

Nell'ambito del progetto NanoMicroFab, CUP B56C18000510009, si intende procedere all'acquisizione di un sistema di diffrazione a Raggi X ad alta risoluzione (XRD).

**Fabbisogno:**

Il sistema di diffrazione a Raggi X ad alta risoluzione è necessario per eseguire le attività di caratterizzazione strutturale ad alta risoluzione di campioni con tessitura, policristallini e monocristallini, sia di tipo massivo, che in forma di strati (film) sottili, o materiali nanostrutturati; i campioni potranno essere autoportanti o depositi su opportuni substrati (wafer).

Il sistema dovrà avere caratteristiche tali da soddisfare le possibili richieste che verranno dalle committenze industriali e dai gruppi di ricerca che beneficeranno dell'infrastruttura NanoMicroFab. L'infrastruttura infatti ha come obiettivo l'interazione con le realtà industriali e il tessuto produttivo locale, per cui è essenziale che le strumentazioni impiegate abbiano la flessibilità necessaria per interfacciarsi con i prodotti della committenza. Il sistema di diffrazione a Raggi X ad alta risoluzione deve, dunque, essere versatile e modulare. L'alloggiamento dei vari moduli deve avvenire in modo molto semplice, permettendone l'utilizzo da parte di differenti utilizzatori con diverse competenze tecniche, senza danni per l'equipaggiamento.

A titolo esemplificativo, si riportano una serie di importanti tipi di misure che si dovranno eseguire con il sistema di diffrazione a Raggi X ad alta risoluzione:

- A. Scan omega-2theta
- B. Reciprocal Space Mapping
- C. X-Ray Reflectometry scans
- D. Omega scans
- E. Pole Figures

Le informazioni che si possono ricavare da queste misure a Raggi X sono ad esempio:

1. lo spessore, la mosaicità, la rugosità, la densità, la porosità degli strati misurati
2. lo stato di deformazione (strain) dello strato investigato
3. la composizione delle leghe
4. la stima del parametro reticolare fuori-dal-piano e in-piano
5. il grado di adattamento del parametro reticolare di due strati sottili epitassiali
6. la densità delle dislocazioni e dei difetti
7. la curvatura delle fette (wafer)
8. le relazioni epitassiali tra differenti strati cristallini sovrapposti.

Di particolare interesse è la possibilità di eseguire ricotture *in-situ* dei campioni in atmosfera controllata per poter investigare cambiamenti di struttura cristallina attivati da processi termici.

Il sistema deve, inoltre, essere corredato da un numero di licenze software tale da poter rendere agevole il lavoro di molti utenti allo stesso tempo.

### **Caratteristiche tecniche:**

Allo scopo di realizzare quanto sopra descritto, e sulla base della pregressa esperienza su sistemi analoghi, si valuta che il sistema da acquisire debba possedere le seguenti caratteristiche:

- GENERATORE di alta tensione ad elevata stabilità con massima potenza erogata non inferiore a 3KW.
- TUBO A RAGGI X per diffrazione ad alta risoluzione con filamento di rame (Cu) per emissione di radiazione Kalfa.
- FILTRI per soppressione della radiazione Kbeta del Cu.
- CABINA DI PROTEZIONE ampia, ad elevata accessibilità e con spazio sufficiente ai movimenti dell'operatore durante l'installazione degli accessori e dei componenti ottici sul goniometro. Ampia possibilità di spazio in cabina per riporre gli accessori e la componentistica non utilizzata.
- GONIOMETRO ad ALTA RISOLUZIONE di tipo Theta-Theta verticale (con posizionamento del campione orizzontale e fermo rispetto alla movimentazione della sorgente e del braccio diffratto), caratterizzato da due assi disaccoppiati e con motori indipendenti. Il goniometro deve avere un raggio di almeno 300mm. Sistema di posizionamento e di controllo angolare estremamente accurato, riproducibile e affidabile, anche nel lungo periodo. Possibilità di alloggiamento di diversi componenti per il posizionamento dei campioni, intercambiabili in maniera semplice e veloce anche per un operatore inesperto, senza richiedere alcuna operazione di allineamento e garantendo comunque la massima accuratezza e riproducibilità del sistema.
- RIVELATORE che deve poter lavorare sia in modalità lineare (1D), che in modalità puntuale (0D).
- CULLA DI EULERO CENTRICA per goniometro verticale con 5 assi motorizzati: rotazione angolare Chi e Phi, ed assi di traslazione X, Y e Z.
- ADATTATORE per fissare PORTA CAMPIONI VARI alla culla di Eulero centrica.
- PORTA CAMPIONI per campioni piccoli di tipo film sottile.
- PORTA CAMPIONI ruotabile, per campioni piani su un piatto da 5" sul quale i campioni vengono tenuti in posizione tramite vuoto, corredato di pompa da vuoto.
- Un MONOCROMATORE Ge(220) ed un MONOCROMATORE Ge(004) facilmente intercambiabili.
- Possibilità di utilizzo sia in configurazione BRAGG BRENTANO, che A FASCIO PARALLELO (presenza del Goebel mirror), potendo cambiare rapidamente da una configurazione all'altra.
- Ottica POLICAPILLARE con diametro maggiore di 4mm per non perdere intensità del fascio.
- SLITTE motorizzate per la gestione del fascio.
- MICROMASCHERE correlate alla configurazione proposta.

- Sistema di puntamento a doppio laser completo di filtri di polarizzazione e videocamera per facilitare l'allineamento del campione.
- PERSONAL COMPUTER e monitor per la gestione del sistema con software di acquisizione dati; SOFTWARE di analisi dati per monocristalli, nanocristalli e polveri con 2 licenze da utilizzare sul computer dello strumento e 10 licenze per i computer degli utenti.
- Due CRISTALLI standard di Silicio per la RICALIBRAZIONE.
- CAMERA RISCALDANTE per studi di diffrazione X *in-situ* per temperature da 25°C fino ad almeno 1100°C in condizioni di atmosfera controllata. La camera deve essere corredata da un'unità di controllo per la temperatura e per la pressione.
- Unità di RAFFREDDAMENTO interno con un filtro de-ionizzante per l'acqua per evitare la crescita di alghe.

I vari costituenti del sistema a Raggi X devono poter essere smontati in maniera semplice ed affidabile, senza richiedere ulteriori operazioni di allineamento. L'operazione deve essere eseguibile anche da operatori inesperti. Il goniometro deve poter alloggiare diversi componenti ottici e stage pre-allineati per il posizionamento dei campioni, intercambiabili in maniera semplice e veloce anche per un operatore inesperto, senza richiedere alcuna operazione di allineamento e garantendo comunque la massima accuratezza e riproducibilità del sistema. Tale sistema pre-allineato per la sostituzione dei vari componenti deve essere garantito e deve consentire il riconoscimento di tutti gli accessori presenti sul percorso ottico e fissati al goniometro, quali la sorgente, l'ottica primaria (slitte, Soller, filtri, antiscatter, mirror, monocromatori, ecc.), i vari stage portacampioni forniti ed eventualmente installati in futuro (camere calde, stage per campioni massivi, per microcampioni, etc.), l'ottica secondaria (slitte, Soller, filtri, collimatori, monocromatori, mirror, ecc.) ed i detector (lineare, puntuali, area detector, etc.).

### **Ricerca di mercato:**

Gli obiettivi di tale progetto sono rivolti alla realizzazione di un'infrastruttura di sostegno a progetti che coinvolgono una potenziale utenza proveniente da differenti settori, sia in ambito della ricerca industriale che in quella accademica. Di conseguenza, il sistema di diffrazione deve essere piuttosto versatile e modulare per eseguire le attività di caratterizzazione strutturale ad alta risoluzione di campioni con tessitura, policristallini e singoli cristalli sia di tipo massivo che di strato sottile che nanostrutturato. L'alloggiamento dei vari moduli deve avvenire in modo molto semplice, permettendone l'utilizzo da parte di differenti utenti con diverse competenze tecniche, senza danni per l'equipaggiamento, permettendo di cambiare le configurazioni di misura in tempi rapidi.

Sistemi di diffrazione a Raggi X ad alta risoluzione che possano rispondere a questi requisiti e contemporaneamente rientrare nel budget massimo previsto dal progetto sono estremamente rari sul mercato. Dopo un'accurata analisi di mercato risulta che

solamente tre ditte sono in grado di produrre tali sistemi: RIGAKU (rappresentata in Italia da ASSING S.p.A.), Bruker AXS GmbH (rappresentata in Italia da Bruker Italy) e Malvern Panalytical S.r.l.. A riprova che l'analisi di mercato è stata effettuata ad ampio spettro si allega la risposta della ditta STOE XRD che in passato trattava anche sistemi di diffrazione ad alta risoluzione e che risponde di non essere in grado con i loro strumenti di soddisfare tutte le caratteristiche tecniche richieste.

Alle tre ditte in questione sono state richieste delle offerte per sistemi a diffrazione con le caratteristiche descritte sopra, le offerte pervenute vengono allegare di seguito.

La ditta Malvern Panalytical S.r.l. ha fornito due offerte una per il diffrattometro EMPYREAN a 232.983,61€ (oltre IVA), che però non soddisfa appieno le caratteristiche tecniche, e una per il diffrattometro X'Pert3 MRD a 280.600,00€ (oltre IVA), che soddisfa quasi tutte le caratteristiche tecniche richieste, eccetto la camera riscaldante e il monocromatore Ge(004).

La ditta ASSING S.p.A ha fornito un'offerta per il diffrattometro SmartLab 3kW a 211.000,00€ (oltre IVA), che soddisfa quasi tutte le caratteristiche tecniche richieste, ma non è fornito di camera riscaldante e del monocromatore Ge(004), la ditta ha quindi prodotto un'ulteriore offerta per la camera riscaldate a 41.760,00€ (oltre IVA), arrivando ad un totale di 252.760,00€ (oltre IVA).

La ditta Bruker AXS GmbH ha fornito un'offerta per il diffrattometro D8-DISCOVER a 149.000,00€ (oltre IVA) che soddisfa tutte le caratteristiche tecniche richieste. Si precisa infatti che l'offerta per il sistema D8-DISCOVER pervenuta dalla ditta Bruker AXS GmbH, è relativa ad un sistema **demo** prodotto nel 2012 attualmente installato presso i laboratori della Ditta a Karlsruhe (Germania) ed utilizzato a scopo dimostrativo dal produttore e quindi mantenuto in condizioni ottimali.

Si rileva che l'offerta dell'apparato demo della Bruker che in sede di programmazione della spesa non era disponibile, rappresenta un'opportunità per poter disporre di uno strumento di elevate prestazioni garantito dal produttore e che rientra pienamente nel budget previsto dal progetto.

Il sistema demo D8-DISCOVER della Bruker AXS GmbH che è stato identificato ha tutte le caratteristiche richieste e in più è offerto ad un costo particolarmente contenuto. Inoltre la ditta provvede a fornire nuove tutte le parti soggette ad usura ordinaria dell'equipaggiamento garantendone la piena funzionalità includendo una garanzia di 12 mesi dalla data di consegna.

Tutte le caratteristiche del bene in oggetto soddisfano sia le richieste tecniche che quelle economiche del progetto NanoMicroFab, e pertanto se ne propone l'acquisizione.