sono in grado di distinguere tra lunghezze d'onda molto vicine, il che permette di avere un'elevata risoluzione in energia. Essi tuttavia sono caratterizzati da efficienza quantica bassa, per le perdite (oltre il 90%) causate dagli elementi dispersivi. L'efficienza può essere ulteriormente limitata se la rivelazione avviene mediante scansione dell'immagine dispersa e non con un rivelatore ad immagine.

#### EDS

I rivelatori EDS sono basati su effetti quantificabili che avvengono durante l'assorbimento di fotoni X e la cui intensità dipende dall'energia di tali fotoni. Questi dispositivi rivelano contemporaneamente tutte le frequenze, entro i limiti funzionali, della radiazione incidente; essi hanno un'efficienza quantica molto maggiore dei WDS e si prestano maggiormente ad analisi in cui si debba misurare un ampio spettro.

I fenomeni sfruttati dai diversi tipi di EDS sono molteplici. I rivelatori correntemente usati per la microanalisi a raggi X sono in genere costruiti in materiale semiconduttore, nel quale si sfrutta la generazione di coppie elettroni-lacune dovuta all'assorbimento di fotoni X per

stabilirne l'energia. I tipi di rivelatori più usati sono quelli in Litio-Silicio (SiLi), quelli in germanio ultra-puro (HPGe) [10] ed i Silicon Drift Detectors (SDD); tali dispositivi sono ottimizzati per avere un'elevata risoluzione energetica: a 5.9 KeV presentano rispettivamente una risoluzione Full-Width at Half-Maximum (FWHM) pari a 134 eV, 115 eV e 140 eV. Un differente sistema di rivelazione di tipo EDS, impiegato nei rivelatori STJ (Superconducting Tunnel Junction), si basa sulla generazione e rottura delle coppie di Cooper in un materiale superconduttore. Tra due superconduttori separati da uno strato isolante viene creata una giunzione la quale potrà essere attraversata da quasiparticelle, generate dalla rottura di coppie di Cooper dovuta alla radiazione X, in presenza di una polarizzazione esterna. L'intensità della corrente elettrica che attraversa la giunzione è legata all'energia dei fotoni X incidenti.

### **Microcalorimetri**

Un altro metodo di rivelazione EDS consiste nel determinare l'energia apportata al sensore dalla radiazione incidente mediante una misura della variazione di temperatura. I rivelatori che impiegano questo sistema di rivelazione vengono chiamati *microcalorimetri*. I meccanismi usati per effettuare le misure di temperatura differenziano i diversi tipi di microcalorimetro; in genere l'elemento termometrico è costituito da un TES (Transition-Edge Sensor) o da un semiconduttore drogato. Questa tecnica di misura è attualmente considerata una delle più promettenti per i rivelatori per analisi spettrografiche: le risoluzioni energetiche dei microcalorimetri, hanno ormai raggiunto i livelli caratteristici degli WDS, avvicinandosi ai 2 eV @ 5.9 keV. Una sfida tecnologica per la realizzazione di tali rivelatori è costituita dal fatto che i microcalorimetri devono operare, per motivi descritti in seguito, a temperature inferiori a 100 mK. Le dimensioni molto ridotte di questi rivelatori, dell'ordine di decine o centinaia di micrometri, necessarie ad ottenere le risoluzioni energetiche possibili, suggeriscono la possibilità di affiancare un elevato numero di sensori che fungerebbero quindi da pixel in un più grande rivelatore a matrice.

In effetti, attualmente, parallelamente al miglioramento del già elevato livello di risoluzione energetica raggiunto, molti sforzi si stanno facendo per potere dotare questi dispositivi di risoluzione spaziale, in modo da renderli capaci di formare immagini che per ogni punto contengano informazioni spettrali. Missioni spaziali quali ATHENA e ORIGIN, prevedono l'uso di matrici di microcalorimetri con almeno 32x32 elementi

sensibili. Al momento matrici di tali dimensioni non sono ancora disponibili, sebbene diversi gruppi di ricerca abbiano già realizzato matrici di 20 elementi [11], 5x5 elementi con risoluzione di 5 eV [12], 256 elementi con risoluzione di 200 eV [13] e siano già stati effettuati studi sulla metallizzazione di interconnessione relativa a matrici 32x32 [14]. Molti lavori in questa direzione sono stati effettuati, fino ad ora, basandosi su rivelatori TES, ma diversi risultati sono stati ottenuti anche con rivelatori in silicio; in particolare sono state riportate la realizzazione di matrici di 36 microcalorimetri con risoluzioni da 0.4 eV a 10 eV nella banda di raggi X compresa tra 0.1 keV e 10 keV [15] e matrici di 32 pixel con risoluzione di 6 eV [16]. Tra i rivelatori basati su semiconduttore drogato risultano molto promettenti quelli in germanio, benché non siano ancora dotati di una tecnologia che consenta una produzione di matrici di grandi dimensioni. La migliore risoluzione energetica raggiunta da un rivelatore a singolo pixel è pari a 2.4 eV per i TES [17] e 3.1 eV per rivelatori al germanio; per quest'ultimo rivelatore si prevede che con semplici accorgimenti si possano raggiungere i 2 eV [18].

## **2 Nuove tecnologie per la realizzazione di microcalorimetri**

Le attività di ricerca nell'ambito del Corso di Dottorato si sono concentrate sulla messa a punto di processi tecnologici per la realizzazione di microcalorimetri in forma di matrici, anche di grandi dimensioni, dotati di un'elevata risoluzione energetica. E' stata intrapresa una nuova linea di ricerca rispetto alle generali tendenze del settore, basata sull'obiettivo di sviluppare dispositivi semplici ed economici da produrre, ovvero ottenuti mediante processi costruttivi a basso costo e facilmente interfacciabili ad un'elettronica di misura economica. Nei precedenti paragrafi si è mostrato come ci sia una grande esigenza, nell'ambito dell'astrofisica, di rivelatori con le suddette caratteristiche di risoluzione energetica e spaziale, ma si è anche indicata la vastità di altri campi che fanno uso di spettrografia a raggi X e che otterrebbero grandi vantaggi dal tipo di rivelatori che ci si è posti come obiettivo. Il fattore economico riveste una grande importanza ed è l'elemento chiave per quanto riguarda l'introduzione sul mercato di un prodotto che troverebbe ampio impiego per le sue proprietà.

### **2.1 SCELTA DELLA TECNOLOGIA DI RIVELAZIONE**

Per realizzare dei rivelatori con le caratteristiche indicate ci si è orientati verso l'impiego della tecnologia dei microcalorimetri in germanio, in quanto essi presentano dei vantaggi importanti rispetto alle principali tecnologie concorrenti (TES e microcalorimetri in silicio).

I TES sfruttano la forte dipendenza in un materiale superconduttore della resistività dalla temperatura, nell'intorno della regione di transizione tra stato metallico e stato superconduttivo [19]. Essi sono dotati di grande sensibilità termometrica e la loro realizzazione sotto forma di matrici ha già portato importanti risultati. Presentano però

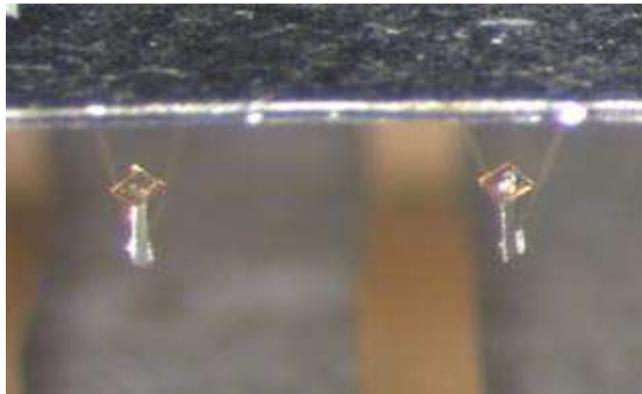
delle difficoltà costruttive per quanto riguarda la realizzazione dell'elemento che assorbe i fotoni X; questo è infatti costruito a forma di fungo, una geometria ad alto rapporto di dimensioni tra lo spessore della base e l'area della copertura, che risulta difficile da ottenere e richiede tecniche di lavorazione complesse e costose [20]. Recentemente sono stati messi a punto dei processi costruttivi che potrebbero semplificare la realizzazione dell'assorbitore [14]. Un altro limite dei TES è costituito dalla necessità di operare ad una temperatura di regime che sia pari, entro stretti margini, alla temperatura di transizione del superconduttore che costituisce l'elemento sensibile. La temperatura di transizione, in effetti, può e deve essere ingegnerizzata per portarla in prossimità della temperatura di lavoro; questo è possibile mediante la realizzazione di strati doppi ottenuti sovrapponendo il superconduttore ad un altro strato di un diverso materiale (esempi di strati doppi utilizzati: Mo/Cu, Mo/Au, Ir/Au e Ti/Au [21]). Mediante processi di feedback termoelettrico è possibile far sì che la temperatura del TES sia diversa dalla temperatura del bagno termico, ma entro certi limiti. Ancora, i TES sono caratterizzati da un'impedenza estremamente bassa che richiede l'impiego di dispositivi Superconducting Quantum Interference Device (SQUID) come elettronica di misura. I microcalorimetri a semiconduttore, al contrario, offrono un'impedenza dell'ordine dei 100 M $\Omega$ , che permette di impiegare economici circuiti di amplificazione basati su FET commerciali. I microcalorimetri in semiconduttore vengono realizzati in silicio drogato con impiantazione ionica o in germanio drogato con trasmutazione neutronica (drogaggio NTD). Questi metodi di drogaggio consentono di ottenere l'elevata uniformità necessaria; in particolare il drogaggio NTD consente un'uniformità eccellente, un meccanismo di compensazione automatico ed una grande riproducibilità [22]. Il germanio consente la realizzazione di microcalorimetri dotati di una maggiore risoluzione energetica rispetto al silicio, in parte per la qualità del drogaggio ed in parte per peculiari proprietà del materiale quale il basso calore specifico a temperature criogeniche [23].

Il gruppo di ricerca dell'INAF - Osservatorio Astronomico di Palermo G. S. Vaiana, presso cui sono state svolte la maggior parte delle attività descritte in questa tesi, già da alcuni anni ha in corso un programma di sviluppo di microcalorimetri a singolo pixel basati su sensore di NTD Ge in collaborazione con lo Smithsonian Astrophysical Observatory di Cambridge, Mass. (USA). Come già accennato, una risoluzione energetica di 3.1 eV a 6 keV è stata misurata con un microcalorimetro a sensore di NTD Ge; questo dispositivo

presentava un'efficienza quantica maggiore del 95% nell'intervallo 0.2-10 keV [18]. Inoltre, è stata dimostrata la possibilità di usare questi sensori anche ad energie ben più alte. Una risoluzione energetica di 50 eV è stata misurata a 60 keV con un assorbitore di stagno spesso 25  $\mu\text{m}$  avente una efficienza quantica del 40% a 35 keV e circa dell'8% a 70 keV [24].

Il tempo tipico di termalizzazione dei dispositivi a Ge-NTD realizzati è dell'ordine dei 20  $\mu\text{s}$ , mentre il ritorno alla temperatura del bagno ha un andamento esponenziale con una costante di tempo di circa 500  $\mu\text{s}$ . Sulla base di questi risultati e del tempo di risposta tipico dell'elettronica di misura, un tasso di conteggi per singolo pixel fino a circa 50 Hz non produce un eccessivo deterioramento della risoluzione energetica.

La qualità dei microcalorimetri basati su sensore in germanio è dunque accertata. Tuttavia i dispositivi prodotti fin ora sono stati realizzati singolarmente per mezzo di tecniche micro-meccaniche (Figura 2.1-1). Il passo successivo, di fondamentale importanza, consiste nello sviluppare una tecnologia che consenta di produrre con facilità matrici di tali rivelatori. Questa linea di ricerca è senz'altro innovativa, in quanto non sono mai stati realizzati, né risulta siano in fase di studio, dispositivi del tipo proposto.



**Figura 2.1-1 – Foto al microscopio di due microcalorimetri in germanio utilizzati all'Osservatorio Astronomico di Palermo. Sono visibili i sensori in germanio NTD (parallelepipedi alti e stretti) coperti da quadratini di metallo, gli assorbitori, che hanno la funzione di assorbire l'energia dei raggi X incidenti. Due sottili fili sono collegati ad ogni sensore per interfacciarlo all'elettronica di misura.**

## 2.2 TECNOLOGIE PLANARI PER LA REALIZZAZIONE DI MATRICI DI MICROCALORIMETRI

Per tecnologie planari si intendono quei processi tecnologici di lavorazione dei materiali che operano contemporaneamente su un intero piano. Tali tecnologie sono state per lo più messe a punto per la microelettronica e sono alla base della costruzione dei circuiti integrati. Esse permettono di costruire su una singola fetta di semiconduttore migliaia di dispositivi elettronici contemporaneamente, consentendo un altissimo *throughput* e, soprattutto, un'elevata riproducibilità dei dispositivi. Infatti, essi nascono dalla stessa fetta di materiale e subiscono gli stessi identici processi, contemporaneamente e sotto identiche condizioni. Ciò non è vero, chiaramente, per dispositivi realizzati singolarmente a mano, secondo la tecnica attualmente utilizzata per costruire i microcalorimetri in germanio.

Impiegando tecnologie planari per la costruzione di microcalorimetri si otterrebbero due grandi vantaggi. Il primo è quello a cui si è accennato della riproducibilità. Potere costruire un gran numero di dispositivi, con caratteristiche pressoché identiche tra loro, apre le porte ad una vastità di esperimenti sulla fisica dei rivelatori che possano godere di una buona validità statistica; attualmente uno dei limiti che impedisce di ottenere risultati certi è proprio il gran numero di parametri, variabili tra un dispositivo e l'altro, che possono influenzare le misure sperimentali. Il secondo vantaggio è presentato dalla possibilità di realizzare, con facilità, matrici dotate di un gran numero di rivelatori, consentendo quindi la costruzione di dispositivi di rivelazione dotati di risoluzione spaziale. Ciò permette di ottenere veri e propri dispositivi di *imaging* a raggi X con capacità di analisi spettrale. L'impiego delle tecnologie planari ha anche un risvolto essenziale in campo economico. Se i processi e le attrezzature necessarie mantengono costi bassi, esse rendono possibile la produzione su larga scala con conseguente abbattimento dei costi del prodotto e la possibilità di un reale inserimento nel mercato.

Sebbene siano già state impiegate tecnologie planari per la realizzazione di microcalorimetri basati sul silicio, pochi sforzi sono stati fatti relativamente a microcalorimetri in germanio. Nonostante le proprietà del germanio che lo qualificano come ottimo materiale per la costruzione di termometri, sia in termini di sensibilità sia in termini di facilità di interfaccia con un'elettronica esterna di misura, non è ad oggi presente un *know-how* sulla lavorazione con processi di microelettronica paragonabile a quello del silicio. Per questo motivo i gruppi di ricerca che lavorano sul germanio si sono fino ad ora

concentrati, ottenendo eccellenti risultati, sull'ottimizzazione di singoli dispositivi. Tuttavia, gli esperimenti effettuati hanno dimostrato come sia possibile una lavorazione del germanio con tecnologie planari utilizzando processi standard opportunamente adattati.



### 3 Microcalorimetri per raggi X con termometro in semiconduttore

#### 3.1 DESCRIZIONE DI UN RIVELATORE A MICROCALORIMETRO

I microcalorimetri sono dispositivi in grado di determinare l'energia associata ad un singolo fotone X incidente misurando l'aumento di temperatura provocato dall'assorbimento dello stesso [25]. Essi sono in genere composti da un assorbitore, un termometro ed un bagno termico (Figura 3.1-1). L'assorbitore ha il compito di assorbire totalmente il fotone incidente e trasformare la sua energia in calore; esso è in contatto termico con il termometro, che permette una misura ad alta sensibilità variazione di temperatura. Il termometro ha dei contatti elettrici che permettono la misura mediante interfacciamento con un'elettronica di controllo. Il bagno termico, infine, mantiene il dispositivo ad una temperatura di regime ( $<100$  mK) e ripristina tale temperatura dopo l'assorbimento di un fotone, smaltendo l'energia in eccesso da questo apportata.

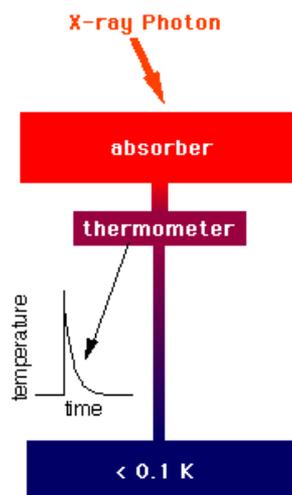


Figura 3.1-1 - Disegno schematico di un microcalorimetro collegato al bagno termico.

I termometri utilizzati hanno principi di funzionamento differenti tra loro; il tipo di termometro discusso in questo lavoro è basato sulla variazione con la temperatura della resistenza elettrica di semiconduttori drogati, in particolare del germanio drogato tramite trasmutazione neutronica (NTD).

### 3.2 DIPENDENZA DELLA RESISTIVITÀ DALLA TEMPERATURA

Le piccolissime energie che si vogliono rivelare impongono che il dispositivo operi a temperature criogeniche ( $T < 100$  mK), per le quali il fenomeno di conduzione elettrica assume caratteristiche del tutto differenti rispetto al caso di più alte temperature. Infatti, in un semiconduttore drogato la conduzione elettrica è normalmente dovuta alla ionizzazione delle impurità droganti, che determina la presenza di elettroni in banda di conduzione o di lacune in banda di valenza. A temperatura ambiente quasi tutte le impurità sono ionizzate e la conduttività dipende dalla loro concentrazione nel materiale; la temperatura gioca in questo caso il suo ruolo modificando la mobilità dei portatori di carica. A temperature criogeniche l'energia termica non è sufficiente a ionizzare le impurità, così come non è sufficiente a ionizzarle l'energia termica apportata al microcalorimetro da un fotone X; ciò che avviene, invece, è che i portatori di carica potranno utilizzare tale energia aggiuntiva per spostarsi direttamente in un altro sito d'impurità, senza transitare dalla banda di conduzione o di valenza [26]. A temperature minori di 100 mK il salto avviene preferenzialmente tra impurità che hanno livelli energetici prossimi tra loro, piuttosto che tra impurità che sono spazialmente vicine. Inoltre un elettrone potrà effettuare il salto soltanto verso una lacuna e viceversa, quindi è necessario che il drogaggio del semiconduttore sia compensato, ovvero siano presenti impurità di tipo sia p che n. Questo meccanismo di conduzione è descritto dal modello del Variable Range Hopping, che prevede la seguente dipendenza della resistività dalla temperatura [26]:

$$\rho(T) = \rho_0 e^{\left(\frac{T_0}{T}\right)^p} e^{-\frac{eE\lambda}{k_B T}}$$

in cui  $\rho_0$ ,  $T_0$  e  $\lambda$  sono parametri che dipendono dal materiale e dal drogaggio,  $p$  è una costante che si considera generalmente pari a 0.5 per semiconduttori cristallini,  $e$  è la carica dell'elettrone,  $k_B$  è la costante di Boltzmann ed  $E$  è il campo elettrico applicato dall'esterno

per polarizzare il semiconduttore. Il secondo esponenziale descrive quello che viene chiamato effetto di campo [27], che pur essendo un effetto di secondo ordine può essere tutt'altro che trascurabile per valori di campo elettrico elevati.

### 3.3 RISOLUZIONE ENERGETICA

La risoluzione energetica teorica di un microcalorimetro è limitata dalle fluttuazioni statistiche di temperatura e dipende dalla sensibilità del termometro, definita come:

$$\alpha = \left| \frac{\partial(\log R)}{\partial(\log T)} \right|.$$

La formula che in assenza di rumori o altri effetti indesiderati fornisce la risoluzione energetica, ovvero la massima capacità di discernimento dell'energia apportata dal fotone, è data da [28]:

$$\Delta E_{FWHM} = 2.36\zeta\sqrt{K_b T^2 C_T},$$

in cui  $K_b$  è la costante di Boltzmann,  $C_T$  la capacità termica del microcalorimetro e  $\zeta$  una quantità proporzionale a  $\alpha^{-1/2}$ . Quando la temperatura è maggiore la risoluzione si riduce perché aumentano le fluttuazioni termiche, che impediscono una corretta misura dell'incremento di temperatura dovuto all'energia apportata dal fotone. Una maggiore capacità termica riduce la risoluzione perché, a parità di energia apportata dal fotone, darà luogo ad un minore incremento di temperatura del sensore.

Per massimizzare la risoluzione si desidera avere un'alta sensibilità del termometro, una bassa capacità termica e lavorare a bassa temperatura. La temperatura di lavoro è limitata inferiormente da altri fattori, primo tra tutti il comportamento dell'assorbitore superconduttore durante l'assorbimento dei fotoni X. A temperature troppo basse, infatti, i tempi caratteristici di ritorno all'equilibrio potrebbero diventare eccessivamente lunghi [29], riducendo la velocità del dispositivo e rendendo ancora più critici gli accoppiamenti termici tra i vari elementi del microcalorimetro. La sensibilità del termometro dipende dal

tipo di microcalorimetro usato ed è bene che non sia troppo elevata altrimenti, per effetti di saturazione e non linearità, si restringerebbe eccessivamente il campo di temperatura misurabile e di conseguenza la banda di energia rivelabile.

La capacità termica gioca un ruolo importante e deve essere minimizzata. Tuttavia, per ridurla, non si può minimizzare arbitrariamente il volume del dispositivo, in quanto subentrerebbero altri effetti deleteri quale l'aumento della componente di rumore  $1/f$  [30] o effetti di non linearità dovuti ad un salto termico eccessivo durante la termalizzazione di un fotone. I contributi alla capacità termica sono i seguenti [31][23]:

- componente reticolare, dovuta all'interazione fononica col reticolo, proporzionale a  $T^3$ ;
- componente dovuta ad impurità e difetti, proporzionale a  $T$ ;
- componente dovuta agli elettroni di conduzione (nei metalli), proporzionale a  $T$ .

Bisogna tenere ben presente tali elementi nella scelta dei materiali da utilizzare. La componente preponderante in un semiconduttore drogato a temperatura  $< 100$  mK è quella dovuta alle impurità presenti nel materiale, mentre in un superconduttore è quella reticolare.

### **3.4 L'ASSORBITORE**

L'assorbitore è un elemento che ha consentito grandi passi in avanti in termini di risoluzione energetica dei microcalorimetri. Inizialmente, nei primi dispositivi realizzati, l'elemento assorbitore era lo stesso termometro, ma questo comportava una serie di inconvenienti che limitavano grandemente la risoluzione energetica. Inoltre, la massa atomica di un semiconduttore non è sufficientemente alta da assorbire il 100% di una radiazione X incidente entro uno spessore utile; servirebbero spessori di svariati millimetri che condurrebbero a dispositivi dalle dimensioni eccessive, aumentando la capacità termica e compromettendo la sensibilità di rivelazione. Un assorbitore, al contrario, è realizzato con materiali capaci di assorbire il 100% di raggi X (ad energie tra 0.1 keV e 10 keV) in uno spessore di pochi micron. Il processo di termalizzazione dei fotoni, inoltre, è

molto più efficiente e rapido in un assorbitore piuttosto che nel termometro semiconduttore. A questo si aggiunge che raggi X assorbiti direttamente dal semiconduttore potrebbero dar luogo a generazione di coppie elettrone-lacuna, sovrapponendo di fatto questo effetto al meccanismo di *hopping conduction* su cui si basano i dispositivi.

Per minimizzare il contributo di capacità termica apportata dall'assorbitore mantenendo al contempo un'elevata capacità di assorbimento, è fondamentale la selezione più opportuna del materiale da utilizzare. La scelta ricade tra materiali particolari a bassa capacità termica e metalli e leghe metalliche che presentano un comportamento superconduttivo. In un metallo in superconduzione, la capacità termica dovuta alla componente elettronica si riduce a [29]:

$$C_s = \gamma \cdot T_c \exp(-\Delta_s / T)$$

con  $\gamma$  costante che dipende dal materiale,  $T_c$  temperatura critica e  $\Delta_s$  gap di superconduttività; questa componente è trascurabile per  $T \ll T_c$ , così che la capacità termica sarà costituita dalla sola componente reticolare, comunque molto ridotta per via della sua dipendenza da  $T^3$ . Dunque i superconduttori a temperature criogeniche presentano una bassa capacità termica ed hanno una buona capacità di assorbimento per via della elevata massa atomica.

I principali materiali sperimentati come assorbitori sono lo stagno, il renio, l'HgTe, il tantalio, il bismuto ed il piombo-bismuto. Le differenze tra questi consistono nella efficienza di assorbimento, nella capacità termica e nei tempi di termalizzazione dei fotoni e di ritorno all'equilibrio del sistema coppie di Cooper - quasiparticelle. L'uso di assorbitori in stagno su NTD Ge ha portato eccellenti risultati [18].

### **3.5 CONTATTI TERMICI TRA ASSORBITORE, TERMOMETRO E BAGNO TERMICO**

Un elemento essenziale per il buon funzionamento di un microcalorimetro è il corretto accoppiamento termico tra le parti che lo compongono. Per valutare tali accoppiamenti è necessario considerare le caratteristiche del fenomeno della conduzione termica a

temperature criogeniche [32]. Di fatto, a tali temperature, i fononi sono balistici all'interno del materiale attraverso il reticolo, in quanto il loro cammino libero medio supera le dimensioni del dispositivo. Ciò che governa gli accoppiamenti termici è dunque l'interazione dei fononi con le superfici di contatto tra i materiali. La resistenza termica è inversamente proporzionale alla estensione di tali superfici ed è tanto maggiore quante più imperfezioni esse presentano.

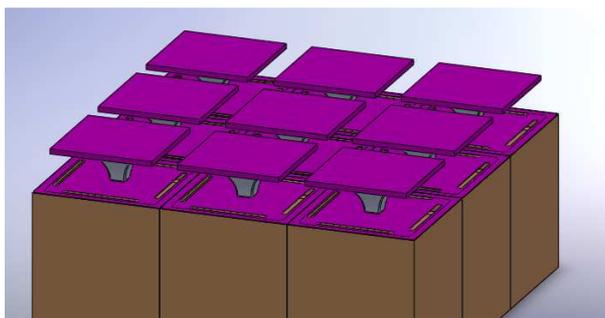
I contatti termici fondamentali sono quello tra assorbitore e termometro e quello tra termometro e bagno termico. Il primo dovrebbe presentare una conduttanza più grande possibile, per minimizzare il tempo di trasferimento dell'energia termica dopo l'assorbimento di un fotone. Tuttavia, si ritiene che una resistenza termica troppo bassa potrebbe compromettere il funzionamento del dispositivo, in quanto il trasferimento di calore potrebbe essere più veloce del tempo di termalizzazione dei fotoni: ciò consentirebbe il trasferimento di fononi altamente energetici, frutto di un processo di termalizzazione non ancora completo, che non permetterebbero una misura di temperatura accurata nel termometro. La resistenza termica tra termometro e bagno condiziona la velocità di ripristino della temperatura di equilibrio. La situazione ottimale per ottenere misure precise è quella in cui il fotone incidente è stato completamente termalizzato e l'energia termica corrispondente si è distribuita uniformemente nell'assorbitore e nel termometro. Questa condizione non è di equilibrio, in quanto il flusso termico verso il bagno tende a riportare la temperatura a quella di lavoro. Tuttavia, se la resistenza termica tra termometro e bagno è sufficientemente grande, il flusso termico che altera l'equilibrio della condizione di misura è piccolo e si riesce in pratica a raggiungere la situazione ottimale. D'altro canto, se la resistenza è troppo grande il tempo di ripristino della temperatura cresce eccessivamente, limitando la velocità di funzionamento del dispositivo ed il numero di fotoni al secondo che esso è in grado di rivelare.

## 4 Fabbricazione dei microcalorimetri

Le attività di ricerca svolte si sono concentrate sulla messa a punto dei processi tecnologici necessari alla realizzazione di matrici di microcalorimetri al germanio. Il complesso lavoro di adattamento di processi standard utilizzati per la lavorazione del silicio, o impiegati usualmente in altri campi applicativi, e lo sviluppo di processi ad-hoc, hanno richiesto un'intensiva attività di sperimentazione. I materiali adoperati sono stati scelti in funzione delle loro proprietà a temperature di poche decine di millikelvin, in base ad informazioni di difficile reperibilità e caratterizzate da una considerevole discordanza nella letteratura disponibile. Nel presente capitolo sono descritte le fasi di lavorazione effettuate e i materiali e le tecnologie impiegate.

### 4.1 IL PROCESSO COSTRUTTIVO

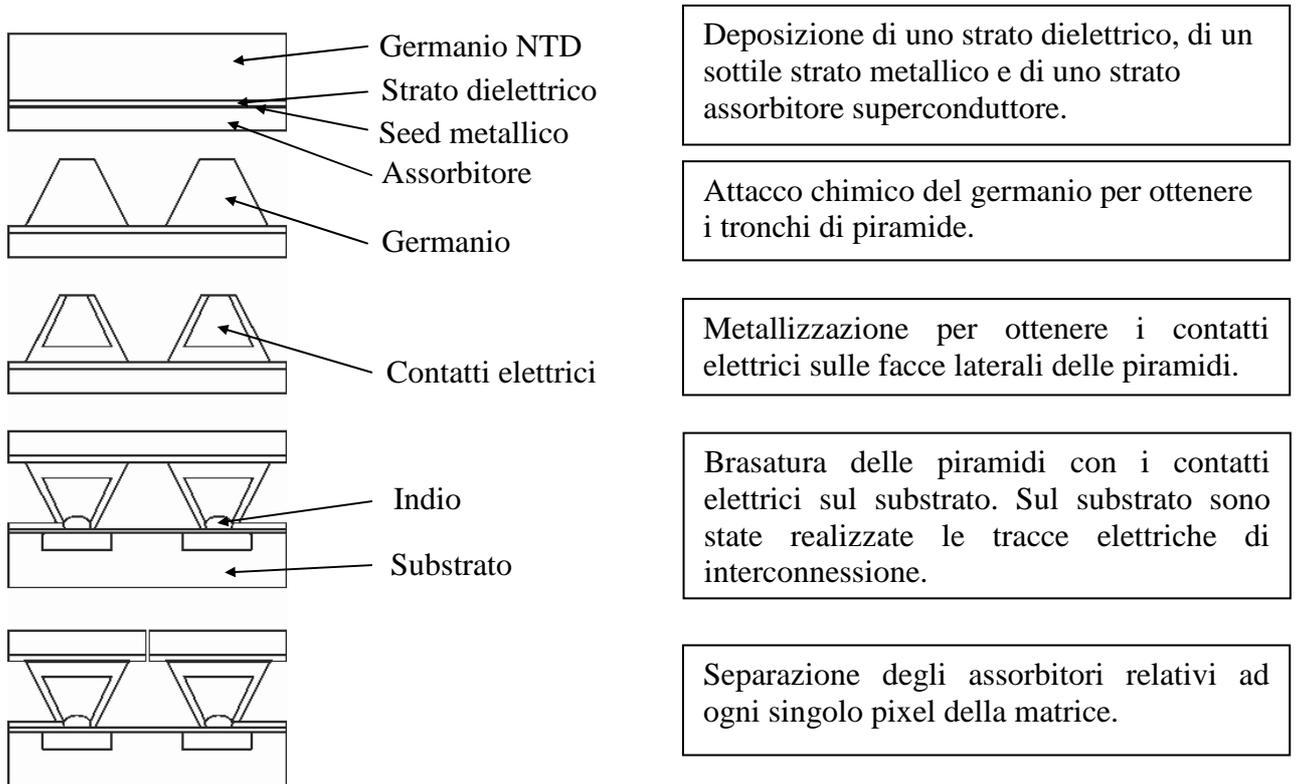
I processi tecnologici messi a punto consentono la realizzazione di una matrice di microcalorimetri in germanio posta su di un substrato che agisce contemporaneamente da bagno termico, da supporto meccanico e costituisce lo strato su cui realizzare i collegamenti elettrici [33]. Tali processi sono stati sviluppati per la fabbricazione di una matrice 6x6, ma la maggior parte di questi sono scalabili e consentirebbero di realizzare matrici con migliaia di pixel. Il limite principale alla scalabilità consiste nel layout d'interconnessione dei sensori, dato che ogni pixel necessita il proprio collegamento elettrico. L'immagine seguente mostra una rappresentazione di una matrice di microcalorimetri.



**Figura 4.1-1 - Rappresentazione di una matrice di microcalorimetri.**

I sottili parallelepipedi in alto rappresentano gli assorbitori in stagno; questi sono posti al di sopra degli elementi in germanio, i sensori, i quali hanno una forma a tronco di piramide. A loro volta le piramidi in germanio sono collocate sul substrato, raffigurato come un blocco di silicio con sopra delle membrane in nitruro di silicio. Le piramidi sono dotate di contatti metallici (non illustrati in figura) su due facce opposte, per consentirne la misura della resistenza elettrica. I contatti sono collegati all'elettronica di misura mediante tracce elettriche presenti sul substrato.

Per semplicità ci si riferirà in seguito, se non specificato, ad un singolo microcalorimetro, intendendo che gli stessi processi avvengono in parallelo su tutti i microcalorimetri della matrice. Verrà descritta adesso in sintesi la procedura di costruzione, mostrata in Figura 4.1-2, soffermandosi in dettaglio sui vari processi nei relativi sottocapitoli. Le principali tecnologie a cui si fa riferimento sono descritte in appendice.

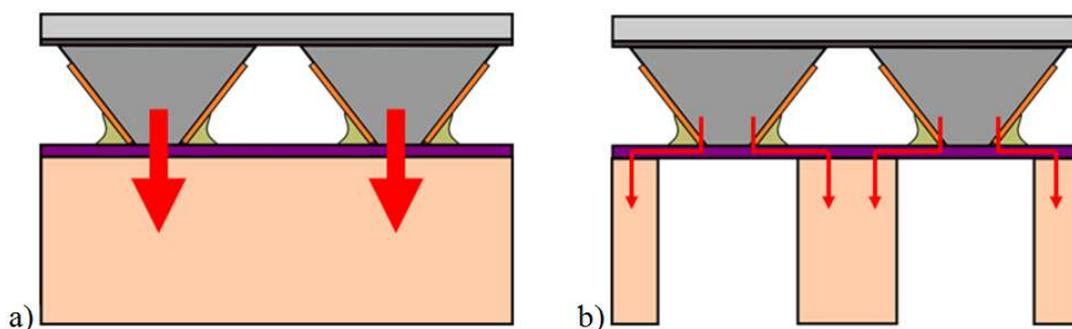


**Figura 4.1-2 - Disegno schematico del processo planare per la costruzione di matrici di microcalorimetri.**

Il materiale di partenza è costituito da una fetta di germanio NTD con spessore 0.5 mm su cui viene depositato un film dielettrico, che impedisce all'assorbitore metallico, successivamente depositato, di cortocircuitare il germanio. Su questo è accresciuto un film di stagno, che costituirà gli assorbitori ( $\sim 10 \mu\text{m}$ ). Lo spessore del germanio viene ridotto a  $60 \mu\text{m}$ , ovvero l'altezza finale dei sensori piramidali. Per garantire un'adeguata robustezza durante le successive fasi di lavorazione viene impiegato un supporto meccanico, di spessore pari a qualche millimetro, incollato sull'assorbitore prima di ridurre lo spessore del germanio. Tale supporto viene rimosso al termine della procedura costruttiva. Il germanio viene sottoposto ad un processo di attacco chimico in modo da formare una matrice di tronchi di piramidi con altezza  $60 \mu\text{m}$ . Su due facce opposte di ogni piramide vengono depositati i contatti metallici. Una volta completata, la matrice di germanio viene collegata, mediante brasatura ad indio, meccanicamente, termicamente ed elettricamente ad un substrato su cui sono state depositate le tracce elettriche di interconnessione ai sensori. Nello specifico ogni sensore viene collegato a due piazzole, una per contatto, depositate sul substrato e collegate tramite le tracce elettriche all'elettronica di misura. Per effettuare la brasatura si deposita sulle piazzole dell'indio sotto forma di colonnine, o *bumps*, si portano

a contatto delle stesse i sensori e si riscalda fino a fondere l'indio. Il disegno in Figura 4.1-3 mostra due sensori collegati al substrato mediante la brasatura ad indio (non sono indicate le piazzole e le piste di interconnessione presenti sul substrato).

Come descritto in precedenza, il collegamento termico tra i sensori e il bagno termico deve essere limitato e calibrato con accuratezza. Per far ciò vengono qui proposte due soluzioni. La prima consiste nel sospendere su membrane in nitruro di silicio i sensori, come indicato in Figura 4.1-3. Tal tecnica è ampiamente utilizzata con altri tipi di rivelatori (sono anche disponibili in commercio fette di silicio con nitruro di silicio già depositato) e prevede di utilizzare come substrato una fetta di silicio con un film di nitruro di silicio di spessore  $\sim 1 \mu\text{m}$ ; un rimozione selettiva di silicio consente di ottenere delle membrane sospese su una griglia di silicio. Con il silicio direttamente a contatto con il bagno termico, le membrane costituiscono il collegamento termico dominante tra i sensori ed il bagno. Esse hanno lo scopo di ridurre fortemente la sezione disponibile per il trasporto termico, in accordo a quanto illustrato sui meccanismi di conduzione termica a temperature inferiori ai 100 mK.



**Figura 4.1-3 - Funzione delle membrane in nitruro di silicio. a) Senza membrane sospese la superficie di scambio è grande e il trasporto di calore eccessivo. b) Quando vengono realizzate le membrane sospese rimuovendo opportunamente il silicio, la riduzione dell'area effettiva di contatto consente di limitare lo scambio termico con il bagno a 60 mK.**

Affinché si possano impiegare le membrane nel modo descritto, è necessario che la conduttanza termica dei contatti elettrici e meccanici, ottenuti mediante brasatura ad indio, sia molto maggiore della conduttanza termica desiderata tra sensori e bagno termico, in modo che il processo di trasporto termico sia dominato dalle membrane. Non è stato possibile eseguire misure criogeniche in tal senso, ma alcuni dati al riguardo sono forniti nel sottocapitolo relativo alla brasatura. Qualora questa condizione non dovesse essere verificata si propone, come soluzione alternativa, l'ingegnerizzazione dei suddetti contatti

elettrici e meccanici tale da incrementare, fino al valore desiderato, la resistenza termica. Ciò può essere ottenuto, secondo quanto detto riguardo ai meccanismi di trasporto del calore, aumentando opportunamente il numero degli strati di materiale depositati tra il sensore ed il substrato.

La deposizione di uno strato unico di stagno per gli assorbitori implica la necessità di separare gli assorbitori relativi ai singoli sensori. Tale processo di separazione non è stato messo a punto, ma potrebbe essere direttamente applicata una tecnica già utilizzata su rivelatori in silicio [34], consistente nell'effettuare un taglio laser degli assorbitori. Un sistema alternativo potrebbe consistere nell'effettuare l'accrescimento di assorbitori già separati utilizzando una tecnica di definizione delle geometrie analoga a quella messa a punto per la deposizione delle colonnine di indio (si veda il relativo sottocapitolo). Il successivo allineamento delle geometrie dei sensori a quelle degli assorbitori potrebbe essere effettuato illuminando il multistrato stagno-germanio a luce infrarossa dalla parte degli assorbitori: il germanio presenta un'elevata trasparenza a lunghezze d'onda comprese tra 2  $\mu\text{m}$  e 10  $\mu\text{m}$  e sarebbe quindi possibile vedere attraverso di esso le sagome degli assorbitori.

## **4.2 DROGAGGIO NTD DEL GERMANIO**

Il drogaggio del germanio è determinante per quanto riguarda la risoluzione energetica ottenibile. Ciò che si desidera ottenere è un drogaggio compensato (per quanto discusso relativamente al meccanismo di hopping) con un livello di uniformità estremamente elevato[35]. Le tradizionali tecniche di drogaggio non soddisfano i requisiti necessari; il drogaggio effettuato durante la crescita Czochralski, ad esempio, non consente il mantenimento di una concentrazione costante di due droganti (p ed n) lungo l'asse di accrescimento e inoltre soffre di fluttuazioni nell'effettivo drogaggio dovute a fenomeni convettivi all'interno del semiconduttore in fase liquida [22]. I processi d'impiantazione ionica, che possono offrire un drogaggio uniforme sul piano, non sono idonei a drogare fette di semiconduttore di elevato spessore.

Il processo NTD (Neutron Transmutation Doping) è un metodo consolidato per ottenere un drogaggio con elevato grado di uniformità sull'intera fetta di semiconduttore in

lavorazione. Il drogaggio è ottenuto trasmutando alcuni atomi del materiale mediante bombardamento neutronico, rendendoli impurità droganti. Il processo consiste nell'esporre la fetta di semiconduttore che si intende drogare ad un flusso di neutroni all'interno di un reattore nucleare. All'interno del reattore i neutroni prodotti vengono decelerati mediante un moderatore (acqua o grafite), fino a diventare neutroni termici, ovvero con un'energia pari a  $\sim 0.025$  eV. I neutroni termici hanno una probabilità elevata di essere assorbiti da un nucleo atomico del semiconduttore bombardato, che sarà di conseguenza soggetto ad una trasmutazione. I diversi isotopi presenti naturalmente nel materiale possono dar luogo, in seguito al bombardamento neutronico, ad un isotopo stabile o ad un isotopo instabile che a sua volta trasmuterà dopo un processo di decadimento. Il risultato, a seconda dell'isotopo coinvolto, sarà quindi un isotopo di germanio stabile differente dall'originario o un atomo di un diverso elemento, che costituirà impurità drogante nel germanio. Il germanio ha una composizione isotopica media indicata nella Tabella 4.2-1. Gli isotopi  $^{72}\text{Ge}$  e  $^{73}\text{Ge}$  danno luogo a isotopi di germanio stabili. Gli isotopi  $^{70}\text{Ge}$ ,  $^{74}\text{Ge}$  e  $^{76}\text{Ge}$  vengono trasmutati rispettivamente in gallio, arsenico e selenio. La probabilità che venga generata una determinata impurità drogante dipende dall'abbondanza percentuale dell'isotopo relativo e dalla sua sezione d'urto. Il drogaggio risultante è di tipo p (a causa dell'elevata sezione d'urto dell'isotopo  $^{70}\text{Ge}$ ), con un rapporto di compensazione n pari a  $K = 0.32-0.4$  [36].

**Tabella 4.2-1 - Composizione isotopica del germanio [37].**

<b>Isotopo</b>	<b>Prodotto</b>	<b>Drogaggio</b>	<b>Abbondanza %</b>	<b>Sezione d'urto <math>\sigma</math> [<math>\text{cm}^2 \times 10^{-24}</math>]</b>
$^{70}\text{Ge}$	$^{71}\text{Ga}$	p	20.4	2.74
$^{72}\text{Ge}$	$^{73}\text{Ge}$	-	27.3	0.98
$^{73}\text{Ge}$	$^{74}\text{Ge}$	-	7.8	14.0
$^{74}\text{Ge}$	$^{75}\text{As}$	n	36.7	0.482
$^{76}\text{Ge}$	$^{77}\text{Se}$	n	7.8	0.16

L'uniformità di drogaggio è garantita nel processo NTD dalla naturale distribuzione uniforme degli isotopi nel materiale. Gli isotopi stabili nel germanio naturale, infatti, sono distribuiti in modo casuale poiché chimicamente identici e dal momento che le piccole differenze tra le loro masse non influisce sui processi di accrescimento dei cristalli. Inoltre il flusso di neutroni si mantiene pressoché costante lungo l'asse del fascio all'interno del germanio, grazie alle piccole sezioni d'urto per la cattura dei neutroni. Considerando infatti la lunghezza di attenuazione dei neutroni termici nel germanio,

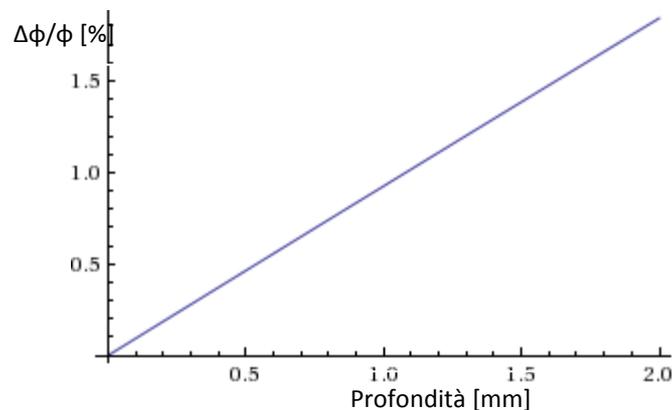
$$\lambda = \sum_i \sigma_i n_i = 107.6 \text{ mm},$$

con  $n_i$  e  $\sigma_i$  rispettivamente densità in atomi per centimetro cubico e sezione d'urto per l' $i$ -esimo isotopo, risulta una variazione di flusso in funzione della profondità  $x$  pari a:

$$\frac{\Delta\phi}{\phi} = 1 - e^{-\frac{x}{107.6}}.$$

Le densità atomiche sono state valutate considerando il peso atomico del germanio e l'abbondanza di ogni isotopo.

Per una fetta di germanio di mezzo millimetro di spessore si ottiene una variazione del flusso di neutroni (e quindi una variazione del drogaggio) lungo l'asse normale alla superficie dello 0.46%. Sarebbe possibile assottigliare le fette fino a 60  $\mu\text{m}$  (altezza dei sensori) e drogare fino a dieci contemporaneamente mantenendo tra la prima e l'ultima una differenza di drogaggio entro lo 0.55%.



**Figura 4.2-1** Variazione percentuale del drogaggio al variare della profondità.

Presso il MIT Nuclear Reactor Laboratory, (Cambridge, MA, USA), sono stati drogati trentadue quadrati di germanio di orientazione  $\langle 100 \rangle$  e  $\langle 111 \rangle$  e dimensioni 10 mm x 10 mm x 0.5 mm. Il Nuclear Reactor Laboratory (NRL) è un laboratorio universitario del MIT che conduce ricerca interdisciplinare nell'area dell'energia e della medicina nucleare e che dispone di un reattore nucleare ad uranio da 6 MW. Il reattore è dotato di una serie di porte che attraversano lo scudo esterno e permettono di condurre esperimenti. Nella reazione di fissione nucleare vengono prodotti fondamentalmente neutroni veloci, che vengono decelerati dagli urti con le molecole d'acqua usata come moderatore. All'uscita della vasca che contiene il combustibile ed il moderatore si ottengono pressoché esclusivamente neutroni termici. Il drogaggio dei campioni di germanio è stato effettuato nella porta siglata 3GV6, che ha un flusso nominale di neutroni di  $10^{13}$  n/cm<sup>2</sup>s. I campioni sono stati separati in tre gruppi, ognuno dei quali posizionato in una differente zona per ottenere una diversa fluenza (flusso integrato nel tempo) di neutroni. Per ciascun gruppo due fili di ferro sono stati utilizzati come riferimenti. Essi sono stati irraggiati insieme ai campioni e dalla misura della radioattività risultante si è potuto calcolare la fluenza effettiva in quella zona del reattore. La Tabella 4.2-2 mostra la fluenza misurata per i diversi campioni irraggiati. Si deve tenere in considerazione che, per ciascun gruppo, una differenza nel posizionamento tra i campioni determina una variazione nella fluenza non rivelabile con il tipo di misura media effettuata con i fili.

**Tabella 4.2-2 - Campioni di germanio drogati tramite NTD.**

Campione	Fluenza <sup>1</sup> [cm <sup>-2</sup> ] (x10 <sup>18</sup> )	Durata dell' irraggiamento	Concentrazione portatori <sup>2,3</sup> [cm <sup>-3</sup> ] (x10 <sup>16</sup> )	Resistività <sup>3</sup> [Ω cm] (x10 <sup>-2</sup> )
GE100-01	2.05	63 h 55m 43 s	4.167	9.145
GE100-02	2.05	63 h 55m 43 s	4.100	9.341
GE100-03	2.05	63 h 55m 43 s	4.161	9.117
GE100-04	2.32	63 h 55m 43 s	4.551	8.588
GE100-05	2.32	63 h 55m 43 s	4.704	8.253
GE100-06	2.32	63 h 55m 43 s	4.684	8.277
GE100-07	2.45	63 h 55m 43 s	4.734	8.356
GE100-08	2.45	63 h 55m 43 s	4.888	8.275
GE100-09	2.45	63 h 55m 43 s	4.949	8.027
GE100-10	2.58	75 h 47 m	5.276	7.680
GE100-11	2.58	75 h 47 m	4.979	8.066
GE100-12	2.58	75 h 47 m	5.040	8.012
GE100-13	2.70	75 h 47 m	4.875	8.223
GE100-14	2.70	75 h 47 m	4.934	8.233
GE100-15	2.70	75 h 47 m	5.085	8.070
GE100-16	2.62	75 h 47 m	5.165	7.953
GE100-17	2.62	75 h 47 m	5.465	7.528
GE100-18	2.62	75 h 47 m	5.587	7.378

GE111-01	2.05	63 h 55m 43 s	4.180	8.913
GE111-02	2.05	63 h 55m 43 s	4.109	8.982
GE111-03	2.05	63 h 55m 43 s	4.244	8.818
GE111-04	2.32	63 h 55m 43 s	4.493	8.548
GE111-05	2.32	63 h 55m 43 s	4.602	8.301
GE111-06	2.32	63 h 55m 43 s	4.819	8.128
GE111-07	2.45	63 h 55m 43 s	5.080	7.821
GE111-08	2.45	63 h 55m 43 s	4.982	7.951
GE111-09	2.45	63 h 55m 43 s	4.960	8.023
GE111-10	2.58	75 h 47 m	5.287	7.452
GE111-11	2.58	75 h 47 m	5.060	7.833
GE111-12	2.58	75 h 47 m	5.295	7.506
GE111-13	2.70	75 h 47 m	5.208	7.599
GE111-14	2.70	75 h 47 m	4.948	7.982
GE111-15	2.70	75 h 47 m	5.334	7.497
GE111-16	2.62	75 h 47 m	5.581	7.308
GE111-17	2.62	75 h 47 m	5.565	7.463
GE111-18	2.62	75 h 47 m	5.549	7.355

*Note: 1. Media della fluenza calcolata analizzando la radioattività residua di fili di ferro usati come monitor. 2. Misura basata su effetto Hall, il valore è valido per un semiconduttore con drogaggio non compensato. 3. La presenza di giunzioni rettificanti ai contatti ha alterato i risultati delle misure di drogaggio e resistività.*

Prima di effettuare l'irraggiamento sull'intero set di campioni è stato eseguito al NRL un test di attivazione su un singolo campione di germanio, per quantificare tracce di elementi presenti nel materiale. Il test, denominato Neutron Activation Analysis (NAA), consiste nell'irraggiare il campione con neutroni, per formare artificialmente degli isotopi radioattivi, e misurare lo spettro delle radiazioni prodotte. La Tabella 4.2-3 mostra i risultati delle misure effettuate. La concentrazione di antimonio e arsenico sono entro gli intervalli tipici di materiali ad alta purezza. Il valore relativo al sodio è alto, probabilmente a causa di una contaminazione superficiale.

**Tabella 4.2-3 - Tracce presenti nel germanio.**

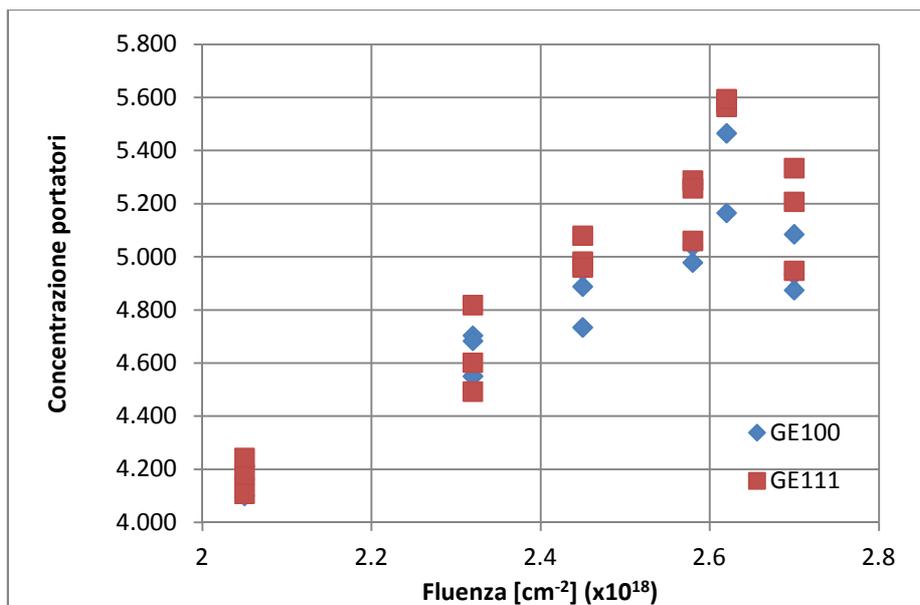
<b>Elemento</b>	<b>Concentrazione (ppm)</b>	<b>(atomi/cm<sup>3</sup>)</b>
Sb	3.13e-3	9.7e15
As	2.19e-1	1.4e14
Na	1.04	4.6e16

Il processo d'irraggiamento determina una radioattività residua, dovuta al decadimento degli isotopi instabili. Dopo l'irraggiamento è stata riportata una misura della radiazione ionizzante pari a 200 mR/h alla distanza di 1 cm e di 7 mR/h a 30 cm. Il tempo di dimezzamento maggiore tra i diversi isotopi del germanio è quello del <sup>71</sup>Ge, ovvero 11.2 giorni. Per via di scelte organizzative la spedizione è stata effettuata a circa un anno di distanza dall'irraggiamento, quindi il rapporto di radioattività era almeno maggiore di  $2^{365/11.2}=1.5e-10$ . La radioattività residua dei campioni è stata misurata presso il Dipartimento di Ingegneria Nucleare dell'Università di Palermo ed è risultata non rilevabile rispetto al rumore di fondo.

Sono state effettuate delle misure di drogaggio e di resistività sui campioni drogati (Tabella 4.2-2). Lo strumento utilizzato, l' HMS-3000 Hall Measurement System dell' ECOPIA, abbina una misura della resistività effettuata con il metodo di Van der Pauw ad una misura del drogaggio ottenuta per effetto Hall [38]. I risultati riportati sono stati alterati dalla

presenza di giunzioni metallo-semiconduttore, poiché i contatti in oro dello strumento venivano posti direttamente a contatto del germanio. Come discusso in seguito è possibile ottenere un contatto ohmico usando dell'indio come interfaccia tra il germanio e i contatti dello strumento. E' stata eseguita una misura sul campione GE100-9, impiegando l'indio per realizzare i contatti. Sono stati misurati i seguenti valori: concentrazione di portatori:  $4.108e19 \text{ cm}^{-3}$ , resistività:  $9.877e-5 \text{ } \Omega \text{ cm}$ . Confrontando con i dati in tabella risulta evidente la differenza tra le misure effettuate con e senza indio. Per questo motivo le misura in Tabella 4.2-2 possono essere considerati in termini relativi e non in termini assoluti. Un'ulteriore considerazione sta nel fatto che i valori di concentrazione di drogante sarebbero validi per un semiconduttore con drogaggio non compensato e andrebbero quindi opportunamente corretti tenendo conto dell'effettivo rapporto di compensazione e del rapporto tra le mobilità di elettroni e lacune.

La concentrazione misurata dei portatori nei campioni è riportata in Figura 4.2-2. La differenza nel drogaggio di campioni appartenenti allo stesso gruppo può essere giustificata dal diverso posizionamento degli stessi all'interno del reattore. E' presente un'anomalia in corrispondenza al valore di fluensa pari a  $2.7 \cdot 10^{18} \text{ cm}^{-2}$ , in quanto la concentrazione dei portatori dovrebbe essere monotona crescente in funzione della fluensa. E' in corso una verifica con i colleghi dell' MIT per determinare la causa del risultato ottenuto. E' plausibile che la fluensa effettiva del gruppo di campioni in questione sia minore del valore considerato.



**Figura 4.2-2 - Misura della concentrazione dei portatori in funzione della fluenza di neutroni con cui sono stati irradiati i campioni. La scala delle ordinate è espressa in unità arbitrarie.**

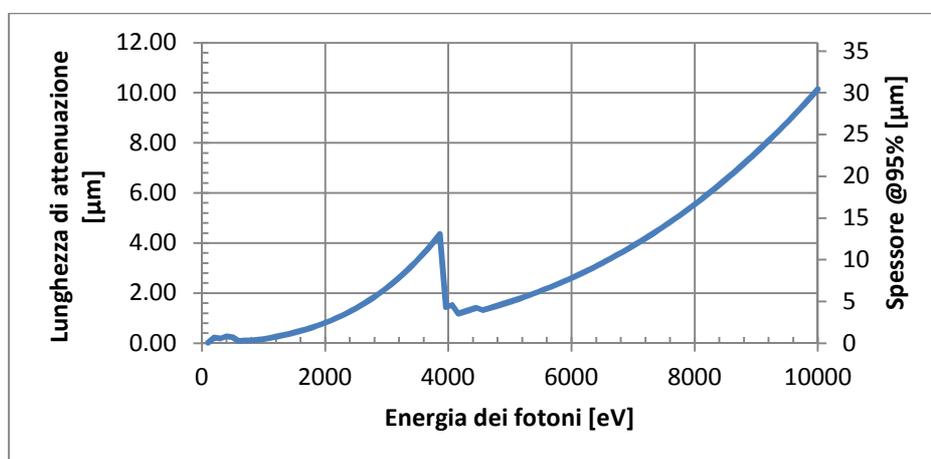
I campioni drogati consentiranno di effettuare una caratterizzazione della resistività in funzione della temperatura (nell'intorno di 60 mK) al variare dell'entità del drogaggio. Il valore di fluenza con cui effettuare il drogaggio di ulteriori campioni potrà essere scelto quindi in base alle misure effettuate.

### 4.3 ACCRESCIMENTO DELL' ASSORBITORE

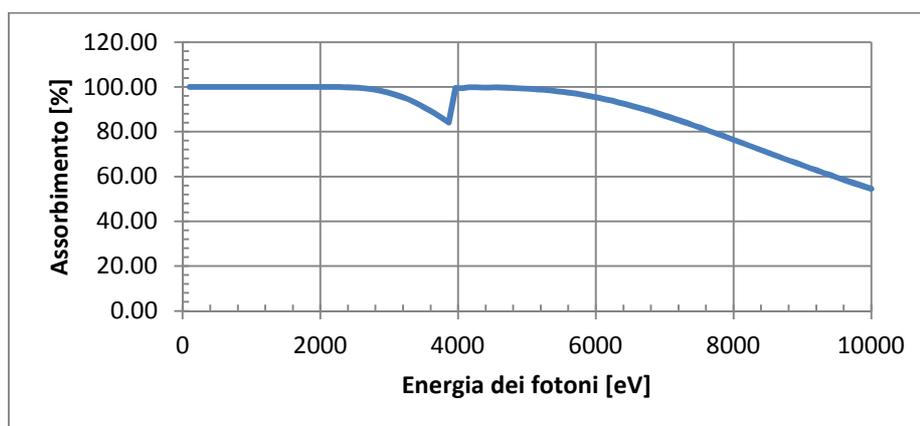
Come spiegato nel capitolo riguardante il funzionamento dei microcalorimetri a semiconduttore, l'assorbitore è un elemento indispensabile per ottenere un'elevata risoluzione energetica. L'approccio adottato per la realizzazione dell'assorbitore consiste nel depositare il metallo che lo costituisce sulla fetta drogata, ancora prima di realizzare i sensori piramidali [39]. Lo spessore dell'assorbitore è un compromesso tra efficienza quantica, ovvero percentuale di fotoni X misurati rispetto a quelli incidenti, e risoluzione energetica. Infatti, un maggiore spessore aumenta la capacità di assorbimento dei fotoni, che hanno quindi una minore probabilità di passare attraverso il materiale senza essere assorbiti, ma apporta un maggiore contributo di capacità termica e determina quindi una minore risoluzione energetica. Il materiale scelto per realizzare l'assorbitore è lo stagno, per i seguenti motivi:

- è un superconduttore alla temperatura di lavoro dei sensori, quindi il contributo di capacità termica è ridotto alla sola componente reticolare;
- ha, in quanto elemento ad elevata massa atomica, un'elevata capacità di assorbimento dei raggi-X che consente di impiegare spessori ridotti;
- è possibile depositarlo in modo semplice tramite accrescimento galvanico.

In Figura 4.3-1 viene mostrata la lunghezza di attenuazione dello stagno in funzione dell'energia e lo spessore necessario per raggiungere un'efficienza quantica del 95% [40]. Un assorbitore di stagno con spessore pari a 8  $\mu\text{m}$  presenta una capacità di cattura superiore al 95% per energie inferiori a 6 keV, il che costituisce una buona prestazione per applicazioni astrofisiche (Figura 4.3-2).



**Figura 4.3-1 - Lunghezza di attenuazione dello stagno in funzione dell'energia dei fotoni incidenti. Scala secondaria: spessore di stagno necessario per ottenere un assorbimento del 95%.**



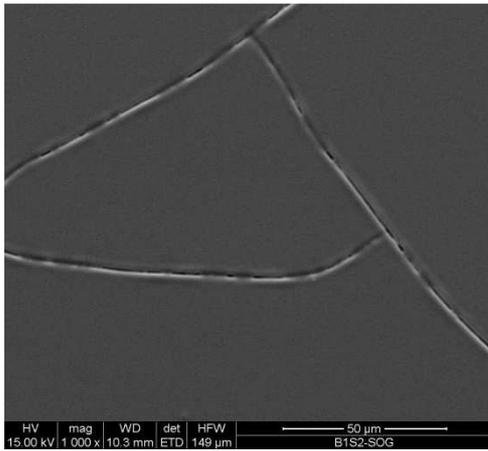
**Figura 4.3-2 - Assorbimento di un film di stagno spesso 8  $\mu\text{m}$ .**

L'assorbitore è realizzato mediante accrescimento galvanico in quanto uno spessore di 8  $\mu\text{m}$  è piuttosto elevato per essere depositato mediante tecniche di sputtering o evaporazione. Inoltre, il processo galvanico è ben controllabile e consente di ricavare la quantità di materiale depositato direttamente da una misura della corrente galvanica integrata.

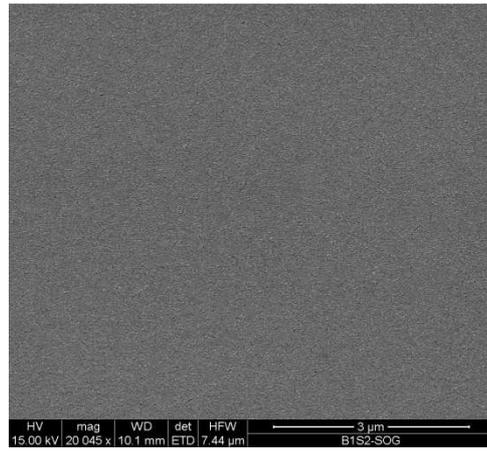
#### 4.3.1 Spin-On Glass

L'assorbitore deve essere elettricamente isolato dal germanio affinché non cortocircuiti i sensori. Per ottenere un adeguato strato isolante viene dunque depositato, mediante spin-coating, uno strato di Spin-On Glass (SOG) sul germanio. Il SOG è un dielettrico composto da silicati in un solvente organico; si presenta in forma liquida e può essere depositato in forma di sol-gel tramite spin-coater in modo uniforme con spessori piccoli fino a 100 nm. Dopo un opportuno trattamento termico il sol-gel collassa ed assume proprietà dielettriche simili a quelle dell'ossido di silicio. La possibilità di depositare un film uniforme consente di ottenere una conduttanza termica omogenea tra l'assorbitore ed il germanio.

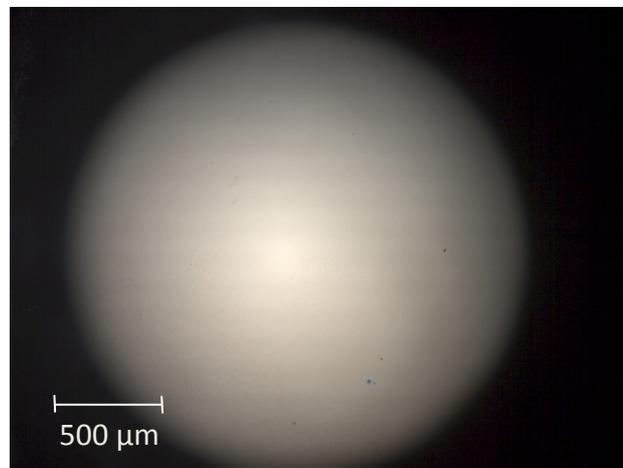
Il SOG utilizzato è il 20B della Filmtronics. È stato depositato per spin-coating su quadrati di germanio 10 mm x 10 mm x 0.5 mm a 3000 rpm per 15", per ottenere uno spessore nominale finale (dopo la cottura) di 250 nm. Il germanio è stato preventivamente sottoposto a trattamenti di pulizia ed eliminazione dell'acqua adsorbita. Una volta depositato il SOG viene essiccato e cotto. La cottura è stata eseguita ad una temperatura massima di 400 °C in azoto. La presenza di ossigeno deve essere evitata durante la cottura, altrimenti attraverso le microporosità del SOG non ancora collassato si ha un'ossidazione repentina del germanio con conseguente creazione di micro e macro fratture nel semiconduttore (Figura 4.3-3); per cuocere in azoto è stata realizzata una cameretta in acciaio inox da introdurre in forno, collegata al circuito dell'azoto e ad una pompa rotativa da vuoto per estrarre l'aria. Da un esame al SEM effettuato dopo la cottura non risultano porosità residue nel film di SOG.



**Figura 4.3-3 - Microfratture nel germanio con SOG cotto in presenza di ossigeno.**



**Figura 4.3-4 - Assenza di porosità residua nel film di SOG dopo la cottura.**



**Figura 4.3-5 - Deposito uniforme di SOG su germanio. Cottura in azoto a 400 °C.**

#### 4.3.2 Seed per l'accrescimento galvanico

Per potere effettuare l'accrescimento galvanico dello stagno è necessaria la presenza di un strato conduttivo sopra il film dielettrico. I requisiti sono:

- buona adesione al SOG;
- compatibilità con il processo di crescita galvanica dello stagno.

Sono state testate due differenti coppie metalliche per lo scopo, depositate per evaporazione sotto vuoto. La prima coppia testata consiste in uno strato di cromo ed uno di rame. Il cromo, a differenza del rame, ha una buona adesione sul SOG, ma viene dissolto dal processo galvanico (Figura 4.3-6) . Il rame aderisce bene sul cromo ed è compatibile

con la galvanica dello stagno. Il cromo protetto dal rame non è soggetto a deterioramento, ma lungo i bordi del campione e in zone in cui il cromo è rimasto scoperto per via, ad esempio, di un granello di polvere presente durante la deposizione dei metalli, avviene un processo di dissoluzione con conseguente lift-off del rame soprastante.



**Figura 4.3-6 - Accrescimento galvanico di stagno sul cromo. Il cromo viene dissolto e il deposito è inconsistente.**



**Figura 4.3-7 - Accrescimento galvanico di stagno su cromo ossidato: il cromo non viene dissolto. Sono presenti tracce di deposito.**

Una soluzione a questa problematica è risultata essere una procedura di ossidazione messa a punto per proteggere il cromo. I campioni con il film di cromo e rame vengono immersi in una soluzione di perossido di idrogeno al 30% per 10 min. L'ossido di cromo costituisce una protezione per il processo galvanico e l'ossidazione del rame non costituisce un ostacolo per la deposizione dello stagno, in quanto l'ossido viene immediatamente rimosso dalla reazione elettrochimica che avviene durante l'accrescimento galvanico. La Figura 4.3-8 mostra un deposito uniforme di stagno accresciuto su una fetta di germanio con uno strato di SOG, 10 nm di cromo, 90 nm di rame sottoposta al processo di ossidazione descritto.



**Figura 4.3-8 - Deposito uniforme di 10 µm di stagno galvanico su Cr+Cu sottoposti a processo di ossidazione.**

L'altra coppia metallica sottoposta a test consiste in due strati sovrapposti di titanio e oro:

- il titanio depositato per evaporazione presenta un'eccellente aderenza su materiali vetrosi in genere e sul SOG in particolare;
- il titanio non viene danneggiato dal processo galvanico;
- il titanio è un superconduttore, quindi ha una bassa capacità termica a temperature criogeniche;
- l'oro depositato per evaporazione aderisce in modo eccellente al titanio;
- l'oro è un metallo nobile, pertanto è meno soggetto alla formazione di composti non desiderati sulla superficie;
- lo stagno può essere accresciuto con ottimi risultati sull'oro, dando luogo ad uno strato aderente e uniforme.

L'oro tuttavia ha una capacità termica elevata, è dunque necessario mantenere il suo spessore al minimo. Non è stato eseguito un test specifico per valutare quale sia tale spessore minimo che garantisca una buona riuscita dell'accrescimento galvanico.

#### **4.3.3 Accrescimento galvanico dello stagno**

Il processo impiegato per l'accrescimento galvanico dello stagno è basato su un bagno alcalino di stannato di potassio con elettrodo inerte (si rimanda all'appendice per informazioni sulla tecnica di deposizione galvanica in generale). Il bagno in questione è stato scelto per il suo elevato potere penetrante, che determina l'uniformità del deposito, e

per la non criticità dei parametri di processo quali temperatura e concentrazione degli elementi chimici. Esso non richiede inoltre additivi specifici come antipuntinanti. La velocità di deposizione piuttosto bassa rende i bagni alcalini non adatti per applicazioni industriali, ma per lo scopo in discussione ciò non è uno svantaggio, al contrario consente di avere un maggiore controllo sullo spessore del deposito. Una difficoltà che può essere riscontrata è legata alla tendenza alla formazione di sali di stagno insolubili dovuta all'assorbimento del biossido di carbonio dall'aria qualora il pH della soluzione dovesse scendere eccessivamente. Tuttavia gli ampi intervalli di alcalinità tollerati non rendono questo fenomeno rilevante per quanto riguarda piccoli bagni con poco materiale da depositare. E' stato scelto di operare con anodo inerte, ovvero gli ioni di stagno non vengono prelevati da un anodo di stagno, ma provengono dalla soluzione stessa. Chiaramente la soluzione si impoverisce di ioni di stagno con l'utilizzo, ma per piccoli quantitativi di stagno da depositare questo non è un problema. Infatti un bagno di un litro di soluzione è sufficiente per un elevato numero di operazioni di accrescimento di assorbitori senza alcuna perdita di efficienza. Il vantaggio di usare un anodo inerte è che si eliminano due problemi che limitano l'intervallo di densità di corrente utilizzabile: la dissoluzione dell'anodo in stannito per basse correnti e la formazione di una patina isolante sull'anodo per correnti elevate.

### **Elementi del bagno galvanico**

Stannato di potassio -  $K_2Sn(OH)_6$

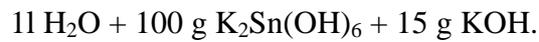
Lo stannato di potassio fornisce gli ioni di stagno che verranno depositati sul catodo. Maggiore è la concentrazione, maggiore è la densità di corrente raggiungibile mantenendo una buona efficienza catodica (rapporto tra il numero di ioni metallici depositati e il numero di elettroni che hanno attraversato il circuito di alimentazione).

Idrossido di potassio – KOH

Migliora la conducibilità della soluzione e riduce il fenomeno di assorbimento di carbonio dall'aria, causa di formazione di sali insolubili. E' essenziale quando si adopera un anodo in stagno, poiché ne bilancia la corrosione.

### Allestimento del bagno

E' stata utilizzata la seguente soluzione per il bagno galvanico:



E' stato impiegato un elettrodo inerte di acciaio inox.

Il processo di deposizione è stato effettuato ad una temperatura di 70 °C. La temperatura del bagno non è critica e può essere scelta nell'intervallo tra 20 °C e 90 °C; una maggiore temperatura dà luogo ad una efficienza catodica più elevata.

La densità di corrente utilizzata è stata di 0.1 mA/mm<sup>2</sup>, per raggiungere un buon compromesso tra controllabilità dello spessore, velocità del processo, uniformità e qualità del film depositato. La velocità di deposizione ottenuta è stata di 0.23 µm/min. Sono stati ottenuti depositi di buona qualità con spessori fino a 10 µm (massimo spessore testato).

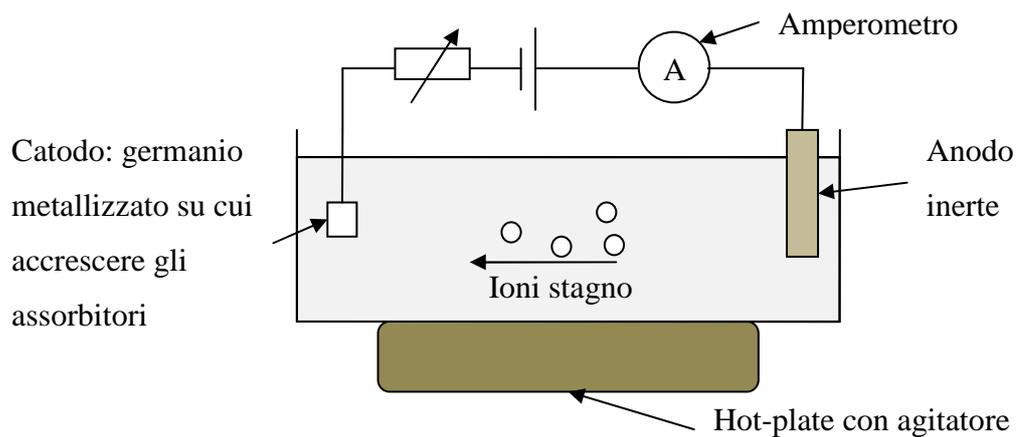


Figura 4.3-9 - Schema del bagno galvanico.

#### 4.4 ASSOTTIGLIAMENTO E LUCIDATURA DEL GERMANIO

Questa fase consiste nel ridurre, mediante lappatura, lo spessore del germanio ai 60  $\mu\text{m}$  desiderati per l'altezza dei sensori piramidali. Il processo di lappatura e lucidatura ha l'obiettivo di assottigliare i campioni di germanio mantenendone un'elevata planarità e rendendoli otticamente lisci. Maggiori dettagli sulla tecnica in generale sono riportati in appendice. La Tabella 4.4-1 mostra i valori desiderati di planarità e rugosità e indica lo spessore minimo di germanio per il quale è stato testato il processo. Per garantire la robustezza necessaria per effettuare la lappatura, viene incollato mediante cera al quadratino di germanio con l'assorbitore depositato (dal lato dell'assorbitore) un substrato meccanico di qualche millimetro di spessore.

**Tabella 4.4-1 - Parametri obiettivo per la lappatura e lucidatura**

	<b>Parametro</b>	<b>Valore</b>
Spessore	Spessore minimo	50 $\mu\text{m}$
Planarità	Massima differenza di quota	2 $\mu\text{m}$
Rugosità	Rugosità massima	100 nm

E' stata adoperata una lappatrice PM5 della Logitech, impiegando i materiali da consumo indicati in Tabella 4.4-2.

**Tabella 4.4-2 - Materiali di consumo per lappatura e lucidatura**

<b>Materiale di consumo</b>	<b>Produttore</b>
Piatto in ghisa per lappatura	Logitech
Piatto in poliuretano per lucidatura	Logitech
Panno Chemcloth per lucidatura	Logitech

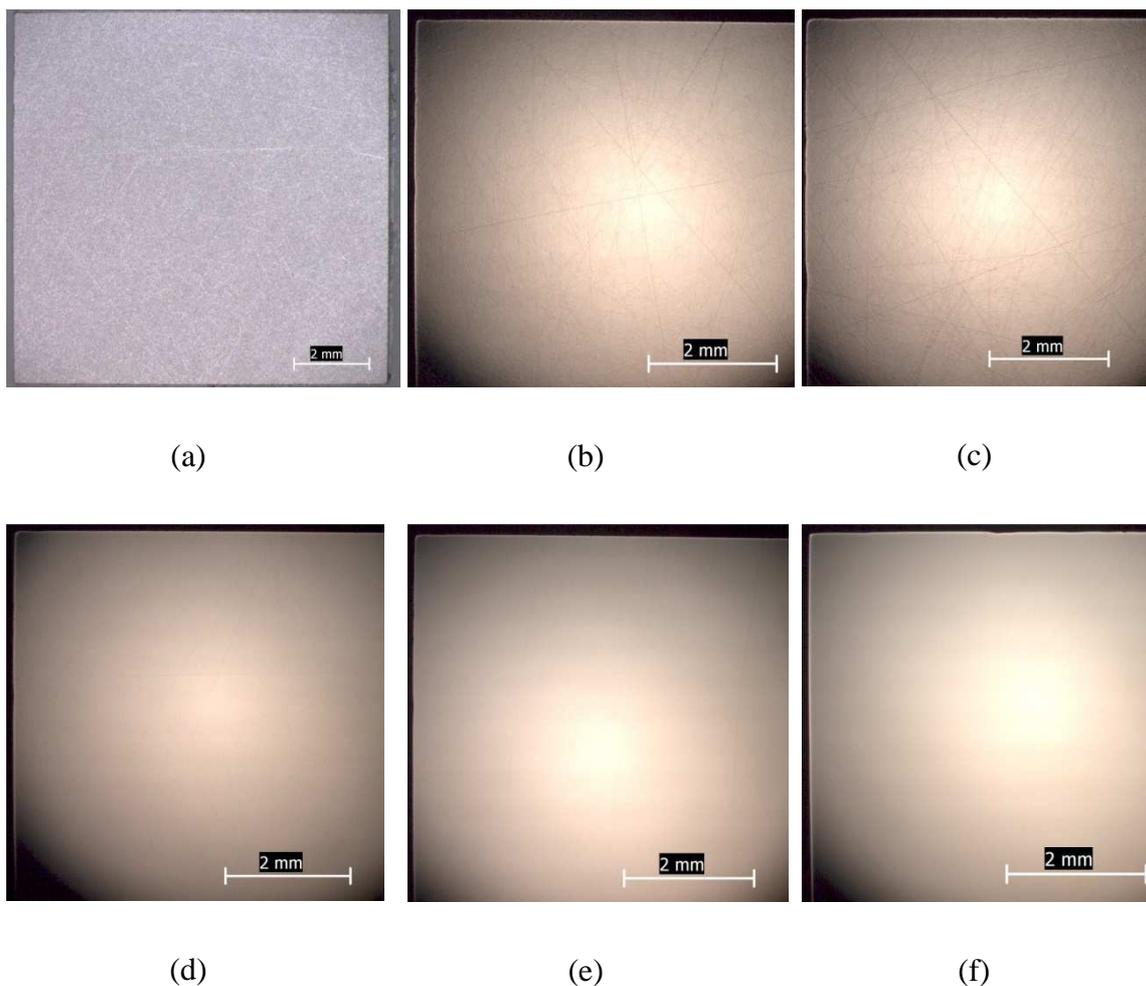
Polvere abrasiva Allumina 9 $\mu\text{m}$	Logitech
Polvere abrasiva Allumina 1 $\mu\text{m}$	Buehler
Polvere abrasiva Allumina 0.3 $\mu\text{m}$	Buehler
Soluzione per lucidatura SF1	Logitech

Il processo messo a punto prevede una lappatura grossolana ad elevata velocità di rimozione di materiale con polvere abrasiva di allumina da 9  $\mu\text{m}$  di diametro, seguita da una lucidatura progressiva con allumina da 1  $\mu\text{m}$ , allumina da 0.3  $\mu\text{m}$  e soluzione SF1 (silica colloidale con diametro approssimativo 30 nm). La pressione esercitata di 70 kg/cm<sup>2</sup> consente di ottenere una velocità di lavorazione del materiale elevata mantenendo limitata la probabilità di danneggiarne la superficie. E' stato sperimentato un notevole miglioramento della qualità delle lavorazioni procedendo, al termine di ogni fase di lappatura, ad una fase di "riparazione", consistente in una lappatura a velocità molto ridotta. Questa fase consente l'eliminazione di graffi prodotti durante le fasi precedenti e presenta una bassa probabilità di generare ulteriori graffi grazie alla bassa velocità. La Tabella 4.4-3 contiene una sintesi del processo con i relativi parametri. I tempi di lappatura con abrasivo da 9  $\mu\text{m}$  non sono indicati in quanto dipendono dalla differenza effettiva tra spessore desiderato e spessore iniziale dei campioni. La Figura 4.4-1 mostra diverse fasi di lappatura e lucidatura.

**Tabella 4.4-3 - Sintesi del processo di lappatura e lucidatura**

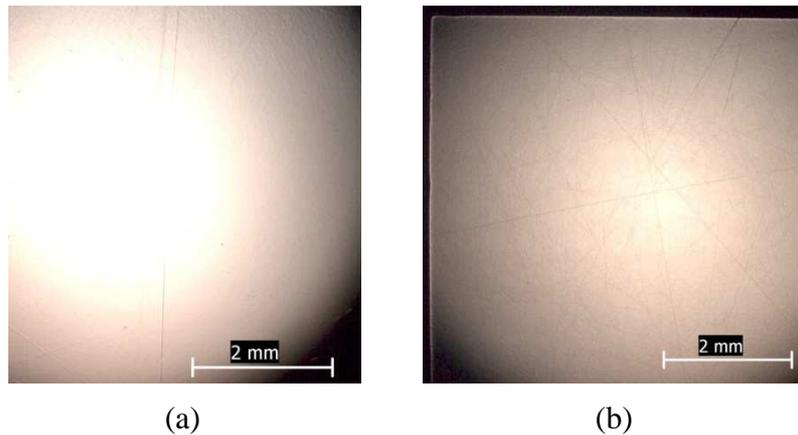
<b>Fase di processo</b>	<b>Abrasivo</b>	<b>Velocità di rimozione [<math>\mu\text{m}/\text{min}</math>]</b>	<b>Velocità [rpm]</b>	<b>Tempo [minuti]</b>	<b>Sweep del braccio</b>
Lappatura veloce	AlO 9 $\mu\text{m}$	> 15	70	-	no
Lappatura fine	AlO 9 $\mu\text{m}$	15	40	-	no

Lappatura riparazione -	AlO 9 $\mu\text{m}$	4	10	10	no
Lucidatura 1	AlO 1 $\mu\text{m}$	2	40	> 15	si
Lucidatura 1 - riparazione	AlO 1 $\mu\text{m}$	0.1-0.2	5	10	si
Lucidatura 2	AlO 0.3 $\mu\text{m}$	0.4-0.5	40	10	si
Lucidatura 2 - riparazione	AlO 0.3 $\mu\text{m}$	0.04-0.08	5	10	si
Lucidatura finale	SF1	~ 0	40	10-30	si



**Figura 4.4-1 - Processo di lappatura e lucidatura. (a) Lappatura 1; (b) Lucidatura 1; (c) Lucidatura 1 – riparazione; (d) Lucidatura 2; (e) Lucidatura 2 – riparazione; (f) Lucidatura finale.**

La principale difficoltà nella lappatura del germanio è legata alla durezza del materiale ed alle caratteristiche degli abrasivi adoperati. Le polveri di allumina, abrasivo economico e versatile, ha la tendenza a formare agglomerati. Tali agglomerati possono lasciare dei solchi profondi sul materiale lappato se esso non è sufficientemente duro. I solchi dovuti agli agglomerati possono essere profondi un ordine di grandezza ed oltre rispetto alla grana nominale dell'abrasivo. Quando il materiale lappato è più duro, gli agglomerati tendono a disgregarsi, non provocando danni. E' evidente la differenza tra la lappatura del germanio, durezza 6 Mohs, e del silicio, durezza 7 Mohs, come mostrato in Figura 4.4-2. Nel germanio è visibile un gran numero di graffi in direzioni casuali, provocati dagli agglomerati di allumina. Nel silicio tali graffi non sono presenti, sebbene vi siano altri tipi di graffi, dovuti a contaminazioni esterne.



**Figura 4.4-2 - Differenze tra silicio e germanio. (a) Silicio lucidato con allumina da 1  $\mu\text{m}$ ; (b) Germanio lucidato con allumina da 1  $\mu\text{m}$ .**

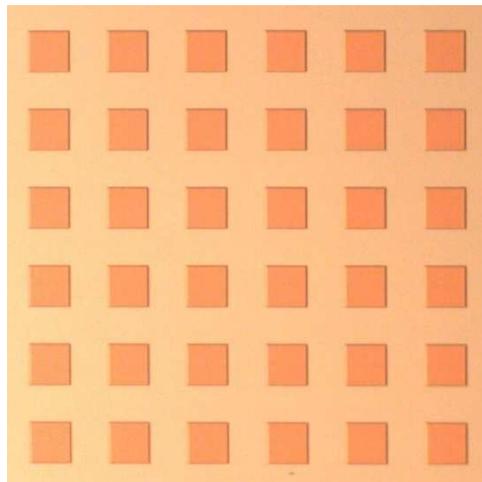
La durezza del germanio è comunque tale da non consentire una rapida rimozione di materiale durante la fase di lucidatura finale, effettuata con soluzione SF1 della Logitech. La SF1 è una soluzione colloidale di silice in sospensione ( $\sim 30$  nm) e non è soggetta a problemi di agglomerazione. Ciò significa che, in assenza di contaminazione esterna, nella fase di lucidatura finale non si generano nuovi graffi. Tuttavia la ridotta velocità di abrasione fa sì che durante la lucidatura finale sia possibile eliminare dalla superficie esclusivamente graffi molto superficiali. Questa è la ragione per cui si rende necessario l'utilizzo della grana da  $0.3$   $\mu\text{m}$  tra la lucidatura da  $1$   $\mu\text{m}$  e la lucidatura finale. La grana da  $1$   $\mu\text{m}$ , a sua volta, è necessaria per evitare l'effetto "buccia d'arancia" mostrato in Figura 4.4-3, che si ottiene passando direttamente dall'allumina da  $9$   $\mu\text{m}$  alla SF1; questo è dovuto ancora alla bassissima velocità di rimozione della SF1 che non riesce ad eliminare i danni "a cratere" apportati dalla lappatura grezza effettuata con allumina da  $9$   $\mu\text{m}$ .



**Figura 4.4-3 - Effetto "buccia d'arancia" ottenuto utilizzando solo allumina da  $9$   $\mu\text{m}$  e SF1.**

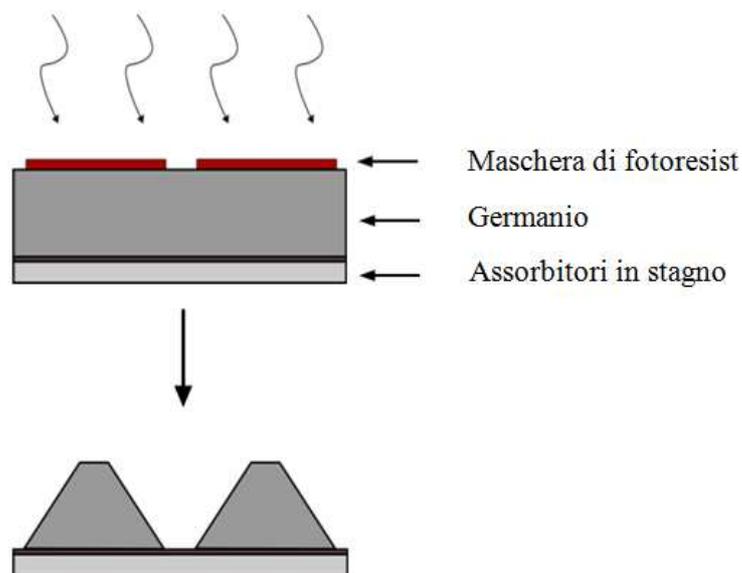
#### 4.5 REALIZZAZIONE DEI SENSORI IN GERMANIO

Per ottenere un compromesso tra capacità termica, resistenza elettrica e facilità di realizzazione, si è scelto di realizzare sensori con una forma di tronco di piramide a base quadrata, con altezza  $60\ \mu\text{m}$ , base minore  $60\ \mu\text{m} \times 60\ \mu\text{m}$  e base maggiore  $180\ \mu\text{m} \times 180\ \mu\text{m}$ . I sensori vengono ricavati dalla fetta di germanio, già assottigliata, mediante un attacco chimico. Per ottenere la forma desiderata si impiega una maschera di fotoresist (Figura 4.5-1), a forma di quadrati, che protegge dall'attacco il germanio in corrispondenza delle zone in cui si vogliono ottenere i sensori.



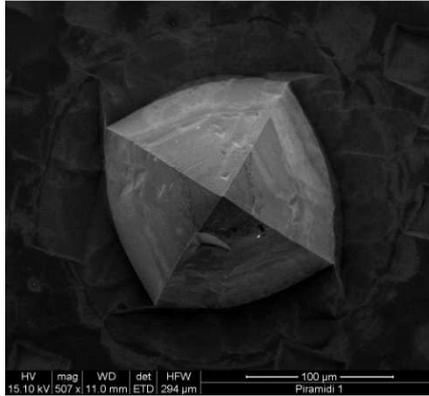
**Figura 4.5-1 - Maschera di fotoresist ottenuta mediante micro-fotolitografia laser. Il passo è  $400\ \mu\text{m}$ .**

Il resist impiegato, l'S1818 della Shipley, è in generale resistente alle soluzioni acide e in particolare si è dimostrato idoneo per il processo di attacco chimico scelto. Un quadrato di resist dà luogo ad una piramide a causa dell'isotropia dell'attacco, che rimuove il materiale sia in direzione normale alla superficie, sia parallelamente ad essa (Figura 4.5-2). Il sottotaglio genera superfici a  $45^\circ$ , ovvero le quattro facce inclinate della piramide. La rimozione chimica di materiale si lascia proseguire fino a quando la profondità dell'attacco è uguale allo spessore della fetta di germanio. In queste condizioni non c'è più germanio tra una piramide e l'altra. Lo strato di spin-on glass depositato sul retro della fetta agisce da *etch-stop*, ma si deve aver cura di bloccare il processo prontamente per evitare un ulteriore attacco orizzontale delle piramidi con conseguente riduzione della loro sezione.



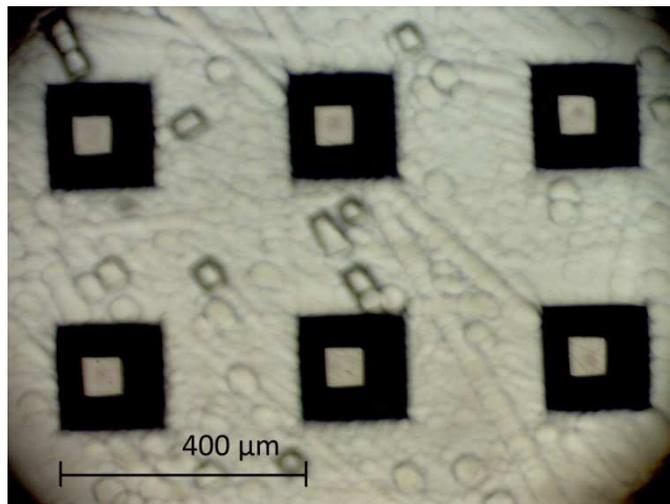
**Figura 4.5-2 - Formazione dei sensori: attacco chimico del germanio.**

Effettuando misure sperimentali, si è potuto constatare che la dimensione della base maggiore della piramide risulta inferiore alla dimensione del quadrato di resist; la differenza è dovuta alla dinamica dell'attacco e dipende linearmente dalla durata del processo, ovvero dall'altezza desiderata per i sensori. Una volta stabilita l'altezza è possibile calcolare la dimensione del quadrato di resist per ottenere la dimensione della base maggiore voluta. Per ottenere sensori con base maggiore di  $180\ \mu\text{m}$  per lato, è stata realizzata una maschera in resist con quadrati di  $220\ \mu\text{m}$  per lato. La riduzione delle dimensioni trasversali della piramide è molto più accentuata nel germanio con orientamento  $\langle 100 \rangle$ , il che porta a dovere utilizzare quadrati di resist eccessivamente grandi, suscettibili di distacco dalla fetta durante l'attacco (Figura 4.5-3). Per questo motivo si è scelto di realizzare i sensori con germanio  $\langle 111 \rangle$ .



**Figura 4.5-3 - Test di attacco su germanio <100> (immagini SEM): la rimozione laterale ha causato la riduzione delle dimensioni della base minore fino a provocare la rimozione del quadrato di resist. Il risultato è una piramide piuttosto che un tronco di piramide.**

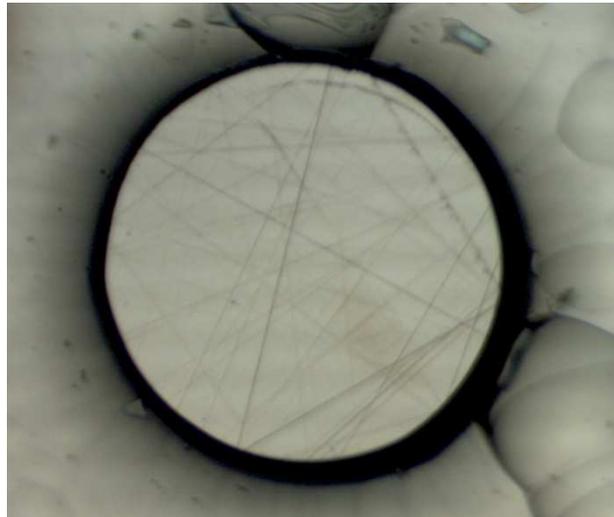
La soluzione di attacco adoperata è:  $\text{H}_3\text{PO}_4:\text{H}_2\text{O}_2:\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$  in rapporto 1:1:1 [41]. La velocità di rimozione ottenuta è di 225 nm/min a temperatura ambiente, che implica un tempo di attacco di 4 h 27 min per ottenere una profondità di attacco di 60  $\mu\text{m}$  (Figura 4.5-4).



**Figura 4.5-4 - Piramidi di germanio <111> ottenute con l'attacco chimico descritto. E' stata impiegata una fetta di germanio non assottigliata, è quindi visibile il germanio tra le piramidi. L'apparente non centratura della base minore è un effetto prospettico.**

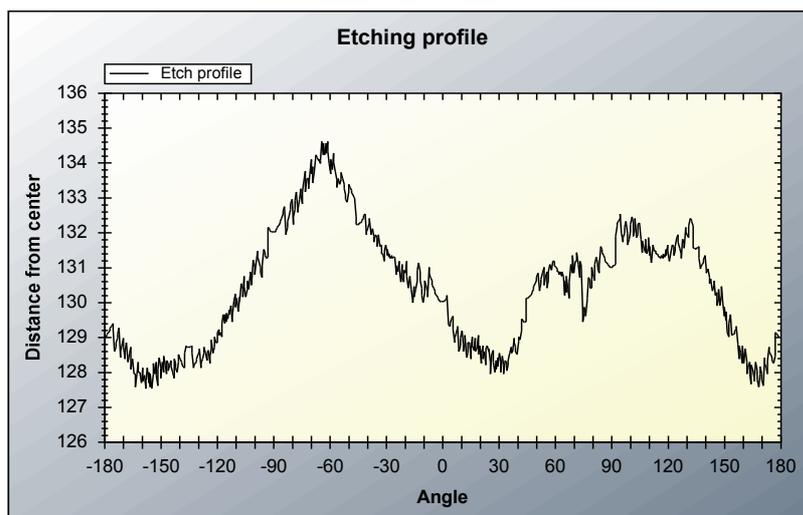
Le dinamiche dell'attacco chimico di un cristallo non sono descrivibili nella loro completezza considerando come parametri soltanto le velocità di rimozione normale e parallela alla faccia. Una serie di fattori influenzano la probabilità che un dato atomo venga rimosso; in particolare questa dipende dalla struttura locale del cristallo, ovvero da quale

piano cristallino è esposto nel momento considerato, nonché da quanti atomi siano collegati a quello considerato. E' altresì significativo il numero di atomi collegati agli atomi collegati, i cosiddetti vicini di secondo ordine. Date queste premesse, una simulazione accurata è estremamente difficile da ottenere. Nelle *silicon foundry* si fa uso di software ad-hoc, basati su modelli empirici, per predire il risultato di un attacco chimico. Nel lavoro svolto non è stato ritenuto necessario realizzare un modello accurato, tuttavia si è voluto caratterizzare il processo analizzando i profili bidimensionali di attacco, ottenuti osservando perpendicolarmente la faccia attaccata. E' stato messo a punto un software semi-automatico per il riconoscimento e la misura del profilo. Sono state analizzate geometrie ottenute attaccando una superficie di germanio  $\langle 111 \rangle$  con una maschera di resist circolare. Come è visibile in Figura 4.5-5, il profilo ottenuto dopo un attacco non è perfettamente circolare, ma presenta delle deformazioni.



**Figura 4.5-5 - Struttura di test per l'analisi del profilo di attacco.**

E' stata quindi misurata in unità arbitrarie la distanza tra il contorno dell'area attaccata ed il centro in funzione dell'angolo. La Figura 4.5-6 mostra un profilo tipico.



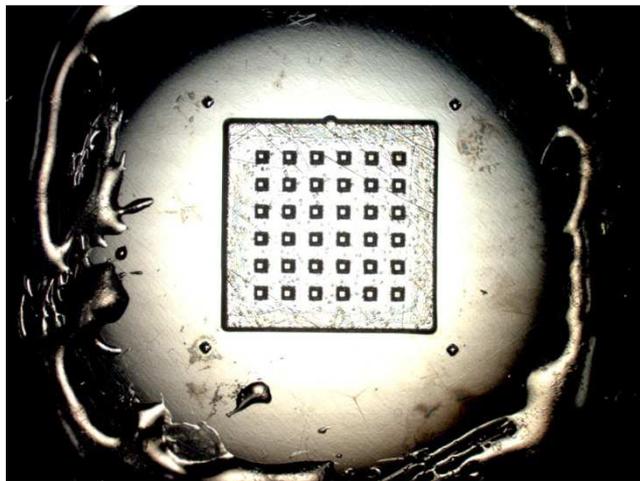
**Figura 4.5-6 - Profilo di attacco: distanza tra il contorno dell'area attaccata ed il centro (unità arbitrarie).**

Dalla Figura 4.5-4, è possibile verificare che le piramidi ottenute con maschere di resist quadrate non hanno una sezione esattamente quadrata. Data la piccola entità della deformazione, questo effetto non dovrebbe essere causa di problemi per la realizzazione dei sensori, tuttavia la caratterizzazione dei profili di attacco effettuata permetterebbe la realizzazione di maschere ad-hoc calibrate per potere ottenere sezioni esattamente quadrate.

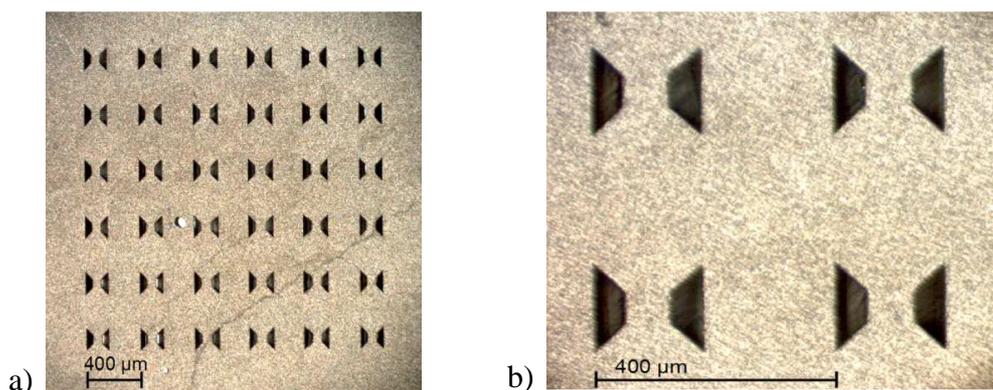
#### **4.6 DEPOSIZIONE DEI CONTATTI ELETTRICI SUI SENSORI**

Il collegamento elettrico con le piazzole e le piste che portano il segnale dei sensori all'elettronica di misura viene realizzato, come spiegato nel relativo capitolo, mediante brasatura ad indio. Sebbene sia possibile far aderire direttamente al germanio le colonnine d'indio durante la brasatura, ciò non consentirebbe di avere un controllo accurato sull'area del contatto tra indio e germanio, con conseguente non uniformità tra le caratteristiche dei diversi sensori della matrice. Per ovviare a detto inconveniente, si deposita su due facce laterali di ogni piramide un contatto metallico con dimensioni calibrate. La struttura tridimensionale delle piramidi non consente una facile deposizione mediante fotolitografia classica, poiché sarebbe arduo sia ottenere spessori di resist uniformi, sia focalizzare correttamente la luce UV sul fotoresist in fase di esposizione. La tecnica adottata per depositare i contatti è stata un' evaporazione balistica attraverso una maschera in rame *self-*

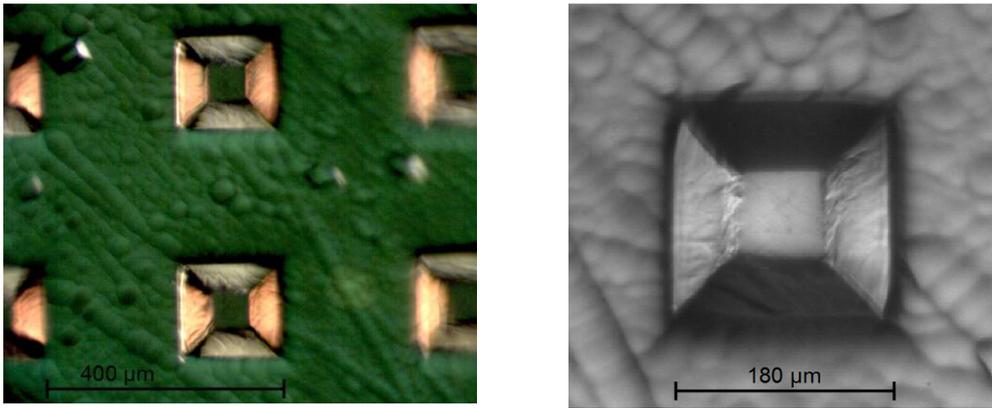
*standing* [42]. La maschera planare, dotata di una relativa robustezza meccanica, viene piazzata sui sensori, allineata e fissata temporaneamente mediante cera (Figura 4.6-1 e Figura 4.6-2). Il metallo che si vuole usare come contatto elettrico viene quindi evaporato sotto vuoto; poiché gli atomi di metallo in forma gassosa si muovono lungo traiettorie balistiche, la maschera consente la deposizione soltanto attraverso le aree aperte della stessa (Figura 4.6-4). Massimizzando la distanza tra il target metallico e il campione su cui effettuare la deposizione si approssima meglio un fascio collimato, rendendo minimo l'allargamento della deposizione al di sotto della maschera laddove la stessa non è a contatto con il materiale sottostante. La Figura 4.6-3 mostra dei sensori in germanio su cui sono stati depositati dei contatti elettrici in titanio e oro.



**Figura 4.6-1 - Matrice di sensori predisposta per il fissaggio della maschera. Attorno all'area dei sensori è presente la cera fusa che agisce da collante temporaneo.**



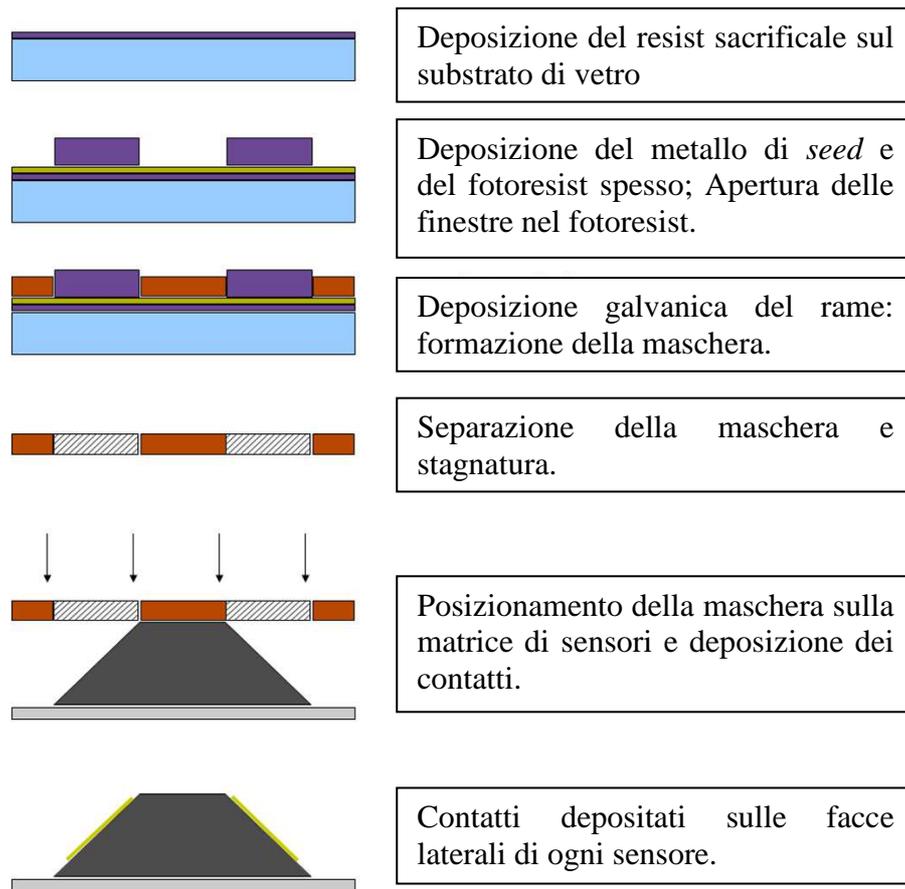
**Figura 4.6-2 - a) Fase di allineamento della maschera sui sensori. b) Maschera centrata e fissata sui sensori.**



**Figura 4.6-3 - Sensori in germanio con contatti depositati sulle facce laterali.**

#### **4.6.1 Fabbricazione della maschera per la deposizione dei contatti**

La maschera viene realizzata mediante accrescimento galvanico. La Figura 4.6-4 mostra schematicamente i passi del processo costruttivo. La prima fase consiste nella deposizione di uno strato di fotoresist spesso  $\sim 2 \mu\text{m}$  su un substrato planare di vetro. Il substrato agisce da supporto meccanico temporaneo per l'accrescimento della maschera. Il resist fa da strato sacrificale che permette la separazione dal substrato della maschera, una volta completata. Poiché il resist è un deposito conforme, la superficie su cui verrà accresciuta la maschera avrà lo stesso grado elevato di planarità del vetro.

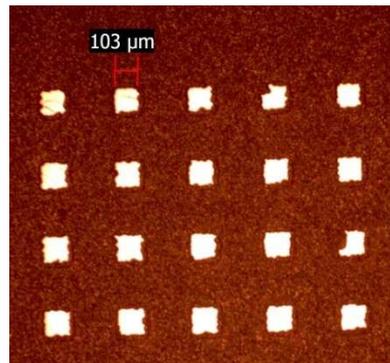


**Figura 4.6-4 - Schema del processo adottato per realizzare la maschera in rame e depositare i contatti attraverso la stessa.**

Nella seconda fase, vengono depositati per evaporazione e-beam 5 nm di cromo, per migliorare l'adesività sul resist sacrificiale, e 10 nm di rame. Viene quindi effettuato un accrescimento galvanico di rame, fino a portare lo spessore totale di rame a 100 nm. Questo inspessimento ha lo scopo di irrobustire lo strato di *seed* e viene effettuato galvanicamente per facilitare la chiusura di piccoli eventuali forellini nella metallizzazione, formati per via di particelle di polvere indesiderate presenti durante l'evaporazione. Infatti, una volta che il campione viene lavato e le particelle rimosse, la crescita galvanica laterale tende a chiudere i fori.

Successivamente viene depositato mediante spinning (1500 rpm per 30 s) uno strato di resist SPR220-7 (Shipley), spesso 8  $\mu\text{m}$ , che sarà rimosso tramite fotolitografia laddove si vuole ottenere la maschera. Lo spessore di questo strato di resist è sufficiente a contenere la maschera mentre viene formata. Ciò consente di guidare la deposizione galvanica ed evitare una crescita laterale non desiderata. Viene quindi effettuata la crescita galvanica

della maschera, impiegando un bagno acido commerciale a base di solfato di rame a cui il fotoresist usato è resistente. La densità corrente ottimale è risultata essere  $1 \text{ mA/cm}^2$  a temperatura ambiente. Dopo 4 h si forma uno strato di rame spesso  $5 \mu\text{m}$ . Tale spessore è il frutto di un compromesso tra la robustezza della maschera, maggiore con spessori grandi, e la sua qualità in termini di finitura e risoluzione dei dettagli. La Figura 4.6-5 mostra una maschera di cattiva qualità prodotta con uno strato di resist che agisce da guida spesso  $5 \mu\text{m}$ , una densità di corrente troppo elevata ed uno spessore della maschera di  $\sim 10 \mu\text{m}$ .



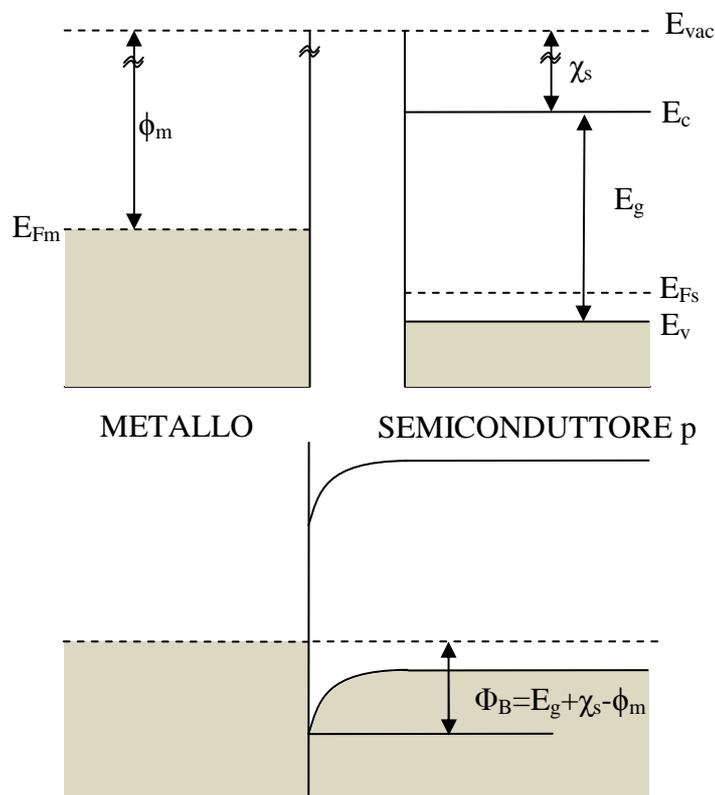
**Figura 4.6-5 - Test di accrescimento di una maschera in rame. La cattiva qualità è dovuta alla non ottimizzazione dello spessore del resist che agisce da guida, della densità di corrente galvanica e dello spessore della maschera.**

La fase finale consiste nel separare la maschera dal substrato mediante un lavaggio ad ultrasuoni a  $40 \text{ }^\circ\text{C}$  che rimuove il resist sacrificale. Il film metallico continuo di *seed* si rompe in corrispondenza delle aperture della maschera durante il lavaggio, lasciando i fori liberi. Infine, la maschera viene ricoperta di un sottile strato di stagno che la protegge dall'ossidazione. La stagnatura viene effettuata mediante immersione in una soluzione di cristalli di stagno. La Figura 4.6-2 mostra una maschera stagnata spessa  $5 \mu\text{m}$ , con un ottimo grado di finitura ed un'elevata risoluzione dei dettagli.

#### 4.6.2 Scelta del materiale per i contatti

Mettendo a contatto un metallo e un semiconduttore, si può ottenere una giunzione puramente resistiva (ohmica) o rettificante (Schottky). Per garantire un buon funzionamento dei rivelatori, la giunzione tra il germanio dei sensori e il metallo dei contatti elettrici deve essere ohmica. Giunzioni rettificanti produrrebbero una forte non linearità tensione-corrente e, in generale, determinerebbero un'elevata caduta di potenziale ai capi della giunzione.

La giunzione ha una forte caratteristica rettificante quando i livelli di Fermi del metallo e del semiconduttore sono molto diversi. La differenza causa un piegamento delle bande energetiche nel semiconduttore che ostacola il fluire delle cariche maggioritarie nel metallo, ovvero produce una barriera di potenziale (Figura 4.6-6). Il metodo usualmente adoperato per ottenere giunzioni ohmiche consiste nell'effettuare un forte drogaggio del semiconduttore in prossimità della superficie (ad esempio mediante impiantazione ionica); in questo modo si ottiene un assottigliamento della barriera di potenziale e la conseguente possibilità per i portatori di carica di attraversarla per effetto tunnel. Un'accurata scelta del metallo può minimizzare l'altezza della barriera o addirittura invertirla, in modo che i portatori di carica possano fluire liberamente.



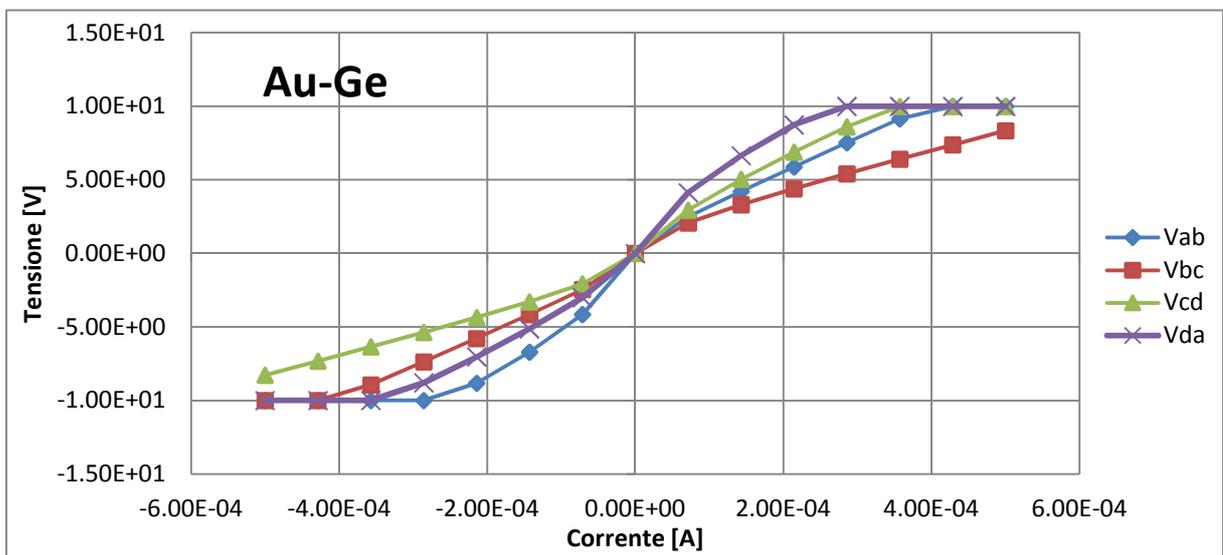
**Figura 4.6-6 - Fenomeno del piegamento delle bande in una giunzione metallo-semiconduttore (con drogaggio di tipo p). Rappresentazione delle bande elettroniche prima e dopo il contatto. E' mostrata la relazione di Schottky-Mott,  $\Phi_B = E_g + \chi_s - \phi_m$ , semplificazione che non tiene conto degli effetti d'interfaccia.**

Quanto mostrato in Figura 4.6-6 è in realtà una semplificazione asintotica del fenomeno in quanto, vicino alla superficie del semiconduttore, la struttura elettronica è alterata da difetti

del reticolo cristallino e dai legami chimici con il metallo. Lo studio dei dipoli elettrici localizzati che si vengono a formare è complesso e può essere compiuto mediante tecniche di fisica chimica sviluppate per sistemi molecolari. Un fenomeno risultante della presenza di stati elettronici specifici sulla superficie, è il *Fermi level pinning*, ovvero il fissaggio del livello di Fermi; questo ha l'effetto di ridurre il piegamento delle bande nel caso di semiconduttori con drogaggio di tipo p.

L'indio è stato selezionato come metallo per realizzare i contatti in quanto permette di ottenere una giunzione ohmica. Figura 4.6-7, Figura 4.6-8 e Figura 4.6-9 mostrano la caratteristica V-I di campioni di germanio con contatti elettrici rispettivamente in oro, in titanio ed in indio. Ogni campione aveva quattro contatti sugli angoli (a,b,c,d), i grafici mostrano le curve V-I per ciascuna coppia di contatti. E' evidente come le giunzioni formate con oro o titanio siano fortemente rettificanti, mentre le giunzioni con l'indio risultino quasi ohmiche. E' da sottolineare il fatto che le misure mostrate sono state effettuate a temperatura dell'azoto liquido (77 K) su germanio non drogato. Come è possibile osservare in Figura 4.6-10, la giunzione tra indio e germanio drogato appare puramente ohmica. A temperature inferiori, in particolare attorno ai 60 mK previsti per il funzionamento dei rivelatori, eventuali comportamenti rettificanti sarebbero amplificati per via della minore energia termica disponibile ai portatori di carica. Tuttavia l'indio ha un'ulteriore caratteristica, che riduce ulteriormente le proprietà rettificanti. Tale metallo costituisce infatti un drogante di tipo p quando diffonde all'interno del germanio. La diffusione avviene nel momento in cui si effettua la brasatura ad indio con le piazzole sul substrato e consente di drogare ulteriormente il germanio, assottigliando la barriera. Inoltre si genera un'interfaccia graduale, che riduce la resistenza globale della giunzione. Le giunzioni indio-germanio erano in passato ampiamente usate per realizzare i transistor a lega, in cui una sottile fetta di germanio di tipo n veniva drogata p tramite diffusione dei contatti in indio fino a formare una doppia giunzione pnp [43]. L'interfaccia indio-germanio è stata in seguito pressoché abbandonata per via della sua instabilità a temperature di utilizzo comunemente raggiungibili dai transistor. Tuttavia l'interfaccia è stabile a temperatura ambiente e i rivelatori presentati in questo lavoro non vengono mai adoperati a temperature superiori.

Il germanio presenta un'elevata bagnabilità nei confronti dell'indio, ovvero l'indio aderisce bene al germanio. Una difficoltà riscontrata consiste nella rapidità di ossidazione dell'indio esposto all'ambiente atmosferico; l'ossido formato contrasta la formazione di un buon contatto elettrico durante la fase di brasatura discussa nel sottocapitolo successivo. Per evitare la formazione di uno strato di ossido di spessore rilevante è necessario minimizzare l'esposizione all'aria nell'arco di tempo che intercorre tra la deposizione dei contatti e la brasatura. Un'alternativa qui proposta, ma non verificata sperimentalmente, consiste nel depositare sopra i contatti in indio un sottile film protettivo in argento o oro. Il film passivante non dovrebbe costituire un problema in fase di brasatura dei contatti, in quanto si dissolverebbe rapidamente dando luogo ad una lega con l'indio utilizzato per la brasatura [44].



**Figura 4.6-7 - Caratteristica tensione-corrente a 77 K di un campione di germanio non drogato con contatti in oro. Il taglio a  $\pm 10V$  è dovuto allo strumento di misura utilizzato.**

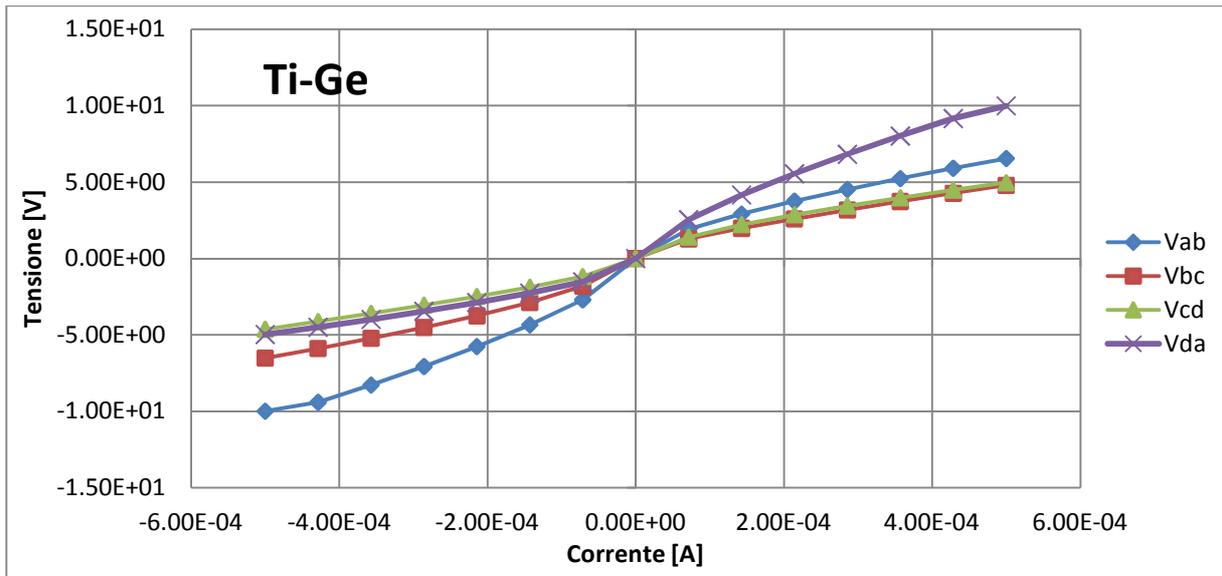


Figura 4.6-8 - Caratteristica tensione-corrente a 77 K di un campione di germanio non drogato con contatti in titanio.

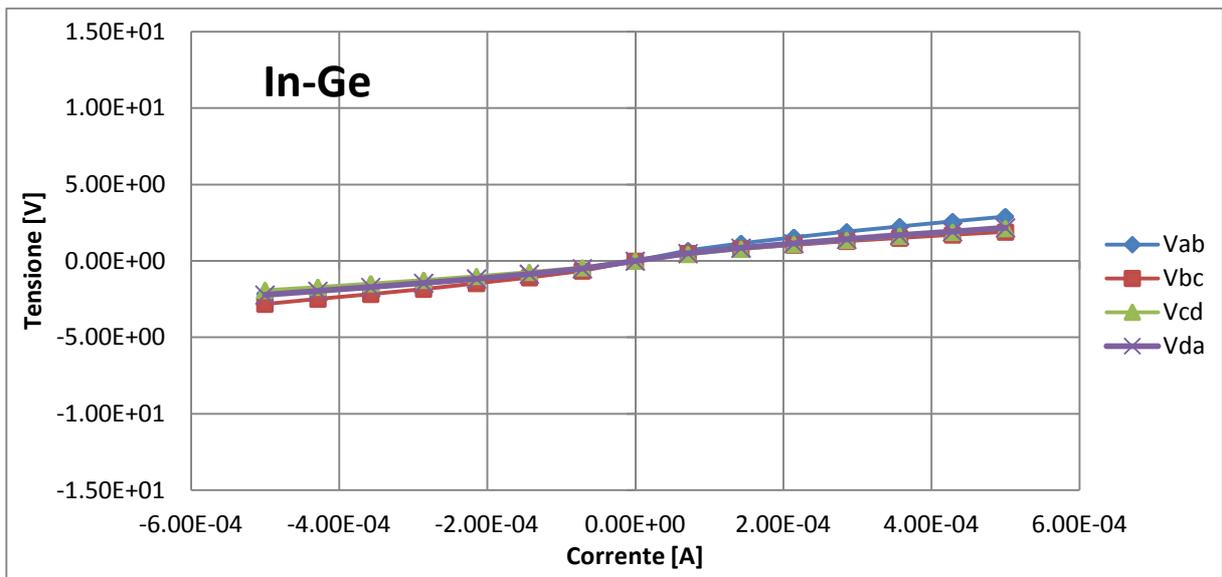


Figura 4.6-9 - Caratteristica tensione-corrente a 77 K di un campione di germanio non drogato con contatti in indio.

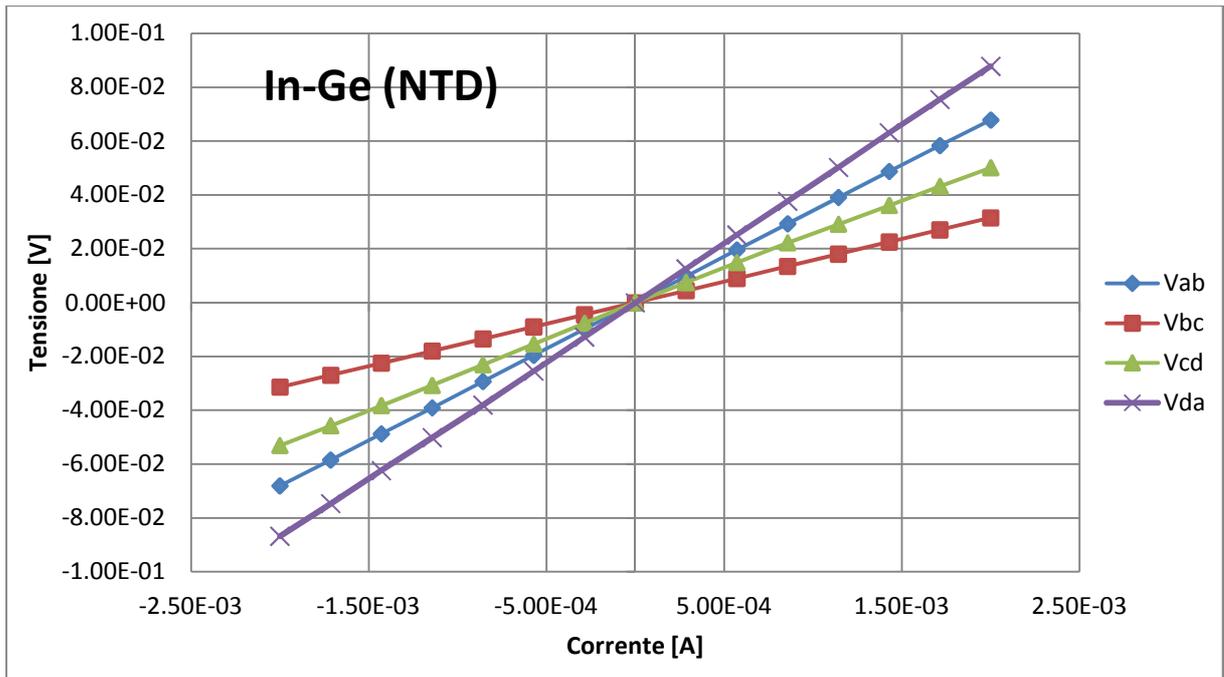
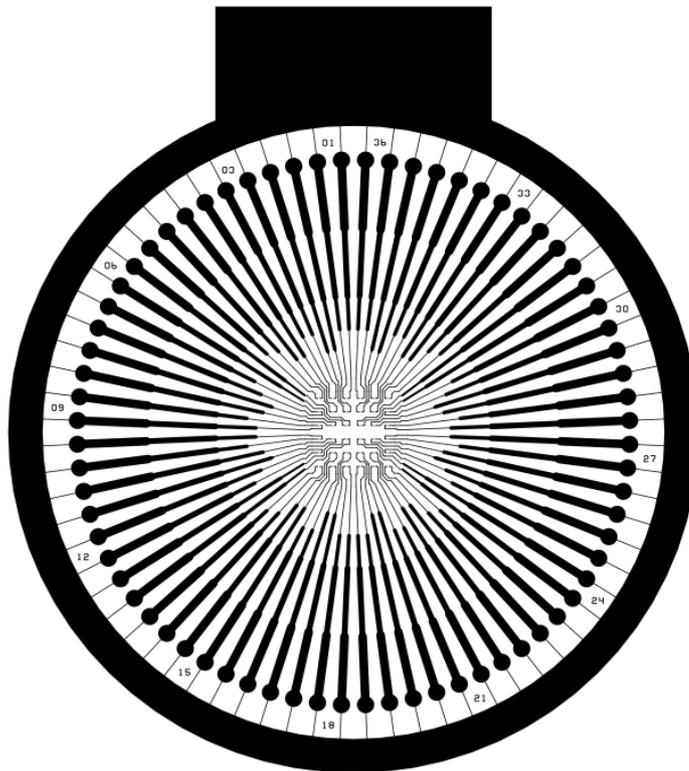


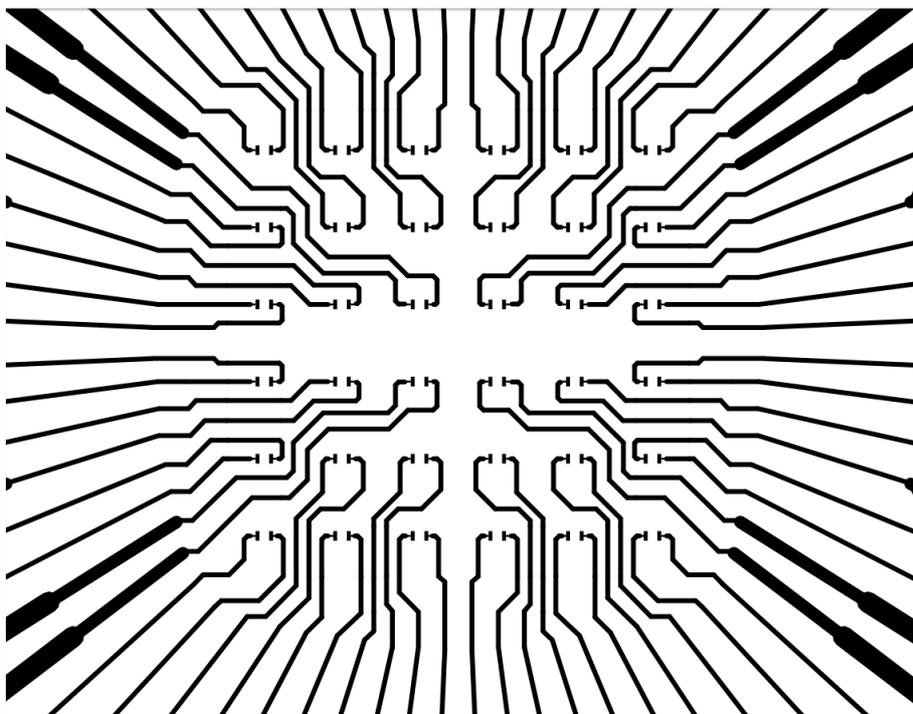
Figura 4.6-10 - Caratteristica tensione-corrente a 77 K di un campione di germanio NTD ( $N_A \sim 3.5e19 \text{ cm}^{-3}$ ) con contatti in indio.

#### 4.7 DEPOSIZIONE DELLE PISTE D'INTERCONNESSIONE SUL SUBSTRATO

Ogni sensore deve essere collegato elettricamente all'elettronica di lettura. Per ottenere ciò vengono realizzati sul substrato una serie di piazzole elettriche e piste d'interconnessione. I contatti elettrici di ciascun sensore vengono collegati ad apposite micro-piazzole mediante la tecnica di brasatura *flip-chip* descritta in seguito. Ogni micro-piazzola è a sua volta collegata, tramite una pista elettrica, ad una piazzola di 2 mm di diametro a cui è possibile saldare i fili di collegamento all'elettronica di lettura. Il layout utilizzato è mostrato in Figura 4.7-1 ed in Figura 4.7-2.



**Figura 4.7-1 - Layout delle piste d'interconnessione. L'anello esterno serve per l'accrescimento galvanico di indio nelle micro-piazzole in una fase successiva.**



**Figura 4.7-2 - Dettaglio delle piste d'interconnessione e delle micro-piazzole.**

Le piste sono state progettate in modo tale da avere la massima grandezza possibile pur mantenendo un isolamento adeguato. Limitando la lunghezza delle zone sottili si riduce la probabilità di interruzione a causa di difetti. La sezione e la lunghezza di ogni segmento sono state inoltre stabilite in modo da ottenere la stessa resistenza elettrica totale per ogni traccia.

L'anello esterno ha lo scopo di collegare tra di loro tutte le piazzole per potere eseguire il processo di deposizione galvanica di indio trattato nel successivo sottocapitolo. Sottili tracce collegano questo anello alle piste d'interconnessione; tali tracce vengono tagliate meccanicamente dopo la deposizione dell'indio in modo tale che le piste diventino elettricamente indipendenti.

Le piste e le piazzole sono state realizzate su substrati di test in vetro, per potere osservare, dal lato del vetro, il risultato della successiva fase di brasatura. Esse sono ottenute mediante lift-off e sono composte da 25 nm di titanio (per le sue ottime proprietà di adesione sul vetro) e 100 nm di oro. La deposizione dei metalli è stata effettuata sottovuoto in un evaporatore e-beam. E' stato impiegato il fotoresist S1818 della Shipley per la realizzazione fotolitografica del pattern di lift-off. Il lift-off è stato effettuato in acetone in una lavatrice a ultrasuoni. La Figura 4.7-3 mostra piste e piazzole ottenute su un substrato di vetro.

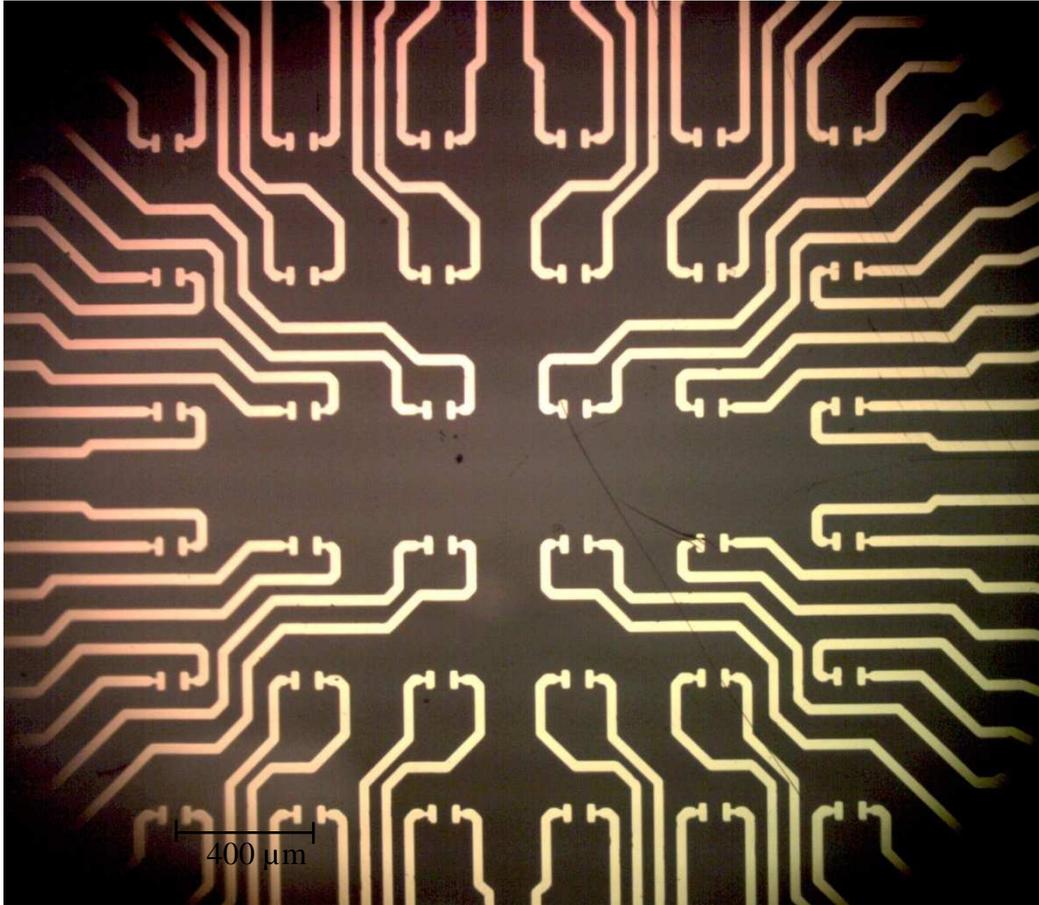


Figura 4.7-3 - Piste e piazzole per il collegamento dei sensori, ottenute per lift-off su un substrato di vetro.

#### 4.8 BRASATURA FLIP-CHIP AD INDIO

Per collegare elettricamente i contatti depositati sui sensori e le piazzole sul substrato si è impiegata una tecnica di brasatura *flip-chip* utilizzando indio come saldante [45]. La tecnica consiste nel depositare delle micro-colonnine (*bumps*) di indio sulle piazzole, allineare la matrice di sensori a "faccia sotto" (da cui il termine *flip-chip*) in modo che ciascun contatto sulle piramidi corrisponda ad una colonnina e portare infine substrato e matrice di sensori a contatto ad una temperatura superiore al punto di fusione dell'indio. Le colonnine ed i contatti in indio delle piramidi fondono creando un collegamento elettrico e meccanico stabile. L'indio è stato scelto per diverse ragioni:

- E' elastico anche a temperature criogeniche, pertanto i contatti sono meno soggetti a possibili fratture.

- E' un superconduttore alla temperatura di lavoro dei rivelatori; per quanto descritto riguardo alla capacità termica dei superconduttori questo significa che il suo contributo alla capacità termica è limitato.
- Ha un basso punto di fusione, quindi è possibile effettuare il processo di brasatura senza provocare danni alle strutture realizzate, in particolare agli assorbitori in stagno.
- Può essere depositato galvanicamente sulle piazzole del substrato.
- Fornisce un contatto ohmico con il germanio.

Gli strati metallici posti sotto i *bumps* vengono comunemente denominati *Under Bump Metallurgy*. L'UBM comunemente impiegato per l'indio consiste in un multistrato così composto[46][47]:

- 1) Strato adesivo: deve avere un'ottima adesione nei confronti del substrato su cui viene depositato e deve essere tale che lo strato successivo aderisca bene su di esso. Tipicamente utilizzato il titanio.
- 2) Barriera di diffusione: deve essere bagnabile dall'indio, ma non deve permetterne la diffusione. Se l'indio raggiungesse il titanio, su cui non aderisce bene, il contatto risulterebbe meccanicamente fragile e soggetto a rottura. Tipicamente utilizzato il nichel.
- 3) Strato passivante: protegge lo strato precedente dall'ossidazione che impedirebbe un buon contatto con l'indio. Questo strato deve a sua volta essere bagnabile dall'indio, ma può permetterne la diffusione al suo interno. Tipicamente utilizzato l'oro.

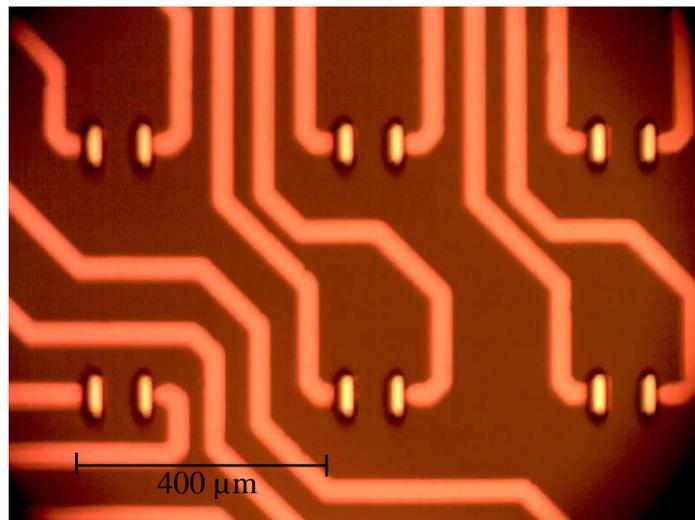
La combinazione Ti-Ni-Au è ampiamente utilizzata, ma per l'utilizzo su microcalorimetri è anche stato suggerito l'uso di un UBM composto di soli titanio ed oro [34]. L'esclusione dello strato di nichel comporta una riduzione della capacità termica e un incremento della conduttanza termica. Studi effettuati sull'interazione oro-indio hanno dimostrato che l'oro forma una lega con l'indio che funge essa stessa da barriera di diffusione per l'indio [47]. Tuttavia è necessario uno strato di oro molto spesso ( $\sim 1 \mu\text{m}$ ) perché la lega possa fare da barriera; se lo strato d'oro è troppo sottile viene completamente dissolto dall'indio, che raggiunge lo strato metallico successivo compromettendo la bontà del contatto. Uno strato

d'oro di questo spessore non sarebbe compatibile con i requisiti di capacità termica. E' possibile limitare la diffusione dell'indio minimizzando il tempo di brasatura ad alta temperatura; in questo modo l'indio non consuma tutto l'oro, ma restano da determinare sperimentalmente le caratteristiche di invecchiamento di un tale contatto. Nel presente lavoro, per ridurre il numero totale di interfacce tra sensore e bagno termico, si è utilizzato l'UBM descritto di titanio-oro, depositato sotto forma di piazzole unitamente alle piste come discusso nel precedente sottocapitolo. Lo scopo di tale riduzione è quello di minimizzare la resistenza termica tra sensori e substrato, nell'ipotesi di utilizzare membrane in nitruro di silicio come componente predominante di resistenza termica verso il bagno a 60 mK. La conduttanza termica totale tra sensori e bagno termico deve essere dell'ordine di alcune decine di pW/K, affinché si possa ottenere il compromesso ideale tra risoluzione energetica dei rivelatori e numero massimo di conteggi al secondo. E stata riportata una conduttanza termica di 25 pW/K a 60 mK per un *bump* di indio con UBM di Ti-Au [34]. L' UBM era applicato su entrambe le superfici da brasare, a loro volta già ricoperte di un film passivante, per un totale di 8 interfacce per contatto. I contatti descritti nel presente lavoro sono composti da 4 interfacce complessivamente (germanio-indio-oro-titanio-substrato). Nel caso si volessero impiegare le membrane, ma la resistenza termica dei contatti risultasse troppo elevata, si potrebbe realizzare un migliore contatto termico ancorando la base minore del tronco di piramide, opportunamente isolata, sulle membrane. L'alternativa all'uso delle membrane sospese consiste nella calibrazione della resistenza termica dei contatti mediante ulteriori strati nell'UBM. Questa soluzione avrebbe il vantaggio di non dovere impiegare le membrane, ma resta da verificare sperimentalmente che l'area di contatto tra i *bump* ed i contatti in indio del sensore sia sufficientemente uniforme per tutti gli elementi della matrice. Una non uniformità causerebbe infatti una differenza di conduttanza termica tra i diversi sensori e il bagno termico, determinando quindi una diversa costante di tempo di ritorno a regime e quindi differenti prestazioni. Questa uniformità non è necessaria nel caso in cui si impieghino le membrane, perché in quel caso sono le stesse a determinare la conduttanza termica.

#### 4.8.1 Deposizione galvanica di indio

Per selezionare le aree in cui dovranno essere depositate le colonnine di indio, e per guidarne la crescita, viene realizzata una maschera di resist spesso  $\sim 8 \mu\text{m}$  sul substrato su

cui sono state depositate le piste e le piazzole. Per ottenere la maschera mostrata in Figura 4.8-1 è stato usato fotoresist SPR220-7 della Shipley, depositato per spin-coating (1500 rpm per 30 s). Per evitare danni al resist a causa di una rimozione del solvente troppo rapida, è stata effettuata un'essiccazione lenta a bassa temperatura, 2 h a 50 °C. Le finestre nel resist, in corrispondenza alle piazzole, sono state aperte mediante scrittura laser e successivo sviluppo. Osservando la Figura 4.8-1 si può notare come le finestre aperte non abbiano la stessa area delle piazzole; viene lasciata coperta una striscia di piazzola, dal lato opposto alla pista, in modo che le due colonnine di indio per ogni sensore siano maggiormente distanziate tra loro (come visibile in Figura 4.8-2). Questo accorgimento consente un più agevole posizionamento del sensore tra le due colonnine; quando si effettua il processo di brasatura le colonnine tendono a spostarsi verso il sensore grazie alla bagnabilità dell'oro, fornendo così un migliore contatto.



**Figura 4.8-1 - Apertura di finestre nel fotoresist spesso per creare le sedi per le colonnine di indio.**

Il layout delle piste prevede una strozzatura delle piste in corrispondenza all'ingresso nelle pad, come osservabile in Figura 4.7-2 e in Figura 4.8-2. La funzione della strozzatura è quella di ostacolare lo spostamento della colonnina verso la pista quando l'indio viene fuso.

Una volta realizzata la maschera di fotoresist, il substrato viene immerso nel bagno galvanico. Il bagno impiegato, a base di sulfamato di indio, non pone problematiche di elevata tossicità ed è caratterizzato da un'elevata stabilità e un alto potere penetrante. Viene

utilizzato un anodo di indio, pertanto la soluzione non si impoverisce di ioni indio durante la deposizione.

La densità di corrente utilizzata è di  $0.2 \text{ mA/mm}^2$ . In una matrice  $6 \times 6$  sono presenti 72 piazzole con area  $10 \text{ }\mu\text{m} \times 50 \text{ }\mu\text{m}$ , per una superficie totale di  $36 \cdot 10^{-3} \text{ mm}^2$ . Le deposizioni sono quindi state effettuate con una corrente di  $7.2 \text{ }\mu\text{A}$  per 20 min. Le colonnine risultanti mostrate in Figura 4.8-2 hanno un'altezza, misurata tramite il micrometro di un microscopio ottico, compresa tra  $10 \text{ }\mu\text{m}$  e  $13 \text{ }\mu\text{m}$ . Il fotoresist viene rimosso in acetone.

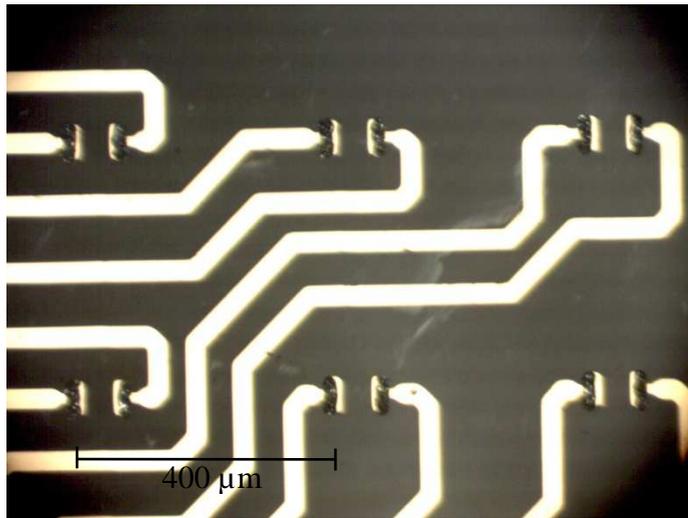


Figura 4.8-2 - Colonnine di indio depositate galvanicamente.

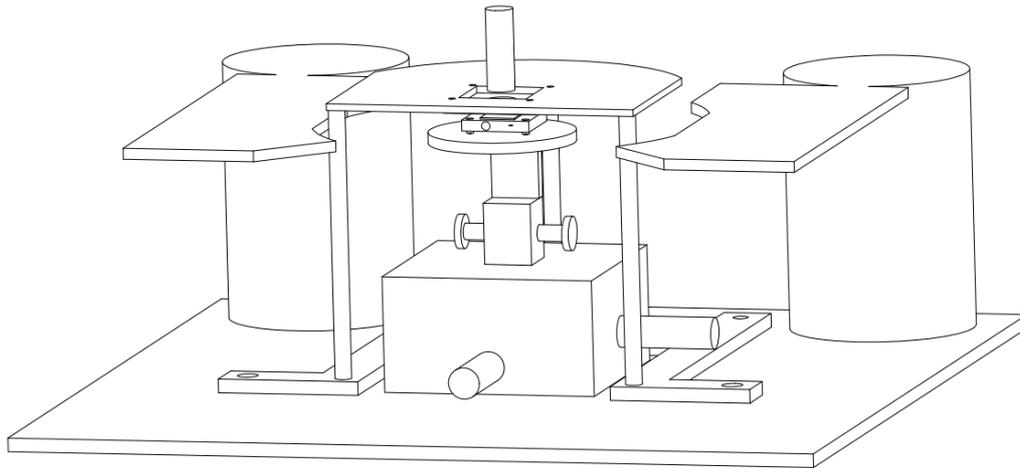
#### 4.8.2 Brasatura

L'operazione di brasatura flip-chip è stata effettuata mediante una *probe station* opportunamente modificata. La *probe station* (Figura 4.8-3) viene normalmente utilizzata per eseguire misure di resistenza a quattro punte su piccoli campioni. Dispone di un micro-traslattore a quattro gradi di libertà ( $x, y, z, \theta$ ) sul quale viene posizionato il campione, e di un microscopio traslabile con tre gradi di libertà ( $x, y, z$ ). Quattro micro-traslattori indipendenti consentono di posizionare le punte per le misure di resistenza.



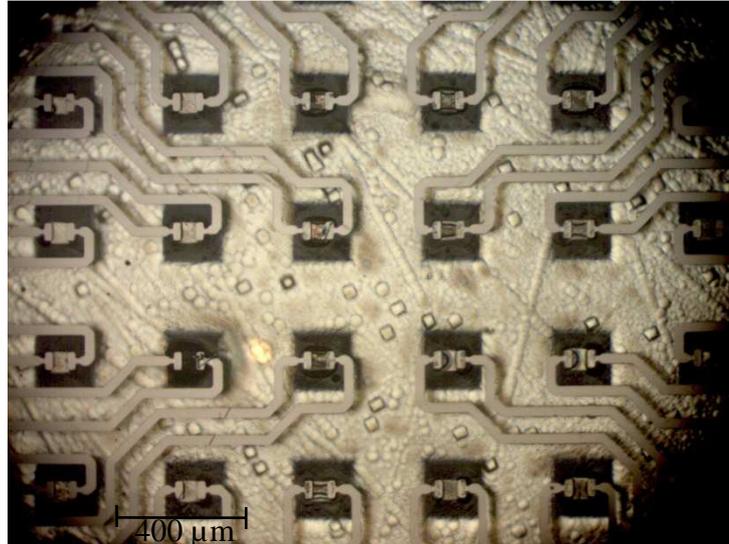
**Figura 4.8-3 - Probe station; con opportune modifiche è stata utilizzata per effettuare la brasatura flip-chip.**

Per effettuare le brasature flip-chip è stata realizzata una struttura con tre colonnine che fa da supporto per una piattaforma di teflon, progettata per accomodare il substrato con le colonnine di indio (vedere disegno in Figura 4.8-4). La piattaforma ha un foro che consente di osservare i campioni durante la fase di allineamento tramite il microscopio. Un sistema di sospensioni di viti e molle consente di regolare il tilt della piattaforma e fornisce la funzione di ammortizzatore per le pressioni esercitate durante la fase di contatto della brasatura. E' stata anche realizzata una piastra riscaldante in cui sono alloggiati due riscaldatori da 50 W a cartuccia, che consente di tenere in posizione il campione con la matrice di sensori e portarlo alla temperatura desiderata per la brasatura. La piastra riscaldante ospita una sonda Pt100 per il monitoraggio della temperatura; un regolatore con controllo PID alimenta i riscaldatori mantenendo la temperatura della piastra entro 1 °C dal set-point. I materiali sono stati selezionati per potere lavorare fino a temperature di 200 °C. Entrambe le parti da brasare, la matrice di sensori ed il substrato, sono tenuti in posizione tramite vuoto; al fine di migliorare la tenuta sono state realizzate, per stampo, delle membrane sagomate in silicone per alte temperature, che fanno da guarnizione tra i porta campioni ed i campioni. Mediante un film plastico opportunamente posizionato è stato ricavato, attorno alla zona di brasatura, un ambiente in cui l'aria può essere sostituita da un'atmosfera riducente.

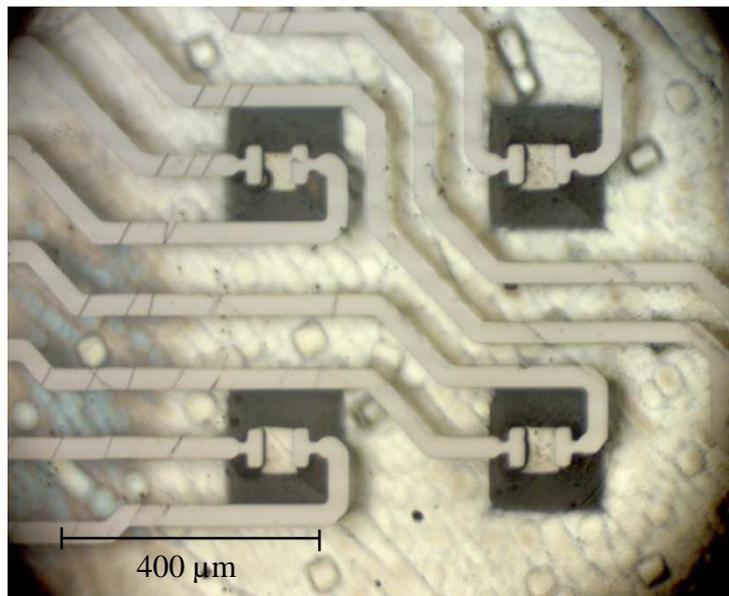


**Figura 4.8-4 – Rappresentazione schematica della probe station dopo le modifiche.**

Una volta bloccati il campione con la matrice di sensori e il substrato con l'indio ai rispettivi porta campioni, si procede ad effettuare l'allineamento agendo sui micrometri del traslatore. Due telecamere sono posizionate frontalmente e lateralmente e consentono di monitorare il parallelismo dei campioni. La regolazione del tilt della piattaforma di teflon porta-campione permette di correggere eventuali errori di parallelismo. Quando l'allineamento è corretto, si portano i due campioni a contatto, si introduce un'atmosfera riducente e si accende il riscaldatore. Si è scelto di riscaldare il campione con la matrice di sensori, in modo che le colonnine di indio vengano riscaldate indirettamente dai sensori stessi. In questo modo quando le colonnine fondono sono a contatto con i sensori già caldi e si evita il fenomeno della "saldatura fredda". Come gas riducente è stata utilizzata una miscela di azoto e idrogeno con percentuale del secondo inferiore al 5%. Con questa bassa concentrazione di idrogeno il gas non presenta rischi di infiammabilità o esplosività, ma mantiene le proprietà riducenti che sono necessarie per eliminare gli strati di ossido che si formano rapidamente sull'indio esposto all'aria. Le brasature sono state effettuate ad una temperatura di 180 °C, mantenuta per 2 min. I risultati sono mostrati in Figura 4.8-5 e Figura 4.8-6. E' stata riscontrata una notevole difficoltà nell'ottenere un corretto parallelismo tra i campioni; ciò è causa di un posizionamento non adeguato dei sensori rispetto alle colonnine di indio, con il risultato che su parte dei sensori i contatti elettrici non sono affidabili.



**Figura 4.8-5 - Risultato di un'operazione di brasatura *flip-chip* di una matrice di sensori in germanio. L'immagine è stata presa osservando la matrice attraverso il substrato in vetro su cui sono depositate le piste elettriche.**



**Figura 4.8-6 - Dettaglio della brasatura effettuata sui sensori piramidali.**

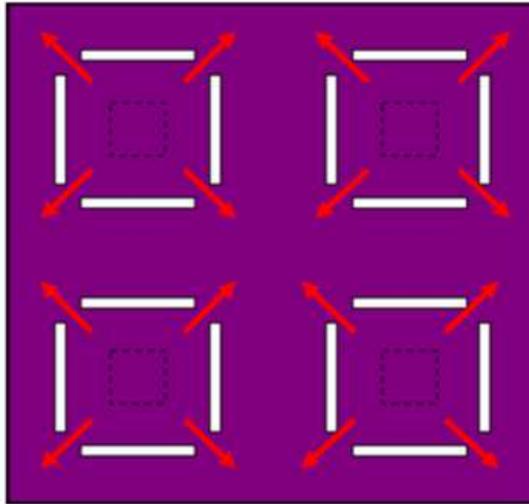
Sono stati effettuati dei test supplementari che hanno mostrato come sia possibile ottenere buoni risultati nella brasatura adagiando il substrato con le colonnine di indio sulla matrice di sensori, senza tenerlo in posizione mediante un porta-campioni. Per ottenere automaticamente il parallelismo, è necessario che in fase di attacco chimico venga lasciata una corona di germanio dello stesso spessore delle piramidi attorno alla matrice di sensori; la corona funge da distanziatore per il substrato quando questo viene adagiato sulla matrice

per la brasatura. I soli sensori non sono sufficienti a mantenere il parallelismo con il substrato a causa delle ridotte dimensioni della superficie di appoggio che forniscono.

#### **4.9 MEMBRANE SOSPese PER IL COLLEGAMENTO AL BAGNO TERMICO**

Per potere calibrare con precisione il flusso termico tra termometro e bagno termico si può utilizzare, come discusso, una struttura a membrane sospese. Ovvero la piramide di germanio viene fissata, per mezzo della brasatura *flip-chip*, ad una membrana sospesa i cui bordi sono fissati al substrato. Nell'ambito del presente lavoro non sono stati effettuati test sperimentali sulle membrane, ma per completezza si riporterà di seguito brevemente qualche dettaglio su questa tecnologia comunemente utilizzata [48]. I materiali usualmente impiegati sono nitrato di silicio su silicio. E' possibile ottenere commercialmente fette di silicio con già depositato un film di nitrato di silicio. Per realizzare la membrana occorre innanzitutto forare il substrato di silicio fino ad arrivare al nitrato, in modo che la zona di nitrato che dovrà rimanere sospesa non abbia più silicio al di sotto. Ciò viene eseguito mediante un attacco del silicio, dal lato opposto al film di nitrato, attraverso una maschera. Data la quantità significativa di materiale da rimuovere è idoneo un attacco *wet*, per ottenere una buona velocità di attacco, o un Deep Reactive Ion Etching. E' necessario un attacco isotropo per ottenere pareti verticali e minimizzare la quantità di materiale da rimuovere.

Per tarare la resistenza termica tra la piramide di germanio ed il bagno termico si rimuovono selettivamente alcune zone di nitrato di silicio per creare delle fessure sulle membrane, come illustrato in Figura 4.9-1; in questo modo è possibile ridurre ulteriormente, in modo controllato, la sezione disponibile per il trasporto termico. Lo spessore del film e le dimensioni delle suddette fessure saranno parametri fondamentali per la determinazione della resistenza termica. Data la relativa fragilità delle membrane, sarebbe opportuno collegare la matrice di piramidi prima di rimuovere il silicio di supporto. Ciò comporta la necessità di schermare le piramidi per evitare che vengano danneggiate durante il processo di formazione delle membrane.



**Figura 4.9-1 - Apertura di fessure nelle membrane di nitruro di silicio per limitare ulteriormente lo scambio di calore con il bagno termico.**



## 5 Elettronica di read-out

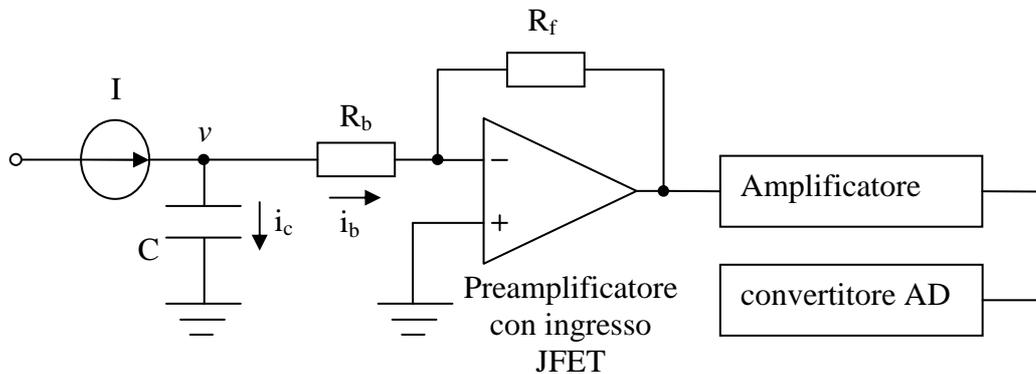
I requisiti dell'elettronica di lettura sono principalmente un basso rumore ed un tempo di risposta rapido. Il fattore rumore è essenziale quando si opera su segnali estremamente deboli, come nel caso dei rivelatori in questione. Gli stadi di amplificazione del segnale devono essere progettati minimizzando il rumore intrinseco e devono essere immuni al rumore esterno. Il tempo di risposta deve essere tale da non distorcere eccessivamente il segnale. Se è troppo elevato limita il tasso massimo di conteggi misurabile. Per le applicazioni astrofisiche, in genere, le specifiche relative al numero di fotoni al secondo non sono molto stringenti. Tuttavia, una frequenza di lettura troppo bassa darebbe luogo ad una perdita di una percentuale di fotoni in arrivo, rendendo necessari tempi di osservazione maggiori per ottenere statistiche significative. Per applicazioni diverse dall'astrofisica può invece essere necessaria una frequenza di lettura significativamente maggiore, qualora le sorgenti utilizzate generino flussi elevati di raggi-X.

### 5.1 CIRCUITO ELETTRONICO IMPIEGATO

Il circuito di lettura utilizzato nel laboratorio XACT dell'Osservatorio Astronomico di Palermo fu proposto originariamente da Silver et. Al. specificatamente per microcalorimetri in germanio, con il fine di ottenere tempi di lettura veloci e misure con basso rumore intrinseco [49]. I front-end utilizzati sino ad allora, basati su configurazioni *emitter follower*, avevano tempi di risposta molto lunghi, poiché la costante di tempo era determinata dal prodotto tra la resistenza del calorimetro (grande) e la capacità di ingresso.

Il circuito in questione impiega uno stadio di preamplificazione con feedback negativo, con ingresso a JFET (per ottenere un adattamento di impedenza a basso rumore); successivamente sono presenti uno stadio amplificatore e un convertitore A/D.

I microcalorimetri a semiconduttore sono caratterizzati da un'impedenza elevata, fino a valori prossimi a  $150 \text{ M}\Omega$ . Lo stadio di adattamento rende disponibile il segnale su un'uscita a bassa impedenza. Il circuito è schematicamente rappresentato in Figura 5.1-1.  $R_b$  è il rivelatore (il pedice  $b$  sta per bolometro),  $R_f$  è la resistenza di feedback,  $I$  è la corrente di polarizzazione e  $C$  è un condensatore il cui scopo sarà chiarito in seguito.



**Figura 5.1-1 - Schema del circuito di front-end.**

Il circuito può essere utilizzato nella configurazione denominata "tensione costante", ovvero quella mostrata nello schema, o in configurazione "corrente costante", ottenuta scambiando di posizione la resistenza di feedback  $R_f$  e il sensore  $R_b$ . La prima, sebbene più lenta, è in genere utilizzata poiché fornisce una maggiore risoluzione energetica [49]. In seguito ci si riferirà a questa prima modalità di funzionamento.

Il laboratorio XACT dispone di un criostato a demagnetizzazione adiabatica (ADR), mostrato in Figura 6.2-2, che consente di ottenere le temperature criogeniche richieste per il funzionamento dei microcalorimetri. Il criostato è costituito da uno stadio raffreddato ad azoto liquido, uno stadio raffreddato ad elio liquido ed uno stadio a  $60 \text{ mK}$ , il "dito freddo", che viene raffreddato mediante il principio della demagnetizzazione adiabatica [50]. La Figura 5.1-2 mostra uno schema del set-up criogenico e indica il posizionamento e la temperatura di funzionamento delle diverse componenti del circuito.

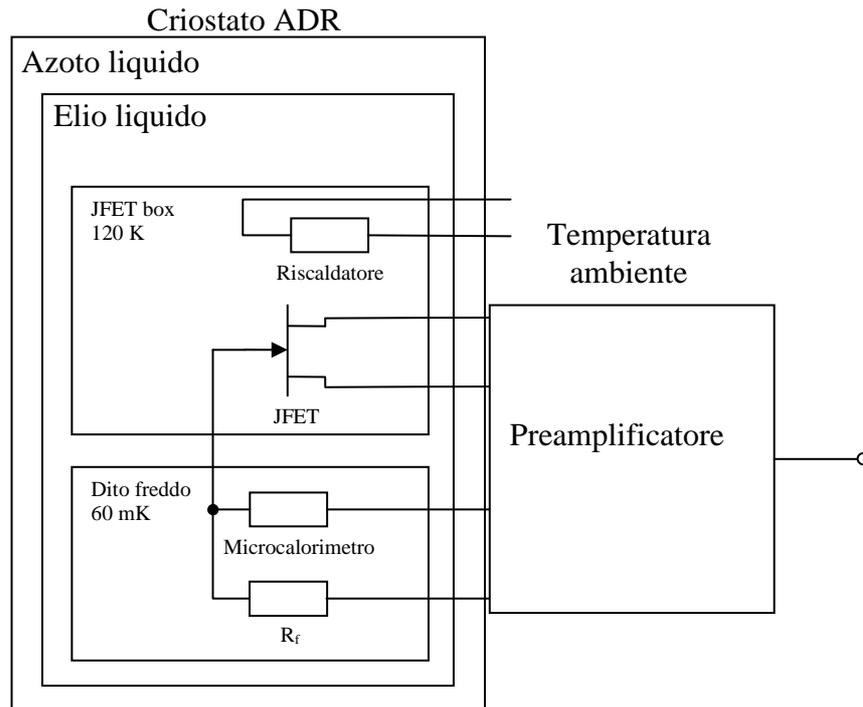


Figura 5.1-2 - Schema del set-up criogenico al laboratorio XACT.

## 5.2 RIDUZIONE DEL TEMPO DI RIPRISTINO

Quando un fotone viene assorbito da un microcalorimetro, la temperatura del sensore aumenta, con una conseguente riduzione della resistenza elettrica. Il circuito di read-out mantiene la tensione di polarizzazione del rivelatore pressoché costante tramite il condensatore  $C$ . Quando la resistenza diminuisce a causa dell'assorbimento del fotone, una maggiore corrente scorre attraverso il sensore; dato che la corrente  $I$  è costante, la corrente in eccesso viene fornita dal condensatore. La parziale scarica di quest'ultimo determina una piccola variazione di tensione ai capi del rivelatore e inoltre fa sì che parte della corrente  $I$ , dopo l'impulso, sia assorbita dal condensatore stesso per il reintegro della carica. I due fenomeni indicati, la variazione di tensione e il reintegro della carica, dipendono per entità dal valore di  $C$ . Una capacità grande consentirà solo una piccola variazione di tensione, ma richiederà un tempo maggiore di ripristino della carica. Il compromesso da ottenere è tra la risoluzione energetica ottenibile, che aumenta con la stabilità della tensione, e il *count rate* del rivelatore. Infatti, il numero di fotoni al secondo che possono essere misurati dipendono in prima battuta dal tempo che occorre al sensore per tornare allo stato di riposo, ovvero alla temperatura base di funzionamento. Oltre alle considerazioni, già

discusse nei primi capitoli, sull'influenza della capacità termica del microcalorimetro e della conduttanza termica al bagno, si deve tenere conto dell'effetto tutt'altro che trascurabile della potenza Joule dissipata all'interno del sensore per via della corrente di polarizzazione. La dissipazione Joule dà luogo ad un effetto di amplificazione del segnale: quando la temperatura aumenta a causa del fotone assorbito, la resistenza del sensore diminuisce e la potenza Joule, pari a  $V/R_b$ , aumenta, riscaldando ulteriormente il sensore. Questo effetto è positivo ai fini della risoluzione ottenibile, ma incide negativamente sulla velocità di funzionamento dei rivelatori. Tornando al condensatore del circuito di front-end, risulta evidente che la corrente da questo assorbita durante il ripristino della carica costituisce una riduzione della corrente che attraversa il sensore. La minore dissipazione Joule facilita il processo di raffreddamento del microcalorimetro, ma provoca altresì una riduzione della temperatura al di sotto della temperatura base, che non può essere ripristinata finché il condensatore non è nuovamente carico.

Nel 2002 Silver et Al. proposero un metodo per velocizzare il ripristino della temperatura di base [51]. Se la corrente di polarizzazione, che costituisce una sorgente di riscaldamento, viene rimossa subito dopo l'impulso, il microcalorimetro potrà raffreddarsi più rapidamente, analogamente a quanto succede per via della corrente che viene assorbita dal condensatore. La tecnica consiste nel commutare la tensione di polarizzazione del rivelatore tra due livelli, uno più elevato utilizzato durante la fase di attesa di un impulso e durante la misura del picco di temperatura, l'altro, più basso, adoperato immediatamente dopo la misura per raffreddare il sensore. La tecnica descritta consente di ottenere un raffreddamento rapido, ma non risolve il problema del ripristino della carica del condensatore.

Una parte delle attività di ricerca del Corso di Dottorato è stata dedicata a studiare, mediante simulazioni software, due diversi nuovi metodi per il ripristino rapido delle condizioni di base, sempre proposti dal Dott. Silver; i metodi sono stati denominati *reset di tensione* e *iniezione di carica*. Queste attività di studio si sono svolte presso lo Harvard-Smithsonian Center for Astrophysics (Cambridge, MA, USA), sotto la supervisione del Dott. Eric Silver.

Il metodo di **iniezione di carica** consiste nell'incrementare per un certo tempo la corrente di polarizzazione  $I$ , dopo il picco dell'impulso, per accelerare il ripristino della carica del

condensatore. Ciò consente di utilizzare una capacità elevata, che si traduce in una maggiore risoluzione energetica, mantenendo ridotto il tempo di ripristino. L'aumento di corrente provoca anche un maggiore riscaldamento Joule, effetto che contrasta l'obiettivo della riduzione dei tempi di stabilizzazione, ma il bilancio netto tra i due effetti opposti risulta vantaggioso.

Il metodo di **reset di tensione** prevede di portare ad una tensione negativa  $V_{rst}$  il terminale del condensatore normalmente collegato a massa. Questa operazione viene effettuata per un determinato tempo subito dopo il picco dell'impulso. La tensione ai capi del sensore si riduce istantaneamente di  $V_{rst}$ , determinando una diminuzione del riscaldamento Joule. Contemporaneamente la variazione di tensione determina una maggiore corrente di ricarica del condensatore. In sostanza, parte della  $i_b$  viene deviata sul condensatore, ottenendo il duplice risultato di accelerare sia il ripristino della carica del condensatore, sia il raffreddamento del microcalorimetro.

Lo studio è stato effettuato simulando lo sviluppo temporale del sistema rivelatore – circuito di front-end. Per potere determinare la dinamica delle variabili di stato, si deve effettuare un'analisi elettrica e termica. Mettendosi nell'ipotesi di massa virtuale al terminale invertente dell'amplificatore indicato in Figura 5.1-1, si ha:

$$\begin{cases} v = i_b R_b \\ v = \frac{\int i_c dt}{C} \\ i_c = I - i_b \end{cases},$$

da cui, differenziando ed uguagliando la prima e la seconda equazione, risulta:

$$\frac{I - i_b}{C} = i_b \frac{dR_b}{dt} + R_b \frac{di_b}{dt} \quad (5.2-1).$$

Il valore della resistenza  $R_b$  nella ( 5.2-1 ) dipende dalla temperatura, secondo la relazione:

$$R_b = R_0 e^{\sqrt{T_0/T}} \quad (5.2-2),$$

con  $R_0$  e  $T_0$  parametri del modello di hopping, avendo trascurato l'effetto del campo elettrico. Il bilanciamento termico nel sensore è dato da:

$$P_J + k_a \Delta T_a = k \Delta T + \frac{d(C_b T)}{dt} \quad (5.2-3),$$

dove  $P_J$  è la potenza Joule dovuta alla resistenza elettrica del sensore,  $k_a$  è la conduttanza termica tra assorbitore e sensore,  $T$  è la temperatura del sensore,  $\Delta T_a$  è la differenza di temperatura tra assorbitore e sensore,  $k$  è la conduttanza termica tra sensore e bagno termico,  $\Delta T$  è la differenza di temperatura istantanea tra il sensore e il bagno termico e  $C_b$  è la capacità termica del microcalorimetro. Facendo l'ipotesi semplificativa che il riscaldamento dell'assorbitore provocato da un fotone assorbito sia istantaneo, il bilanciamento termico nell'assorbitore è descritto da:

$$E \partial(t - t_0) = k_a \Delta T_a + \frac{d(C_a T)}{dt} \quad (5.2-4),$$

con  $E$  energia del fotone depositata all'istante  $t_0$  e  $C_a$  capacità termica dell'assorbitore. La capacità termica del sensore varia proporzionalmente alla temperatura, quella dell'assorbitore è proporzionale al cubo della temperatura.

Il software di simulazione, implementato in MATLAB, discretizza il tempo in intervalli  $\Delta t$ ; per ogni intervallo di tempo le variabili di sistema vengono aggiornate effettuando le seguenti operazioni:

1. calcolo della temperatura dell'assorbitore  $T_a$  mediante la ( 5.2-4 );
2. calcolo della temperatura del sensore  $T$  mediante la ( 5.2-3 );
3. calcolo della resistenza elettrica del sensore  $R_b$  mediante la ( 5.2-2 );
4. calcolo della corrente che attraversa il sensore  $i_b = v / R_b$ ;
5. calcolo della potenza termica  $P_J = i_b^2 R_b$ ;
6. calcolo dell'incremento della carica del condensatore dalla relazione  $dQ/dt = i_c$ , dove  $i_c = I - i_b$  è la corrente che entra nel condensatore;
7. calcolo della tensione ai capi del condensatore (ovvero ai capi del sensore per via della massa virtuale)  $v = Q / C$ .

L'intervallo  $\Delta t$  varia dinamicamente per minimizzare l'onere computazionale senza perdere in qualità sulla simulazione. L'incremento frazionale della resistenza del sensore rispetto al passo precedente ( $\Delta R_b / R_b$ ) viene utilizzato come parametro per la selezione del  $\Delta t$ : se  $\Delta R_b / R_b$  supera una determinata soglia il  $\Delta t$  viene ridotto, altrimenti viene aumentato. Il meccanismo di decremento è più rapido del meccanismo di incremento, in modo tale che

possa essere rapidamente disponibile un'elevata risoluzione temporale qualora dovesse essere necessaria. In alcuni istanti di tempo particolarmente critici, quali l'arrivo di un fotone o l'inizio e fine dell'applicazione di uno dei metodi di ripristino, il  $\Delta t$  viene portato al valore minimo ed il tempo corrente viene modificato in modo che coincida con l'istante desiderato.

Al punto 4 la  $i_b$  potrebbe essere calcolata anche mediante la ( 5.2-1 ), rendendo non necessari il calcolo della carica e della tensione di cui ai punti 6 e 7; tuttavia il calcolo effettuato esplicitando tali variabili rende facilmente simulabili i metodi di ripristino rapido come descritto di seguito.

- Per simulare il metodo dell'iniezione di corrente si usa al punto 6 la corrente maggiorata in luogo della  $I$ .
- Per simulare il metodo del reset di tensione si somma  $V_{rst}$  (negativa) alla tensione ottenuta al punto 7.

Le suddette modifiche per l'applicazione dei metodi di ripristino vengono effettuate per un tempo determinato che può essere fissato a priori o essere dipendente dall'energia misurata del fotone assorbito.

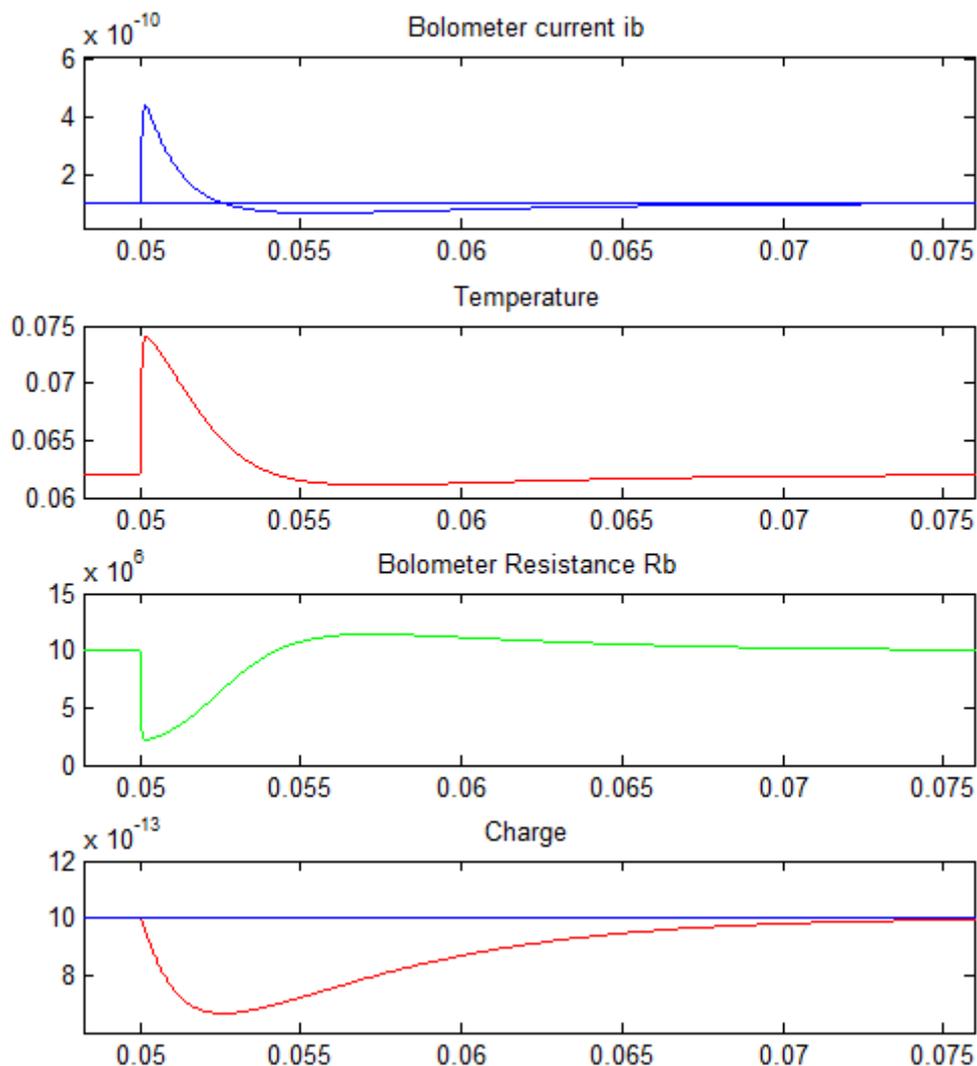
Le simulazioni, dove non specificato diversamente, sono state effettuate con i parametri indicati in Tabella 5.2-1. La costante di tempo del ripristino termico, in assenza di effetto Joule, può essere approssimativamente stimata come  $C_b / k = 1$  ms. La dissipazione Joule provoca un aumento della costante di tempo fino a circa 5 ms.

**Tabella 5.2-1 - Parametri usati nelle simulazioni.**

Temperatura bagno termico	60 mK	$T_{sink}$
Capacità termica del sensore @60 mK	5e-14 J/K	$C_b$
Capacità termica dell'assorbitore @60 mK	5e-16 J/K	$C_a$
Conduttanza termica tra sensore e bagno termico	5e-11 W/K	$k$

Conduttanza termica tra assorbitore e sensore	1e-11 W/K	$k_a$
Resistenza elettrica del sensore in condizioni di riposo	10 M $\Omega$	$R_b$
Parametro di hopping $T_0$	20 K	$T_0$
Energia del fotone	6 keV	$E$
Corrente di polarizzazione	100 pA	$I$
Capacità del condensatore	1 nF	$C$

La Figura 5.2-1 mostra l'andamento delle principali variabili di stato in corrispondenza di un evento di assorbimento di un fotone X. Durante una prima fase la temperatura del sensore aumenta, provocando una diminuzione della resistenza ed un aumento della corrente; la corrente extra viene fornita dal condensatore, la cui carica diminuisce. Successivamente il sensore si raffredda tramite il collegamento al bagno termico. Poiché il condensatore continua ad assorbire corrente per ripristinare la sua carica, la potenza Joule dissipata nel sensore sarà inferiore rispetto a quella dissipata in condizioni base di riposo. Ciò determina una diminuzione della temperatura, che scende al di sotto del valore di equilibrio fintanto che la carica del condensatore non è del tutto ripristinata. Il tempo totale di ripristino, non apprezzabile nel grafico mostrato, è di parecchie decine di millisecondi.



**Figura 5.2-1 - Andamento delle principali variabili di stato in corrispondenza di un evento di assorbimento di un fotone X. L'ascissa indica il tempo in secondi, le unità di misura delle ordinate sono rispettivamente ampere, kelvin, ohm e coulomb.**

Per evidenziare il ruolo del condensatore, si può osservare in Figura 5.2-2 come valori grandi di capacità rendano molto lunghi i tempi di ripristino, mentre valori piccoli avvicinano il tempo di ritorno alle condizioni di riposo a quello stimato di ripristino termico in assenza di effetto Joule. Capacità di 0.1 nF, 1 nF e 10 nF richiedono un tempo di 10 ms, 35 ms e più di 150 ms per un rientro verso le condizioni di riposo. La Figura 5.2-3 mostra il picco di corrente raggiunto in dipendenza della capacità. Maggiore è tale valore, maggiore sarà la risoluzione energetica ottenibile, sia a causa del più elevato rapporto

segnale-rumore, sia per la maggiore possibilità di discernere piccole variazioni di temperatura.

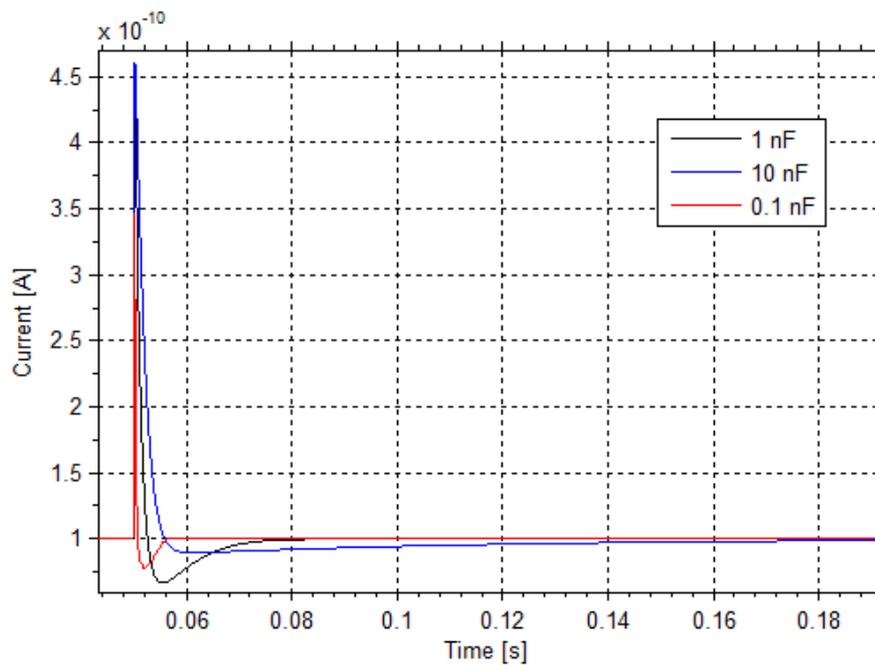


Figura 5.2-2 - Andamento della corrente attraverso il sensore per diversi valori di capacità del condensatore.

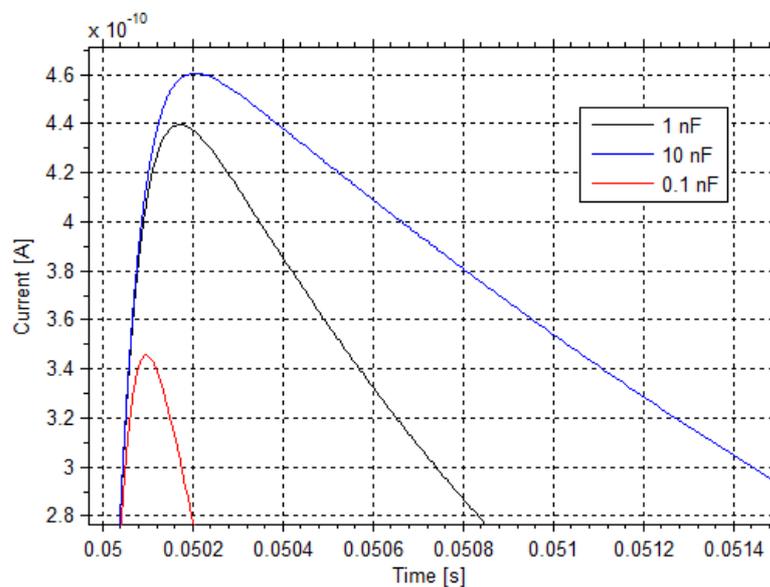
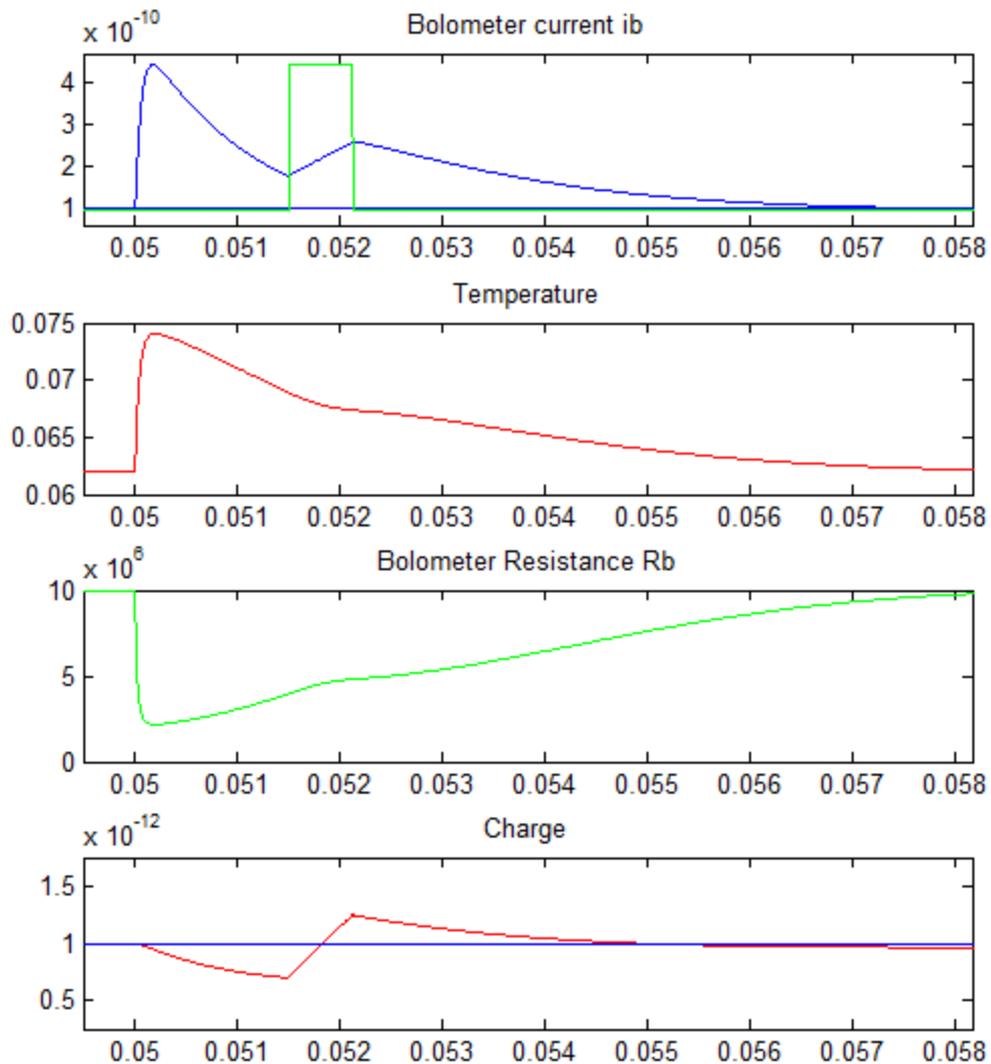


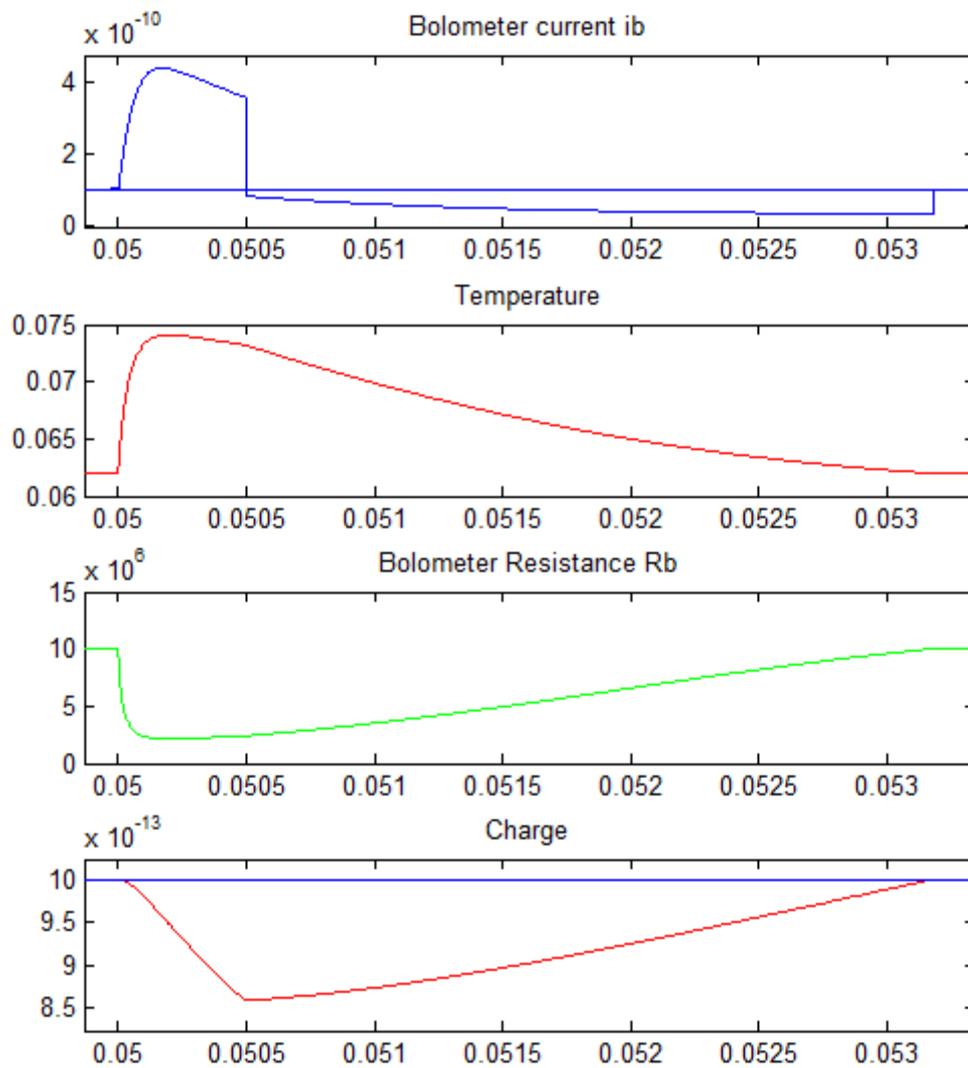
Figura 5.2-3 - Dettaglio del picco di corrente raggiunto con differenti valori di capacità.

La Figura 5.2-4 e la Figura 5.2-5 mostrano rispettivamente l'andamento delle variabili di sistema con l'utilizzo del sistema dell'iniezione di corrente e di reset di tensione. Per

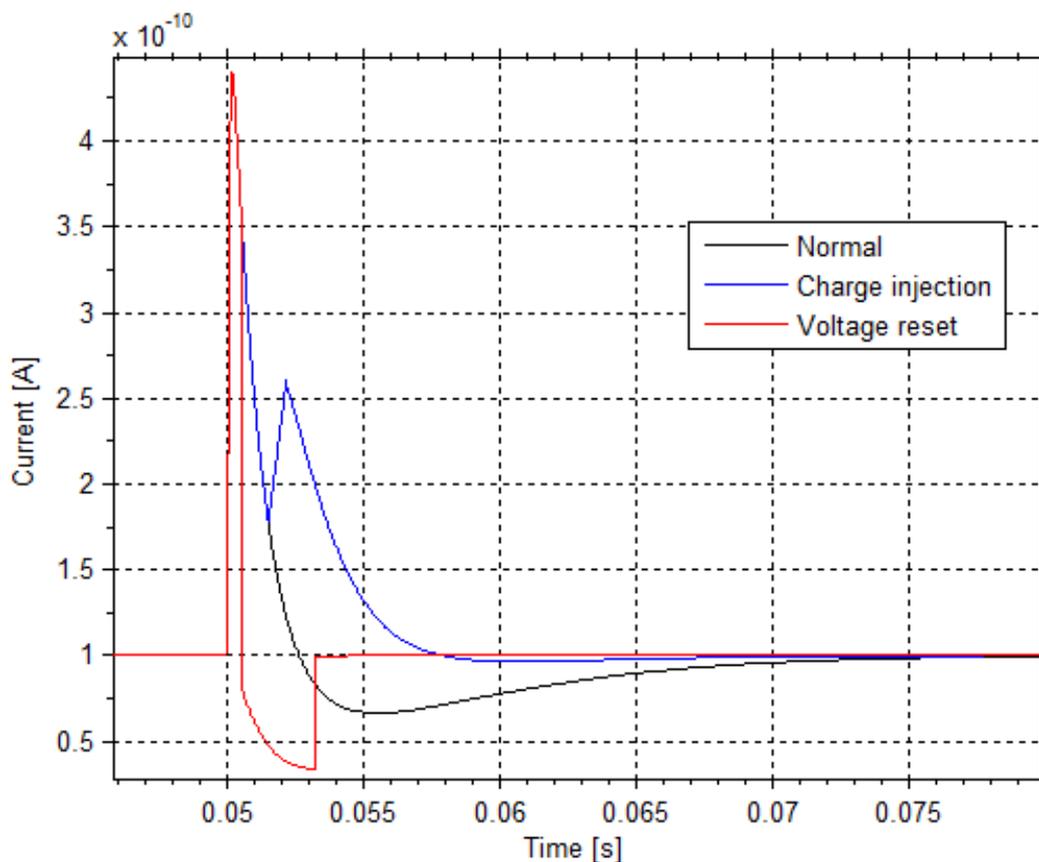
facilitare il confronto è riportato in Figura 5.2-6 l'andamento della corrente per i diversi metodi di ripristino. Se senza nessun meccanismo di ripristino occorrono circa 35 ms per avvicinarsi alle condizioni di base, con il sistema di iniezione di carica occorrono circa 15 ms e con il reset di tensione soli 5 ms.



**Figura 5.2-4 - Andamento delle variabili di sistema con l'utilizzo del metodo di iniezione di carica. L'ascissa indica il tempo in secondi, le unità di misura delle ordinate sono rispettivamente ampere, kelvin, ohm e coulomb.**



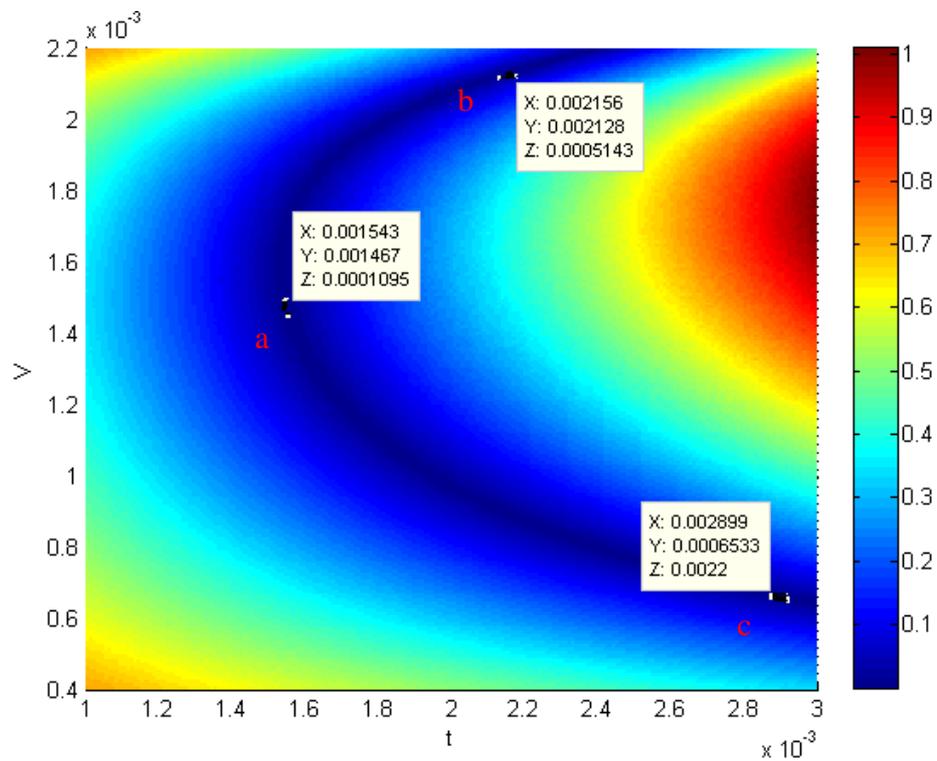
**Figura 5.2-5 - Andamento delle variabili di sistema con l'utilizzo del metodo di reset di tensione. L'ascissa indica il tempo in secondi, le unità di misura delle ordinate sono rispettivamente ampere, kelvin, ohm e coulomb.**



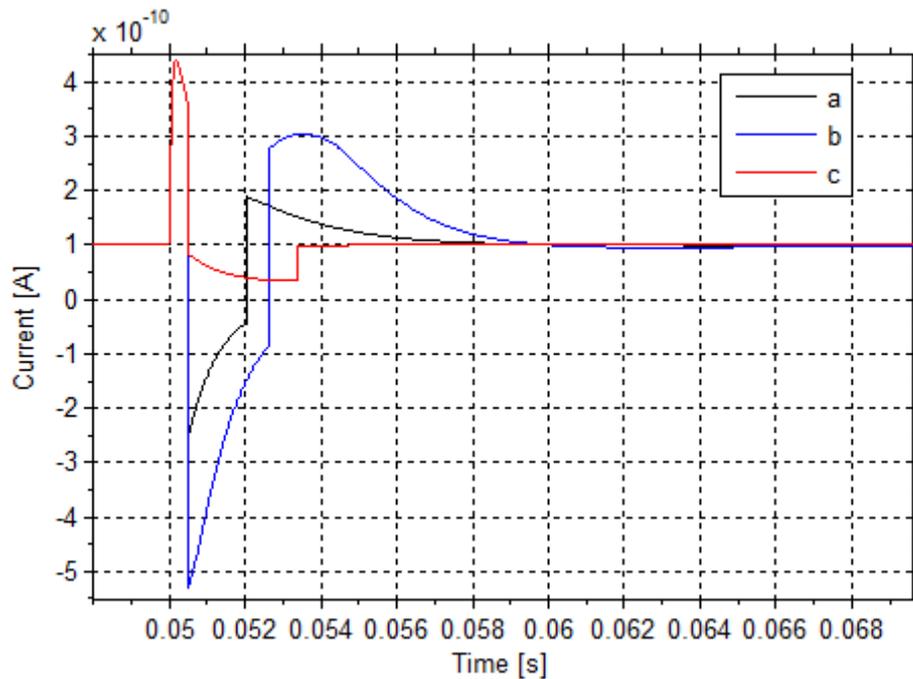
**Figura 5.2-6 - Confronto dell'andamento della corrente per i diversi metodi di ripristino.**

I risultati ottenuti sembrano indicare che il metodo di reset di tensione consentirebbe di ottenere tempi di ripristino rapidissimi, prossimi a quelli termici ideali. E' necessario sottolineare però che le condizioni per cui si è ottenuto il tempo di 5 ms, corrispondono ad un tempo  $t_{rst}$  di azione del sistema di ripristino ed una tensione di ripristino  $V_{rst}$  ideali. Uno di questi parametri, o entrambi, devono dipendere dall'energia rilasciata dal fotone, ovvero dal picco misurato. Se si commette un errore sul valore di  $t_{rst}$  o  $V_{rst}$  le prestazioni peggiorano. Analogamente vi è una sensibilità non trascurabile al ritardo, dopo il picco, con cui viene attivato il meccanismo di ripristino. Per valutare i parametri ottimali e la sensibilità del sistema al variare degli stessi si è proceduto ad elaborare la mappa presentata in Figura 5.2-7. Per costruire tale mappa si è fissato l'istante di intervento a 0.5 ms dopo il picco e si sono fatti variare i parametri  $t_{rst}$  e  $V_{rst}$  valutando le prestazioni del ripristino. L'intensità dei punti della mappa è data dalla differenza percentuale tra la temperatura di base e la media della temperatura del sensore a 10 ms, 12 ms e 14 ms dopo l'arrivo del fotone. Lo scopo è minimizzare questa differenza di temperatura, operando

nella zona a forma di 'C'. I punti *a*, *b* e *c* indicati in figura consentono di ottenere prestazioni simili e un confronto sulla dinamica evolutiva della corrente nei tre casi è presentato in Figura 5.2-8.

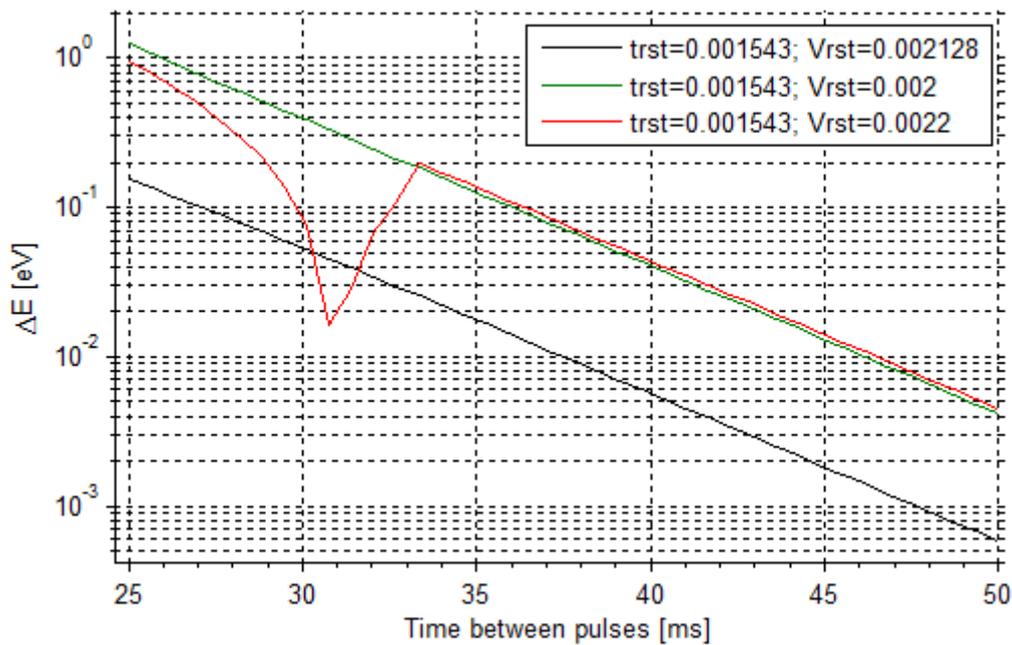


**Figura 5.2-7 - Mappa dello spazio dei parametri per il metodo del reset di tensione.**



**Figura 5.2-8 - Confronto tra l'andamento delle correnti ottenute con i parametri indicati in Figura 5.2-7.**

La regione di basse tensioni e tempi elevati, in cui si trova il punto 'c', è quella che consente di ottenere i tempi di ripristino più brevi. Ottenere tensioni estremamente precise è un arduo compito, pertanto può risultare consigliabile, se non necessario, lavorare nella zona in cui si trova il punto 'a'. In tale regione la curva dei parametri ottimi è quasi verticale e risulta pertanto ridotta la sensibilità a piccole variazioni della tensione di reset. Il tempo è un parametro meno critico, in quanto si possono realizzare circuiti che raggiungono precisioni temporali di decine di nanosecondi senza eccessive difficoltà. La Figura 5.2-9 mostra l'errore di misura in termini di energia che si commette sull'impulso successivo al variare del tempo che incorre tra l'arrivo dei due fotoni. Le tre curve sono calcolate usando la tensione di reset ottimale e due tensioni che si discostano di circa 0.1 mV da quella ottimale. La regione di lavoro è quella del punto *a*.



**Figura 5.2-9 - Errore sulla misura dell'energia del fotone successivo in funzione del tempo che intercorre tra l'arrivo dei due fotoni. Le tre curve mostrano le prestazioni del metodo di reset della tensione per tre  $V_{rst}$  diverse.**

Il grafico può essere letto in base al massimo errore che si vuole commettere. Ad esempio, se si vuole commettere un errore non superiore a 0.1 eV, si devono intercettare le tre curve in corrispondenza a questo valore di  $\Delta E$ . Il risultato che si ottiene è che per un valore di  $V_{rst}$  ottimale sono sufficienti 25 ms tra i due impulsi, mentre per valori di  $V_{rst}$  che si discostano di 0.1 mV dall'ottimo occorrono 36 ms. Ovviamente per requisiti di risoluzione energetica meno stringenti la frequenza degli impulsi può aumentare. Il minimo presentato dalla curva relativa ad un  $V_{rst} = 2$  mV, è dovuto al fatto che per tale parametro di reset la temperatura presenta un'oscillazione smorzata nel tempo attorno alla temperatura di base. Pertanto se l'impulso successivo ricade in corrispondenza di un istante di tempo in cui il valore di temperatura si presenta uguale al valore di temperatura di base si ottiene un minimo in termini di errore sulla misura dell'energia. In particolare dalla figura si evince che l'oscillazione dell'errore di temperatura presenta uno zero dopo 31 ms.

In base alle simulazioni effettuate, il metodo di reset della tensione risulta molto promettente per migliorare le prestazioni dell'elettronica di front-end. Prove sperimentali potranno confermare l'applicabilità del metodo e le sue effettive prestazioni.

### 5.3 CRITICITÀ LEGATE AL RUMORE ELETTRO-MAGNETICO E TERMICO

Il rumore è la causa primaria di riduzione della risoluzione energetica ottenibile. Esistono diverse sorgenti, sia intrinseche che esterne al sistema di misura. Segue una breve analisi delle principali fonti di rumore e degli accorgimenti che possono ridurre il rumore complessivo del sistema di misura.

#### **Rumore elettromagnetico intrinseco**

Le componenti di rumore elettromagnetico intrinseco prominenti nel circuito di front-end sono il rumore del JFET, che sarà discusso successivamente, ed il rumore Johnson, o termico, delle resistenze. Per minimizzare il rumore del JFET si mantiene il componente ad una temperatura di circa 120 K, alloggiandolo in una scatola riscaldata posta a contatto termico con la zona del criostato raffreddata dall'elio liquido. La resistenza di feedback, che apporterebbe il maggiore contributo di rumore da parte dei componenti passivi, è convenientemente mantenuta alla stessa temperatura dei microcalorimetri, ovvero attorno ai 60 mK. Il rumore termico di un conduttore con resistenza  $R$  è:  $E_n = \sqrt{4kTR}$ , con  $k$  costante di Boltzmann e  $T$  temperatura in kelvin. La dipendenza dalla temperatura consente di contenere il rumore nelle operazioni a temperatura criogenica.

#### **Interferenze elettromagnetiche**

I fenomeni di pick-up elettromagnetico sono deleteri per le misure. Anche una debole interferenza può sovrastare il segnale e degradare in modo inaccettabile la risoluzione energetica ottenuta. Fortunatamente il rumore provocato da interferenze è eliminabile mediante una buona schermatura e un'attenzione particolare al layout del sistema di misura.

I punti maggiormente sensibili all'interno del criostato sono l'uscita ad alta impedenza dei rivelatori e i relativi fili di collegamento al front-end, i fili di collegamento tra il circuito di front-end e il preamplificatore e le linee collegate ai termometri. Il posizionamento del JFET all'interno del criostato consente di minimizzare la lunghezza dei conduttori che lo collegano al sensore; la schermatura di tali conduttori è critica, in quanto è necessario minimizzare la conduzione termica dal JFET al sensore per i motivi descritti in seguito, e la presenza di un'eventuale schermo incrementerebbe in modo eccessivo il trasporto di calore. Lo stadio di preamplificazione si trova all'esterno del criostato, motivo per cui i fili

di collegamento tra il front-end ed il preamplificatore sono lunghi e soggetti a pick-up. E' possibile prevedere una schermatura idonea per questi conduttori. Infine, i termometri che misurano la temperatura all'interno del criostato sono collegati ad un ponte per la misura della resistenza posto all'esterno del criostato. Tali linee devono essere filtrate con filtri RC.

La presenza della camera del criostato non è necessaria a garantire una schermatura sufficiente al suo interno. Pertanto è opportuno utilizzare uno schermo esterno in  $\mu$ -metal, che costituisce un ottimo schermo anche per interferenze a bassa frequenza. Il criostato deve inoltre costituire esso stesso un'estensione della massa del rack in cui sono alloggiati gli strumenti di misura, e i collegamenti tra il criostato ed il rack devono avvenire tramite cavi schermati.

E' presente anche un'elevata sensibilità al rumore microfonico, che viene drasticamente ridotta ponendo il criostato in un supporto dotato di smorzatori pneumatici attivi.

Nel laboratorio XACT dell'Osservatorio Astronomico di Palermo è in corso, al momento della stesura di questa tesi, la realizzazione di una camera schermata in cui alloggiare il criostato e l'elettronica analogica. Tale ambiente costituirà un primo e decisivo schermo per le interferenze esterne.

### **Rumore termico**

Il limite fisico alla risoluzione energetica dei microcalorimetri è legato, come già descritto, alle fluttuazioni termiche che hanno luogo all'interno dei sensori. La presenza di "pick-up termico" costituisce un ulteriore componente di rumore presente nel sistema. Qualunque fenomeno di trasporto termico verso i sensori dà luogo, infatti, ad un segnale in uscita dipendente dall'entità della variazione della temperatura, con lo stesso meccanismo con cui viene generato il segnale relativo ad un fotone X incidente.

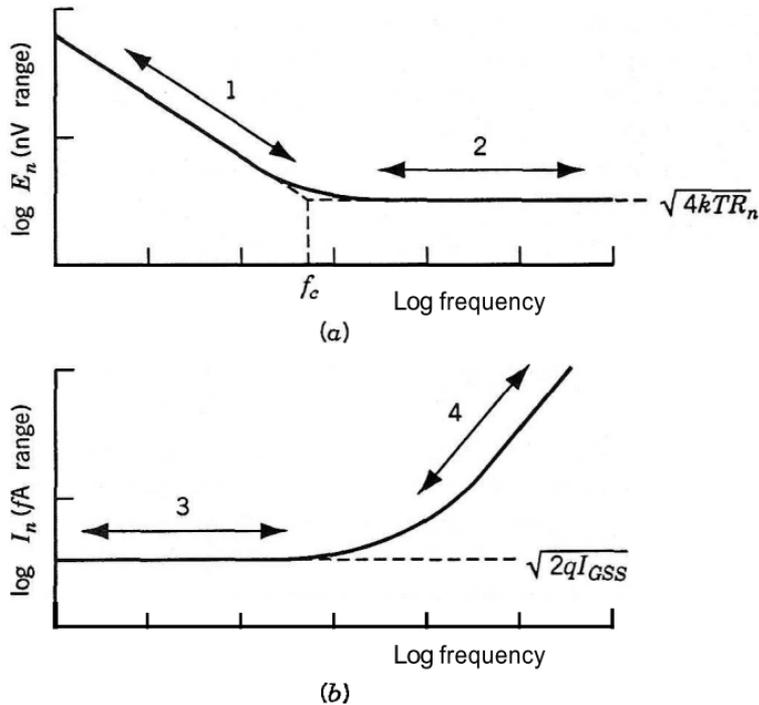
Il trasporto di calore può avvenire per irraggiamento o per conduzione attraverso i collegamenti elettrici. Non è presente il fenomeno convettivo in quanto all'interno del criostato viene fatto un vuoto relativamente spinto. L'irraggiamento, sia nel visibile che nell'infrarosso e in RF, può essere pressoché eliminato ponendo i sensori in una camera metallica sigillata, con l'unica apertura di ingresso per i fotoni schermata per mezzo di un

sottile strato di polipropilene metallizzato. La conduzione rimane un fattore critico, poiché il riscaldamento dei fili di collegamento dei sensori può avvenire sia per via di variazioni di temperatura del circuito di front-end, sia a causa di correnti indotte da pick-up elettromagnetico. Una soluzione consiste nell'ancorare termicamente i fili di collegamento al "dito freddo" del criostato, ovvero la zona a 60 mK, e nel minimizzare la conduttanza termica dei fili stessi. La necessità della riduzione della conduttanza termica trova la sua motivazione nel limitato potere refrigerante dello stadio a bassissima temperatura dei criostati a demagnetizzazione adiabatica, gli unici che siano stati impiegati su satellite e che sono maggiormente utilizzati per il raffreddamento di microcalorimetri. Un apporto eccessivo di calore riduce il tempo a disposizione per effettuare le misure e può impedire il raggiungimento della temperatura di base ottimale.

## **5.4 ANALISI DEL RUMORE DEI JFET**

### **5.4.1 Componenti di rumore di un JFET**

Il JFET costituisce l'elemento attivo del circuito di front-end. L'andamento caratteristico delle componenti di rumore di tensione ( $E_n$ ) e di corrente ( $I_n$ ) in un JFET al variare della frequenza è mostrato in Figura 5.4-1.



**Figura 5.4-1 - Andamento tipico delle curve di rumore di un JFET al variare della frequenza; a) rumore di tensione ( $E_n$ ), b) rumore di corrente ( $I_n$ ). Nelle curve sono individuabili 4 distinte regioni.**

Si possono individuare 4 regioni ad ognuna delle quali corrisponde una componente di rumore:

- 1) La prima regione, a basse frequenze, è dominata da un rumore in tensione  $1/f$ , ovvero inversamente proporzionale alla frequenza stessa. Tale rumore è causato dall'intrappolamento dei portatori di carica nei centri trappola presenti nella regione di svuotamento. Questi centri, denominati centri di generazione-ricombinazione Shockley-Read-Hall (SRH), sono dovuti a difetti nel reticolo cristallino del semiconduttore o a impurità. I centri SRH emettono periodicamente un elettrone o una lacuna, oscillando quindi tra una condizione di carica neutra ed una condizione di carica negativa o positiva. Questa carica fluttuante agisce in modo analogo ad un segnale in ingresso, modulando il canale del JFET. I centri SRH sono anche una delle cause della corrente di polarizzazione inversa del gate ( $I_{GSS}$ ). Per questo motivo dispositivi che presentano una  $I_{GSS}$  molto piccola hanno poco rumore  $1/f$ ; Tuttavia non si può affermare che una  $I_{GSS}$  elevata sia indice di un elevato rumore

- 1/f, perché la  $I_{GSS}$  può anche essere dovuta a correnti di superficie che non provocano modulazione del canale con conseguente rumore 1/f.
- 2) La regione a media frequenza è caratterizzata dal rumore Johnson (termico) della resistenza di canale. Questo rumore è presente all'uscita del JFET, ma può essere riportato sull'ingresso come un rumore  $E_n = \sqrt{4kTR_n}$ , dove  $R_n$  è una resistenza equivalente determinata sperimentalmente:  $R_n \sim \frac{2}{3g_m}$ , con  $g_m$  transconduttanza del JFET. Per minimizzare questa componente di rumore è essenziale che la transconduttanza sia elevata. Per un dato dispositivo ciò significa lavorare con la più elevata corrente di polarizzazione di drain ( $I_{DSS}$ ) possibile.
  - 3) A basse e medie frequenze, nella regione 3, un contributo importante è il rumore *shot* della corrente di polarizzazione inversa del gate  $I_{GSS}$ . Il rumore shot è bianco, ed è dovuto al fatto che in un semiconduttore la corrente non scorre in modo continuo, ma è piuttosto la somma di un elevato numero di impulsi di corrente causati dal fluire dei portatori di carica. Questo effetto "granulare" provoca le fluttuazioni che costituiscono il rumore shot. Nel caso in questione il rumore shot vale  $I_n = \sqrt{2qI_{GSS}}$ .
  - 4) Il rumore dominante alle alte frequenze, nella regione 4, è dovuto ancora una volta al rumore Johnson della resistenza di canale. Tale rumore viene infatti accoppiato capacitivamente all'ingresso dalla capacità gate-drain del dispositivo. La componente di rumore in questione è provocata dallo stesso meccanismo che causa il rumore discusso in 2). Pertanto le due componenti sono tra loro correlate ed è quindi presente un termine di rumore aggiuntivo che tiene conto di tale correlazione.

#### 5.4.2 Set-up per la misura di rumore dei JFET

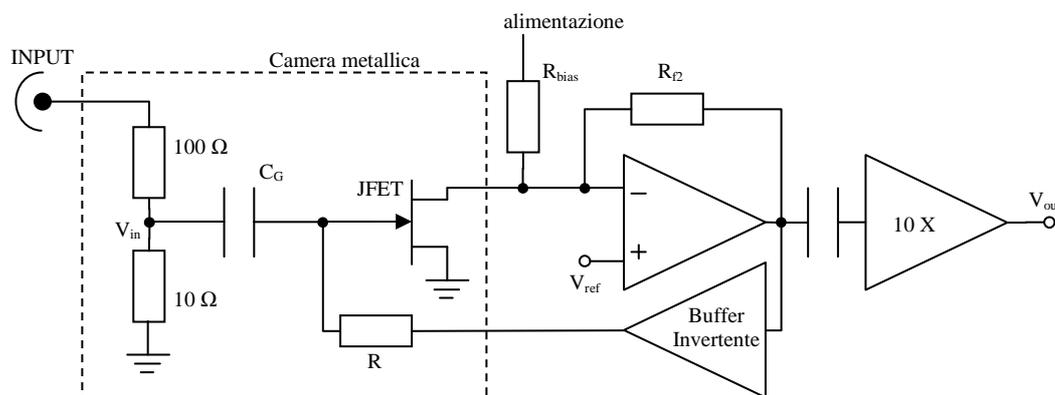
Nell'ambito delle attività di dottorato sono state effettuate misure di rumore di JFET a bassa e media frequenza, a temperature comprese tra 85 K e 300 K. Le misure sono state eseguite presso lo Harvard-Smithsonian Center for Astrophysics (Cambridge, MA, USA), sotto la supervisione del Dott. Eric Silver.

Il metodo impiegato per ottenere le misure di rumore è conosciuto come metodo del segnale sinusoidale. Si basa sul concetto che il parametro di maggiore interesse per un

amplificatore (tale viene considerato il circuito di read-out) è il rapporto segnale-rumore nel suo complesso, piuttosto che la componente di rumore in se; a parità di rumore in uscita, un amplificatore con guadagno maggiore avrà un migliore rapporto segnale-rumore, perché sarà in grado di amplificare maggiormente il segnale. Il metodo consiste dunque nel misurare il rumore all'uscita dello stadio di amplificazione e considerarlo come un rumore in ingresso dividendo la misura effettuata per il guadagno complessivo. Il guadagno viene misurato inserendo all'ingresso un segnale sinusoidale  $V_{in}$  e misurando il relativo segnale in uscita  $V_{out}$ . La procedura è la seguente:

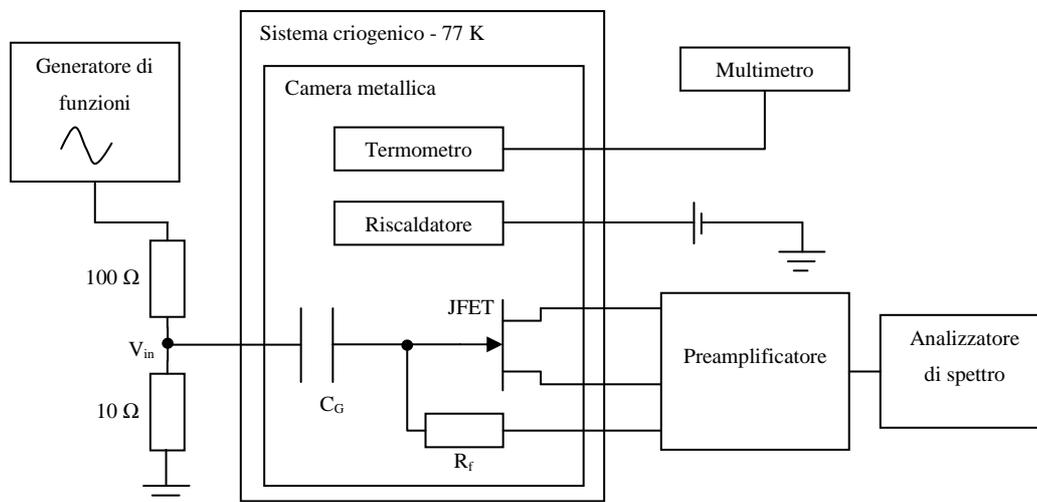
- 1) Misurare il guadagno  $K = \frac{V_{out}}{V_{in}}$ , utilizzando come ingresso un segnale sinusoidale con frequenza pari a quella per la quale si desidera misurare il rumore.
- 2) Misurare il rumore in uscita  $E_{no}$  (segnale in uscita in assenza di ingresso).
- 3) Calcolare il rumore in ingresso equivalente come  $E_n = \frac{E_{no}}{K}$ .

Il circuito utilizzato per effettuare le misure è mostrato in Figura 5.4-2. L'ingresso viene collegato esclusivamente per effettuare la misura del guadagno. Il partitore con le resistenze da  $10\ \Omega$  e  $100\ \Omega$  serve per attenuare il segnale in ingresso di un fattore  $\sim 10$ . Il condensatore  $C_G$  ( $2.2\ \mu F$ ) rende dinamicamente  $V_G = V_{in}$ , eliminando il contributo di rumore della resistenza di feedback  $R_f$ .  $R_{bias}$  è la resistenza di polarizzazione del JFET. Il sistema di amplificazione è composto da due stadi. Il primo è un amplificatore invertente a retroazione negativa, il cui guadagno è pari a  $g_m R_{f2}$ , dove  $g_m$  è la transconduttanza del JFET. Il secondo stadio fornisce un'amplificazione con un fattore 10.



**Figura 5.4-2 - Schema del circuito utilizzato per effettuare le misure di rumore sui JFET.**

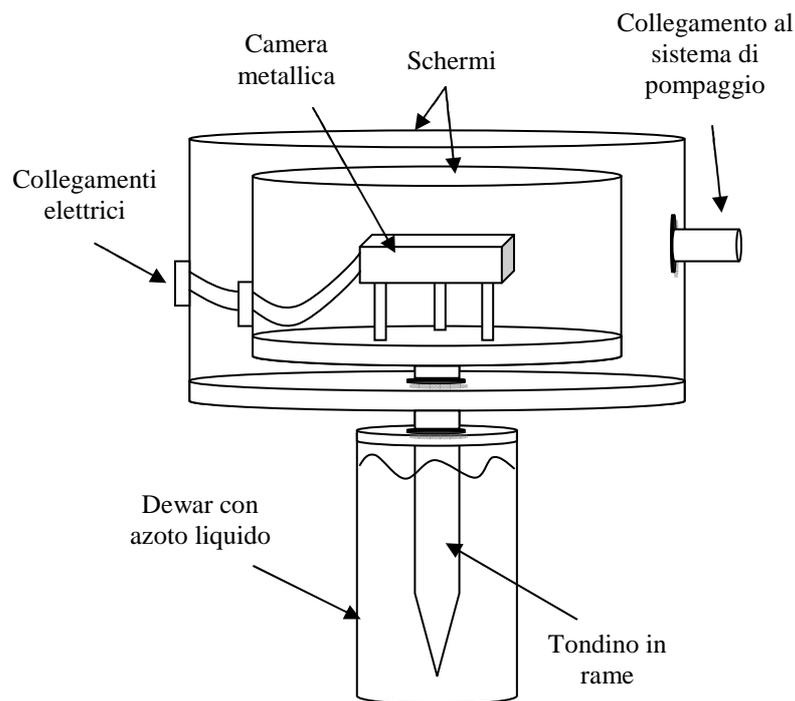
La Figura 5.4-3 mostra il set-up di misura. Per generare il segnale sinusoidale è stato utilizzato un generatore di funzioni. Nell'effettuare la misura del guadagno è necessario che il segnale non saturi l'amplificatore; è stato utilizzato un segnale in ingresso di  $10 \text{ mV}_{\text{RMS}}$ . La lettura del segnale del termometro è stata effettuata mediante un multimetro da banco. Il rumore in uscita su  $V_{out}$  è stato misurato con un analizzatore di spettro FFT, lo SR760 della Stanford Research System. Questo analizzatore di spettro calcola una FFT su un numero fisso di punti, 1024. Per aumentare la risoluzione in frequenza è possibile ridurre l'ampiezza dell'intervallo di frequenze (*span*) su cui si vuole eseguire la misura. La selezione dello *span* agisce su un filtro digitale in ingresso che limita la frequenza massima, effettuando un'operazione di eterodina qualora l'intervallo di frequenze d'interesse non parta da 0 Hz. Le misure sono state effettuate con uno *span* di 780 Hz, che fornisce uno spettro con una risoluzione di 1.95 Hz; per le misure su un intervallo di frequenza maggiore, questo è stato scomposto in più intervalli di ampiezza pari allo *span* ed è stata eseguita una misura per ciascuno di essi. Sono stati realizzati dei software specifici per automatizzare i processi di misura, sfruttando le interfacce GPIB degli strumenti.



**Figura 5.4-3 - Set-up per la misura del rumore dei JFET.**

Lo schema in Figura 5.4-4 presenta un dettaglio del sistema criogenico mostrato in Figura 5.4-3 ed utilizzato per effettuare le misure di rumore a basse temperature. È stato impiegato azoto liquido (77 K) per raffreddare la camera metallica contenente i dispositivi da testare. L'azoto viene versato all'interno del dewar coibentato, all'interno del quale è

immerso il tondino di rame. Il rame è a contatto termico con una piastra metallica, a sua volta a contatto termico con la camera attraverso tre piedini in vetroresina. La scelta della vetroresina trova la sua motivazione nella necessità di portare la camera a temperature più elevate rispetto a quella di base ottenibile dalla immersione in azoto; la camera è riscaldata per effetto Joule mediante un'opportuna resistenza posta al suo interno e i piedini in vetroresina disaccoppiano in parte la camera stessa dal tondino freddo. Due schermi, tra i quali veniva fatto il vuoto con un sistema di pompaggio ( $10^{-5}$  Torr), isolano la camera dall'ambiente. Tali schermi sono rivestiti in alluminio per minimizzare il trasporto di calore per irraggiamento. Tutti i fili elettrici di collegamento sono termicamente collegati alla piastra fredda per evitare che adducano calore all'interno della camera. Tutti i componenti elettrici del circuito sono fissati alla camera mediante una resina ad alta conduttività termica a temperature criogeniche (Stycast ES-2-20, Lake Shore Cryotronics inc.), eccetto i JFET che vengono ammorzati tramite un apposito blocchetto in rame per potere essere sostituiti.



**Figura 5.4-4 - Sistema criogenico per le misure di rumore fino a 85 K.**



Figura 5.4-5 – Fotografie del sistema criogenico.

### 5.4.3 Risultati delle misure di rumore

Il guadagno, per applicare il metodo dell'ingresso sinusoidale, deve essere calcolato per ogni frequenza per la quale si voglia misurare il rumore. E' stata effettuata una scansione delle frequenze variando il periodo del segnale sinusoidale in ingresso e monitorando la tensione in uscita. Non sono state riscontrate variazioni significative di guadagno nell'intervallo di frequenze entro cui si sono effettuate le misure di rumore (50 Hz – 2 kHz). Pertanto per ogni misura di rumore in funzione della frequenza è stato utilizzato il valore di guadagno misurato per una singola frequenza. La frequenza utilizzata per lo scopo è stata 871 Hz, poiché si trova approssimativamente a metà dell'intervallo di interesse e perché il sistema, a quella frequenza, ha fornito un livello accettabile di rumore dovuto ad interferenze esterne.

Durante l'esecuzione delle misure è stato riscontrato un elevato livello di rumore esterno. Gran parte di esso è stato escluso scollegando elettricamente il sistema di pompaggio dal set-up di misura, adoperando una guarnizione da vuoto isolante per collegare la tubazione. Altre sorgenti di rumore che è stato possibile rimuovere sono risultate essere i fili di collegamento dei termometri (scollegati temporaneamente durante le misure di rumore) e il generatore di funzione (scollegato dopo avere effettuato la misura del guadagno). Anche eliminando le suddette sorgenti, è rimasto un rumore residuo non trascurabile, di cui particolarmente evidenti le componenti di rete a 60 Hz e armoniche. Per eliminare tali interferenze sarebbe necessario implementare un idoneo sistema di schermatura e filtraggio dei segnali.

Sono state effettuate le tre seguenti tipologie di misure di rumore dei JFET:

- Rumore in funzione della temperatura.
- Rumore in funzione della corrente di drain.
- Rumore relativo a diversi JFET.

Un set di misure di rumore in funzione della frequenza a diverse temperature è riportato in Figura 5.4-6. Le curve di rumore rispecchiano l'andamento tipico illustrato in Figura 5.4-1. Come è lecito aspettarsi il rumore Johnson, alle medie frequenze, riflette maggiormente i cambiamenti di temperatura. Sono immediatamente visibili nelle curve i picchi dovuti al rumore esterno di rete (armoniche di 60 Hz).

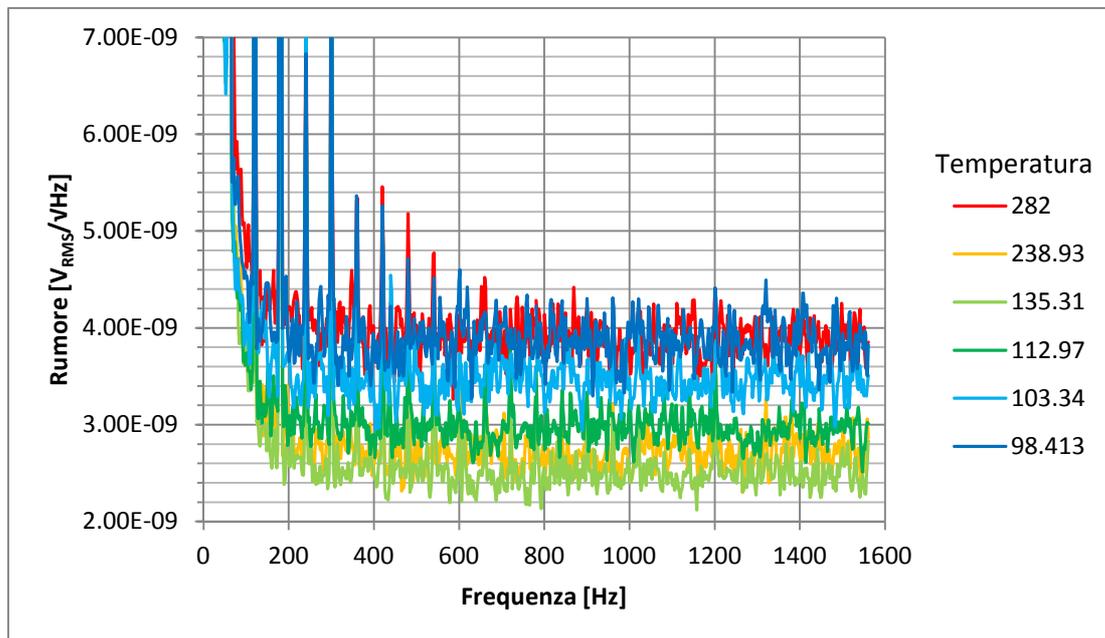
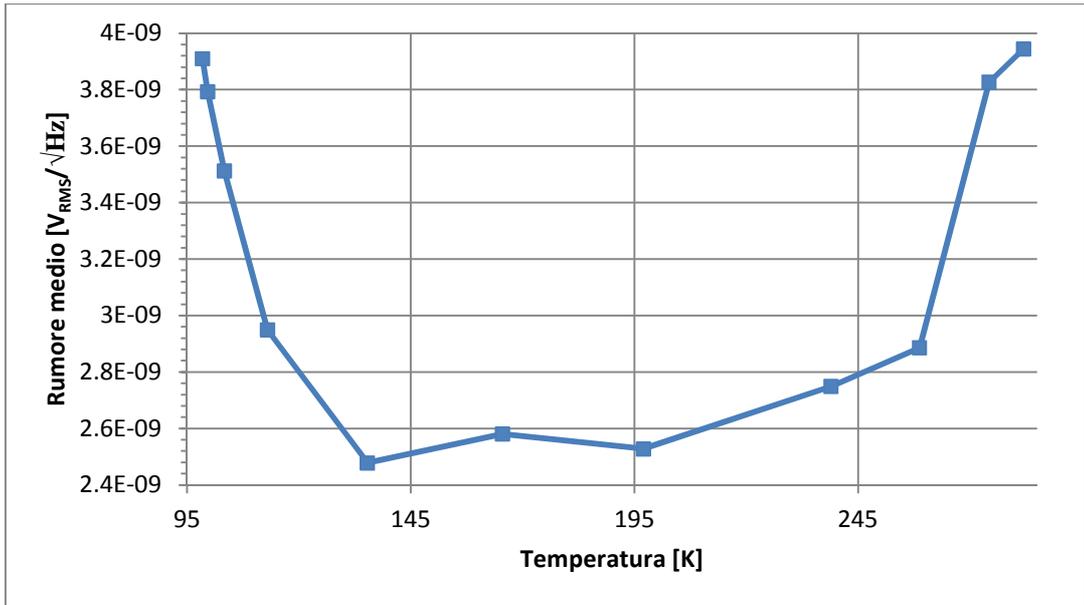


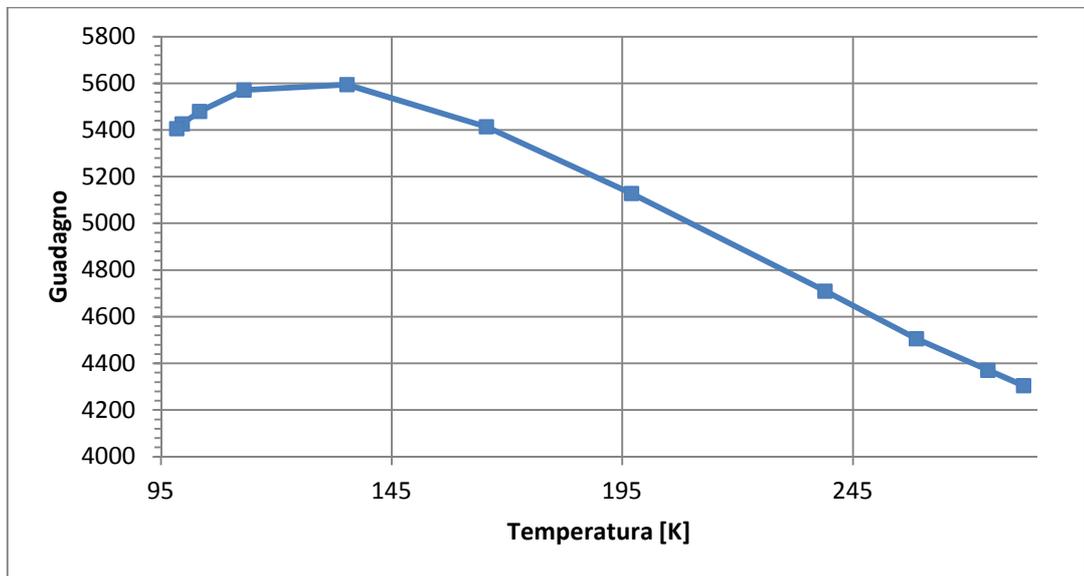
Figura 5.4-6 - Misure di rumore di JFET a diverse temperature.

La Figura 5.4-7 mostra l'andamento del rumore con la temperatura. La curva è stata ottenuta mediando il rumore tra 600 Hz e 800 Hz. E' evidente come sia presente una zona di minimo intorno a 135 K, con un incremento considerevole di rumore a temperature più basse o più alte. A temperature maggiori aumenta infatti il rumore Johnson della resistenza di canale. A temperature più basse si verificano fenomeni di congelamento dei portatori di carica che determinano tra l'altro una riduzione della transconduttanza  $g_m$ , con una conseguente riduzione del guadagno che si riflette in elevati livelli di rumore.



**Figura 5.4-7 - Rumore medio tra 600 Hz e 800 Hz in funzione della temperatura.**

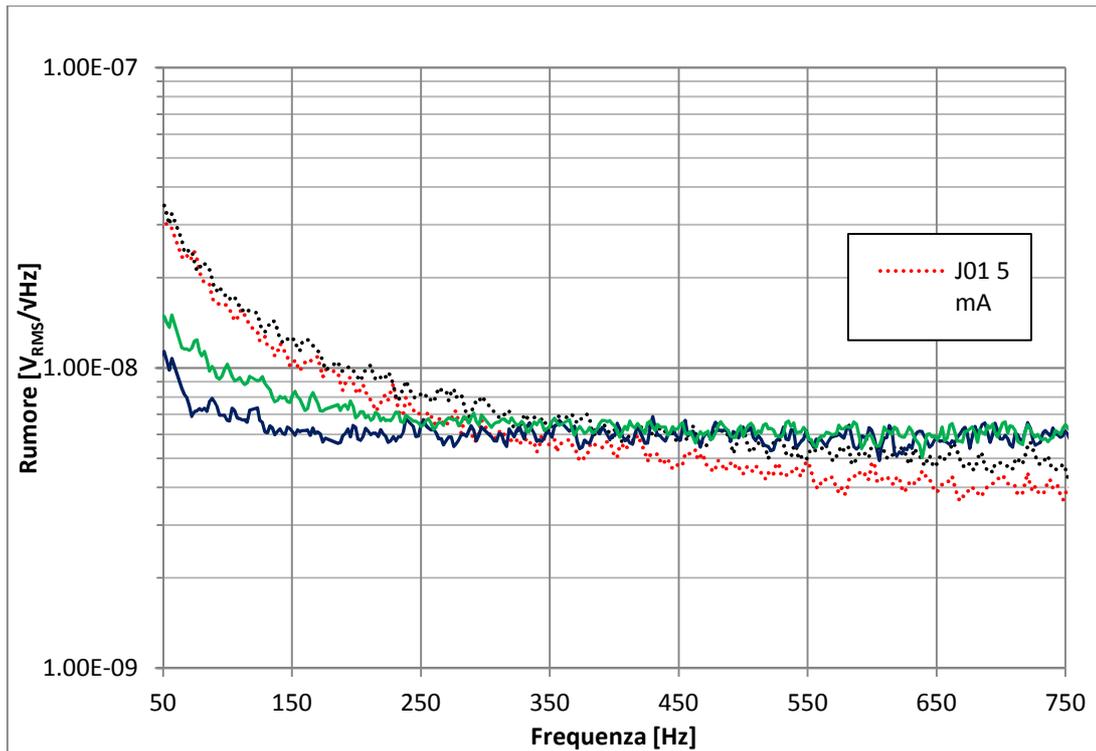
La variazione del guadagno  $K$  con la temperatura, dovuto alla variazione della  $g_m$  del JFET, è riportato in Figura 5.4-8. Da questa risulta evidente come la variazione del rumore in funzione della temperatura sia fortemente correlata al mutamento del guadagno.



**Figura 5.4-8 - Guadagno in funzione della temperatura.**

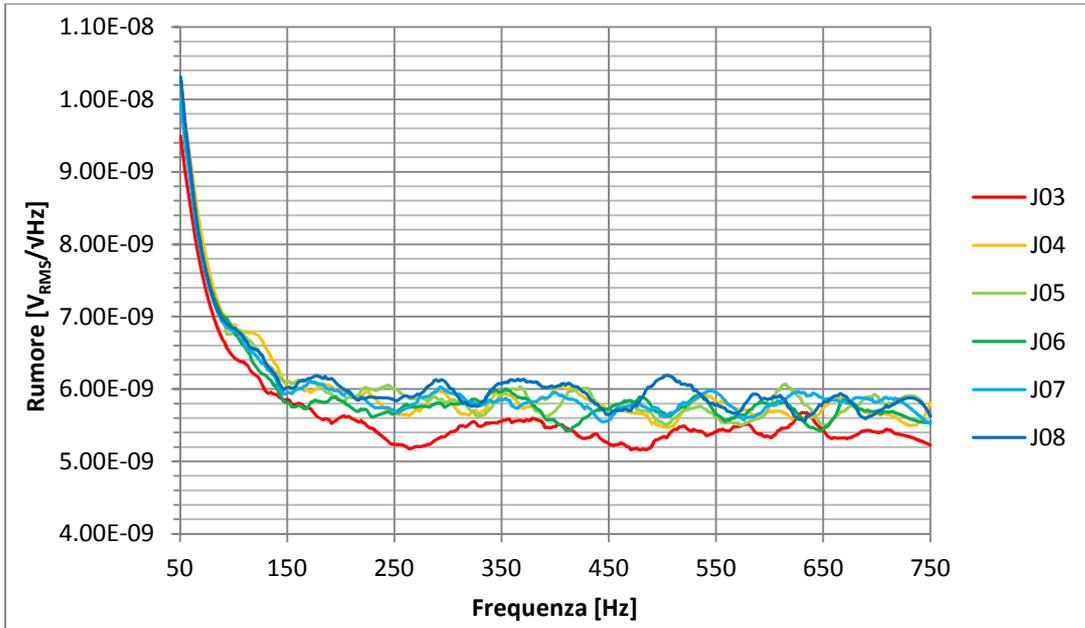
La Figura 5.4-9 riporta il confronto, a temperatura ambiente, tra il rumore presente per una corrente di polarizzazione di drain ( $I_D$ ) di 5 mA e di 1 mA. Sono mostrate le curve di rumore di due distinti JFET, che mostrano il medesimo comportamento al variare della  $I_D$ .

L'aumento della corrente di drain incrementa la transconduttanza del transistor, aumentando di conseguenza il guadagno dell'amplificatore e riducendo l'effetto del rumore Johnson riportato all'ingresso. Il guadagno misurato per  $I_D=5$  mA è pari circa al doppio di quello misurato per  $I_D=1$  mA. Il fenomeno produce una riduzione del rumore alle medie frequenze. La regione delle basse frequenze, dominata dal rumore  $1/f$ , presenta un aumento del rumore in corrispondenza ad una maggiore corrente di drain. L'aumento della corrente di drain implica un incremento della tensione tra drain e source, che produce una strozzatura del canale di conduzione del JFET, ovvero un allargamento della zona di svuotamento. Come discusso in precedenza, il rumore  $1/f$  dipende principalmente dall'intrappolamento dei portatori nella regione di svuotamento, perciò dall'allargamento di tale regione è lecito aspettarsi l'aumento di rumore a bassa frequenza misurato. La  $I_D$  ottimale è da scegliere in dipendenza del filtro che si intende utilizzare per l'acquisizione del segnale. Se gli impulsi sono sufficientemente veloci si possono rigettare le basse frequenze, eliminando il problema dell'aumento del rumore  $1/f$ . In questo caso è consigliabile un'elevata corrente di drain. Se gli impulsi sono lenti ed è necessario mantenere parte delle basse frequenze per non perdere informazioni sul segnale, è opportuno scegliere la maggiore  $I_D$  che apporta un rumore  $1/f$  accettabile alle frequenze di interesse.

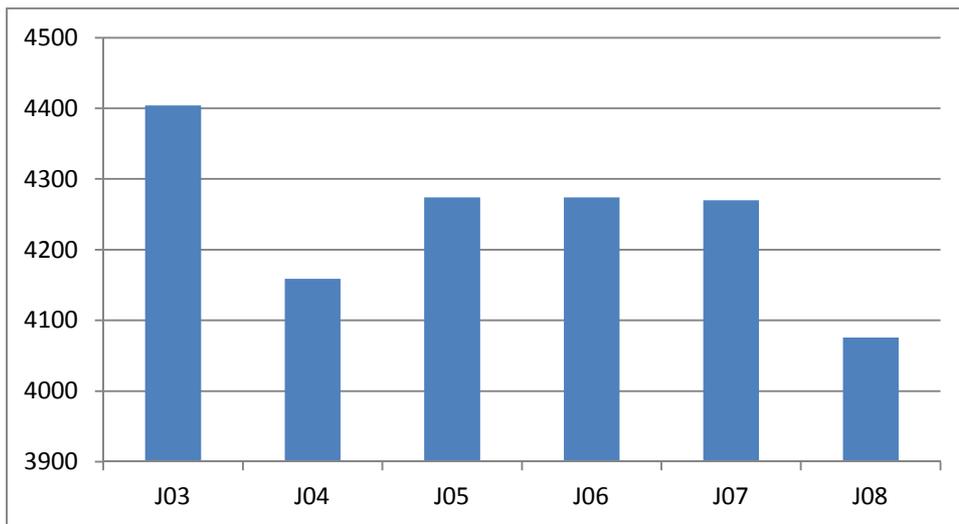


**Figura 5.4-9 - Rumore di due diversi JFET a temperatura ambiente con corrente di polarizzazione di drain di 1 mA e 5 mA.**

La Figura 5.4-10 raccoglie le curve di rumore di diversi JFET a temperatura ambiente. Dal confronto tra le curve e la Figura 5.4-11, che mostra il guadagno misurato per gli stessi JFET, si può osservare che il guadagno è il parametro che maggiormente determina la qualità del dispositivo in termini di rumore. Per i JFET su cui sono state eseguite le misure non si apprezza, tuttavia, una variazione molto significativa delle caratteristiche di rumore.



**Figura 5.4-10 - Confronto del rumore di diversi JFET a temperatura ambiente.**



**Figura 5.4-11 - Guadagno di diversi JFET misurato a temperatura ambiente.**

## 6 Ambito dello svolgimento delle attività di ricerca

Le attività di ricerca descritte sono state svolte presso il Dipartimento di Ingegneria Elettrica Elettronica e delle Telecomunicazione (DIEET) dell'Università di Palermo, presso l'Osservatorio Astronomico di Palermo G. S. Vaiana (OAPA) dell' Istituto Nazionale di Astrofisica e in parte presso l' Harvard-Smithsonian Center for Astrophysics (Cambridge, MA, USA).

### 6.1 DIEET

Il Dipartimento dispone di una decennale esperienza nel settore delle tecnologie microelettroniche. Possiede in particolare il *know-how* delle tecnologie planari del silicio e di tutti i relativi processi costruttivi. Le attrezzature dei laboratori che permettono di applicare tali processi sono molteplici; tra queste, le seguenti sono quelle di particolare interesse per i processi descritti in questa tesi:

- Sistema laser di scrittura diretta per micro-fotolitografia.
- Evaporatore.
- Spin-coater.
- Macchine per il taglio di precisione di wafer di semiconduttori.
- Clean-room ISO 6 (cl 1000).

Il sistema di scrittura diretta è uno strumento controllato da computer che consente di impressionare del fotoresist in modo selettivo e permette di realizzare in tempi brevi dei pattern per micro-fotolitografia senza la necessità di disporre di apposite maschere. Consente inoltre la stessa realizzazione di maschere in modo veloce ed economico.

## 6.2 INAF-OAPA

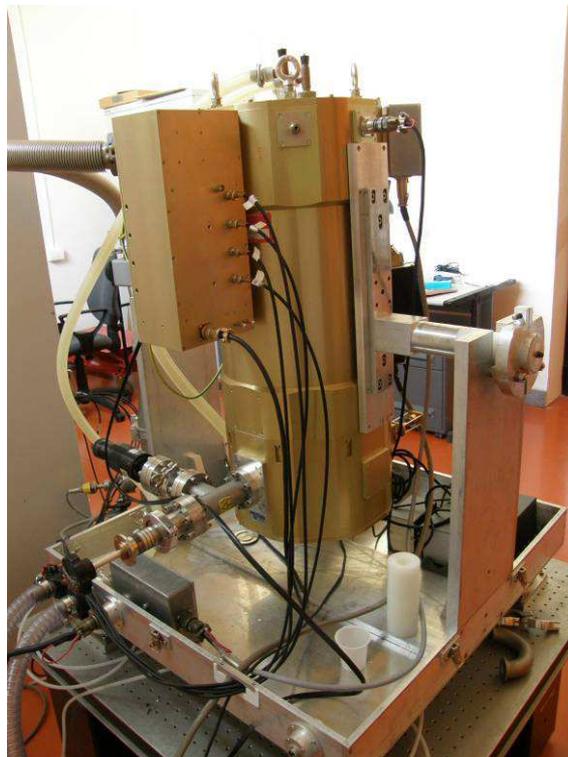
Un lavoro di ricerca pluriennale per lo sviluppo di microcalorimetri monopixel basati su sensore di NTD Ge, effettuato in stretta collaborazione con lo Smithsonian Astrophysical Observatory di Cambridge, ha fornito all' OAPA una grande esperienza nel campo. Il *know-how* acquisito comprende i fenomeni fisici alla base del funzionamento dei dispositivi, il funzionamento dell'elettronica di misura oltre che la conoscenza e la padronanza delle tecnologie da alto vuoto e delle tecnologie criogeniche. Per alcuni dei lavori svolti dal gruppo di ricerca si rimanda alla bibliografia ([18][24][51][52][53][54][55][56][57]). Il laboratorio XACT (X-Ray Astronomy Calibration and Testing facility) dell'Osservatorio è una struttura impiegata per lo sviluppo e la calibrazione di filtri, rivelatori ed ottiche ad incidenza radente per raggi X e possiede una specifica competenza per quanto riguarda la generazione e la rivelazione di raggi X. Esso dispone in particolare delle seguenti attrezzature:

- Camere per alto vuoto.
- Sorgenti, monocromatori e filtri per raggi X.
- Criostato a demagnetizzazione adiabatica [50].
- Elettronica di misura per microcalorimetri al germanio e relativo software di controllo.

Per ulteriori informazioni riguardo alle attrezzature presenti nel laboratorio XACT si rimanda alla bibliografia [58][59].



**Figura 6.2-1 - Beam-line per la collimazione di raggi X usata nel laboratorio XACT per la calibrazione di strumenti e ottiche.**



**Figura 6.2-2 - Criostato a demagnetizzazione adiabatica.**

### **6.3 HARVARD-SMITHSONIAN CENTER FOR ASTROPHYSICS (CFA)**

Sito a Cambridge (MA, USA), il CfA nasce dalla collaborazione tra l'Harvard College Observatory e lo Smithsonian Astrophysical Observatory. Il dipartimento HEA (High

Energy Astrophysics) svolge attività di ricerca ad ampio raggio nel campo dell'astronomia X e gamma. Le attività tecnologiche comprendono tra l'altro lo sviluppo di ottiche e sensori per raggi X. Il laboratorio presso cui sono state svolte le attività descritte nel presente lavoro è in particolare dedicato allo studio di microcalorimetri basati su germanio, allo sviluppo di elettronica di lettura e alle applicazioni di tali rivelatori. Il laboratorio dispone tra le diverse attrezzature di due criostati ADR, uno dei quali in fase conclusiva di realizzazione, e di un sistema EBIT (Electron-beam-ion-trap) per la generazione di plasmi. E' inoltre disponibile un microscopio a scansione elettronica che, abbinato ad un microcalorimetro, consente di effettuare microanalisi a raggi X ad elevatissima risoluzione spettrale.

## 7 Conclusioni

Le attività di ricerca effettuate hanno consentito di sviluppare i processi chiave per la realizzazione di matrici di microcalorimetri per raggi X con sensore di germanio drogato. In particolare, sono state messe a punto le tecnologie per realizzare sensori a geometria piramidale in germanio, per depositare il metallo superconduttore che funge da assorbitore, per depositare contatti elettrici sulle facce inclinate dei sensori e per effettuare la brasatura ad indio tra la matrice di sensori e le piste elettriche di connessione verso il circuito di alimentazione e lettura dei segnali.

Per realizzare la matrice di sensori sarà necessario includere nel processo la separazione degli assorbitori e la fabbricazione di membrane sospese su cui fissare i sensori. Una procedura per accrescere gli assorbitori già separati tra loro è già in corso di perfezionamento; in alternativa potrebbe essere applicata una tecnica di taglio laser già sperimentata per altri rivelatori. La fabbricazione di membrane sospese è una tecnologia ampiamente utilizzata che dovrà essere acquisita. Inoltre, il processo di brasatura ad indio dovrà essere perfezionato per risolvere le difficoltà riscontrate nell'ottenere un sufficiente livello di parallelismo tra la matrice di sensori ed il substrato su cui questa deve essere brasata.

Differenti campioni di germanio sono stati drogati mediante irraggiamento neutronico, in modo da ottenere un ampio intervallo di drogaggio per i diversi campioni. Una sessione di misura criogenica (attorno ai 60 mK) consentirà di misurare la resistività in funzione della temperatura, per i vari campioni, in modo tale da selezionare il drogaggio più adatto alla realizzazione dei sensori.

E' stato effettuato uno studio sul rumore dei JFET che vengono impiegati nel circuito di front-end dell'elettronica di misura dei microcalorimetri, che ha consentito di valutare le prestazioni dei JFET a differenti temperature e ha messo in evidenza la transconduttanza come parametro fondamentale che può essere impiegato per la scelta dei dispositivi da

utilizzare. Sono stati studiati anche, tramite simulazioni, dei metodi per accelerare il processo di ripristino delle condizioni di base del sensore dopo la rivelazione di un fotone, per aumentare la frequenza di fotoni che possono essere rivelati senza compromettere la qualità della misura. Questi metodi si basano su un'alterazione della polarizzazione dei sensori per un determinato tempo. Una delle due tecniche esaminate, in particolare, si è dimostrata promettente e sarà studiata sperimentalmente. E' inoltre in programma lo studio di un sistema di controllo continuo della polarizzazione con lo scopo di minimizzare il tempo di ripristino delle condizioni di riposo dei sensori.

La linea di ricerca per lo sviluppo dei rivelatori in questione è stata ben avviata e sono già in atto diverse collaborazioni internazionali incentrate sullo sviluppo, ottimizzazione ed utilizzo futuro delle matrici di rivelatori. In particolare, si ricordano la citata collaborazione con l'Harvard-Smithsonian Center for Astrophysics negli Stati Uniti e la partecipazione al progetto Europeo "Cryogenic Electronics for Space Application and Research" (CESAR), facente parte del programma quadro europeo FP7 (misura Cooperation-SPACE). CESAR è un programma di sviluppo di elettronica criogenica per applicazioni ad ampio spettro, nell'ambito del quale è previsto il test di una nuova elettronica con multiplexing, operante a temperature inferiori a 4 K, per la lettura dei rivelatori in fase di sviluppo.

## Appendice - Le tecnologie impiegate

### FOTOLITOGRAFIA

Ogni qual volta sia necessario eseguire un attacco su un'area specifica di un substrato, o si voglia accrescere un film con una ben determinata geometria, è necessario disporre di una protezione che ripari certe zone dall'attacco, o dalla deposizione di materiale, e lasci scoperto il resto. Utilizzando il processo fotolitografico, la suddetta protezione è costituita da un materiale fotosensibile, il fotoresist (o semplicemente "resist"), che viene depositato sotto forma di pellicola sul substrato. Il fotoresist ha la caratteristica di essere sensibile alla luce, nel senso che la sua composizione chimica viene alterata dall'esposizione alla luce blu o all'UV (tipicamente da lunghezze d'onda comprese tra 460 nm e 300 nm); in una successiva fase di sviluppo le parti esposte possono essere rimosse chimicamente in modo selettivo (per resist positivo; per resist negativo vengono rimosse le parti non esposte). La fotolitografia consiste nel trasferire delle geometrie sul resist, sensibilizzandolo mediante illuminazione. Per illuminare selettivamente delle zone di resist si deve disporre di una maschera che lasci passare o meno la luce secondo le geometrie desiderate; le maschere adoperate sono in genere di vetro con uno strato che assorbe o riflette la luce, tipicamente ossido di ferro o oro-cromo. Posta la maschera a contatto, è sufficiente esporre a radiazione UV per impressionare il resist e trasferirvi quindi le geometrie presenti nella maschera. Lo sviluppo viene quindi eseguito adoperando sostanze specifiche (*developer*) per il resist utilizzato.

Le risoluzioni possibili sono molto elevate (linee con spessori  $< 1 \mu\text{m}$ ) ma, a causa della non uniformità del contatto, la risoluzione può variare notevolmente da punto a punto. Per ottenere risoluzioni elevate è necessario che la luce incida perpendicolarmente sulla maschera ed il resist; infatti se il fascio non è ben collimato, raggi non ortogonali possono impressionare porzioni di resist che si trovano sotto i bordi delle aperture della maschera. Il contatto tra maschera ed il substrato coperto di resist deve essere ottimo; per questo la

maschera viene fatta aderire al substrato con una certa pressione, compresa tra 0.05 e 0.3 atm. Questo, tuttavia, può portare al danneggiamento sia della maschera che del substrato e rende la maschera inutilizzabile dopo un certo numero di esposizioni.

Un metodo alternativo all'utilizzo di maschere consiste nella scrittura diretta su resist mediante fascio laser o elettronico. L'esposizione del resist avviene in questo caso "disegnando" direttamente su di esso con un fascio focalizzato di luce laser o di elettroni. Essendo un processo di natura seriale la velocità è limitata. Questa tecnica viene sovente adoperata per la realizzazione delle maschere fotolitografiche.

I due metodi che fanno uso della litografia, impiegati per ottenere depositi con la geometria desiderata su di un substrato, sono l'attacco e il *lift-off*.

**Attacco:** questo metodo prevede la deposizione del materiale sul substrato, seguita dalla deposizione del resist. Questo deve essere rimosso nelle zone in cui si desidera che il film sottostante venga attaccato. Successivamente si procede con un attacco chimico, tale da non aggredire il resist, per rimuovere dalle zone non protette il materiale depositato. Il resist può quindi essere rimosso con apposito *remover* o mediante un solvente organico. Molti tipi di attacchi chimici hanno una capacità di attacco, seppur limitata, nei confronti del resist. Pertanto lo spessore di quest'ultimo deve essere tale da non permettere che durante l'attacco esso possa essere rimosso totalmente.

**Lift-off:** la procedura richiede la preventiva deposizione del resist, che viene rimosso nelle zone in cui il deposito si deve formare. In seguito, durante la deposizione, si forma un film che aderirà al substrato laddove il resist è stato rimosso e si adagerà sul resist altrove. Procedendo quindi alla rimozione del resist (con *remover* o acetone) si asporta tutto il materiale depositato su di esso. La consistenza del film depositato determina la possibilità di utilizzare o meno questo metodo, in quanto è possibile, specie per spessori considerevoli, che la rimozione del resist sottostante non porti alla disgregazione del film depositato su di esso.

## **SPIN-COATING**

Lo spin-coating è un processo utilizzato per depositare un film sottile ed uniforme di resist o altro materiale su un substrato solido piano. Esso consiste nella deposizione del materiale con cui si desidera effettuare il *coating* (rivestimento), in soluzione liquida, sul substrato ed in una successiva rotazione rapida di quest'ultimo. A causa del bilanciamento tra la forza centrifuga esercitata dalla rotazione e le forze legate alla viscosità della soluzione, il materiale si distribuisce uniformemente sul substrato, con uno spessore dipendente dalla velocità di rotazione. Il materiale in eccesso viene rapidamente espulso. Al termine della procedura, tipicamente di durata pari a  $30 \div 60$  s, il solvente della soluzione è in buona parte evaporato, lasciando quindi un film con una certa consistenza. Un successivo essiccamento in forno rende il film stabile e resistente. Gli spessori che si possono ottenere vanno dalle centinaia di nanometri alle decine di micron. Lo spin-coating è il processo più semplice ed economico usato in microelettronica per ottenere film uniformi. Esso è caratterizzato da una buona ripetibilità, tempi brevi di processo ed una buona qualità dei film ottenuti.

## **EVAPORAZIONE**

L'evaporazione è una tecnica per la deposizione di film sottili. Il materiale da depositare - target - viene portato allo stato gassoso mediante riscaldamento in una campana sotto vuoto ( $10^{-6}$ - $10^{-7}$  mbar) che contiene altresì i substrati su cui si desidera venga depositato il film. Il gas così ottenuto condensa sui substrati che si trovano a temperatura inferiore. A seguito della condensazione gli atomi adsorbiti nel substrato diffondono sulla superficie e si aggregano (nucleazione); quando gli aggregati raggiungono certe dimensioni critiche ha inizio la crescita del film. L'energia necessaria alla vaporizzazione può essere apportata mediante metodi resistivi o induttivi, oppure tramite fascio laser o elettronico. Il metodo resistivo permette di evaporare soltanto quantità limitate di metallo, ma è pulito. Il bombardamento elettronico, invece, può causare danni da radiazioni. L'induzione dà un compromesso tra quantità di materiale evaporabile e pulizia da radiazioni. Il vuoto nella campana fa sì che il cammino libero medio delle particelle evaporate sia molto grande, così che esse non subiscano collisioni nel tragitto dal target al substrato. Di conseguenza la loro

traiettoria è balistica e la deposizione avviene in linea di tiro. Se è presente un ostacolo davanti al substrato non vi sarà deposizione nella zona corrispondente (effetto ombra).

La pulizia del substrato, della camera e la purezza dei materiali adoperati è essenziale, in quanto la qualità del film ottenuto dipende fortemente dalla quantità di impurità presenti nel sistema. Inoltre, particelle presenti sul substrato possono condurre ad una scarsa aderenza o a fratture del film dovute a stress meccanico. Lo stress meccanico del film depositato è dato dalla somma dello stress termico e di quello intrinseco; il primo è dovuto alla differenza tra il coefficiente di espansione del film e quello del substrato, mentre il secondo è legato alla presenza di impurità e difetti, alla crescita di grani ed alla composizione del film. Lo stress può essere ridotto se la temperatura di deposizione è maggiore di  $T_m/3$  ( $T_m$  temperatura di fusione), in modo tale che la mobilità atomica sia maggiore e gli atomi si possano distribuire in una configurazione a basso stress.

E' possibile misurare lo spessore del film accresciuto utilizzando svariate tecniche, tra cui la micro-bilancia al quarzo e la riflettometria laser.

### **ACCRESIMENTO GALVANICO**

L'elettrodeposizione, o accrescimento galvanico, di metalli e leghe consiste nell'elettrolisi di una soluzione acquosa i cui componenti principali sono i sali del metallo da depositare. Gli spessori del deposito accresciuto possono variare da frazioni di micron a centinaia di micron. Il processo di accrescimento avviene all'interno di una cella elettrolitica, in cui vengono immersi in una soluzione opportuna due elettrodi ai quali viene applicata una differenza di potenziale. Le soluzioni acquose di acidi, basi e di gran parte dei sali conducono la corrente elettrica. Questa conduce alla dissociazione elettrolitica della soluzione: scomposizione delle sostanze in specie elettricamente cariche. A causa della differenza di potenziale tra i due elettrodi vi sarà una migrazione delle suddette specie verso i due elettrodi – cariche positive verso il polo negativo e cariche negative verso il polo positivo. A contatto con gli elettrodi avvengono reazioni di ossido-riduzione tra gli ioni in soluzione e il materiale di cui sono costituiti gli elettrodi.

L'anodo, elettrodo positivo, può essere sacrificale o inerte. Nel primo caso esso deve essere composto del materiale che si intende depositare: viene corrosato dalle reazioni di ossidazione e libera in soluzione cationi metallici che formeranno il deposito. Nel secondo caso i cationi metallici si formano esclusivamente dalla dissociazione dei sali disciolti nella soluzione e l'elettrodo, inerte, non prende chimicamente parte al processo.

Il substrato su cui deve essere effettuata l'elettrodeposizione, che deve essere conduttore, viene collegato elettricamente al catodo (elettrodo negativo) e immerso all'interno della cella. I cationi metallici liberi in soluzione migrano verso il catodo ed il substrato e lì si depositano, con una reazione di riduzione, come metallo privo di carica. Questo processo avviene in competizione con la riduzione degli ioni  $H^+$  che si formano dall'elettrolisi dell'acqua e da cui si ottiene lo sviluppo di idrogeno gassoso. Qualora il substrato non sia conduttore è necessario rivestirlo con un film metallico, il *seed*, ovvero il "seme" per permettere il fluire della corrente e dunque la deposizione.

La densità di corrente è un parametro fondamentale. Essa influenza fortemente la velocità di accrescimento, l'aderenza del deposito e la sua qualità. Maggiore è la densità di corrente maggiore è la velocità di accrescimento, con limiti legati alla adesività ed alla qualità dello strato depositato. La corrente utilizzata è tipicamente continua, sebbene sia possibile alternare periodi di accensione e spegnimento per potere utilizzare correnti maggiori mantenendo una buona qualità. E' molto importante, per ottenere un deposito uniforme, che la densità di corrente sia uguale in ogni punto del substrato. In presenza di parti appuntite o spigoli la densità di corrente è maggiore, mentre nel caso di rientranze o cavità è minore. Ci si riferisce al *potere penetrante* di uno specifico bagno galvanico per indicare la sua capacità di formare un deposito uniformemente distribuito anche su superfici di forma irregolare. Per ridurre la disuniformità legata alla presenza di sporgenze e rientranze è possibile invertire alternativamente la polarizzazione della corrente, in modo che il deposito in eccesso sulle sporgenze si dissolva per ossidazione e rientri in soluzione.

La pulizia del substrato prima del processo è essenziale per ottenere un buon deposito, in quanto strati molecolari di olii possono impedire la deposizione. Tipicamente la pulizia viene effettuata chimicamente mediante solventi o acidi. La presenza delle bollicine di idrogeno gassoso sulla superficie del substrato possono dar luogo ad un deposito con una finitura a macchie, effetto denominato *puntinatura*. Per evitare ciò è possibile aggiungere

alla soluzione appositi additivi antipuntinanti che migliorano la bagnabilità del substrato ed allontanano le bollicine.

## **LAPPATURA E LUCIDATURA**

La lappatura è un processo meccanico di abrasione volto ad assottigliare e a rendere planare un campione. I dislivelli in una superficie lavorata correttamente non superano il micrometro. Il processo di lappatura permette di ottenere un ottimo parallelismo tra la superficie superiore ed inferiore del campione. La macchina opera facendo ruotare il campione su un piatto di riferimento a sua volta rotante, somministrando in modo continuativo un liquido con polvere abrasiva in dispersione. La doppia modalità di rotazione rende l'abrasione uniforme, senza che vi sia una direzione preferenziale che condurrebbe alla presenza di solchi. Il campione viene pressato sul piatto con una forza calibrata. In funzione dell'abrasivo utilizzato e del tipo di piatto, la macchina può operare una lucidatura del campione, volta a minimizzarne la rugosità superficiale sino a renderlo otticamente liscio.

## Bibliografia

- [1] M. Hodson, "Microanalysis," [Online]. Available: [www.hodsons.org/MartinHodson/microanalysis.htm](http://www.hodsons.org/MartinHodson/microanalysis.htm).
- [2] K. Geraki, M. J. Farquharson, D. A. Bradley, O. Gundogdu and G. Falkenberg, "The localisation of biologically important metals in soft and calcified tissues using a synchrotron X-ray fluorescence technique," *X-Ray Spectrometry*, vol. 37, pp. 12-20, 2007.
- [3] M. Farquharson, K. Geraki, G. Falkenberg, R. Leek and A. Harris, "The localization and micro-mapping of copper and other trace elements in breast tumours using a synchrotron micro-XRF system," *Applied Radiation and Isotopes*, vol. 65, no. 2, pp. 183-188, 2007.
- [4] R. Cantor, "Microcalorimeter Detectors for Next-Generation X-ray Spectrometers," *Microsc. Microanal.*, vol. 11 (suppl. 2), pp. 452-453, 2005.
- [5] S.-W. Kwak, G. Cho and J. S. Kim, "Optimization of high energy X-ray detector based on SNR in cargo container inspection system," *Nuclear Science Symposium Conference*, vol. 2, pp. 879-883, 2004.
- [6] F. J. Walter, "The Impact of Semiconductor Detectors on X-Ray Spectroscopy," *IEEE Transactions on Nuclear Science*, vol. 17, pp. 196-214, 1970.
- [7] R. Deych and E. Dolazza, "Advanced X-ray Detectors for Volumetric CT," *IEEE Sensors Applications Symposium*, pp. 1-6, 2007.

- [8] L. M. Goncalves, J. G. Rocha and S. Lanceros-Mendez, "Flexible X-Ray Detector Based on the Seebeck Effect," *IEEE International Symposium on Industrial Electronics*, pp. 1525-1529, 2007.
- [9] J.-K. Park, S.-S. Kang, B.-Y. Cha, J.-Y. Kima, S.-Y. Kim, Heung-Kook, Choi and S.-H. Nam, "High resolution flat-panel X-ray detector for digital radiography," *IEEE Enterprise networking and Computing in Healthcare Industry, Proceedings of 7th International Workshop*, pp. 359-363, 2005.
- [10] B. Mohanty, P. Balouria, M. Garg, T. Nandi, V. Mittal e I. Govil, «Comparison of experimental and theoretical efficiency of HPGe X-ray detector,» *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 584, pp. 186-190, 2008.
- [11] M. Ohno, H. Takahashi, R. M. T. Damayanthi, Y. Minamikawa and F. Mori, "X-ray Microcalorimeter Based on Superconducting Transition Edge Sensors," *Japan Society for Analytical Chemistry*, vol. 24, pp. 11-14, 2008.
- [12] R. Wiegerink, J. v. Baar, J. d. Boer, M. Ridder, M. Bruijn, A. Germeau and H. Hoever, "Cryogenic imaging x-ray spectrometer," *18th IEEE International Conference on Micro Electro Mechanical Systems*, pp. 56-59, 2005.
- [13] U. Morita, Y. Yamakawa, T. Fujimori, Y. Ishisaki, T. Ohashi, Y. Takei, K. Yoshida, T. Yoshino, K. Mitsuda, N. Yamasaki, R. Fujimoto, H. Sato, Y. Minoura, N. Takahashi, T. Homma, S. Shoji, Y. Kuroda and M. Onishi, "Evaluation of 256-pixel TES microcalorimeter arrays with electrodeposited Bi absorbers," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 559, pp. 539-541, 2006.
- [14] M. P. Bruijn, M. L. Ridder, E. Krouwer, H. F. Hoever, P. A. d. Korte and J. v. d. Kuur, "Progress in fabrication of microcalorimeter arrays - X-ray absorbers and high-density stripline wiring," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 559, pp. 444-446, 2006.
- [15] L. Piro, L. Colasanti, G. Gandolfi, L. Pacciani, A. D. Rosa, D. Hampai, E. Costa, M. Feroci, P. Soffitta, F. Gatti, D. Pergolesi, R. Vaccarone, M. Orio, A. Ferrari, E.

- Trussoni, D. McCammon, W. Sanders, F. Porter, R. Kelley, C. Stahle and e. Al., "X-ray survey with microcalorimeters - from GRB in the far universe to diffuse emission in our galaxy," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 520, pp. 376-378, 2004.
- [16] C. Stahle, C. Allen, K. Boyce, R. Brekosky, G. Brown, J. Cottam, E. Figueroa-Feliciano, M. Galeazzi, J. Gygax, M. Jacobson, R. Kelley, D. Liu, D. McCammon, R. McClanahan, S. Moseley, F. Porter and e. Al., "The next-generation microcalorimeter array of XRS on Astro-E2," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 520, pp. 466-468, 2004.
- [17] J. N. Ullom, J. A. Beall, W. B. Doriese, W. D. Duncan, L. Ferreira, G. C. Hilton, K. D. Irwin, C. D. Reintsema and L. R. Vale, "Optimized transition-edge x-ray microcalorimeter with 2.4 eV energy resolution at 5.9 keV," *Applied Physics Letters*, vol. 87, no. 19, 2005.
- [18] E. Silver, G. Austin, J. Beeman, F. Goulding, E. E. Haller, D. Landis and N. Madden, "An NTD germanium-based microcalorimeter with 3.1 eV energy resolution at 6keV," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 545, pp. 683-689, 2005.
- [19] D. A. Wollman, S. W. Nam, D. E. Newbury, G. C. Hilton, K. D. Irwin, N. F. Bergren, S. Deiker, D. A. Rudman and J. M. Martinis, "Superconducting transition-edge-microcalorimeter x-ray spectrometer with 2 eV energy resolution at 1.5 keV," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 444, pp. 145-150, 2000.
- [20] H. Kudo, H. Sato, T. Nakamura, T. Arakawa, E. Goto, S. Shoji, T. Homma, T. Osaka, K. Mitsuda, R. Fujimoto, N. Iyomoto, M. D. Audley, T. Miyazaki, T. Oshima, M. Yamazaki, K. Futamoto, Y. Takei, Y. Ishisaki, T. Kagei, T. Hiroike and e. Al., "Fabrication of an X-ray microcalorimeter with an electrodeposited X-ray microabsorber," *AIP Conference Proceedings*, vol. 605, pp. 235-238, 2002.
- [21] R. Cantor and J. Hall, "Surface micromachined transition edge sensor

- microcalorimeters on polyimide membranes," *IEEE Transactions on Applied Superconductivity*, vol. 15, no. 2, pp. 560-563, 2005.
- [22] K. M. Itoh, E. E. Haller, W. L. Hansen, J. W. Beeman, J. W. Farmer, A. Rudnev, A. Tikhomirov and V. I. Ozhogin, "Neutron transmutation doping of isotopically engineered Ge," *Applied Physics Letters*, AIP, vol. 64, pp. 2121-2123, 1994.
- [23] J. Zhang, W. Cui, M. Juda, D. McCammon, R. L. Kelley, S. H. Moseley, C. K. Stahle and A. E. Szymkowiak, "Non-Ohmic effects in hopping conduction in doped silicon and germanium between 0.05 and 1 K," *Phys. Rev. B*, vol. 57, pp. 4472-4481, 1998.
- [24] E. Silver, S. Bandler, H. Schnopper, S. Murray, M. Barbera, N. Madden, D. Landis, J. Beeman and E. Haller, "NTD germanium-based microcalorimeters for hard x-ray spectroscopy," *Proc. SPIE*, vol. 397, p. 4140, 2000.
- [25] D. McCammon, "Physics of low-temperature microcalorimeters," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 520, pp. 11-15, 2004.
- [26] B. I. Shklovskii and A. L. Efros, *Electronic Properties of Doped Semiconductors*, Springer-Verlag, 1984.
- [27] N. Wang, F. C. Wellstood, B. Sadoulet, E. E. Haller and J. Beeman, "Electrical and thermal properties of neutron-transmutation-doped Ge at 20 mK," *Physical Review, B: Condensed Matter*, vol. 41, pp. 3761-3768, 1990.
- [28] W. B. Tiest, M. Bruijn, H. Hoever, P. de Korte, J. van der Kuur and W. Mels, "Understanding TES microcalorimeter," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research A*, vol. 520, pp. 329-332, 2004.
- [29] G. Gallinaro, F. Gatti and S. Vitale, "Single-Particle Thermal Detection in superconducting Rhenium," *Europhys. Lett.*, vol. 14, pp. 225-230, 1991.
- [30] S. I. Han, R. Almy, E. Apodaca, W. M. B. Tiest, S. W. Deiker, A. Lesser, D. McCammon, K. Rawlins, R. L. Kelley, S. H. Moseley, F. S. Porter, C. K. Stahle and

- A. E. Szymkowiak, "Intrinsic 1/f noise in doped silicon thermistors for cryogenic calorimeters," *Proceedings of SPIE*, vol. 3445, pp. 640-644, 1998.
- [31] R. F. Barron, *Cryogenic Heat Transfer*, Taylor & Francis, 1999.
- [32] E. T. Swartz and R. O. Pohl, "Thermal boundary resistance," *Reviews of Modern Physics*, vol. 61, pp. 605-668, 1989.
- [33] U. Lo Cicero, C. Arnone, M. Barbera, A. Collura, G. Lullo and S. Varisco, "Planar array technology for the fabrication of germanium X-ray microcalorimeters," *IEEE Nuclear Science Symposium Conference Record*, pp. 1789-1792, 2008.
- [34] A. Aliane, P. Agnese, C. Pigot, J.-L. Sauvageot, F. de Moro, H. Ribot, A. Gasse, V. Szefflinski and Y. Gobil, "Design and fabrication process of silicon micro-calorimeters on simple SOI technology for X-ray spectral imaging," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, vol. 594, pp. 210-214, 2008.
- [35] E. E. Haller, K. M. Itoh and J. W. Beeman, "Neutron Transmutation Depot (NTD) Germanium Thermistors for Submillimetre Bolometer Applications," *Submillimetre and Far-Infrared Space Instrumentation*, vol. 388, p. 115, 1996.
- [36] H. Fritzsche and M. Cuevas, "Impurity Conduction in Transmutation-Doped p-Type Germanium," *Phys. Rev., American Physical Society*, vol. 119, pp. 1238-1245, 1960.
- [37] J. R. De Laeter, J. K. Böhlke, P. De Bièvre, H. Hidaka, H. S. Peiser, K. J. R. Rosman and P. D. P. Taylor, "Atomic weights of the elements - Review 2000 (IUPAC Technical Report)," *Pure and Applied Chemistry*, vol. 75, pp. 683-800, 2003.
- [38] NIST, "Resistivity and Hall Measurements," [Online]. Available: [http://www.nist.gov/pml/div683/hall\\_resistivity.cfm](http://www.nist.gov/pml/div683/hall_resistivity.cfm).
- [39] U. Lo Cicero, C. Arnone, M. Barbera, A. Collura, G. Lullo, E. Perinati and S. Varisco, "Planar technology for NDT-Ge X-ray microcalorimeters: absorber fabrication,"

*LTD13, AIP Conference Proceedings*, vol. 1185, pp. 112-114, 2009.

- [40] Lawrence Berkeley National Laboratory's, "X-Ray Interactions With Matter," [Online]. Available: [http://henke.lbl.gov/optical\\_constants/](http://henke.lbl.gov/optical_constants/).
- [41] S. Kagawa, T. Mikawa and T. Kaneda, "Chemical Etching of Germanium with H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-H<sub>2</sub>O Solution," *Japanese Journal of Applied Physics*, vol. 21, p. 1616, 1982.
- [42] U. Lo Cicero, C. Arnone, M. Barbera, A. Collura and G. Lullo, "Fabrication of Electrical Contacts on Pyramid-Shaped NTD-Ge Microcalorimeters Using Free-Standing Shadow Masks," *Journal of Low Temperature Physics*, Vols. in stampa (DOI: 10.1007/s10909-011-0418-1), 2011.
- [43] A. Rittmann, G. Messenger, R. Williams and E. Zimmerman, "Microalloy transistor," *Electron Devices, IRE Transactions on*, vol. 5, pp. 49-54, 1958.
- [44] K.-M. Chu, J.-S. Lee, H. S. Cho, H.-H. Park and D. Y. Jeon, "A fluxless flip-chip bonding for VCSEL arrays using silver-coated indium solder bumps," *Electronics Packaging Manufacturing, IEEE Transactions on*, vol. 27, pp. 246-253, 2004.
- [45] U. Lo Cicero, C. Arnone, M. Barbera, A. Collura and G. Lullo, "Electroplated indium bumps as thermal and electrical connections of NTD-Ge sensors for the fabrication of microcalorimeter arrays," *Journal of Low Temperature Physics*, Vols. in stampa (DOI: 10.1007/s10909-012-0560-4), 2012.
- [46] C. Broennimann, F. Glaus, J. Gobrecht, S. Heising, M. Horisberger, R. Horisberger, H. Kästli, J. Lehmann, T. Rohe and S. Streuli, "Development of an Indium bump bond process for silicon pixel detectors at PSI," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research Section A: Accelerators, Spectrometers, Detectors and Associated Equipment*, vol. 565, pp. 303-308, 2006.
- [47] Q. Huang, G. Xu and L. Luo, "Indium bump fabricated with electroplating method," *Electronic Packaging Technology High Density Packaging, International Conference*

on, pp. 650-654, 2009.

- [48] H. F. C. Hoevers, M. L. Ridder, A. Germeau, M. P. Bruijn, P. A. J. de Korte and R. J. Wiegerink, "Radiative ballistic phonon transport in silicon-nitride membranes at low temperatures," *Applied Physics Letters, AIP*, vol. 86, 2005.
- [49] E. Silver, S. Labov, F. Goulding, N. Madden, D. Landis, J. Beeman, T. Pfafman, L. Melkonian, I. Millet and Y. Wai, "High resolution x-ray spectroscopy using germanium microcalorimeters," *SPIE, X-Ray and Gamma-Ray Instrumentation for Astronomy and Atomic Physics*, vol. 1159, pp. 423-431, 1989.
- [50] M. Barbera, M. A. Artale, R. Candia, A. Collura, G. D. Cicca, E. Perinati, M. Serio, S. Serio, S. Varisco, E. Silver and S. R. Bandler, "A single stage adiabatic demagnetization refrigerator for testing X-ray microcalorimeters," *Proc. SPIE*, vol. 5501, pp. 366-384, 2004.
- [51] E. Silver, S. Bandler, H. Schnopper, S. Murray, N. Madden, D. Landis, F. Goulding, J. Beeman, E. Haller and M. Barbera, "X-ray and gamma-ray astronomy with NTD germanium-based microcalorimeters," *AIP Conference Proceedings*, vol. 605, pp. 555-558, 2002.
- [52] E. Perinati, M. Barbera, S. Varisco, E. Silver and J. B. a. C. Pigot, "Experimental evidence of an incomplete thermalization of the energy in an x-ray microcalorimeter with a Ta/Au absorber," *Review of Scientific Instruments*, vol. 79, no. 053905, 2008.
- [53] E. Perinati, M. Barbera, A. Collura, S. Serio and E. Silver, "Spectral broadening by incomplete thermalization of the energy in X-ray microcalorimeters with superconducting absorber and NTD-Ge thermal sensor," *NIMPA*, vol. 531, p. 459, 2003.
- [54] E. Perinati, M. Barbera, S. Serio and E. Silver, "Spectral broadening by quasiparticle pile-up in X-ray microcalorimeters with superconducting absorbers," *NIMPA*, vol. 520, p. 220, 2004.

- [55] E. Perinati, M. Barbera, S. Serio and E. Silver, "Spectral broadening induced by spatial effects in X-ray microcalorimeter with superconducting absorber and NTD-Ge thermal sensor," *NIMP A*, vol. 520, p. 216, 2004.
- [56] E. Perinati, M. Barbera, S. Serio and E. Silver, "Thermalization efficiency of superconducting absorbers for thermal X-ray microcalorimeters," *Physica C*, vol. 408, p. 820, 2004.
- [57] S. Bandler, E. Silver, H. Schnopper, S. Murray, M. Barbera, N. Madden, D. Landis, J. Beeman, E. Haller and G. Tucker, "NTD-GE-Based Microcalorimeter Performance," *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research (Section A)*, vol. 444, p. 273, 2000.
- [58] M. Barbera, R. Candia, A. Collura, G. Di Cicca, C. Pellicciari, S. Sciortino, Varisco and Salvatore, "The Palermo XACT facility: a new 35 m long soft x-ray beam-line for the development and calibration of next-generation x-ray observatories," *Proc. SPIE*, vol. 6266, 2006.
- [59] O. A. d. Palermo, "X-ray Astronomy Calibration and Testing (XACT) Facility," [Online]. Available: <http://www.astropa.unipa.it/XACT/>.

## *Ringraziamenti*

*Grazie a mia madre per essermi stata sempre vicina in questa esperienza e per avermi incessantemente incoraggiato...*

*Grazie a mio padre per avermi sempre dato tanto, per aver discusso con me di scienza e di sciocchezze e per le infinite buone idee...*

*Grazie a Claudio Arnone, per avermi messo sulla buona strada ed avermi insegnato a imparare...*

*Grazie a Marco Barbera e Alfonso Collura, per avermi dato possibilità straordinarie, per aver creduto in me e per essere stati amici ancor prima che colleghi...*

*Grazie a Salvo, Roberto, Angela, Gaspare e tutti i colleghi e amici dell'OAPA che, direttamente o indirettamente, mi hanno aiutato nelle mie attività...*

*Grazie a Giuseppe e Vanessa per le tante idee e per avermi ascoltato per ore a descrivere i miei progressi...*

*Grazie a Eric Silver e tutto lo staff del CfA per avermi accolto e per avermi insegnato tanto...*

*Grazie a te, mia Ive, perché mi hai saputo prendere e capire nei momenti più difficili....*

