

Caro Ruggero, cari colleghi del Comitato di Istituto,

in occasione della discussione sui ruoli di responsabilità delle attrezzature all'OdG per la riunione di domani, vorremmo riportarvi alcune riflessioni relative alla gestione ottimale del sistema MODA.

Siamo convinti del fatto che questa occasione dia l'opportunità di rilanciare ulteriormente la produttività scientifica e tecnica del laboratorio. *Siamo altrettanto convinti dell'estrema delicatezza della situazione*, che riguarda due aspetti distinti: quello tecnico/scientifico e quello gestionale. A questo scopo è utile che il Consiglio sia informato dei dettagli tecnici essenziali; l'attuale responsabile (U. Scotti di Uccio) ha preparato perciò *la nota sintetica in allegato*.

*In questa lettera, presentiamo invece le nostre riflessioni e le nostre proposte.*

**a) Aspetti gestionali**

Limitandoci, per fissare le idee, al biennio corrente, la gestione dell'attrezzatura è stata affidata a tre gruppi di ricerca. Di questi, due gruppi lavorano in strettissima sinergia e complementarietà di competenze; il primo (Aruta, Miletto Granozio, Scotti di Uccio) nella gestione della PLD e della camera analitica XPS-UPS-LEED; il secondo (Amoruso, Bruzzese, Wang) nella gestione del laser e delle tecniche di analisi ottica e spettroscopica della piuma di ablazione. La collaborazione ha sostenuto la produttività del sistema e ha portato un buon numero di pubblicazioni congiunte, con eccellenti prospettive di sviluppo, fortemente sostenute da interessi scientifici e sensibilità operative comuni. Il terzo gruppo (facente capo a Marco Salluzzo e collaboratori) ha gestito le analisi AFM/STM. Questa parte del sistema ha sviluppato un'attività principalmente orientata a campioni non fabbricati in MODA. A nostro avviso ciò è dovuto in parte a motivi tecnici (si veda l'allegato), in parte a diversi obiettivi scientifici, e in parte non trascurabile a difficoltà di ordine soggettivo. Infine, la parte del sistema dedicata alla distribuzione dei campioni in tutte le camere è stata affidata congiuntamente ai ricercatori Aruta, Salluzzo.

La compresenza di gruppi che perseguono un diverso approccio alla ricerca su un sistema che era stato progettato per un utilizzo scientifico fortemente unitario è a nostre avviso la causa di molte delle difficoltà di condivisione dell'attrezzatura.

Al fine di massimizzare la massima produttività scientifica, obiettivo al quale è sicuramente improntata la riorganizzazione in atto, devono essere salvaguardate, a nostro avviso, due condizioni:

- Il sistema integrato PLD + analisi ottiche e spettroscopiche + camera analitica XPS/UPS/LEED deve avere una gestione fortemente armonica. In particolare, vedremo con grande preoccupazione ogni

eventuale ipotesi di cogestione della camera analitica, che rischierebbe di acuire, a nostro avviso, le difficoltà emerse già nella gestione di camere adiacenti.

- La camera STM/AFM deve essere usata solo occasionalmente per analizzare campioni esterni, oppure si deve dotare di un percorso di introduzione dei campioni indipendente (si veda l'allegato tecnico), o infine essere separata dal sistema (con una valigetta di trasferimento in vuoto per lo scambio di campioni).

#### ***b) Analisi della storia recente del sistema***

MODA è un sistema complesso e la gestione richiede risorse finanziarie e umane. Purtroppo le condizioni di riferimento sono drasticamente cambiate in questo biennio, obbligando i ricercatori a una politica di austerità. La scelta è stata concentrare le risorse disponibili su obiettivi raggiungibili, soprattutto sommando gli sforzi per ottenere la massima efficienza della PLD, nel rispetto di rigorosi parametri qualitativi. Riteniamo che questo obiettivo sia stato raggiunto, nel senso che la camera produce continuamente strutture epitassiali di altissima qualità (manganiti, titanati, cuprati, alluminati, gallati, TiO<sub>2</sub>, multilayer complessi, 2deg), e inoltre sono state implementate nuove tecniche di controllo (spettroscopia della piuma di ablazione) e migliorate quelle esistenti (in particolare, il RHEED). Per una corretta prospettiva, nell'allegato riportiamo un elenco di articoli pubblicati dall'inizio del 2009, basati sull'uso di campioni fabbricati in MODA. Altri lavori altri lavori sono già sottomessi per la pubblicazione e altri sono in stesura.

Purtroppo la mancanza di risorse ha rallentato il ripristino della camera analitica. Sottolineiamo che fotoemissione e diffrazione elettronica a bassa energia sono state usate di routine, per anni, nel ciclo di fabbricazione dei campioni. In particolare era invalso l'uso di esaminare in XPS e LEED tutti i substrati destinati alla crescita di film e la maggior parte dei film prodotti, con un evidentissimo progresso nel controllo della qualità dei campioni. Questa preziosa attività di servizio ha solo parziale riscontro negli articoli pubblicati (con qualche importante eccezione), ma ha permesso di determinare in modo assolutamente significativo il successo della PLD (in particolare, con un lungo e meticoloso lavoro sui substrati SrTiO<sub>3</sub>).

#### ***c) Proposta scientifica, reperimento delle risorse, gestione***

Come lo stesso Direttore sollecita da tempo, è ora necessario e possibile preparare una proposta di rilancio per la camera analitica. Riteniamo di poter dare un contributo preciso e puntuale in questo senso.

Gli obiettivi scientifici che proponiamo, in estrema sintesi, sono i seguenti.

La camera analitica XPS-UPS-LEED è per progetto strettamente connessa alla fabbricazione di campioni (è scientificamente molto questionabile l'uso per campioni di provenienza esterna). Una sufficiente disponibilità di risorse umane e finanziarie permetterà di ripristinare tale funzione, giovandosi peraltro del recente rafforzamento delle tecniche analitiche nella PLD. Sarà possibile riprendere le caratterizzazioni di routine e l'indagine chimico/fisica delle superfici dei campioni fabbricati nella PLD e delle interfacce poco profonde. Si tratta di temi, come noto, di estremo interesse e attualità.

Il progetto scientifico di rilancio richiede risorse. I firmatari si sono personalmente impegnati a vario titolo in questa direzione già da anni. Esiste ora una possibile cornice di sviluppo, nell'ambito del progetto MAMA. Il progetto consente, ove sussista l'avallo della Direzione:

- di reclutare un ricercatore dedicato al lavoro di ricerca nella camera analitica XPS-UPS-LEED;
- di finanziare gli interventi di ripristino;
- di implementare opportuni accessori per il rafforzamento delle potenzialità di indagine.

Dal punto di vista operativo, la nostra proposta scientifica richiede, nel segno della continuità con il passato, l'attribuzione della responsabilità operativa della camera analitica XPS + UPS + LEED a un ricercatore in stretta collaborazione con chi opera sulla PLD.

Nel rispetto delle prerogative del Consiglio, proponiamo perciò due alternative.

- attribuzione della responsabilità della camera analitica e del sistema di distribuzione (vedi allegato) a un ricercatore esclusivamente dedicato a tale attività, da gestire in stretta correlazione con quella di crescita per PLD; potrebbe essere necessaria un'attribuzione ad interim, in attesa dell'assunzione di un ricercatore dedicato;
- attribuzione della responsabilità congiunta della PLD, della camera analitica e del sistema di distribuzione a un solo ricercatore.

Infine confermiamo il nostro sostegno ad ogni iniziativa che, nel rispetto della funzionalità e della produttività, sia volta a garantire ai ricercatori di SPIN la disponibilità di campioni di elevata qualità, preventivamente caratterizzati, tra quelli che il sistema è tecnicamente in grado di produrre.

Cordiali saluti,

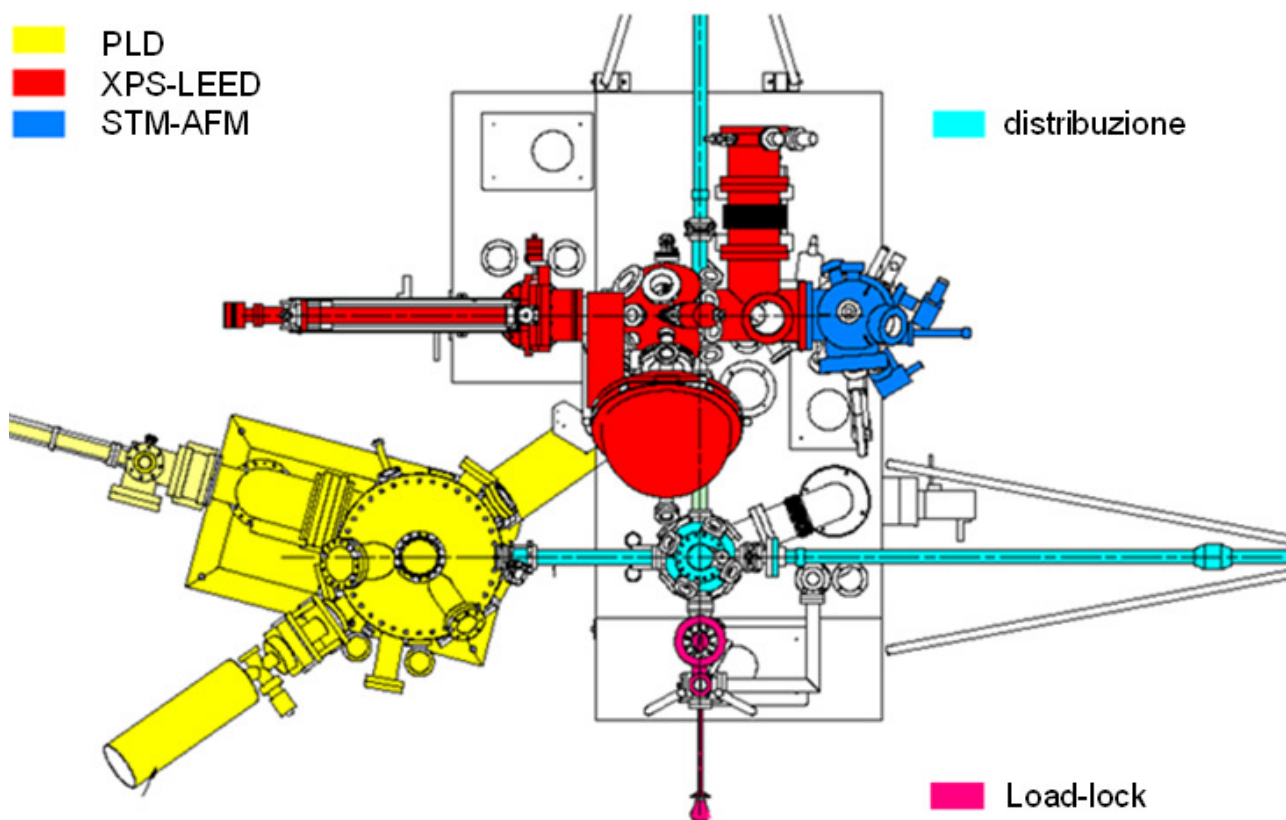
F. Miletto

U. Scotti di Uccio

## Note tecniche e operative sul sistema MODA

Il sistema MODA (Modular System for Oxide Deposition and Analyses) è basato sull'unione di 3 parti:

- camera di crescita di film sottili epitassiali di **ossidi** per PLD
  - sezione analitica XPS-UPS-LEED, dedicata allo studio chimico/strutturale delle superfici
  - camera STM/AFM
- d) La connessione è assicurata dal sistema di distribuzione.



- La camera PLD opera con vuoto base  $\sim 10^{-8}$  mbar e alloggia tre tecniche analitiche: RHEED; fotografia/spettroscopia della piuma ablazione; analizzatore di gas residui.
- La sezione analitica XPS-UPS-LEED è ospitata da **una singola camera da vuoto** in acciaio non magnetico con **vuoto base  $\sim 10^{-10}$  mbar**. Fa parte integrante della struttura il **manipolatore a 5 gradi di libertà + riscaldatore ( $\sim 1000^\circ\text{C}$ )**. Nella camera sono alloggiati:
  - la sorgente X, una sorgente UV, l'analizzatore emisferico (tecniche XPS/UPS);
  - la sorgente di elettroni, lo schermo, il channeltron (tecnica LEED).Alla camera è asservito un gruppo di pompaggio Ionica + Sublimazione Ti + Turbo.
- La camera AFM/STM è separata da una valvola dalla sezione analitica. Tuttavia è dipendente da essa:
  - utilizza lo stesso gruppo di pompaggio;
  - riceve campioni solo attraverso un carosello di parcheggio, cui si accede tramite il passante a 5 gradi di libertà.

- d) Il sistema di distribuzione ha **vuoto base  $\sim 10^{-10}$  mbar**, assicurato da un secondo gruppo di pompaggio Ionica + Sublimazione Ti + Turbo. E' basato sull'adozione di lunghi passanti di traslazione, per la movimentazione dei campioni, che si intersecano nella camera di distribuzione.

### Vocazione scientifica dell'apparato

Il progetto di MODA è basato sull'idea di poter analizzare in situ le **superfici dei campioni** prodotti dalla PLD salvaguardandoli dall'esposizione all'aria. L'analisi non si limita unicamente alla superficie finale, ma anche quelle intermedie (superficie del substrato dopo pretrattamento in-situ, superficie de layers intermedi nel caso di un multistrato)

- a) **La flessibilità della PLD permette di crescere molti diversi ossidi funzionali.** Attualmente sono in produzione film epitassiali di ossidi cuprati, manganiti, titanati, alluminati, gallati, TiO<sub>2</sub>, nonché multilayer funzionali (manganiti/cuprati, manganiti/titanati).
- b) **La camera XPS-UPS-LEED è asservita alla fabbricazione di film.** Le tecniche implementate hanno caratterizzato:
- la superficie dei substrati, soggetta a opportuni trattamenti *in situ* (LEED+XPS/UPS);
  - la composizione chimica dei film prodotti (XPS);
  - la terminazione cristallografica/ chimica dei film, indispensabile per il pieno controllo delle tecniche di multilayer (LEED+XPS).
- c) **La camera AFM/STM è dedicata allo studio morfologico e spettroscopico delle superfici dei campioni,** parte di provenienza esterna, parte prodotti dalla PLD.

In calce è riportato un elenco di lavori **apparsi in stampa dal 2009**, basati sull'uso di **campioni fabbricati e caratterizzati in MODA**. Si noti che l'elenco non è rappresentativo di alcun particolare gruppo di ricerca.

### Operatività e criticità dell'apparato

**MODA è un sistema complesso e richiede di routine manutenzione ordinaria e straordinaria.**

Sinteticamente, allo stato:

- a) La PLD è completamente operativa e produce continuamente campioni di alta qualità. Recentemente è stata ulteriormente sviluppata, con due interventi:
- Implementazione della spettroscopia ottica (affiancata all'esistente fotografia veloce) per l'analisi della piuma di ablazione;
  - Miglioramento della risoluzione del RHEED.
- b) La camera analitica, che ha dimostrato in passato di rispondere pienamente alle aspettative tecniche e scientifiche, è tuttavia ora limitata da un guasto tecnico alla sorgente x del XPS.
- c) La camera AFM/STM è pienamente operativa;
- d) La distribuzione soffre di problemi legati al vuoto e allo stato di alcuni elementi meccanici.

La sorgente x richiede lo stanziamento di risorse per un intervento (oneroso, ma concettualmente semplice) di sostituzione del catodo e di realizzazione di un impianto di raffreddamento a circuito chiuso.

La parte più critica è il sistema di distribuzione, a causa della sua complessità meccanica e dei requisiti tecnici sul vuoto ultimo (essenziale raggiungere  $\sim 10^{-10}$  mbar per la funzionalità della camera XPS-UPS-LEED). Sono attualmente in corso operazioni di manutenzione straordinaria.

Tra le cause di difficoltà, c'è il fatto che il manipolatore della camera analitica assolve ad un duplice compito: oltre a permettere misure di fotoemissione (XPS, UPS) e diffrazione (SPA-LEED), garantendo 5

gradi di libertà nell'allineamento del campione e la possibilità di lavorare ad alte temperature, esso viene utilizzato per il trasferimento dei campioni verso il STM/AFM. **Questa circostanza ha dato luogo a problemi sia di carattere meccanico, sia di gestione del vuoto.**

Va ricordato che il progetto della macchina, oltre a rispondere a logiche di economia (evitare il moltiplicarsi dei sistemi di pompaggio, di introduzione campioni, etc.) era basato sulla previsione di misure di XPS, LEED e STM/AFM in sequenza sullo stesso campione. **L'impiego sinergico della camera STM/AFM si è dimostrato però difficilmente implementabile nella pratica**, sicché essa è in massima parte utilizzata per caratterizzazione di campioni esterni. **Ciò dà luogo a seri problemi di time sharing.** E' infatti ovvio che le lunghe misure nella camera di analisi (che fa uso del manipolatore per l'allineamento e per il riscaldamento ad alta temperatura del campione) sono incompatibili con un frequente passaggio di campioni da e verso il STM/AFM.

Infine, le performance prospettate dal costruttore Omicron (risoluzione atomica in STM su *campioni di ossidi prodotti da MODA*) non sono state ottenute, nonostante l'indubbio e duraturo impegno degli operatori, sia nella preparazione dei campioni che nella realizzazione delle misure.

### **Attuale organizzazione gestionale del laboratorio**

U. Scotti di Uccio (responsabile)

C. Aruta	PLD
M. Salluzzo	STM/AFM
U. Scotti di Uccio	XPS-UPS-LEED
S. Amoruso/ Wang	Laser

M. Salluzzo/ C. Aruta Distribuzione, Vuoto

## Elenco di pubblicazioni (2009-2010)

- 1) Blue luminescence of SrTiO<sub>3</sub> under intense optical excitation  
Rubano, D. Paparo, F. Miletto Granozio, U. Scotti di Uccio, L. Marrucci  
**J. Appl. Phys.** **106**, 103515 (2009)
- 2) Photoluminescence dynamics in strontium titanate  
A. Rubano, F. Ciccullo, D. Paparo, F. Miletto Granozio, U. Scotti di Uccio, L. Marrucci  
**Journal of Luminescence** **129**, 1923–1926 (2009)
- 3) Polar catastrophe and electronic reconstructions at the LaAlO<sub>3</sub>/ SrTiO<sub>3</sub> interface: Evidence from optical second harmonic generation  
A. Savoia, D. Paparo, P. Perna, Z. Ristic, M. Salluzzo, F. Miletto Granozio, U. Scotti di Uccio, C. Richter, S. Thiel, J. Mannhart, and L. Marrucci  
**Phys. Rev. B** **80**, 075110 (2009)
- 4) Novel superconducting proximized heterostructures for ultrafast photodetection  
G.P. Pepe, L. Parlato, N. Marrocco, V. Pagliarulo, G. Peluso, A. Barone, F. Tafuri, U. Scotti di Uccio, F. Miletto Granozio, M. Radovic, D. Pan, Roman Sobolewski  
**Cryogenics** **49**, 660–664 (2009)
- 5) Dispersion of Magnetic Excitations in the Cuprate La<sub>2</sub>CuO<sub>4</sub> and CaCuO<sub>2</sub> Compounds Measured Using Resonant X-Ray Scattering  
L. Braicovich, L. J. P. Ament, V. Bisogni, F. Forte, C. Aruta, G. Balestrino, N. B. Brookes, G. M. De Luca, P. G. Medaglia, F. Miletto Granozio, M. Radovic, M. Salluzzo, J. van den Brink, and G. Ghiringhelli  
**Phys. Rev. Lett.** **102**, 167401 (2009)
- 6) Charge density waves enhance the electronic noise of manganites  
C. Barone, A. Galdi, N. Lampis, L. Maritato, F. Miletto Granozio, S. Pagano, P. Perna, M. Radovic, and U. Scotti di Uccio  
**Phys. Rev. B** **80**, 115128 (2009)
- 7) Growth and characterization of stable SrO-terminated SrTiO<sub>3</sub> surfaces  
M. Radovic, N. Lampis, F. Miletto Granozio, P. Perna, Z. Ristic, M. Salluzzo, C. M. Schlepütz, U. Scotti di Uccio  
**Appl. Phys. Lett.** **94**, 022901 (2009)
- 8) Optimization of La<sub>0.7</sub>Ba<sub>0.3</sub>MnO<sub>3</sub> complex oxide laser ablation conditions by plume imaging and optical emission spectroscopy  
S. Amoroso, C. Aruta, R. Bruzzese, D. Maccariello, L. Maritato, F. Miletto Granozio, P. Orgiani, U. Scotti di Uccio, and X. Wang  
**J. Appl. Phys.** **108**, 043302 (2010)
- 9) Momentum and polarization dependence of single-magnon spectral weight for Cu L<sub>3</sub>-edge resonant inelastic x-ray scattering from layered cuprates  
L. Braicovich, M. Moretti Sala, L. J. P. Ament, V. Bisogni, M. Minola, G. Balestrino, D. Di Castro, G. M. De Luca, M. Salluzzo, G. Ghiringhelli, and J. van den Brink  
**Phys. Rev. B** **81**, 174533 (2010)
- 10) Magnetic properties of pseudomorphic epitaxial films of Pr<sub>0.7</sub>Ca<sub>0.3</sub>MnO<sub>3</sub> under different biaxial tensile stresses  
A. Geddo Lehmann, F. Congiu, N. Lampis, F. Miletto Granozio, P. Perna, M. Radovic, and U. Scotti di Uccio  
**Phys. Rev. B** **82**, 014415 (2010)

- 11) Magnetic Excitations and Phase Separation in the Underdoped  $\text{La}_{2-x}\text{Sr}_x\text{CuO}_4$  Superconductor Measured by Resonant Inelastic X-Ray Scattering  
L. Braicovich, J. van den Brink, V. Bisogni, M. Moretti Sala, L. J. P. Ament, N. B. Brookes, G. M. De Luca, M. Salluzzo, T. Schmitt, V. N. Strocov, and G. Ghiringhelli  
**Phys. Rev. Lett.** **104**, 077002 (2010)
- 12) Ultrafast dynamical response of strongly correlated oxides: role of coherent optical and acoustic oscillations  
B. Mansart, D. Boschetto, A. Sambri, R. Malaquias, F. Miletto Granozio, U. Scotti di Uccio, P. Metcalf, M. Marsi  
**Journal of Modern Optics**, DOI: 10.1080/09500340903541072 (2010)
- 13) Conducting interfaces between band insulating oxides: the  $\text{LaGaO}_3/\text{SrTiO}_3$  heterostructure  
P. Perna, D. Maccariello, M. Radovic, U. Scotti di Uccio, I. Pallecchi, M. Codda, D. Marré, C. Cantoni, J. Gazquez, M. Varela, S.J. Pennycook, and F. Miletto Granozio  
**Appl. Phys. Lett.** (2010), in press