

Universitatea “Ștefan cel Mare” din Suceava

Raport științific

2021

Titlul proiectului:

„Nanostructuri particulare de tip multistrat cu constanta dielectrica ridicata cu aplicatii pentru stocarea energiei si dispozitive nanoelectronice - HIGHkDEVICE”

Perioada de raportare: 1 Ianuarie 2021 – 31 Decembrie 2021

Cod Proiect: PN-III-P4-ID-PCCF-2016-0175

Nr. Contract: PCCF18/2018

Structura Consorțiului:

(Co) Universitatea „Ștefan cel Mare” din Suceava (USV) - Coordonator

(P1) Universitatea “Alexandru Ioan Cuza” din Iași (UAIC) - Partener

(P2) Institutul Național de Cercetare Dezvoltare pentru Fizica Materialelor (INCDFM) - Partener

(P3) Institutul Național pentru Fizica Laserilor, Plasmei și Radiației (INFLPR) - Partener

DIRECTOR DE PROIECT,
Conf. univ. dr. Aurelian ROTARU

- Suceava 2021 -

funcționalizată, ceea ce impune caracterizarea structurală a nanocuburilor de BaTiO₃ cu diferite dimensiuni și suprafața pasivată cu diferite specii organice sau anorganice.

4.1.1.1. Obținerea de straturi subțiri prin drop-casting.

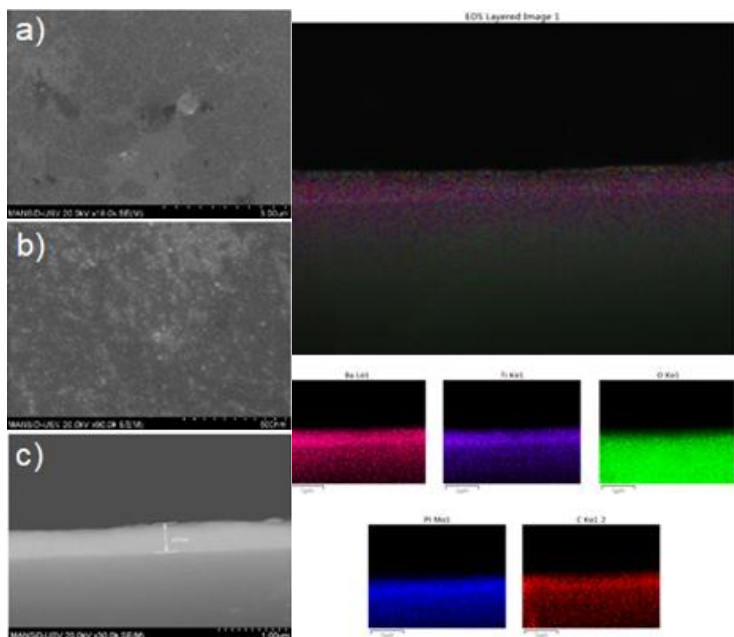


Figura 2. Imagini SEM: vedere de sus (a) și (b) și în secțiune transversală (c) ale stratului de BaTiO₃ obținut, cu o grosime de cca 430 nm și hărțile de compoziție ale acestor regiuni obținute prin analiza de raze X (EDX)

Această metodă extrem de simplă s-a dovedit în multe cazuri a fi o metodă eficientă în obținerea de straturi subțiri. Au fost obținute mai multe serii de straturi subțiri de grosimi diferite. O primă serie au fost depuse pe un substrat de sticlă acoperit cu un strat de platină de cca. 100 nm grosime și cu o rugozitate medie de cca. 1 nm. Mai jos sunt redată o serie de 3 straturi subțiri cu grosimi de 430 nm, 700 nm și, respectiv, 4000 nm, obținute din soluții coloidale de nanoparticule (cerneluri) de BaTiO₃ cu dimensiuni cuprinse între 10 nm și 150 nm. Micrografiile electronice (Figura 2a-c) relevă obținerea unor straturi subțiri continue pe suprafețe de ordinul cm² și dense. Așa cum se observa din Figura 2, analiza elementală ale structurilor obținute a fost realizată cu ajutorul analizei de raze X furnizate de către microscopul electronic, rezultatele confirmând

faptul că fiecare film prezintă compoziția stoechiometrică prevăzută. Variația proprietăților dielectrice ale straturilor subțiri cu frecvența a fost studiată, o măsurătoare reprezentativă pentru straturile subțiri cu cele trei grosimi fiind ilustrată în Figura 3. Valoarea constantei dielectrice a acestor straturi subțiri la frecvențe joase variază între 20 și 23, în funcție de grosimea stratului iar constanta dielectric scade ușor odată cu creșterea frecvenței de măsurare.

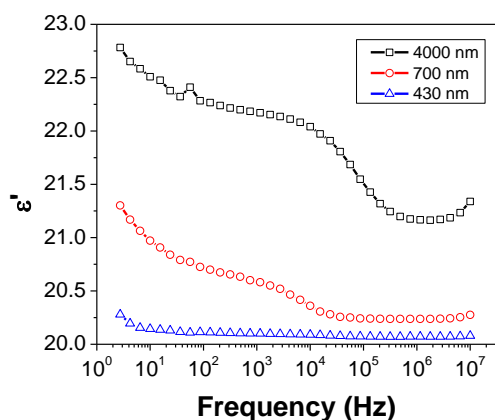


Figura 3. Variația permittivității dielectrice a straturilor subțiri de BaTiO₃ cu frecvența.

4.1.1.2. Obținerea de straturi subțiri prin dielectroforeză.

Obținerea de straturi subțiri dielectrice prin dielectroforeză este o metodă foarte interesantă pentru alinierea nanocuburilor individuale, fiecare dintre acestea prezentând o structură monocristalină (single crystal), care poate duce la o creștere semnificativă a valorii constantei dielectrice ale

straturilor subțiri. În această etapă s-a inițiat studiul orientării nanocuburilor feroelectrice individuale de BaTiO₃ folosind un câmp electric generat de microelectrozi interdigitati prin dielectroforeză. În Figura 4 sunt prezentate imagini SEM ale straturilor subțiri obținute prin această metodă prin organizarea particulelor de BaTiO₃ de diferite dimensiuni. Se observă că în prezența câmpului electric nanocuburile de BaTiO₃ cu o mărime de 15 nm se orientează, cel mai multe

dintre ele aliniindu-se si ajungand in contact unele cu altele. In prezent se realizeaza un studiu detaliat al fabricarii de straturi subtiri dielectrice si feroelectrice folosind metoda dielectroforezei,

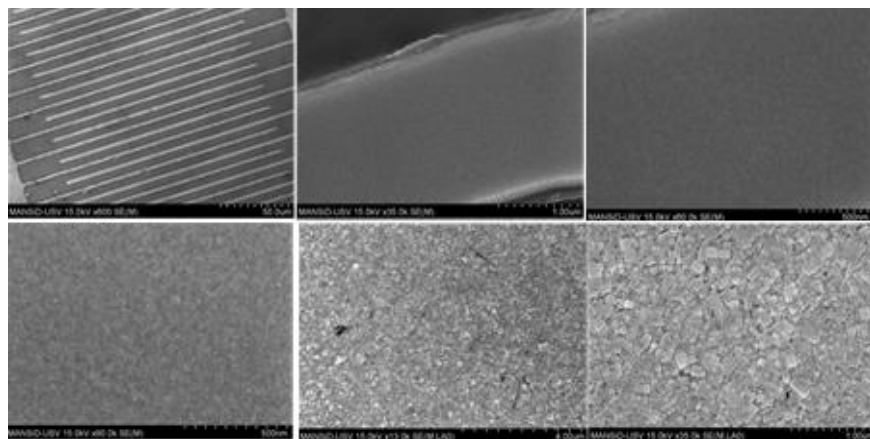


Figura 4. Imagini SEM ale straturilor subțiri de BaTiO₃ obținute prin dielectroforeză din soluții coloidale formate din particule cu dimensiuni diferite.

precum și caracterizarea acestor straturi subtiri și măsurarea proprietăților lor fizice care vor fi comparate cu cele ale straturilor subtiri obținute prin metode convenționale în soluție. Straturi subtiri au fost, de asemenea, depuse pe substraturi flexibile de poliimida (Kapton) straturile obținute fiind foarte uniforme, având o densitate mare și fiind

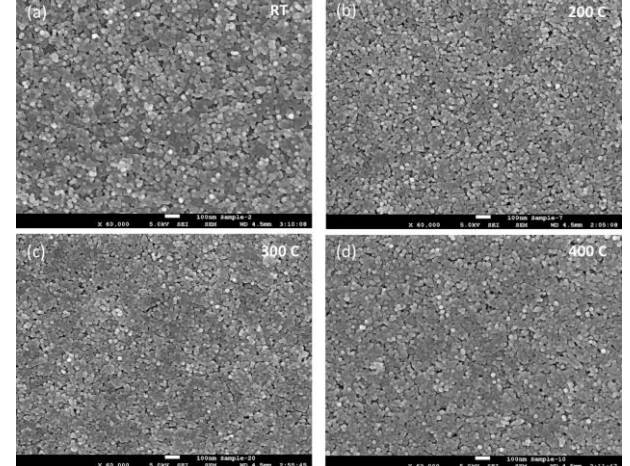


Figura 5. Imagini de microscopie electronica de baleiaj a straturilor subtiri depuse pe substrat flexibil de polimida prin depunere directa din solutii coloidala de nanoparticule in toluen si tratate la diferite temperaturi: a) netratat; b) 200 °C; c) 300 °C si d) 400 °C.

constituite din nanocuburi uniforme care se gasesc in contact unele cu altele. Așa cum se observa din Figurile 5a-d, straturile subtiri obținute din nanoparticule de BaTiO₃ cu dimensiunea de 15 nm devin mai dense însă nu își modifică morfologia după tratamentul termic la temperaturi de până la 400 °C. *Rezultatele preliminare au aratat ca grosimea straturilor subtiri poate fi variata intr-un interval larg de valori, de la zeci de nanometri la zeci de micrometri prin variatia atat a concentratiei nanoparticulelor in solutie, vitezei de evaporare a solventului si a numarului de depuneri efectuate.* Straturile subtiri depuse pe foliile de Kapton sunt transparente, ceea ce le face foarte atractive pentru folosirea lor pentru fabricarea de componente electronice flexibile (condensatori planari sau tranzistori cu efect de câmp). Drept substrat s-au folosit substraturi subtiri de poliimida (Kapton), fiindcă sunt substraturi flexibil, cu o rezistență mecanică și termică ridicată, fiind rezistente la temperaturi de până în 400 °C, ceea ce permite încălzirea substraturilor și a straturilor subtiri după depunere în vederea eliminării golurilor de aer, moleculelor de acid oleic de pe suprafața nanocuburilor, precum și a moleculelor de solvent neevaporat.

Activitate 4.4.3. Analiza topologica a straturilor subtiri si electrozilor prin microscopie de forta atomica (AFM)

În această etapă s-a inițiat studiul topologiei straturilor subtiri depuse folosind tehnici de microscopie de forță atomică, eforturi care vor fi continuate în anul 2022. Figura 6 ilustrează morfologia și răspunsul piezoelectric al unui strat subtire de BaTiO₃ cu grosimea de 300 nm obținut

prin depunerea unei solutii continand nanocuburi de BaTiO_3 cu marimea de 15 nm pe un substrat de poliimida. Se observa ca stratul subtire este uniform si nu prezinta rugozitati sau defecte, cum

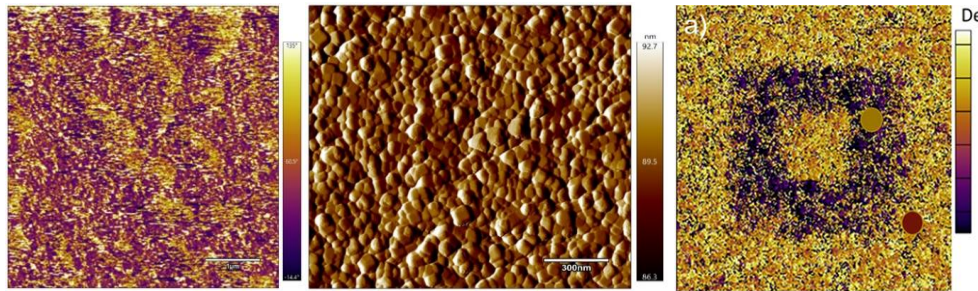


Figura 6. Imagini de microscopie de forta atomica (stanga) a unui strat subtire cu grosimea de 300 nm depus dintr-o solutie de nanocuburi de 15 nm de BaTiO_3 in toluen si raspunsul piezoelectric al acestui film (centru si dreapta).

ar fi crapaturi sau goluri, nanocuburile din care este constituit fiind usor de observat. Raspunsul piezoelectric al acestui strat subtire in prezenta unui camp electric apare ca o harta cu regiuni galbene si violete, care corespund orientarii dipolilor electrici in directii diametral opuse (“sus” si “jos”), ceea ce confirma faptul ca stratul subtire este feroelectric la temperatura ambianta. Mai mult, stratul subtire a fost pus in contact cu un electrod foarte ascutit (“tip”) prin care s-a aplicat o tensiune de 20 V, ceea ce a condus la orientarea dipolilor electrici in sus. Aceste zone apar in imaginea PFM corespunzatoare (Figura 6 mijloc) in culoarea portocalie. Prin retragerea electrodului si inversand polaritatea curentului urmat de contactul electrodului cu stratul subtire cu electrodul in anumite regiuni selectate, dipolii electrici isi inverseaza diametral orientarea (in jos), aceste zone aparand in imaginile PFM in culoarea violeta. Raspunsul piezoelectric al stratului subtire indica faptul ca acestea pot fi folosite cu succes pentru codarea informatiei sub forma de “0” si “1” folosind algebra Booleana conventionala.

Activitate 4.2.1 Studiul microstructurii straturilor subtiri dielectrice si a electrozilor metalici, cat si a interfetelor dintre acestea folosind microscopie electronica (SEM).

In aceasta etapa s-a studiat natura interfetelor dintre electrozii metalici si diferite straturi subtiri, dielectrice sau semiconductoare, stiindu-se ca aceasta poate afecta proprietatile fizice ale acestor materiale. In acest scop, s-au combinate experimente de microscopie electronica (SEM) si de microscopie de forta atomica (AFM). Imagini de microscopie electronica (SEM) si difractie de

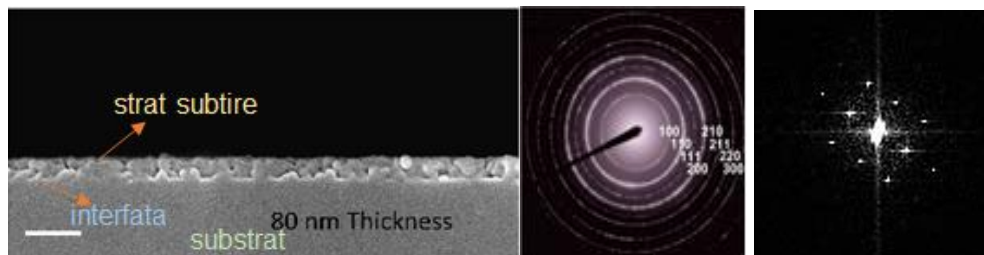


Figura 7. Imagini de microscopie si difractie electronica a unui strat subtire format din nanocuburi de BaTiO_3 cu marimea de 15 nm depus pe un substrat de siliciu

electroni sunt illustrate in Figura 7. Asa cum se observa, interfetele dintre electrozii metalici si straturile subtiri dielectrice sau semiconductoare sunt netede, prezinta putine defecte si indica absenta de reactii chimice care eventual ar putea avea loc in timpul procesului de depunere a electrozilor metalici, si care ar putea duce la deteriorarea proprietatilor dielectrice sau semiconductorare ale acestor straturi subtiri si, implicit a performantei

dispozitivelor electronice (condensatori, tranzistori, etc.) in care acestea sunt folosite. Stratul subtire de BaTiO₃ ilustrat in Figura 5 a fost depus din solutie urmata de evaporarea lenta a solventului (toluen) si prezinta o grosime de 80 nm fiind depus pe un substrat de siliciu orientat dupa directia <100> prezentand o rezistenta electrica de 0.001 Ω·cm. Straturile subtiri obtinute prin depunerea din solutie nu necesita un tratament termic la temperaturi ridicate pentru a obtine o inalta cristalinitate fiindca nanocuburile de BaTiO₃ sunt monocristaline, ceea ce duce la evitarea fenomenelor de nucleatie la interfete sau in interiorul stratului subtire, evitand, astfel producerea de variatii microstructurale.

Activitate: 4.1.3 Masuratori de polarizabilitate dielectrica a straturilor subtiri de diferite dimensiuni la diferite temperaturi. Analiza stabilitatii termice.

4.1.3.1. Optimizarea straturilor flexibile compozite xBT-(1-x) gelatina, studiul proprietatilor electrice ale acestora si testarea aplicabilitatii in dispozitive de recuperare de energie.

Nanoparticule de BaTiO₃ (BTO) au fost caracterizate din punct de vedere al microstructurii si compozitiei de faza prin TEM XRD si FTIR (Figura 7). Nanoparticulele de BT ($d_{med} \sim 17$ nm) au fost folosite pentru a realiza filme groase compozite cu matrice bio-polimerica de gelatina xBT-

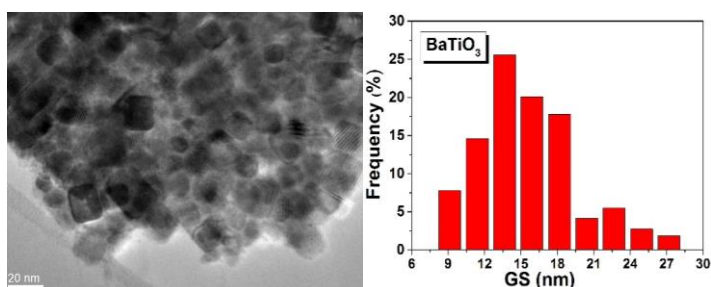


Figura 7. Imagine TEM si distributia dupa granulatie a nanoparticulelor de BaTiO₃

(1-x) gelatina cu $x = 0, 6.25$ wt.%, 18 wt.%, 25 wt.% and 40 wt.%. Metoda a fost optimizata pentru a asigura o buna dispersie a particulelor, lipsa porozitatii si omogenitate. Permitivitatea creste cu aditia de BTO de la $\epsilon_r \sim 9.8$ (gelatina) la $\epsilon_r \sim 15.7$ ($x=40$ wt.%), la 10⁵Hz. A fost analizata comportarea dielectrica a acestora in domeniul de temperatura intre 20

si 70°C (Figura 8). S-a observat ca variatia relativa a permitivitatii odata cu cresterea temperaturii scade sistematic prin aditia de BTO: ~8% (6.25 wt.%), ~7.2% (18 wt.%), ~6.3% (25 wt.%) si ~3.5% (40 wt.%), deci *stabilitatea termica se imbunatateste odata cu aditia de BT*, iar conductivitatea dc la 20°C scade cu un ordin de marime de la 5.3×10^{-10} S/m in gelatina pura pana la 2.9×10^{-9} S/m in compozitul cu $x=40$ wt.%. Energia de activare a relaxarii dielectrice (determinata prin analiza Arrhenius a partii imaginare a modulului dielectric -Figura 9) este ~2.09 eV pentru $x=40$ wt.%.

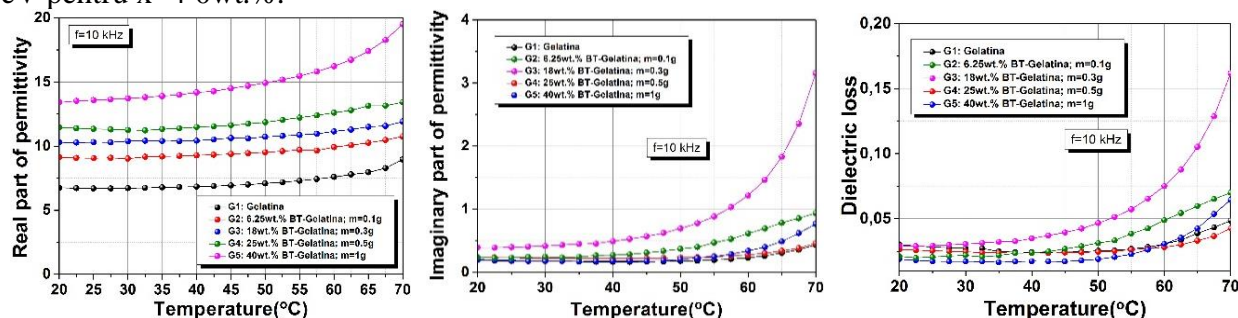


Figura 8. Variatia termica a proprietatilor dielectrice in compozite de xBT-(1-x) gelatina cu $x = 0, 6.25$ wt.%, 18 wt.%, 25 wt.% and 40 wt.%.

Piezoelectricitatea locala a compozitelor si rolul aditiei de BT au fost analizate cu PFM (Figura 10). Masuratori ale coeficientului d_{33} au fost realizate in zona matricii de Gelatina si respectiv in zone bogate in BTO si s-a realizat o distributie dupa valori (Figura 11).

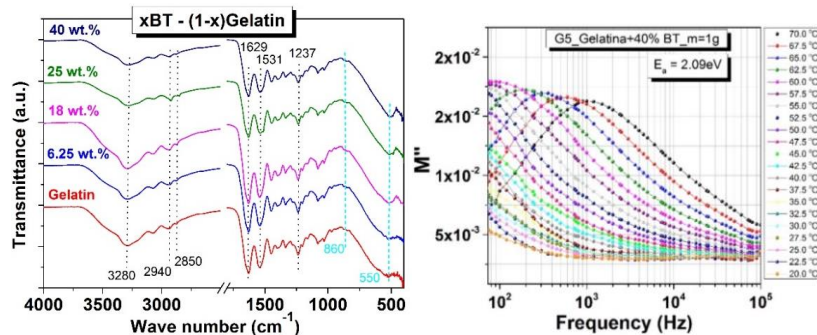


Figura 9. (Stânga) Spectre FTIR a compozitelor de xBT-(1-x) Gelatina cu $x = 0, 6.25 \text{ wt.}\%, 18 \text{ wt.}\%, 25 \text{ wt.}\%$ si $40 \text{ wt.}\%$; (Dreapta) Relaxarea dielectrica observata in $M''(f)$ la diferite temperaturi.

zone bogate in BTO si s-a realizat o distributie dupa valori (Figura 11). Raspunsul piezoelectric creste prin aditia de BT de circa 3 ori, de la valoarea medie de $\sim 7 \text{ pm/V}$ (zona A, bogata in gelatina) la valoarea medie de $\sim 2 \text{ pm/V}$ (zona B, bogata in BT). De exemplu, in punctele indicate in Figura 10b au respectiv valorile: (1) 6.2 pm/V ; (2) 8.3

pm/V ; (3) 41.6 pm/V ; (4) 36.4 pm/V ; (5) 20.8 pm/V .

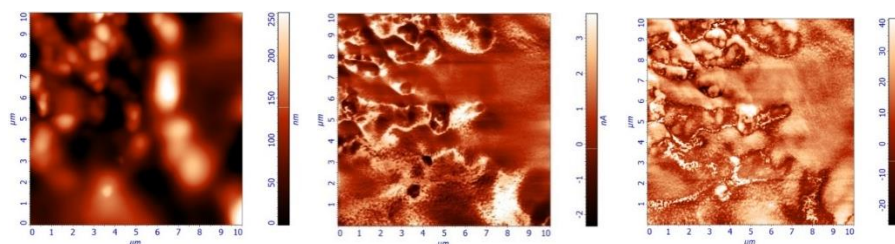


Figura 10. Topografie de suprafata 2D; raspunsul PFM in amplitudine si faza in aceiasi zona de $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$.

Compozitele flexibile au fost testate ca **senzori piezoelectrice**: tensiunea maxima colectata la o deformare periodica este obtinuta pentru aditia maxima de BaTiO_3 , $x = 40 \text{ wt.}\%$ ($\sim 1.92 \text{ V}$), cu o crestere de 157% fata de raspunsul piezoelectric al bio-polimerului pur ($\sim 1.22 \text{ V}$) (Figura 12).

Concluzie: In compozitele flexibile realizate prin inglobarea de nanoparticule cubice de BTO in biopolimer (gelatina) se imbunatateste

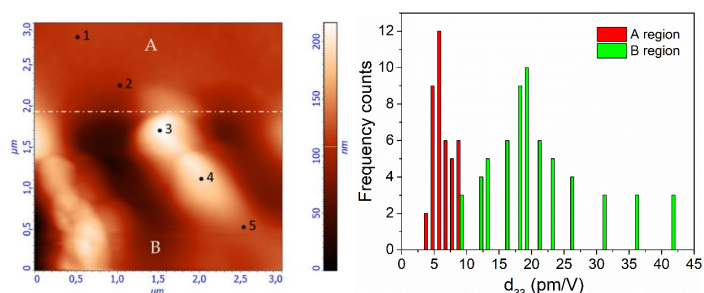


Figura 11. (a) Histograme ale coeficientului piezoelectric d_{33} obtinut prin masuratori in 100 pozitii (matrice 10×10) distribuite omogen pe o suprafata cu aria de $(3\mu\text{m} \times 3\mu\text{m})$; (b) topografie 2D pentru $x=40 \text{ wt.}\% \text{ BT}$

substantial raspunsul dielectric: permitivitatea creste de la 9.8 ($x=0$), la 11.4 ($x=6.25 \text{ wt.}\%$), 12.22 ($x=18 \text{ wt.}\%$), 13.4 ($x=25 \text{ wt.}\%$) si respectiv la 15.7 ($x=40 \text{ wt.}\%$), pentru frecventa $f=10^5 \text{ Hz}$, scade conductivitatea dc cu un ordin de marime si creste raspunsul piezoelectric de cca. 3 ori, in medie. In schimb, ca dezavantaj, scade campul de strapungere, ceea ce nu permite aplicarea tensiunilor mari pentru a creste capacitatea de stocare. Microstructurile

ar mai trebui optimizate in acest scop. *In schimb, compozitele BTO-gelatina sunt promitatoare ca senzori piezoelectrice biocompatibili si aplicatii in recuperare/conversie de energie bazata pe cuplaj piezoelectric.*

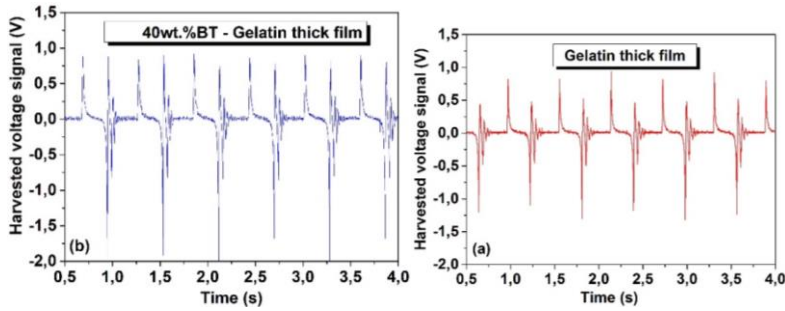


Figura 12. Raspunsul piezoelectric in tensiune la o actiune mecanica periodica ($f=1.71\text{Hz}$) pentru un film de gelatina (a) si pentru nanocompozitul 40wt.% BaTiO_3 -gelatina (b).

4.1.3.2. Prepararea si investigarea straturilor flexibile compozite cu matrice de PVDF si incluziuni hibride de Ag-BaTiO_3 , BaTiO_3 avand dimensiuni diferite. A doua clasa de compozite flexibile a fost realizata prin inglobarea in PVDF a unor particule hibride de BaTiO_3 cu diferite granulatii, decorate cu

particule ultrafine de Ag.

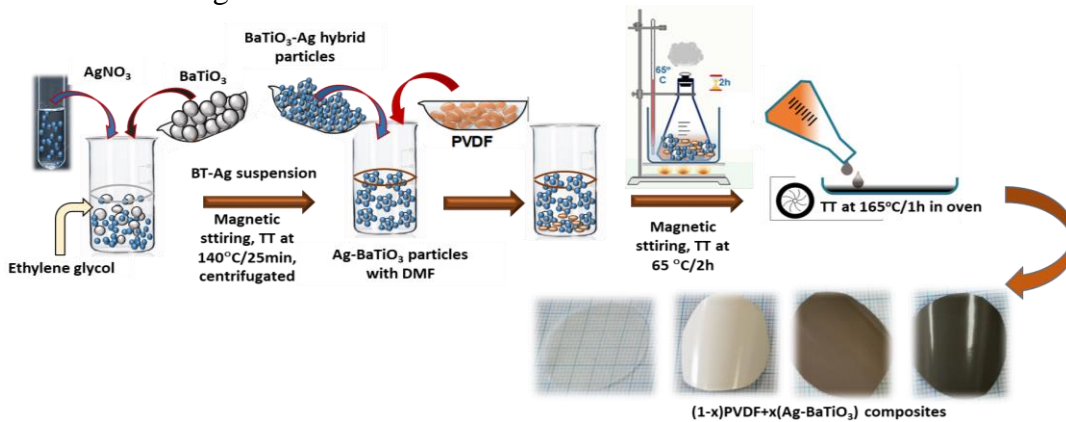


Figura 13. Schema de preparare a compozitelor flexibile cu incluziuni hibride $x(y\text{Ag}-(1-y)\text{BT}_{\text{GS}}) - (1-x)\text{PVDF}$

Esantioanele au fost realizate dupa schema de preparare din Figura 13, caracterizate structural prin XRD si AFM/PFM/KPM (Figura 14), apoi prin spectroscopie de vibratie FTIR (Figura 15), iar din punct de vedere micro/nanostructural prin TEM, SEM. Nanoparticulele de Ag au fost depuse pe trei tipuri de BT cu granulatii diferite (obtinate hidrotermal ~ zeci de nm si respectiv de ~ sute de nm, prin reactie in stare solida, fiind calcinate la 1000°C si respectiv la 1100°C pentru a varia granulati pulberilor).

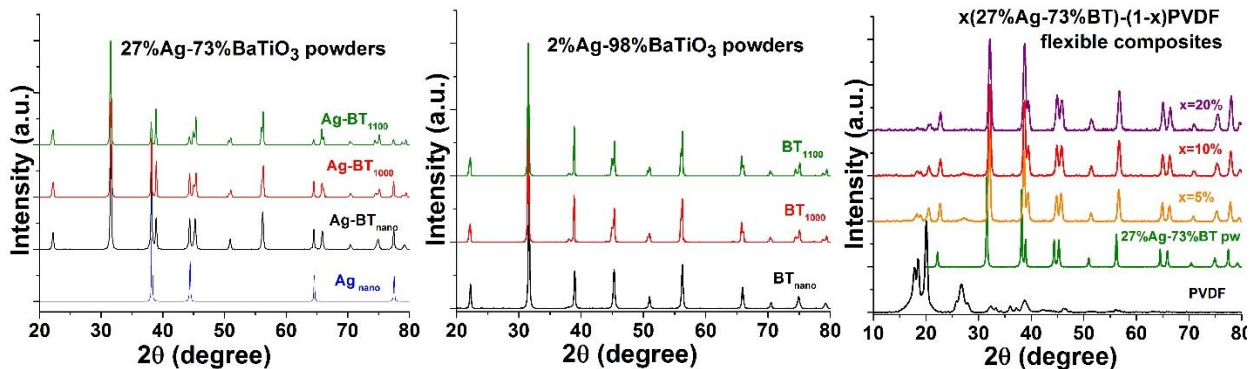


Figura 14. Difractograme ale pulberilor hibride si ale compozitelor flexibile $x(y\text{Ag}-(1-y)\text{BT}_{\text{GS}}) - (1-x)\text{PVDF}$.

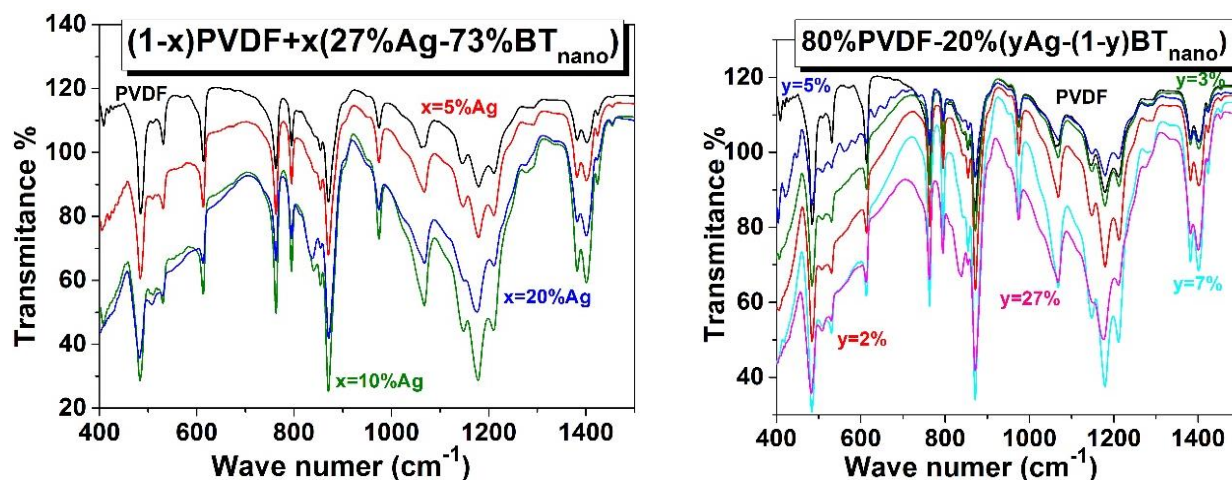


Figura 15. Spectre FTIR ale compozitelor flexibile $x(y\text{Ag}-(1-y)\text{BT}) - (1-x)\text{PVDF}$

In continuare, din analiza combinata XRD si FTIR urmeaza a se cuantifica fractia fazei cristaline in compozit si daca prezenta incluziunilor de Ag-BT cu diferite marimi ale particulelor de BT si diverse concentratii modifica ponderea fazelor cristaline α , β , γ ale polimerului matrice PVDF.

4.1.3.2. Caracterizare micro si nanostructurala. Studiul TEM/HRTEM si analiza elementala EDX a pulberilor de Ag-BT cu diferite dimensiuni ale BT inainte de inglobare in polimer a fost realizata de catre partenerul INCDFM. In cazul folosirii BT ultrafin (diametrul mediu de 60.7nm), se obtin pe suprafetele particulelor initiale de BT prin precipitare si tratament termic, particule fine de Ag cu diametrul mediu de 4,7 nm, ambele tipuri de nanoparticule fiind caracterizate de distributii log-normale (Figura 16a). Diagramele de difractie de electroni indica o coexistenta a mai multor faze cristaline in cazul particulelor fine de BT, putand fi identificate spoturi specifice planelor (002) si (104) ale BT hexagonal, (100) ale BT tetragonal, etc. precum si (111) al Ag cubic.

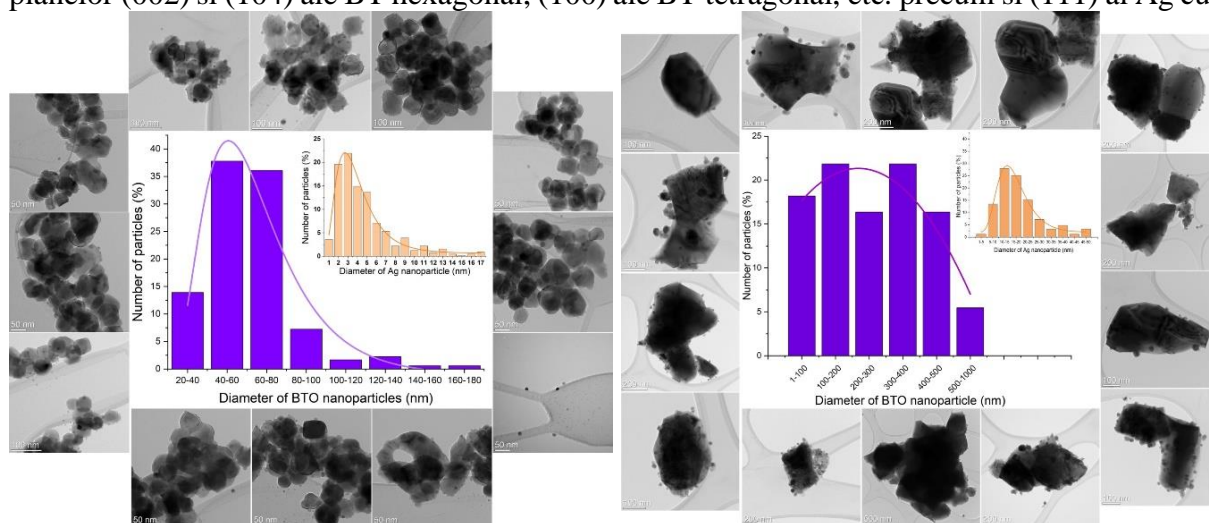


Figura 16. Distributii dupa dimensiuni ale nanoparticulelor de Ag si BT in pulberea compozit 2%Ag-98% BT_{nano}, precum si o parte din imaginile CTEM folosite pentru realizarea lor.

In cazul BTO obtinut prin reactie in stare solida calcinat la 1000°C, diametrul mediu al particulelor sale este de 266 nm, cu o distributie larga (granule in domeniul 55-704 nm), iar al Ag precipitat pe suprafata acestora are diametrul mediu de 17.6 nm (Figura 16b). Dimensiunile mai mari ale Ag se explica prin

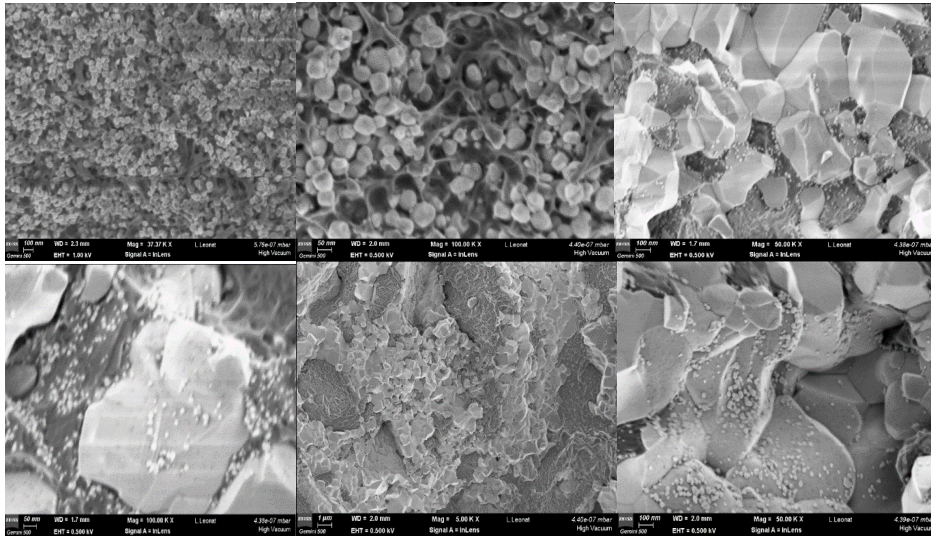


Figura 17. Imagini SEM obtinute din fractura nanocompozitelor cu 2% Ag-98% BTO in matrice de PVDF, in care BTO au trei granulatii diferite

prin suprafata specifica mai mica in cazul pulberii de BT cu granulatie mai mare, care creeaza un numar mai mic de centre de nucleatie pentru formarea particulelor de Ag primare in timpul precipitarii din solutie. Pentru toate tipurile de pulberi, spectrele EDX inregistrate au aratat ca nu exista alte elemente chimice in afara celor asteptate:

Ba, Ti, Ag, O (esantionului), Cu si C (grila de microscopie).

Analiza SEM pe suprafata si in sectiune transversala (realizate in crio-fractura proaspata) a filmelor groase cu diferite compozitii $x(yAg-(1-y)BT)-(1-x)PVDF$ si analiza elementala EDX a compozitelor (exemplu in Figura 17).

4.1.3.3 Raspuns piezoelectric (PFM) si electrostatic (KPFM). A fost evaluat raspunsul piezoelectric (Piezoforce microscopy PFM) si electrostatic (Kelvin probe microscopy KPFM) la nanoscala in compozitele hibride cu Ag-BT in matrice de PVDF (Figura 18).

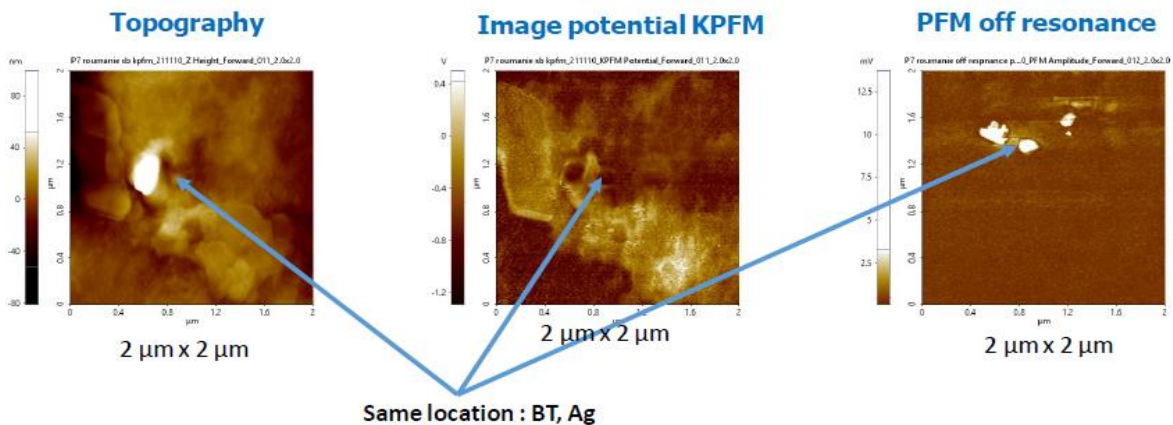


Figura 18. Topografie 2D, potential de suprafata (KPFM) si raspuns piezoelectric PFM pe suprafata compozitului 20% (27% Ag-73% BT)-80% PVDF

De exemplu, pentru compozitul cu formula 20% (27% Ag-73% BT)-80% PVDF cu BTO calcinat la 1000°C, a fost evidentiat un raspuns piezoelectric semnificativ in special in zonele bogate in BT,

precum si o distributie a potentialului electric local, care prezinta particularitati in vecinatatea nanoparticulelor metalice si este uniform in zona bogata in PVDF, avand valori mai mici in vecinatatea BTO, datorita permitivitatii mari a acestuia.

4.1.3.4. Rolul aditiei de Ag-BT asupra proprietatilor electrice ale compozitelor. Proprietatile electrice ale compozitelor au fost determinate in functie de trei parametri care au variat: (i) dimensiunea initiala a particulelor de BaTiO₃, (ii) aditia de nanoparticule de Ag din pulberile hibride si (iii) aditia totala de incluziuni hibride in PVDF (la cantitati date de Ag din pulberea initiala). Toti acesti parametri duc la cresterea permitivitatii fata de cea a polimerului pur PVDF. De exemplu, Figura 19 arata cresterea permitivitatii de circa trei ori odata cu aditia totala de incluziuni hibride pentru o concentratie de 27%Ag in pulberea initiala, pentru compozitul cu formula $x(27\%Ag-73\%BT)-(1-x)PVDF$: de la 12 ($x=0$) la 35 ($x=20\%$) la 100Hz si respectiv, de la 10 ($x=0$) la 30 ($x=20\%$) la 10⁵Hz. Pierderile dielectrice nu se modifica practic cu aditia de particule hibride, avand valori mai mari la frecvente joase $tg\delta \sim 50\%$ (1Hz) (polarizare interfaciala–Maxwell Wagner) si la frecvente mari $tg\delta \sim 20\%$ (10⁶Hz) (probabil relaxare Debye), insa scad la 6-8% pentru $f \in (10^2-10^5)$ Hz, domeniul in care filmele compozite pot fi folosite in condensatori flexibili.

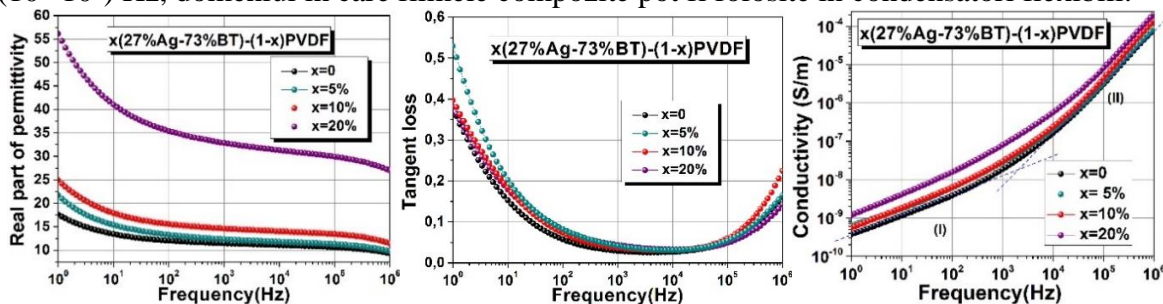


Figura 19. Variatia in frecventa la temperatura camerei a proprietatilor electrice (ϵ , $tg\delta$ si σ_{ac}) in compozitul cu formula $x(27\%Ag-73\%BT)-(1-x)PV$

Conductivitatea dc inca scade liniar la frecvente joase, deci σ_{dc} va avea valori cu cel putin un ordin de marime sub 10⁻¹⁰S/m. Conductivitatea σ_{dc} prezinta doua regiuni distincte de variatie liniara cu frecventa in scara log-log, corespunzand a doua contributii diferite care se modifica la cca 10³Hz. Mecanismele de relaxare dielectrica si ale conductivitatii vor fi analizate in detaliu in etapele urmatoare in functie de temperatura, pentru a se optimiza acest tip de compozite pentru a limita pierderile dielectrice.

Activitate 4.2.2. Calcularea densitatii de energie inmagazinate in aceste straturi subtiri dielectrice incorporate in condensatori pe substraturi rigide si flexibile si corelarea acestor valori cu marimea nanoparticulelor constitutive si fractia de masa a acestora in straturi subtiri nanocompozite. Analiza efectelor de interfata metal-semiconductor-dielectric

I. Valori experimentale. Din dependentele P(E) obtinute pentru straturile groase de Ag-BT inglobate in PVDF, au fost determinate energiile stocate si pierderile prin histerzis, precum si eficienta de stocare, pentru diferite campuri si pentru valoarea maxima a campului la care au rezistat aceste materiale compozite (~145 kV/cm). Datorita cresterii semnificative a permitivitatii fata de cea a PVDF pur, toti parametrii sunt superiori in compozite fata de cele corespunzatoare polimerului. Pentru compozitele de BT-PVDF rezultatele sunt comparabile cu cele din literatura la aceste valori de camp (Figura 20), insa sunt foarte mici comparativ cu cele mai bune rezultate obtinute in materiale flexibile care au rezistat la campuri de pana la ~400 MV/m. Este de asteptat

ca prezenta Ag sa aduca o crestere a capacitatii de stocare prin cresterea permitivitatii; aceste compozitii vor fi analizate in etapele urmatoare. In continuare va trebui inca lucrat la optimizarea parametrilor de procesare din solutie care sa asigure cresterea densitatii esantioanelor, precum si a omogenitatii incluziunilor de BT si Ag-BT in matricea polimerica.

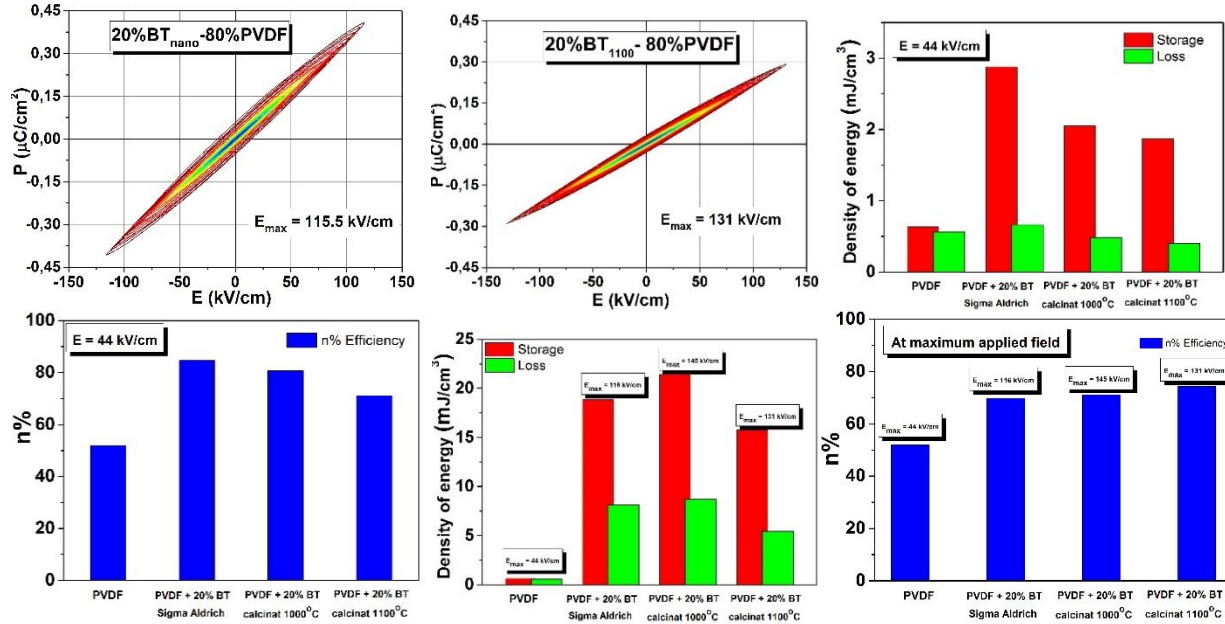


Figure 20. Exemple de dependente $P(E)$ si caracteristicile de stocare de energie electrostatica pentru filme groase de BT-PVDF cu diferite compozitii si granulatii ale BT.

II. Modelarea Proprietatilor Dielectrice ale Compozitelor pe Baza de $BaTiO_3$. În această etapă a fost studiat rolul incluziunilor de BT si Ag-BT asupra proprietăților dielectrice efective în compozite cu matrice polimerica (PVDF). S-au utilizat metode numerice validate experimental în cazul altor sisteme compozite precum ceramici poroase [2] sau compozite Ag- $BaTiO_3$ [3]. Codurile de simulare numerică care au fost dezvoltate se bazează pe metoda elementului finit (FEM), in care se rezolvă ecuația Laplace cu condițiile la limită specifice unui condensator cu plăci-plan paralele in elemente discretizate ale compozitului, rezultand potentialul electric local V_i si campul local E_i in fiecare dintre elementele discrete (i) ale structurii. Apoi, se estimeaza energiile electrostatice inmagazinate in fiecare element (i), iar prin insumarea lor rezulta energia totala stocata: $W_{tot} = \sum_{i=1}^N \epsilon_i E_i^2 V_i / 2$, care pe de alta parte, trebuie sa fie egala cu cea corespunzatoare unui mediu dielectric caracterizat prin permitivitatea efectiva:

$$\epsilon_{eff} \cdot W_{tot} = \frac{\epsilon_{eff} \cdot E_{ext}^2 \cdot V_t}{2} \quad (2)$$

Din relatia (2) se determina partea reala a permitivitatii efective. Au fost efectuate simulari pentru doua tipuri de incluziuni de BT inglobate in matrice de PVDF:

- (1) particule fine,
- (2) particule grosiere, care sunt respectiv:

(i) perfect dispersate sau

(ii) partial aglomerate in anumite regiuni fiind sau nu decorate cu nanoparticule ultrafine de Ag atasate pe suprafetele lor. Permitivitatile relative au fost considerate in simulari ca avand urmatoarele valori: $\epsilon_{PVDF}=10$, $\epsilon_{BT}=1000$, $\epsilon_{Ag}=10^6$ (de fapt, $\epsilon_{Ag} \rightarrow \infty$). Microstructurile simulate,

caracteristicile geometrice ale sistemului, valorile concentratiilor de Ag si BTO in fiecare caz precum si valorile obtinute din simulari pentru permitivitatea efectiva in fiecare caz sunt reprezentate in Figura 21.

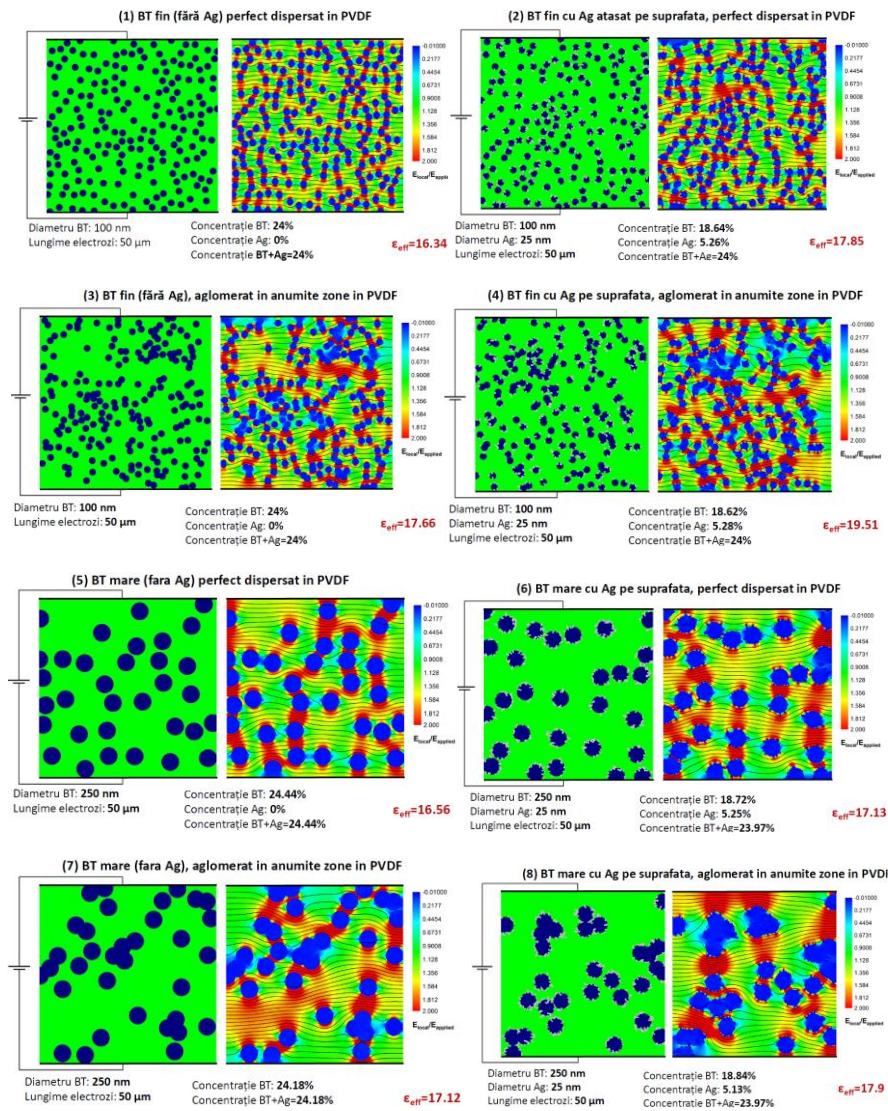


Figura 21. Simulări FEM ale compozitelor BT-PVDF și (Ag-BT)-PVDF cu diferite granulatii ale BT perfect dispersate sau partial aglomerate.

Rezultatele simularilor conduc la urmatoarele concluzii:

(i) permitivitatea efectivă nu depinde de dimensiunea particulelor (și de permitivitatea acestora) decât într-o foarte mică măsură;

(ii) permitivitatea efectivă depinde mult de microstructură (rezulta valori mai mari în cazul particulelor aglomerate decât în cazul particulelor perfect dispersate datorita concentrării campului electric in vecinatatea zonelor de aglomerare unde distanta dintre particule scade);

(iii) este posibil ca sistemele cu particule mari să prezinte multe zone cu clusteri și, de aceea, să prezinte valori mai mari ale permitivității efective, deci nu întotdeauna dispersarea perfecta este benefica pentru cresterea permitivitatii;

(iv) in toate tipurile de sisteme considerate, fie perfect dispersate sau care prezinta diverse grade de aglomerare, adăugarea de nanoparticule de Ag pe suprafata BT are ca efect creșterea permitivității efective, iar efectul este mai pronuntat în cazul particulelor fine de BTO (Figura 21: 2 și 4). *Ca observatie generala, microstructurile reale obtinute experimental sunt probabil cel mai bine descrise de situatile din Figurile 21: 1, 2, 7 și 8.* Valorile energiei electrostatice stocate pentru o valoare a campului de 150 kV/cm sunt prezentate in Figura 22, de unde rezulta ca microstructura (4) care corespunde unei aditii de BT cu granulatie fina decorat cu nanoparticule de Ag, partial aglomerat in anumite zone conduce la o valoare maxima a permitivitatii si in

consecinta, la o densitate de energie stocata de 19.5 mJ/cm^3 . Aceasta valoare este inca mica pentru a fi interesanta in aplicatii, insa o crestere a campului posibil de aplicat la 600 kV/cm ar putea conduce la o valoare substantial crescuta a energiei maxime stocate pana la 312 J/cm^3 .

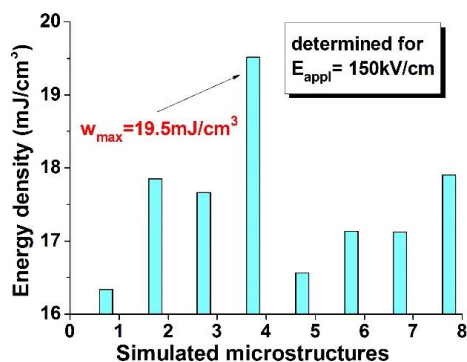


Figura 22. Densitati de energie calculate pentru microstructurile simulate in Fig. 21 la un camp aplicat de 150 kV/cm

Activitate 4.3. Caracterizarea completa a tranzistorilor cu efect de camp si a componentelor acestora

4.3.1. Preparare pulberi. Nanoparticulele se regasesc intr-o matrice partial cristalizata. Sunt preponderent cubice, dar unele sunt si sferice. Diametrele nanoparticulelor variaza intre 3 si 17 nm , diametrul mediu calculat fiind de 10.16 nm (Figura 23). Au fost masurate diametrele nanoparticulelor cu forma relativ bine definita si care au condus la valori

de aproximativ $6-7 \text{ nm}$. In imaginile HRTEM se pot observa nanoparticule cristalizate cu diametre mai mici in matrice. Doar cele cateva astfel de nanoparticule gasite in imaginile HRTEM au fost masurate si incluse in distributia de dimensiuni, dar ponderea lor per ansamblu este mult mai mare. Prin urmare, este de asteptat ca din masuratorile XRD sa rezulte un diametru mediu mai mic decat cel calculat pe baza imaginilor TEM.

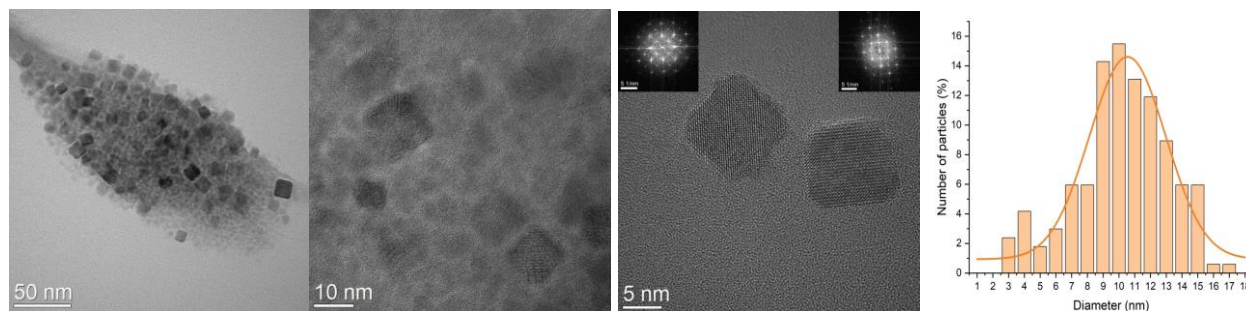


Figura 23. Imagini reprezentative TEM si HRTEM, transformata Fourier si distributia de dimensiuni a nanoparticulelor, ilustrand faptul ca nanoparticulele de BTO se gasesc intr-o matrice partial cristalizata

4.3.2. Preparare de straturi subtiri. Probele analizate au fost obtinute prin uscare la temperatura camerei si tratare ulterioara la urmatoarele temperaturi: 700°C , 800°C , 900°C , 1000°C . Alte doua probe au fost uscate pe plita, la 100°C si tratate la 700°C , respectiv 1000°C . Probele au fost analizate prin microscopie optica, microscopie de forta atomica (AFM) (Figura 24) si difractie de raze X (XRD). Toate probele prezinta maxime de difractie caracteristice titanatului de bariu crescut tetragonal (indexat conform fișei ICDD #01-070-9164). Straturile subtiri au fost uscate in conditii diferite pentru a identifica factorii care determina microstructura lor. Astfel, in cazul structurilor uscate in conditii ambientale si tratate termic la 700°C in cuptor, cu incalzire lenta (1°C/min) s-a observat ca prezinta o suprafata mai uniforma, fara crapaturi, dar cu ceva reziduuri (probabil din partea organica). Au fost depusi si electrozi de Au, de dimensiuni mici, cu speranta ca unii dintre ei nu vor avea crapaturi sub ei si se vor putea realiza masuratori electrice (in curs de desfasurare). Alternativ, au fost realizate filme composite de polimer cu incluziuni de BaTiO_3 . Compozitele au fost obtinute prin amestecarea pulberii de BTO in polimer in diferite raporte

masice PDMS:feroelectric = 1:1 si PDMS:feroelectric = 1:1.5 pentru a obtine paste destul de vascoase astfel incat sa pota fi folosite in instalatia Dr. Blade.

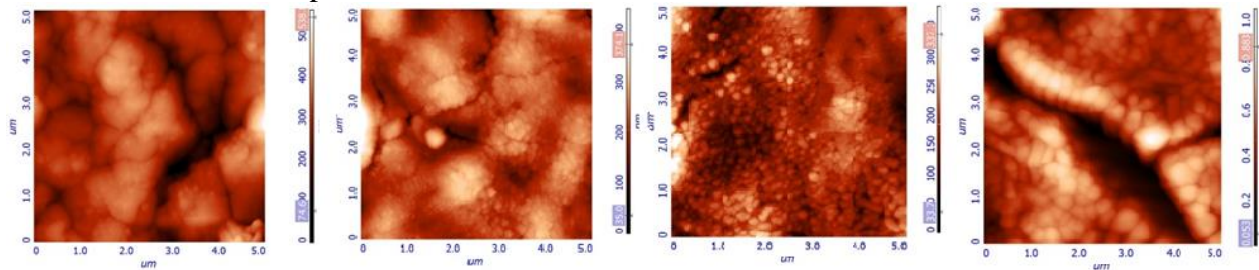


Figura 24. Imagini AFM pentru straturi subtiri tratate la temperature diferite (de la dreapta la stanga : 700, 800, 900 si, respectiv, 1000 °C)

Polimerul PDMS a fost obtinut prin amestecarea bazei cu agentul de reticulare in raportul masic de 10:1 timp de 10 min. Filmele au fost obtinute prin metoda Dr. Blade folosind instalatia conceputa si produsa in INCDFM, ‘home made’, cu o lama de intindere de tip "aplicator ajustabil" Elcometer 3580. Grosimea filmului poate fi ajustata in pasi de 10 micrometri pana la 6 mm. Metoda „doctor blade” este o metoda de sinteza care poate fi folosita pentru obtinerea pe suprafete mari de straturi oxidice subtiri sau groase. Tehnica „Doctor Blade” este o metoda ieftina cu aplicare in industrie, nu necesita aparate costisitoare, poate utiliza substraturi cu o geometrie flexibila si poate conduce la obtinerea unor suprafete lipsite de goluri sau crapaturi in conditii optimizate. Tratamentul termic de polimerizare s-a realizat la temperatura de 100°C timp de 1 ora. Caracterizarea feroelectrică s-a realizat pe pastile de compozit de forma patrata 10 x10 mm si grosimea in jurul valorii de 1mm, cu electrozi din sita de aluminiu (Al). Caracterizarea morfo-structurala a filmelor de tip compozit PDMS-BTO a fost investigata prin difractie de raze X (XRD). Din difractograma de raze X se poate identifica existenta fazei unice a materialului de interes, feroelectricul prezinta maxime de difractie inguste si intense ce apartin structurii tetragonale. Din analiza SEM

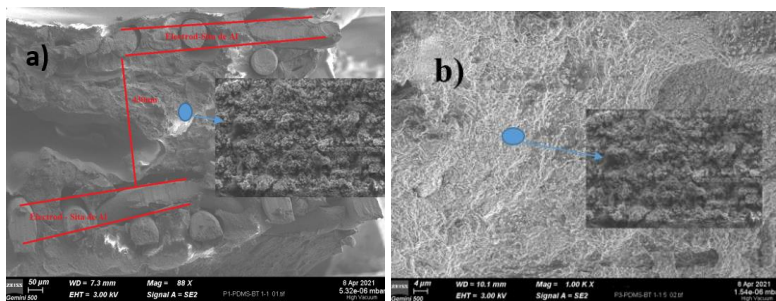


Figura 25. Imagini SEM corespunzatoare probelor PDMS:BT in raportul masic (a) 1:1 si (b) 1:1.5

S-au facut masuratori de polarizare (P) in cimpuri electrice (E), bipolare triunghiulare, cu valori maxime, cuprinse intre 20 kV/cm si 60 kV/cm, pentru caracterizarea proprietatilor feroelectrice. S-au diferentiat trei categorii de probe, denumite p1, p2, p3. S-au obtinut curbe de histerezis specifice materialelor dielectrice cu pierderi, asa cum se vede in Figurile 26a si 26b, in care sunt reprezentate curbele P - E pentru materialele p2, respectiv p3. Pentru proba p2, curbele au fost reprezentate pentru aceeasi valoare a cimpului maxim, dar cu perioade diferite, de la 3s la 10 s. Se observa cresterea suprafetei acestor curbe odata cu perioada de masura, datorita acumularii pierderilor dielectrice. Si in cazul probei p3, cu o concentratie mai mare de feroelectric, s-au obtinut curbe P - E cu pierderi, care cresc cu valorile cimpului maxim aplicat, pentru o valoare constanta a perioadei de 8s, asa cum se vede in Figura 26b. Aceeasi dependenta crescatoare se observa si in cazul polarizarilor maxime si remanente. Omogenitatea filmului de compozit obtinuta prin intinderea

pastei cu metoda dr Blade are un rol esential in reducerea pierderilor dielectrice, generate de prezenta porilor, de grosimea neuniforma si de micro-discontinuitatile pastei de compozit in timpul intinderii, care favorizeaza strapungerea dielectrica si aparitia curentilor de scurgere. Proba p1 desi are aceeasi compozitie ca p2 are curbele de histerezis mult mai subtiri, cu valori ale polarizarilor maxime mai mari decat p2, ceea ce inseamna pierderi dielectrice mai mici si omogenitate mai mare

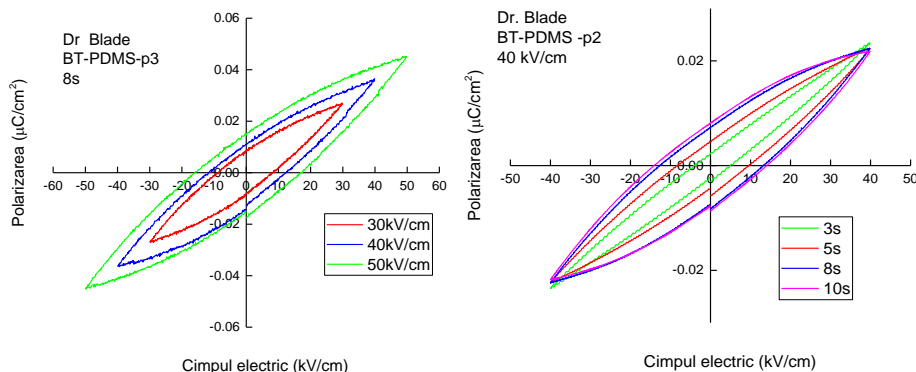


Figura 26. Curbele P-E (a) pentru proba p2, la cimp maxim de de 40 kV/cm si diferite perioade (figura din stanga); si pentru proba p3 la diferite valori ale cimpului maxim aplicat si aceeasi perioada (figura din dreapta).

bune. Curbele P-E ale probelor p2 si p3 sunt asemanatoare, diferenta constind in valoarea mai mare a polarizarii maxime a probei p3, datorata concentratiei mai mari de faza feroelectrică din compozit. Prezenta pierderilor determina „umflarea” curbei de histerezis si inclinarea acesteia spre axa orizontala, rezultind astfel reducerea polarizarii maxime. Studiul comparativ al comportarii feroelectrice a acestor probe permite estimarea calitatii filmelor de compozit obtinute prin aceasta metoda. Rezultatele obtinute pe probele composite sugereaza ca acest tip de material ar putea avea aplicatii in stocarea energiei insa trebuie optimizate pentru a creste densitatea masica de energie stocata.

4.3.2. Determinarea prezentei centrelor care pot captura purtatorii de sarcina prin determinarea regimului de saturatie a mobilitatii acestora in regim de saturatie si compararea acestor rezultate cu cele obtinute prin masuratori in regim linear.

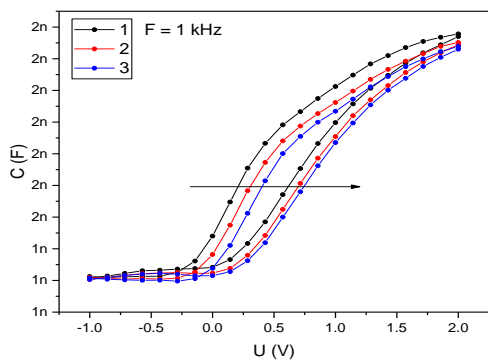


Figura 27. Dispersia caracteristicilor C-V inregistrate succesiv: prima inregistrare–negru, a doua inregistrare (rosu) si a treia inregistrare (albastru).

de interfata. Masuratorile de current TDRC au fost efectuate cu diferite rate de incalzire: 0.02 K/s, 0.05 K/s, 0.1 K/s, 0.183 K/s si 0.4 K/s si o tensiune de masura de -4 V (vezi Figura 28). Cresterea

a filmului de compozit. Proba p1 are curba de histerezis mult mai subtire decat ale probelor p2 si p3 si polarizarea maxima mai mare decat ale celorlalte doua probe, datorita pierderilor mai mici corespunzatoare unei omogenitati structurale mai

temperaturii cu o rata constanta de incalzire permite emisia purtatorilor de sarcina trapati pe stari de la interfata oxid-semiconductor sa fie emisi in benzile de energie. Astfel, in urma analizei semnalul TDRC au fost estimate densitatea si energia de activare a stariilor de interfata.

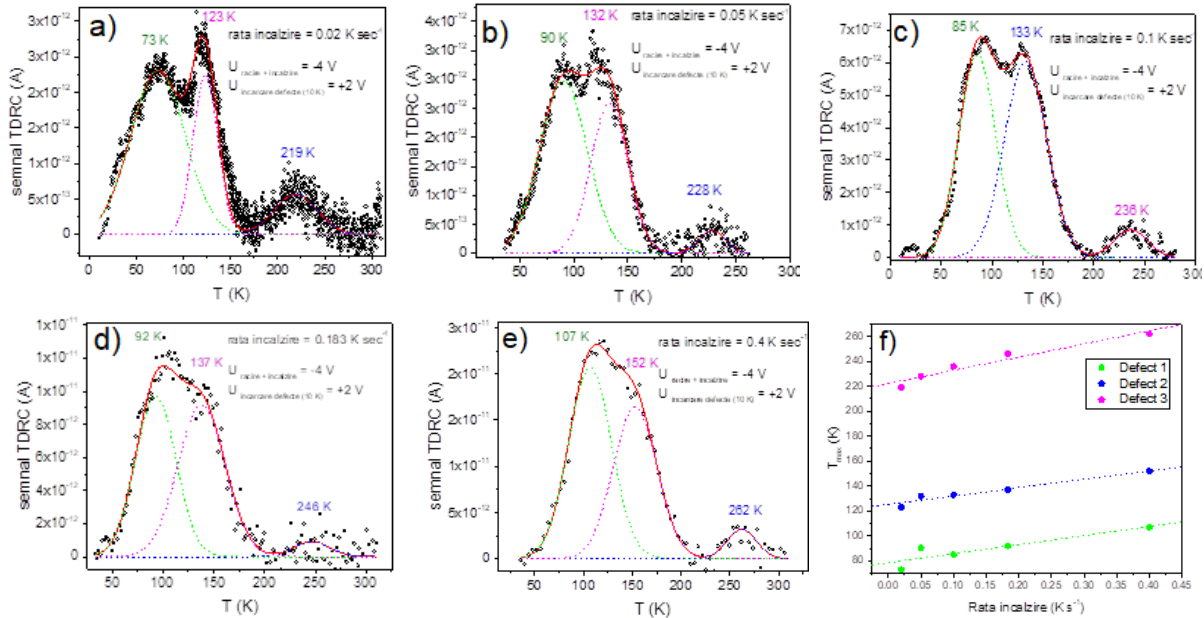


Figura 28. Dependenta semnalului TDRC in functie de temperatura pentru constanta de incalzire de 0.02 K/s (a), 0.05 K/s (b), 0.1 K/s (c), 0.183 K/s (d) si 0.4 K/s (e); variatia temperaturii maxime de pic in functie de rata de incalzire pentru cele trei stari detectate: defect 1 (verde), defect 2 – albastru si defect 3 (magenta).

Au fost indentificate trei nivele de captura (D1, D2 si D3, vezi si Fig. 29) avand $E_{tmax} = 0.05$ eV, 0.15 eV, respectiv 0.33 eV. Evaluarea densitatilor de stari cat si a energiei de activare a fost realizata utilizand ecuatiile 1 si 2 [Pintilie, I. *et al.*, J. Appl. Phys. **2010**, 108, 024503; Zhang, J. *et al.*, *Synchrotron Radiation*, **2012**, 19, 340].

$$D(E_t) = \frac{S(T)}{q \times A \times \beta [1.92 \times \log(\frac{\nu}{\beta}) + 3.2] \times 10^{-4} eV/K} \quad (1)$$

$$E_t = T \times [1.92 \times \log(\frac{\nu}{\beta}) + 3.2] \times \frac{10^{-4} eV}{K} - 0.0155 eV \quad (2)$$

$$\nu = 10^{(T_2 \log \beta_2 - T_1 \log \beta_1) / (T_2 - T_1)}$$

unde S(T) este semnalul TDRC, A este aria capacitorului MOS, ν este un factor de frecventa si β este rata de incalzire. Parametrii celor trei stari de interfata pentru D1, D2 and D3 sunt: D_{itmax} : 8.8×10^{12} , 6.1×10^{12} si $7.4 \times 10^{11} \text{ cm}^{-2} \cdot e \cdot V^{-1}$ iar E_{tmax} : 0.05, 0.15 si, respectiv, 0,33 eV. Densitatea totala a stariilor de interfata a fost estimata si din analiza caracteristicii de transfer liniara a tranzitorului (Figura 30) folosind ecuatiile 3:

$$D_{it} = \frac{C_{ox}}{q^2} \left(\frac{qSS}{kT \ln 10} - 1 \right) \quad (3)$$

unde C_{ox} este capacitatea izolatorului si SS este panta curbei de curent in regiunea de subprag din

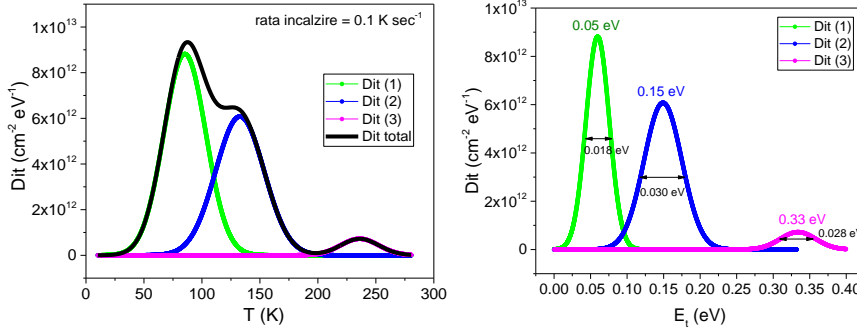


Figura 29. Distributia energetica a starilor de interfata: DIT vs. T (a) si DIT vs. Et (b).

caracteristica de transfer liniara. Valoarea densitatii de stari evaluata folosind ecuatia 3 este $6.4 \times 10^{12} \text{ cm}^{-2} \text{ eV}^{-1}$, fiind de acelasi ordin de marime cu cea estimata prin analiza TDRC. Acestei densitati de stari de interfata ii corespunde o mobilitate de canal de $17 \text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$ (in regim liniar) si $14 \text{ cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$ (in regim de saturatie).

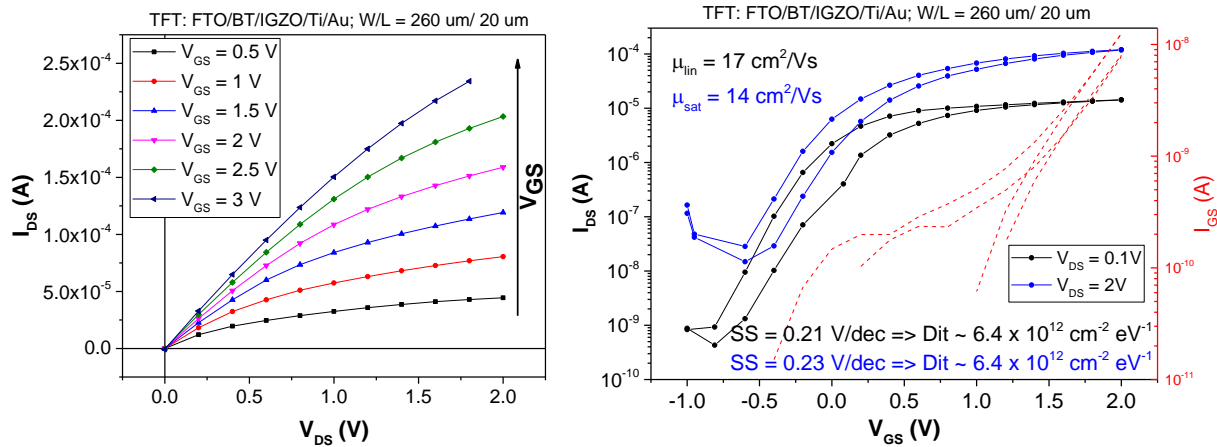


Figura 30. Caracteristica de iesire (a) si Caracterista de transfer liniara (b) a unui tranzistor avand dimensiunile de canal, W/L, de $260 \mu\text{m}/20 \mu\text{m}$.

Mobilitatea de canal a fost calculata folosind ecuatiile 4 (regim liniar) si 5 (regim de saturatie):

$$\mu_{lin} = \frac{L}{W} \frac{I_{DS}}{C_{ox}(V_{GS}-V_{th})V_{DS}} \quad (4)$$

$$\mu_{sat} = \frac{2L}{W} \frac{I_{DS}}{C_{ox}(V_{GS}-V_{th})^2} \quad (5)$$

unde L si W sunt lungimea si latimea canalului semiconductor si V_{th} este tensiunea de prag.

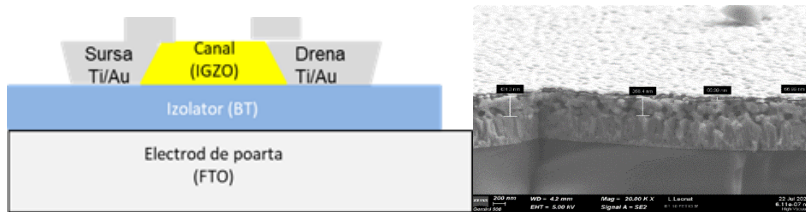


Figura 31. Schema structurii FET sticla/FTO/BT/IGZO/Ti-Au (stanga) si SEM in sectiune (dreapta)

In Figura 31 sunt prezentate schema a unui tranzistor avand poarta de BT deasupra pe FTO si canal de IGZO si imaginea SEM in sectiune a structurii FET analizata in aceasta etapa. Electrozii sursa si drena sunt din Ti/Au. Atat canalul semiconductor cat si

electrozii sursa/drena au fost fabricati prin fotolitografie, in conditii de camera curata. Dispozitivele fabricate au lungimea (L) canal de $20 \mu\text{m}$, largimea (W) fiind de $80 \mu\text{m}$, $100 \mu\text{m}$,

140 μm , 260 μm , 300 μm si 320 μm . Parametrii unor tranzistori reprezentativi fabricati in aceasta etapa sunt prezentati in Tabelul 1.

Tabelul 1. Parametrii tranzistorilor fabricati

W	80	100	140	260	300	360
$I_{\text{ON}}/I_{\text{OFF}}$	5.0×10^3	1.3×10^4	1.2×10^3	1.9×10^4	1.9×10^4	3.9×10^4
μ_{lin}	13	15	15	14	13	13

In concluzie, toate activitatile prevazute in aceasta etapă au fost îndeplinite 100%, rezultatele obținute fiind foarte promițătoare în derularea activităților ulterioare prevăzute în cadrul proiectului.

Diseminarea rezultatelor cercetării

I. Articole Științifice

1. V.A. Lukacs, G. Caruntu, O. Condurache, C.E. Ciomaga, L.P. Curecheriu, L. Padurariu, M. Ignat, M. Airimioaei, G. Stoian, A. Rotaru, L. Mitoseriu, Preparation and properties of porous BaTiO₃ nanostructured ceramics produced from cuboidal nanocrystals, *Ceramics International* **2021**, *47*, 18105.
2. Jiang, B.; Usher, T. M.; Jothi, P. R.; Kavey, B.; Caruntu, G.; Page, K. “Effect of Ligand Polarity on the Internal Dipoles and Ferroelectric Distortion in BaTiO₃ Nanocubes” *Chemistry- A European Journal*, **2021**, *27*, 8365.
3. Tian, X.; Caruntu, G.; Kavey, B.; Tan, X. ., “In situ TEM measurement of electrical properties of individual BaTiO₃ nanocubes” *Appl. Phys Lett.*, **2021**, *118*, 192901.
4. M. Nili-Ahmadababdi, R. Sarraf-Mamoory, A. Yourdkhani, A. Diaconu, A. Rotaru, Magnetic and electrical properties of Mg_{1-x}Co_xFe₂O₄ (x = 0-0.15) ceramics prepared by the solid-state method, *J. Eur. Ceramic Soc.*, **2022**, *42*, 442.
5. N. Varastegani, A. Yourdkhani, S.A. Seyed Ebrahimi, A. Rotaru, The effects of sintering temperature on structural, electrical, and magnetic properties of MgFe_{1.92}Bi_{0.08}O₄, *Journal of Electroceramics*, *46* (2021) 151-161
6. V. Mykhailovych, A. Kanak, Ș. Cojocaru, E.-D. Chitoiu-Arsene, M. N. Palamaru, A.-R. Iordan, O. Korovyanko, A. Diaconu, V. G. Ciobanu, G. Caruntu, O. Lushchak, P. Fochuk, Y. Khalavka, A. Rotaru, “Structural, Optical, and Catalytic Properties of MgCr₂O₄ Spinel-type Nanostructures Synthesized by Sol-Gel Auto-Combustion Method”, *Catalysts*, **2021**, *11*, 1476.
7. D. Bartos, C. Burducea, I. Burducea, G. Caragheorgheopol, F. Constantin, L. Craciun, D. Dorobantu, M. Ghena, D. Iancu, A. Marcu, G. Mateescu, P. Mereuta, V. Moise, C. Negrila, D. Negut, M. Petris, M. Petrovici, L. Radulescu, V. Aprodu, L. Prodan, A. Radu and G. Stoian, “Ageing studies of Multi-Strip Multi-Gap Resistive Plate Counters based on low resistivity glass electrodes in high irradiation dose”, *Nuclear Inst. and Methods in Physics Research*, **A**, **2021**, accepted.
8. Pasuk, I.; Neatu, F.; Neatu, S. ; Florea, M.; Istrate, C.M.; Pintilie, I.; Pintilie, L. “Structural Details of BaTiO₃ Nano-Powders Deduced from the Anisotropic XRD Peak Broadening” *Nanomaterials* **2021**, *11*, 1121.
9. V.A. Lukacs, M. Airimioaei, L. Padurariu, L.P. Curecheriu, C.E. Ciomaga, A. Bencan, G. Drazic, M. Avakian, J.L. Jones, G. Stoian, M. Deluca, R. Brunner, A. Rotaru, L. Mitoseriu, “Phase coexistence and grain size effects on the functional properties of BaTiO₃ ceramics”, *J. Eur. Ceram. Soc.* (in press) 2021 <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2021.12.024>

II. Participari la conferinte

a. Conferinte Internationale

1. N. Horchidan, C. Ciomaga, L. Curecheriu, L. Mitoseriu Preparation and functional properties of BaTiO₃-based ceramics, , XV National Meeting on Electroceramics, 7 - 9 July 2021, Vitoria-Gasteiz, Spain (<https://cicenergigune.com/en/agenda/xv-national-meeting-electroceramics>) **(oral)**
2. V.A. Lukacs, L. Padurariu, L. Curecheriu, C. Ciomaga, L. Mitoseriu, Scale-dependent properties in BaTiO₃ ceramics with structural instability, 6th Edition International Workshop of Materials Physics, 14-16 September 2021, Bucharest, Romania (<https://infim.ro/event/6th-edition-of-the-international-workshop-of-materials-physics-first-announcement-2021>) **(invited)**
3. R. Stirbu, V.A. Lukacs, L. Padurariu, L. Mitoseriu, Investigation of anisotropic porosity in BaTiO₃-based ceramics: Experiment and mesoscale models for strain-stress distributions, 14th ECerS Conference for Young Scientists in Ceramics (CYSC 2021), 20-23 October 2021, Novi Sad, Serbia (<http://old.tf.uns.ac.rs/cyssc/>) **(oral)**
4. T. Matei, V.A. Lukacs, L. Curecheriu, L. Mitoseriu, Role of composition on the electrocaloric properties of BaM_xTi_{1-x}O₃ ceramics, 14th ECerS Conference for Young Scientists in Ceramics (CYSC 2021), 20-23 October 2021, Novi Sad, Serbia (<http://old.tf.uns.ac.rs/cyssc/>) **(oral)**
5. V.A. Lukacs, L. Curecheriu, O. Condurache, M.T. Buscaglia, G. Caruntu, A. Rotaru, L. Mitoseriu, Comparative study of BaTiO₃ nanoceramics produced by nanocube and sphere-like nanoparticles with similar sizes, 14th ECerS Conference for Young Scientists in Ceramics (CYSC 2021) 20-23 October 2021, Novi Sad, Serbia (<http://old.tf.uns.ac.rs/cyssc/>) **(oral)**
6. C.E. Ciomaga, L. Padurariu, L. Curecheriu, N. Horchidan, A. Rotaru, G. Caruntu, L. Pintilie, L. Mitoseriu, The role of microstructure on dielectric properties of polymer-based composites: Experiment and modelling, Sixth International Symposium on Dielectric Materials and Applications (ISyDMA'6), Littoral-Côte d'Opale University, 15-17 December 2021, Calais, France **(poster)**
7. Kavey, B.; Caruntu, D.; Rotaru A.; Caruntu, G. "Perovskite Nanocrystal Dielectrics for Flexible Electronic Applications", Materials Research Society, Fall Meeting, November 30-December 2, 2021, Boston, MA.
8. Aurelian Marcu, Razvan Ungureanu ,Bogdan Calin, Raluca Ianchis, Sevinci Pop, Mihai Serbanescu, Gabriel Cojocaru, „In-situ bio-compatible iron based nanoparticle fabrication with ultra-short laser pulses”, SPIE Optics & Photonics 2021, 1-5 August, San Diego, USA

b. Conferinte Nationale

1. T. Matei, V.A. Lukacs, L. Curecheriu, L. Mitoseriu, Rolul compoziției ceramicilor pe bază de BaTiO₃ asupra efectului electrocaloric, FarPhys - Sesiune de comunicări științifice studențești, Iasi, România, 29 octombrie 2021 **(oral)**.

III. Brevete

Un brevet cu Titlul *Procedeu de sinteză a particulelor de BaTiO₃ cu dimensiuni mai mari de 100 nm si morfologie cubică* este in lucru si va fi depus la OSIM in cursul lunii Decembrie 2021 sau Ianuarie 2022.

Director Proiect
Conf. univ. dr. Aurelian ROTARU