



UNIVERSITATEA „ALEXANDRU IOAN CUZA” din IAȘI

Institutul de Cercetări Interdisciplinare

Departamentul de Științe, Centrul RAMTECH

Studiul pulverizării magnetron în impulsuri de mare putere. Aplicații

CS II dr. Vasile TIRON

Cuprins

I. Dezvoltarea carierei de cercetare

I.1. Descărcarea magnetron în impulsuri de mare putere (fast HiPIMS, m-HiPIMS, BP-HiPIMS)

I.2. Procesarea materialelor cu plasmă

I.2.1. Straturi subțiri dure (DLC, W, TiN, SiN)

I.2.2. Electrozi transparenti (ZnO:Al)

I.2.3. Straturi subțiri fotocatalitice (ZnON, TiON)

I.2.4. Materiale pentru fuziune nucleară (WAl:D, W-Be, WN, W:Ne)

I.3. Tehnici de analiză a materialelor (AFM, PFM, MFM)

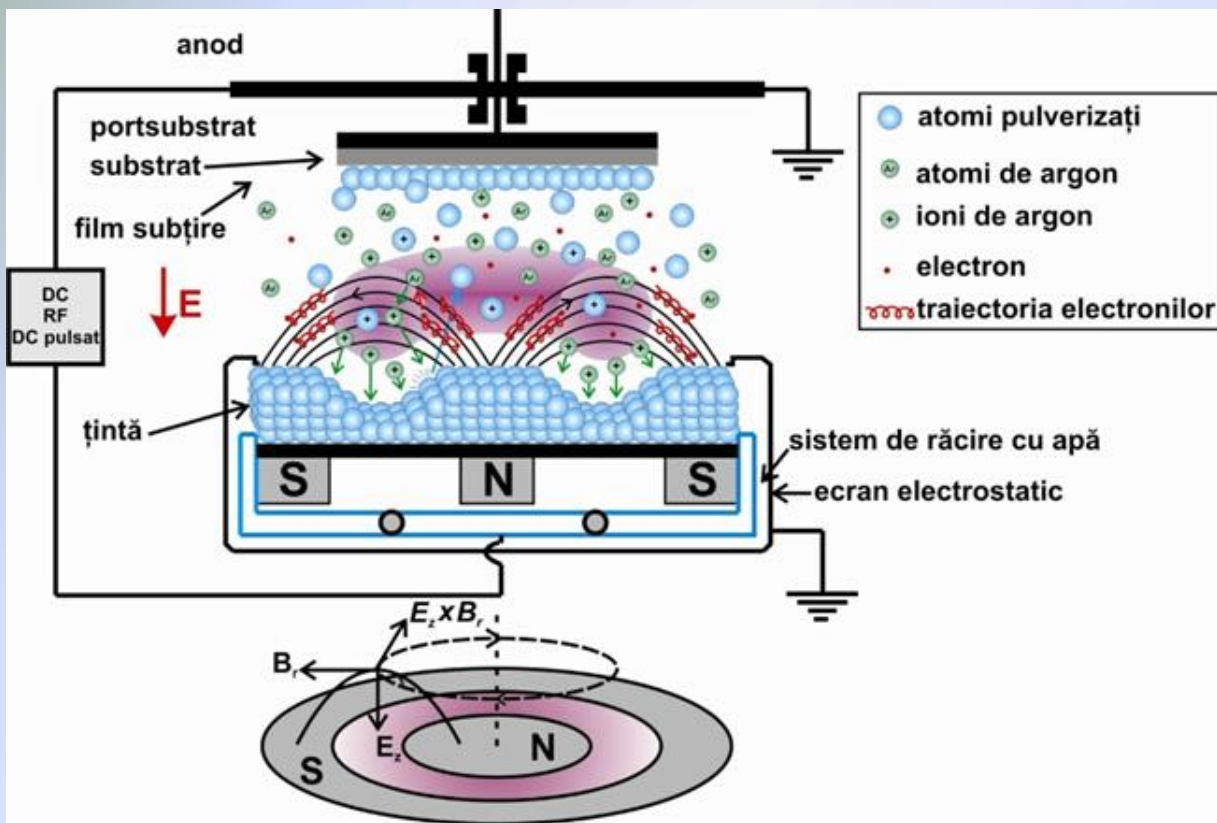
I.4. Proiecte de cercetare

I.5. Colaborări

II. Perspective ale activității de cercetare

I.1. Dezvoltarea de surse de plasmă

I.1. Descărcarea magnetron în curent continuu (dcMS)



Parametri de proces

- natura material pulverizat
- natura gaz (Ar, Ar+O₂/N₂)
- presiune: **1 - 50 mTorr**
- tensiune: **200 - 500 V**
- curent : **0.1 - 1 A**
- B_r: **200 - 1000 G**

Proprietăți film:

- puterea injectată (α , $\Gamma \sim P$)
- presiune gaz (Γ , $E_i \sim 1/p$)
- temperatura/tensiune polarizare substrat
- distanța țintă-substrat
- configurație câmp magnetic

Reprezentare simplificată a procesului de pulverizare magnetron:

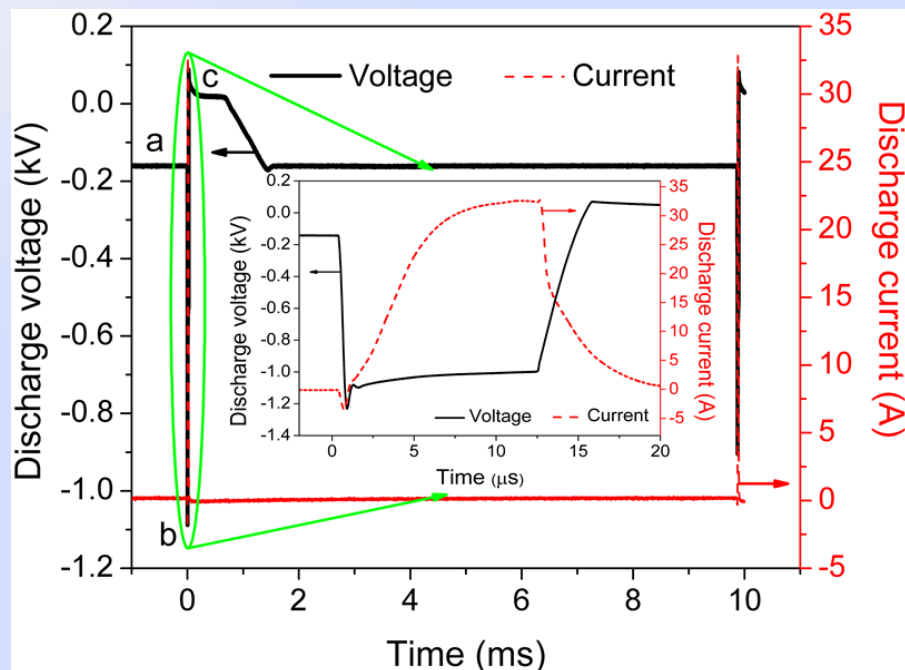
grad scăzut de ionizare al materialului pulverizat (~5%) → proprietăți ale straturilor subțiri (aderență, grad de cristalinitate și compactare, duritate, rugozitate) inferioare;

I.1. Dezvoltarea de surse de plasmă

I.1.1. Descărcarea magnetron în impulsuri de mare putere (HiPIMS)

HiPIMS: $P_{\text{inst.}} > 100 \times P_{\text{medie}}$
 $P_{\text{inst.}}/A > 0.6 \text{ kW/cm}^2$

- durată puls: **3-50 μs** ;
- tensiune pe puls: **-1kV**;
- curent : **10 - 100 A**;
- frecvență: **0.1 – 10 kHz**;
- presiune Ar: **5 - 50 mTorr**.

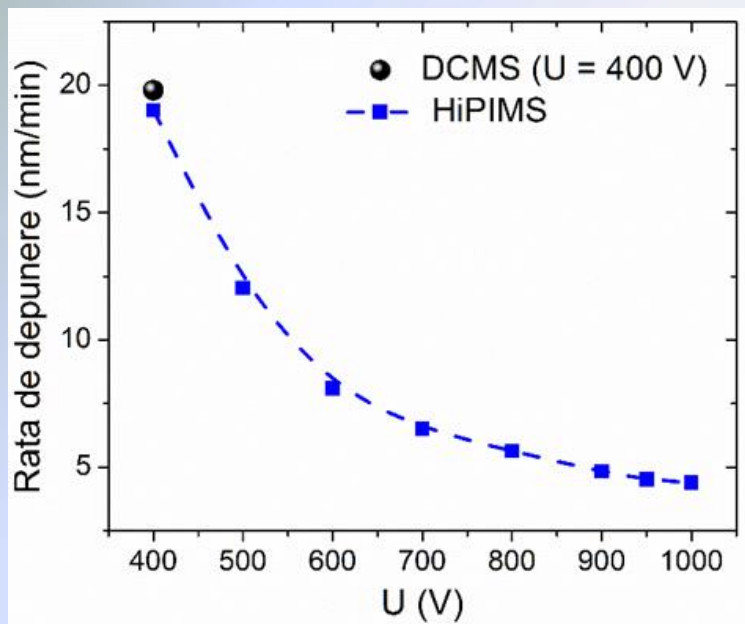


Evoluția temporală a tensiunii și intensității curentului electric pe durata pulsului;

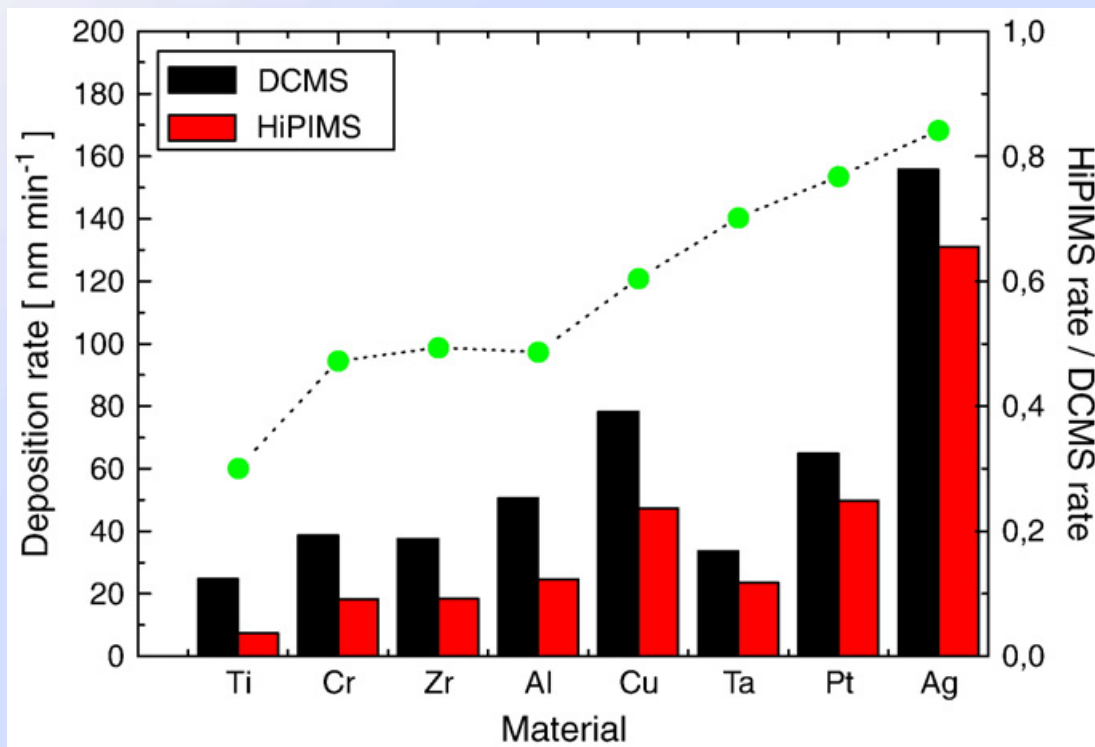
Avantaje:

- ✓ grad ridicat de ionizare al materialului pulverizat (~90%);
- ✓ proprietăți ale straturilor subțiri (aderență, grad de compactare și cristalinitate, duritate, rugozitate) superioare celor din dcMS;

I.1 Descărcarea magnetron în impulsuri de mare putere (HiPIMS)



Influența tensiunii asupra ratei de depunere ($P = 100$ W);



Rate de depunere pentru diferite materiale măsurate în regim DC și HiPIMS la aceeași valoare a puterii electrice pe descărcare;

Dezavantaj:

Rate de depunere mai mici decât în cazul dcMS

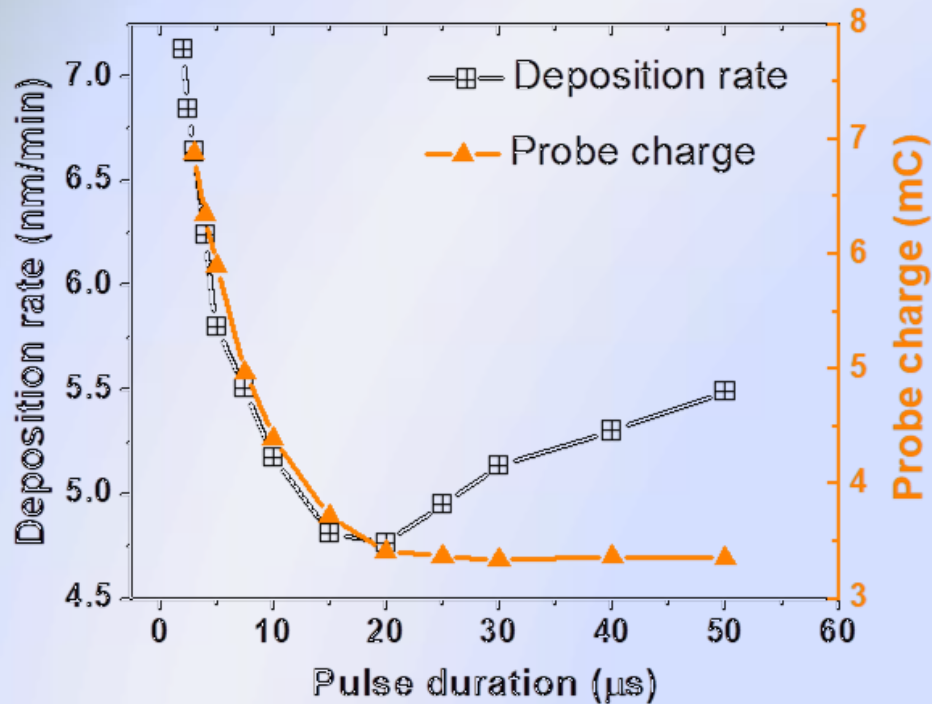
$$(R_{\text{HiPIMS}} = 0.2 - 0.8 R_{\text{dcMS}})$$



I.1. Dezvoltarea de surse de plasmă

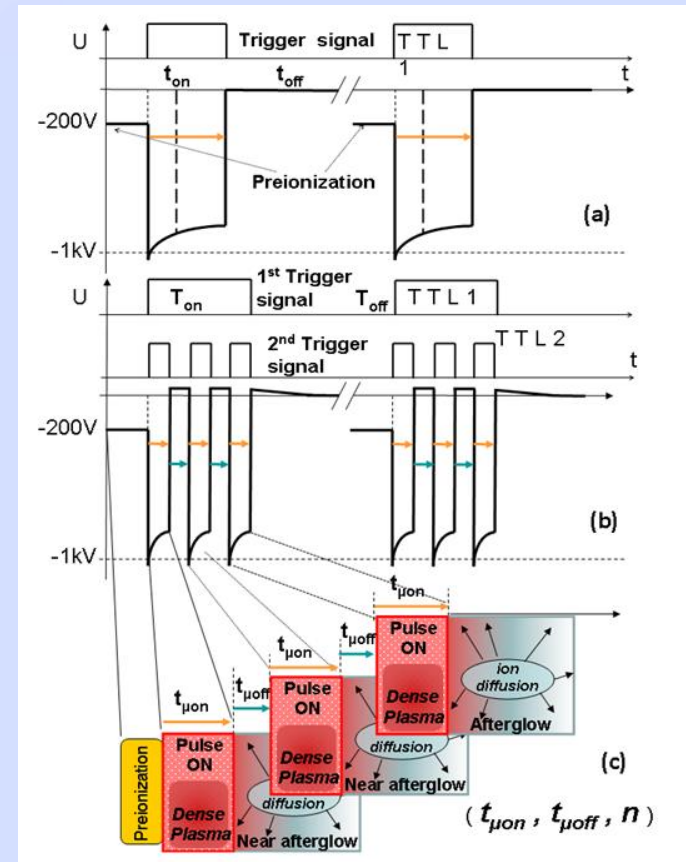
I.1. Descărcarea magnetron în impulsuri de mare putere (fast HiPIMS, m-HiPIMS)

Fast HiPIMS



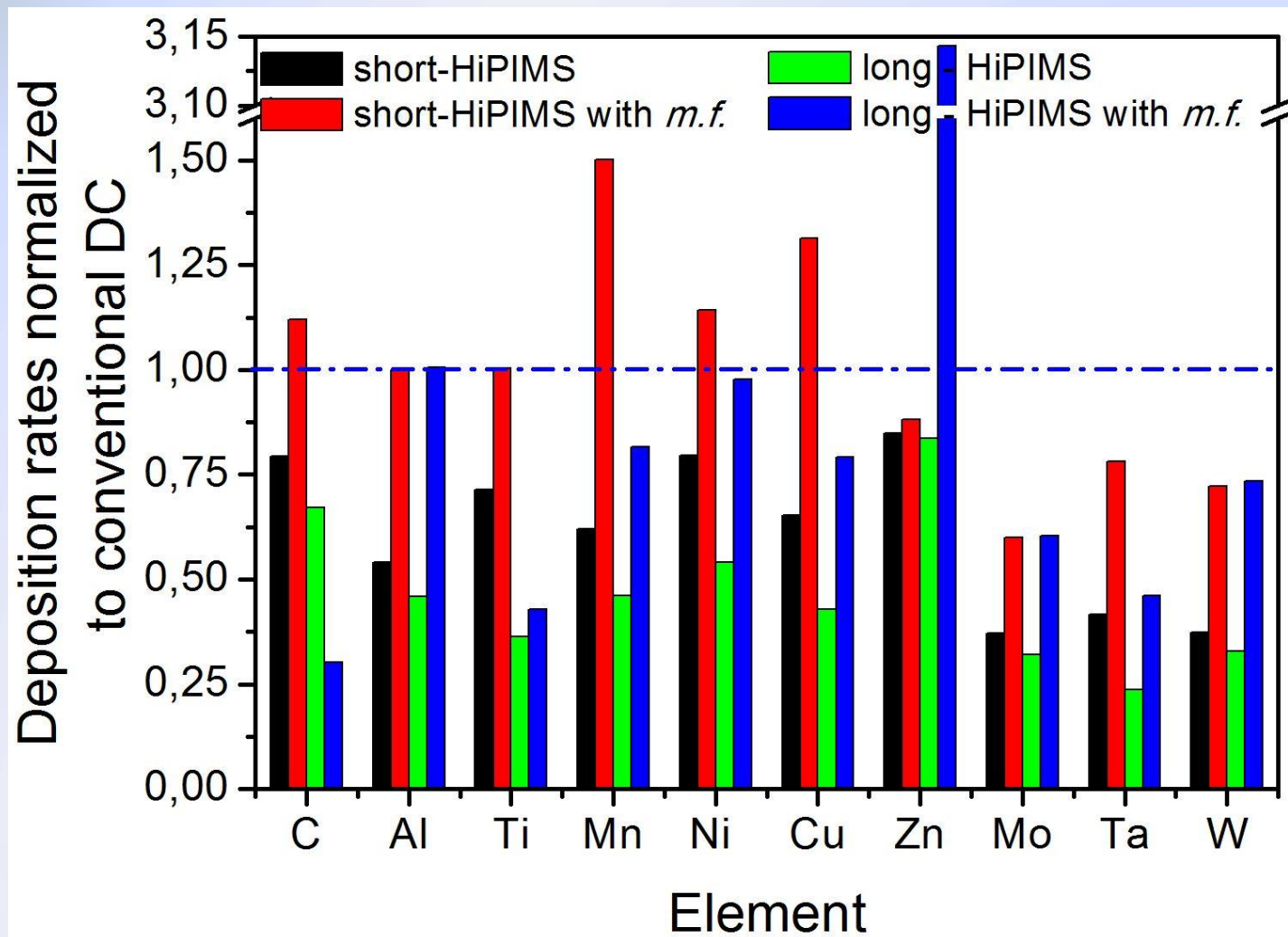
Rata de depunere și sarcina colectată de substrat funcție de durata pulsului (puterea medie = 100 W);

Multi-pulse HiPIMS



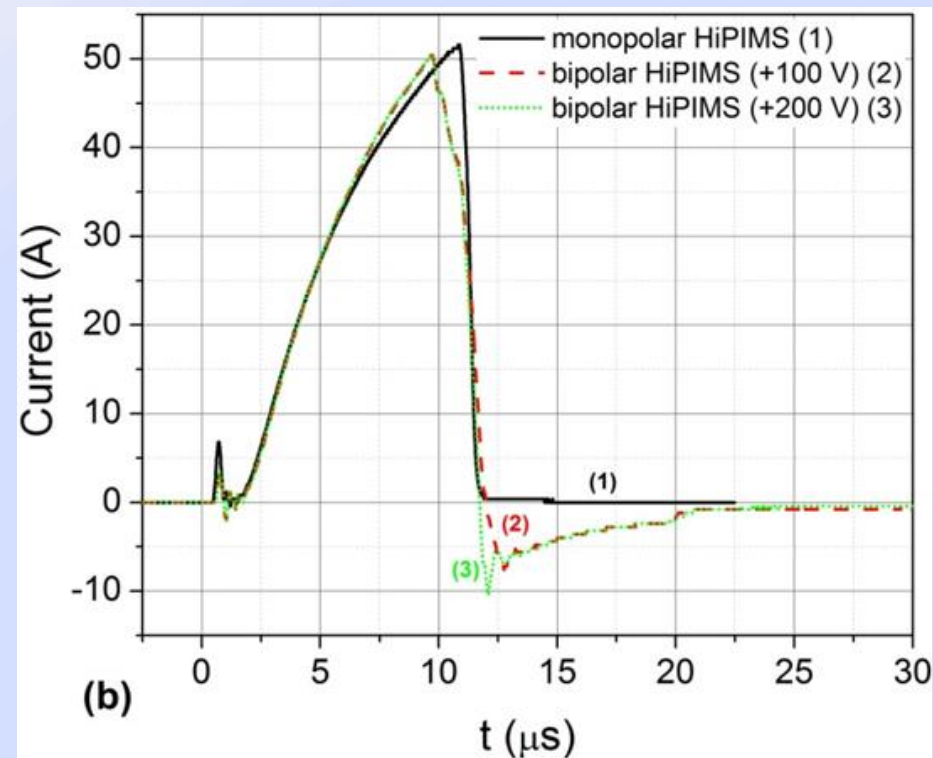
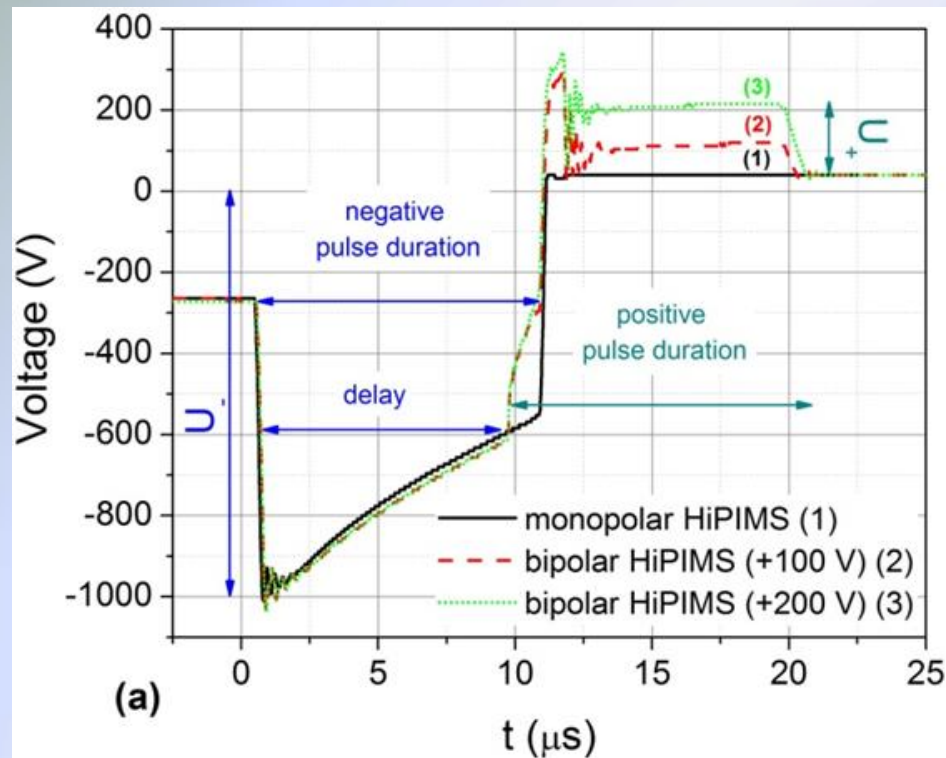
Standard HiPIMS ($t_{on} = 15 \mu\text{s}$) vs. m-HiPIMS ($3 \times 5 \mu\text{s}$);

I.1.1. Descărcarea magnetron în impulsuri de mare putere (fast HiPIMS, m-HiPIMS, mf-HiPIMS)



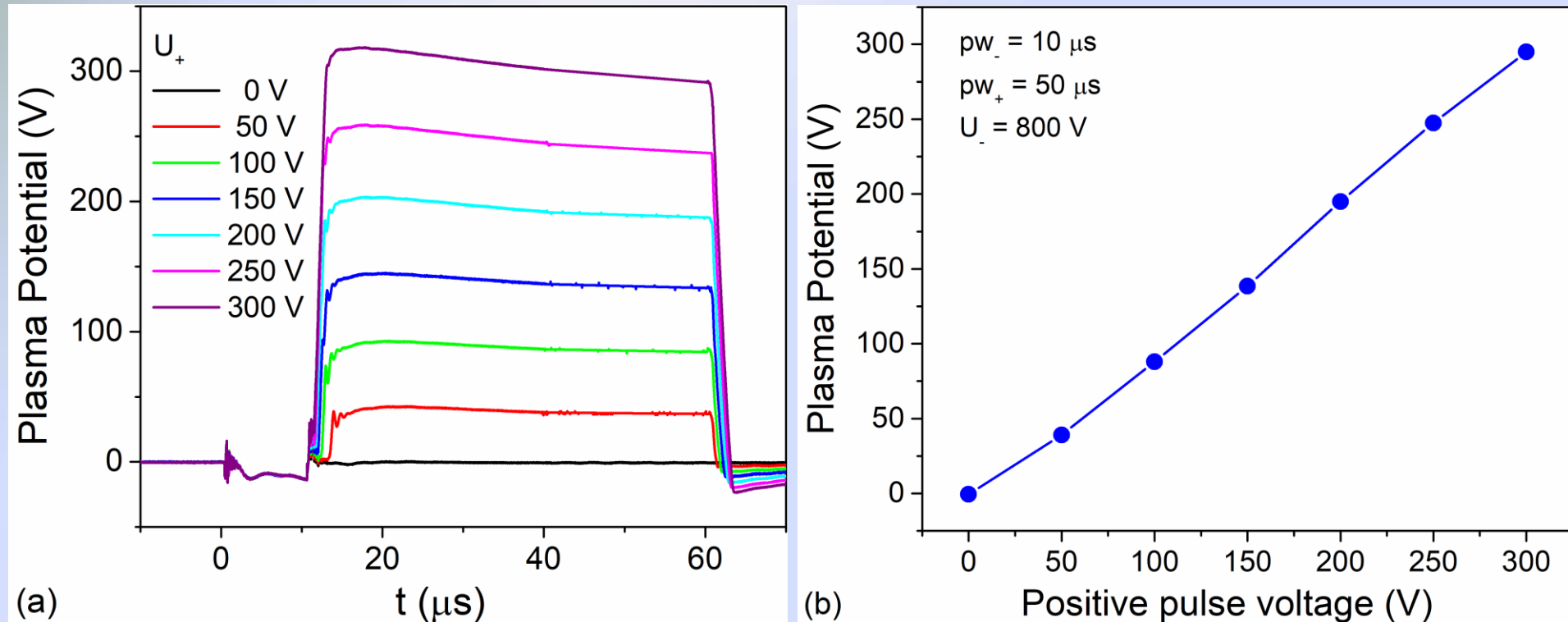
Rate depunere în HiPIMS normate la dcMS;

I.1. Descărcarea magnetron în impulsuri de mare putere (BP-HiPIMS)



Evoluția temporală a tensiunii și intensității curentului electric în monopolar și bipolar HiPIMS;

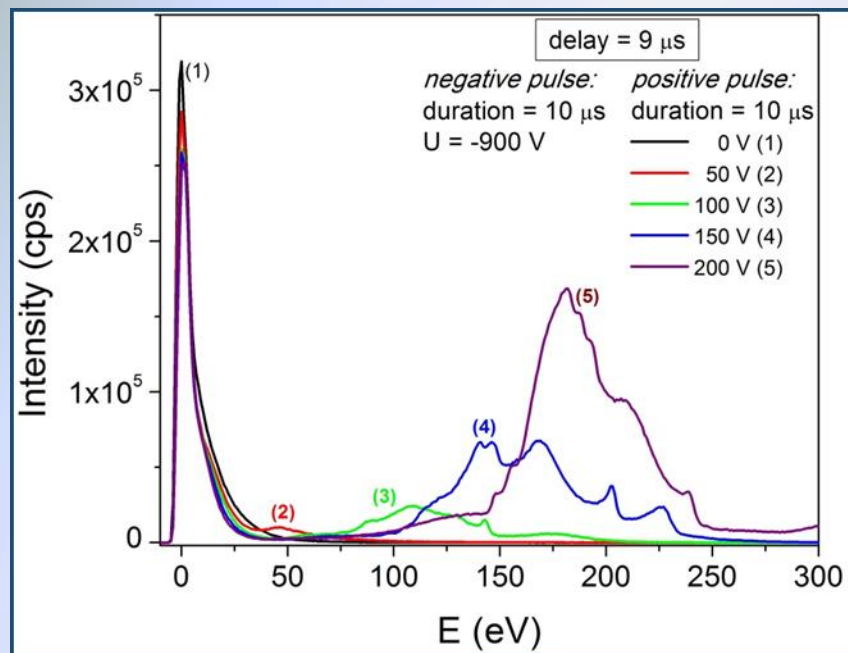
I.1. Descărcarea magnetron în impulsuri de mare putere (BP-HiPIMS)



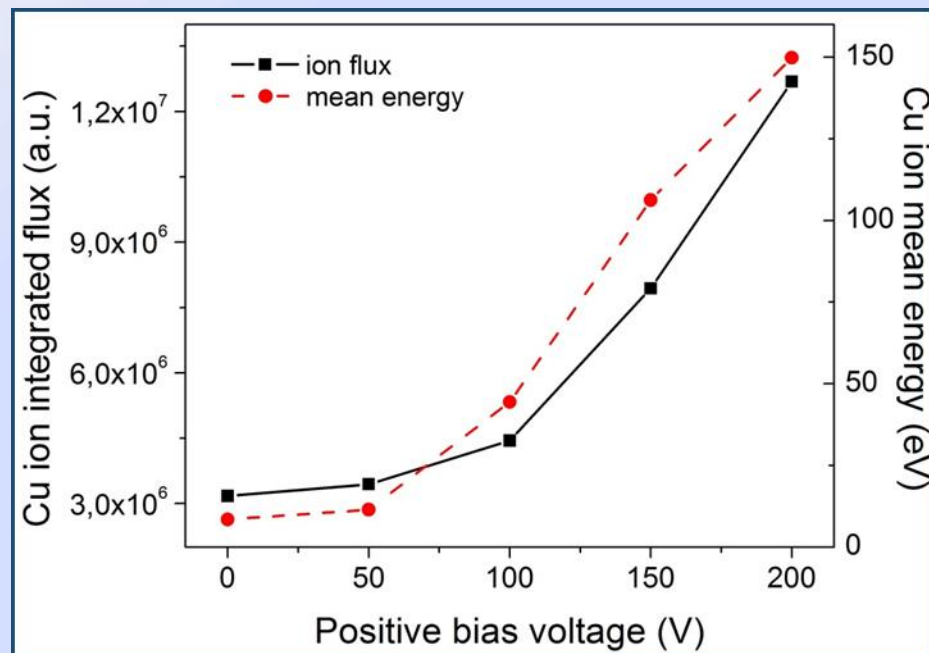
Influența tensiunii pozitive asupra evoluției temporale a potențialului plasmei (a) și a valorii medii a potențialului în timpul pulsului pozitiv (b).

$$E_T = E_i + e(V_p - V_s)$$

I.1.1. Descărcarea magnetron în impulsuri de mare putere (BP-HiPIMS)



Funcțiile de distribuție după energie a ionilor de Cu funcție de valoarea tensiunii pe pulsul pozitiv;

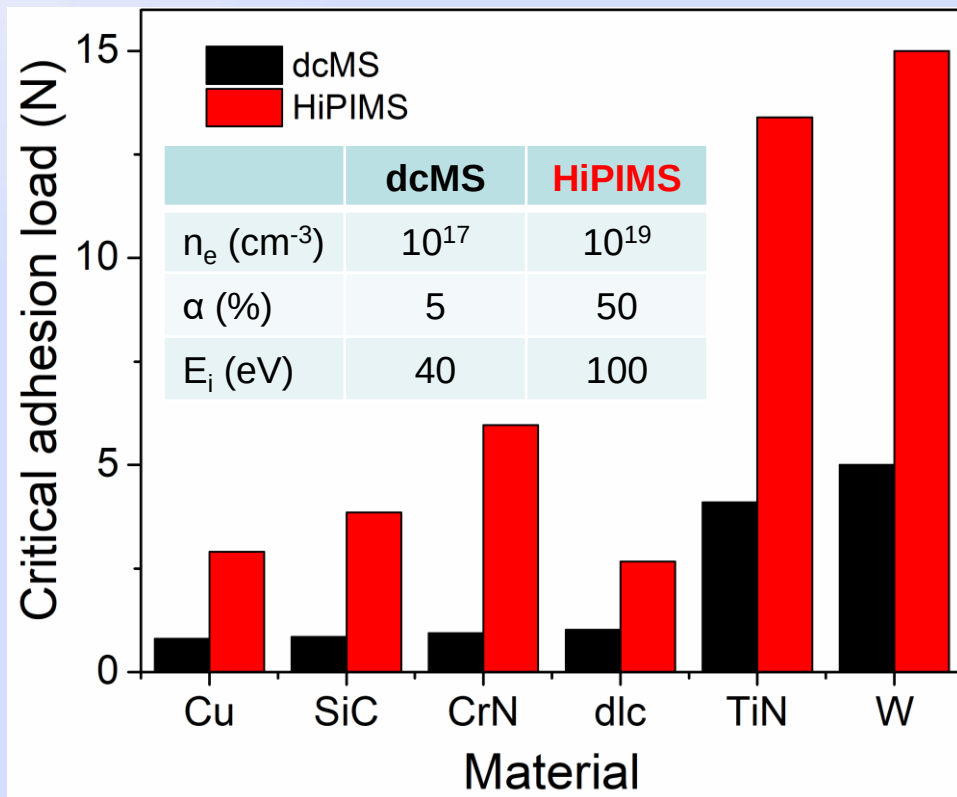
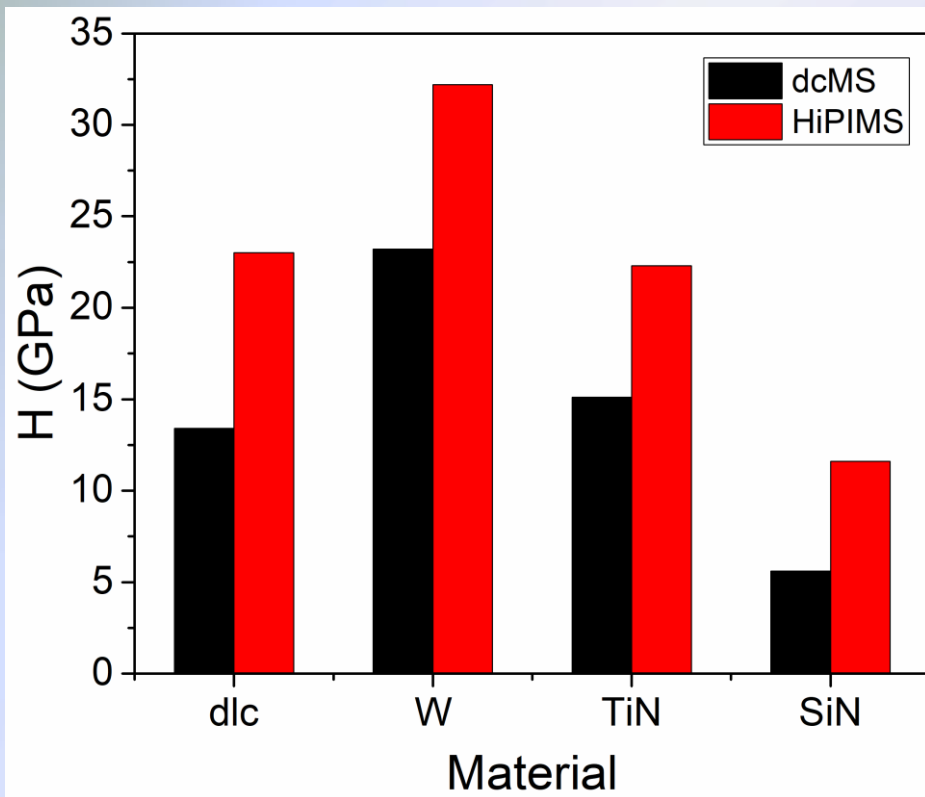


Dependența fluxului de ioni și a energiei medii funcție de valoarea tensiunii pe pulsul pozitiv;



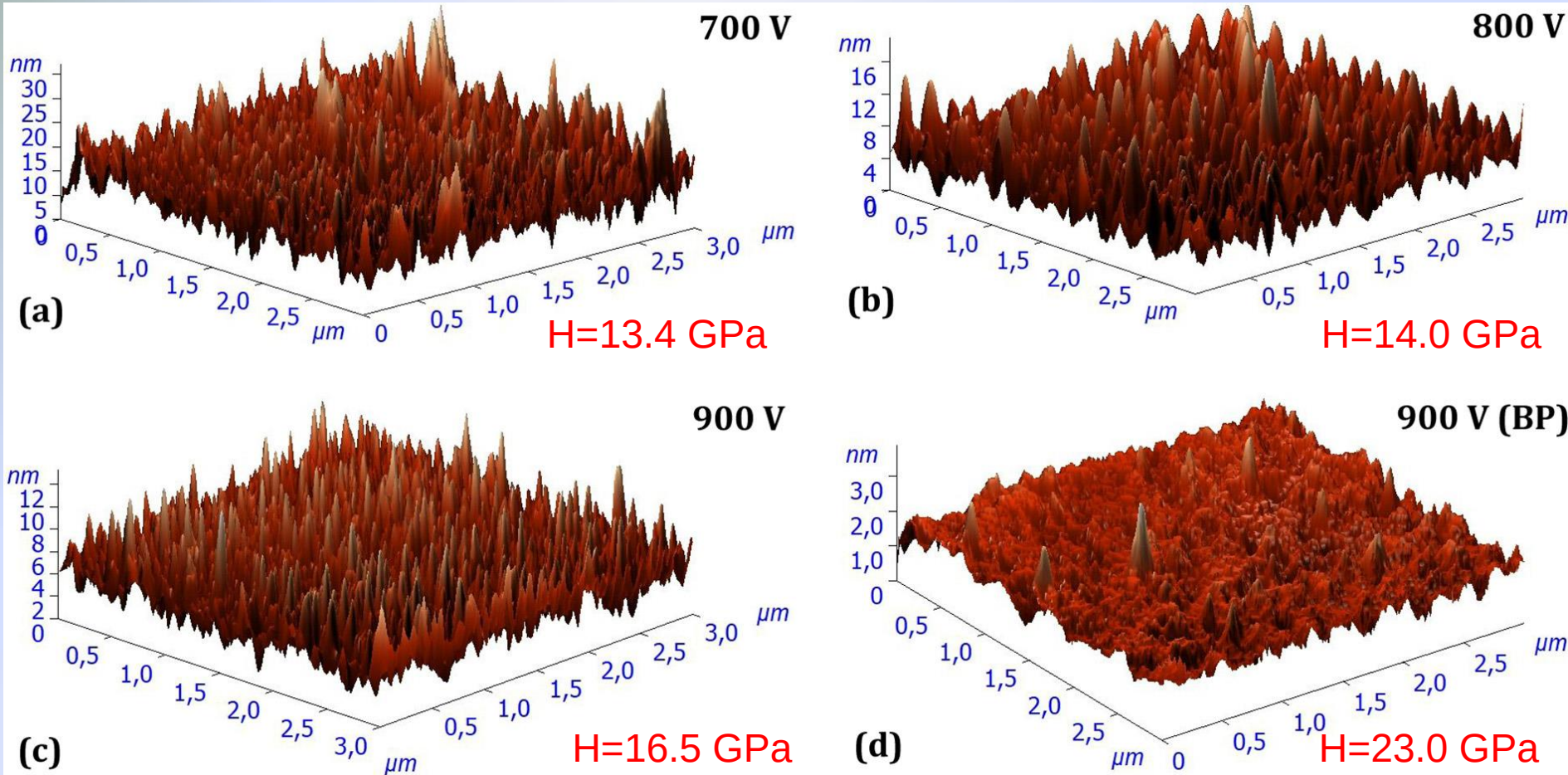
I.2. Procesarea materialelor cu plasmă

I.2.1. Straturi subțiri dure (dlc, W, TiN, SiN, CrN)



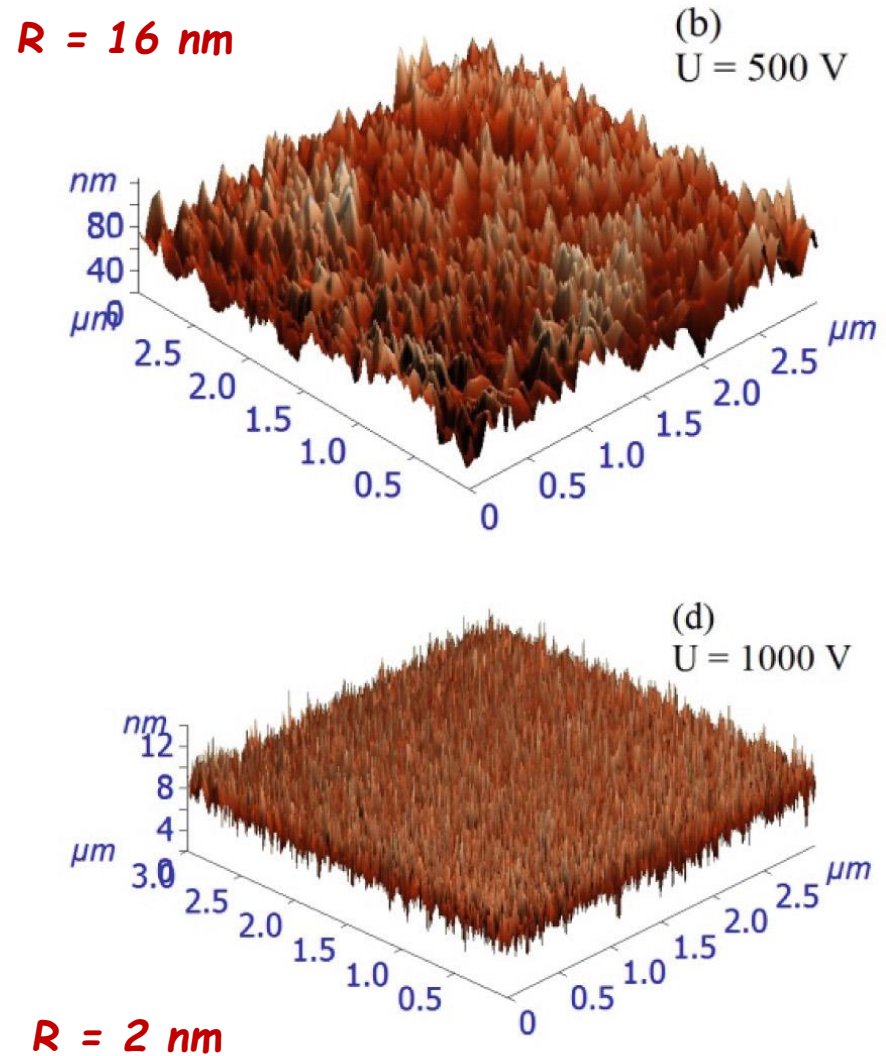
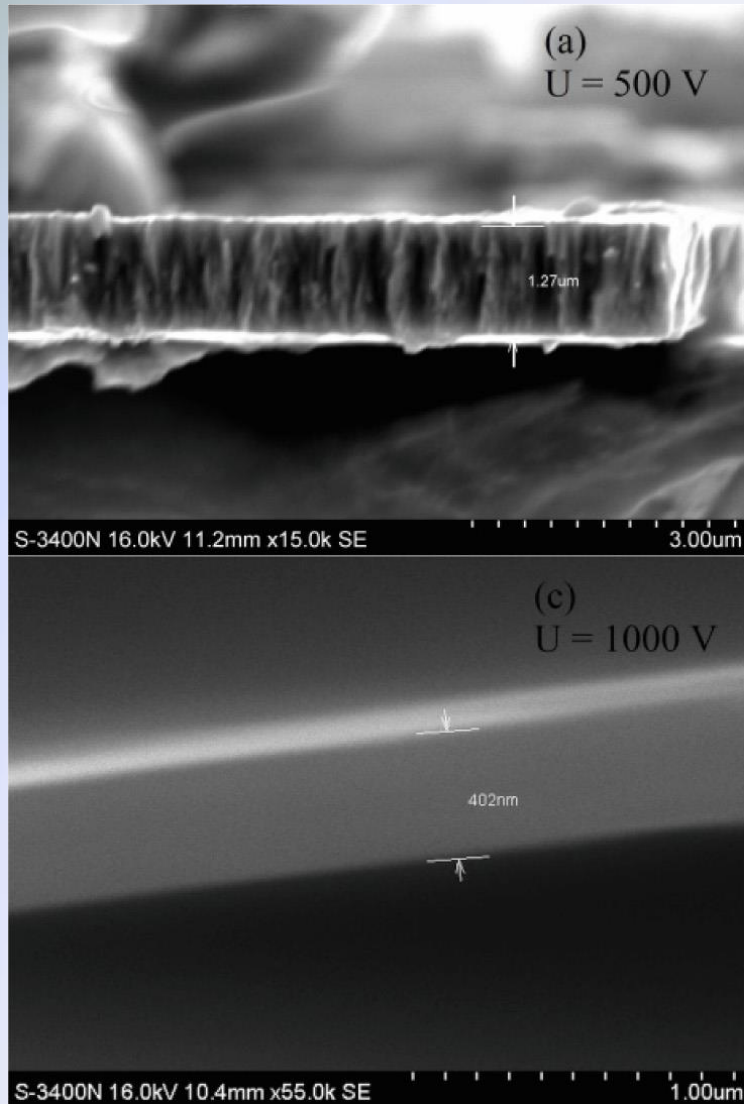
Duritatea și aderența materialelor obținute în dcMS și HiPIMS:

I.2.1. Straturi subțiri dure (dlc, W, TiN, SiN)

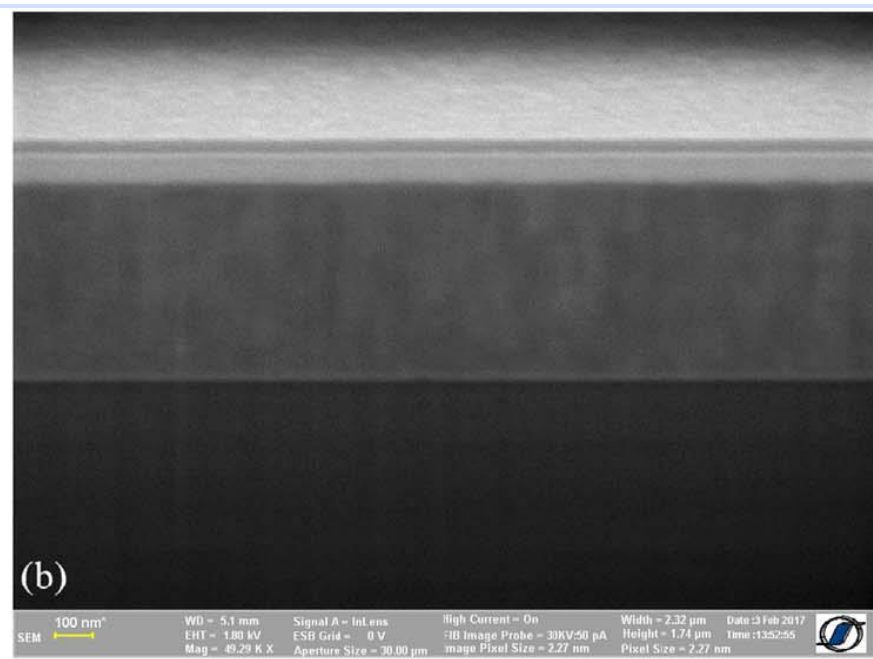
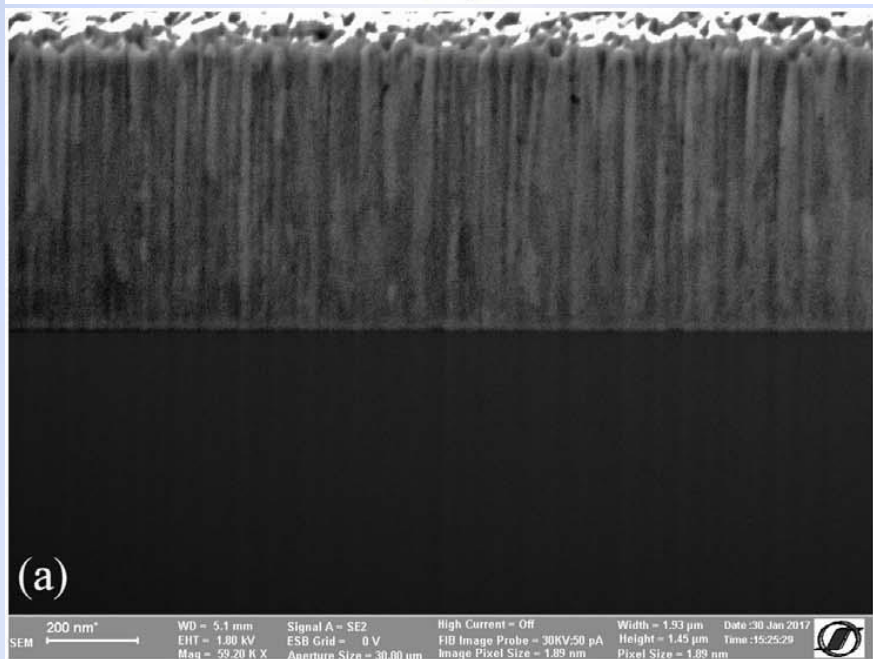
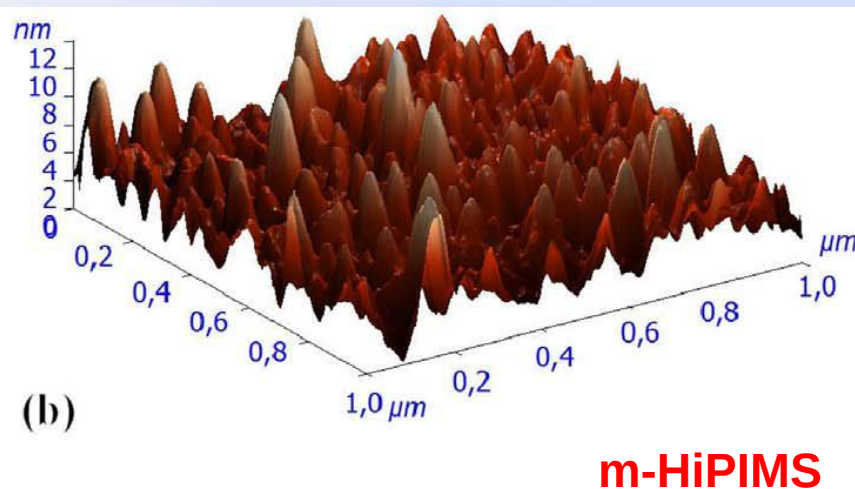
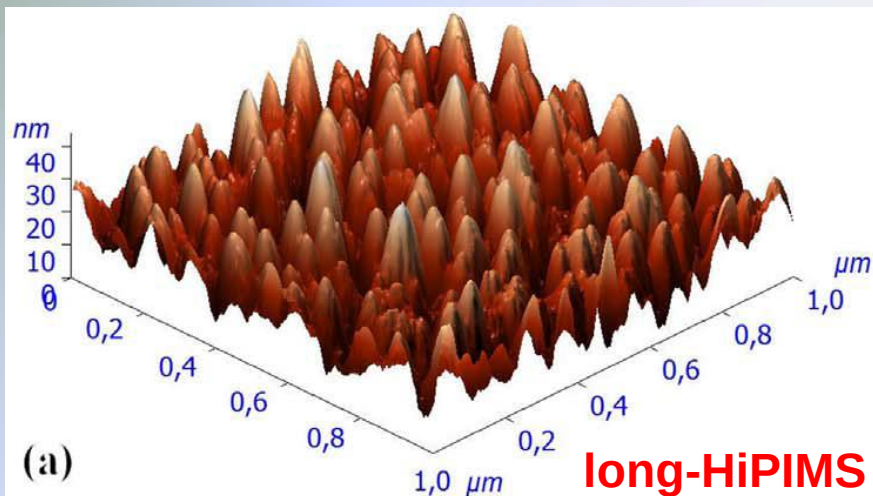


Imagini AFM ale straturilor subțiri de dlc depuse în standard HiPIMS și BP-HiPIMS;

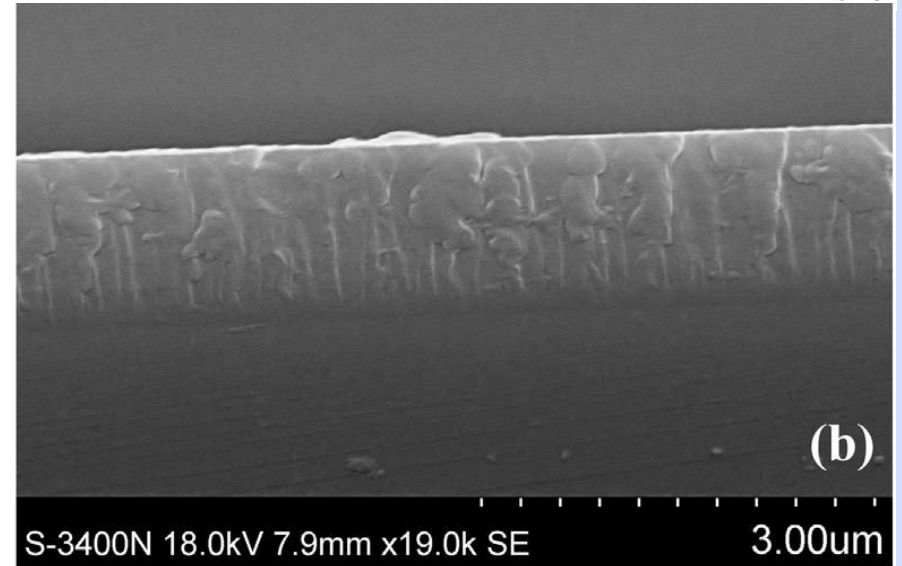
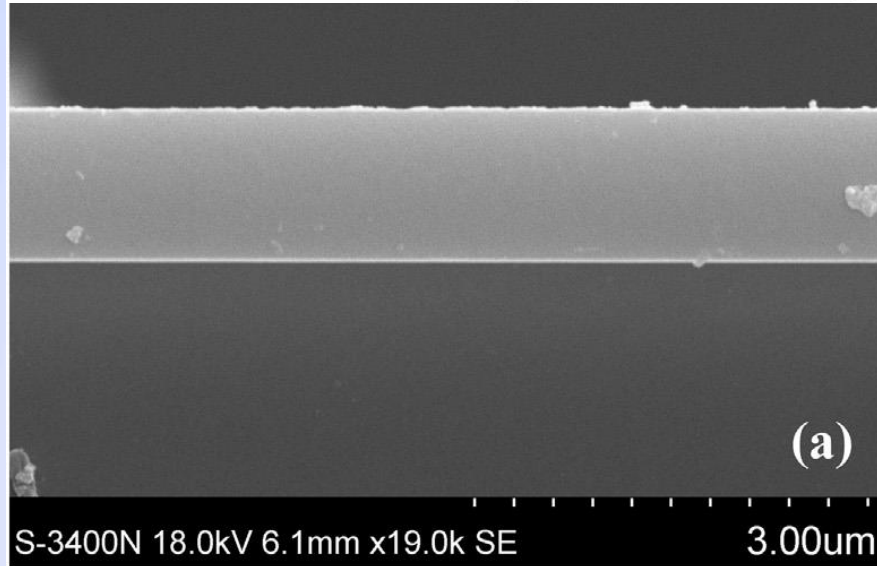
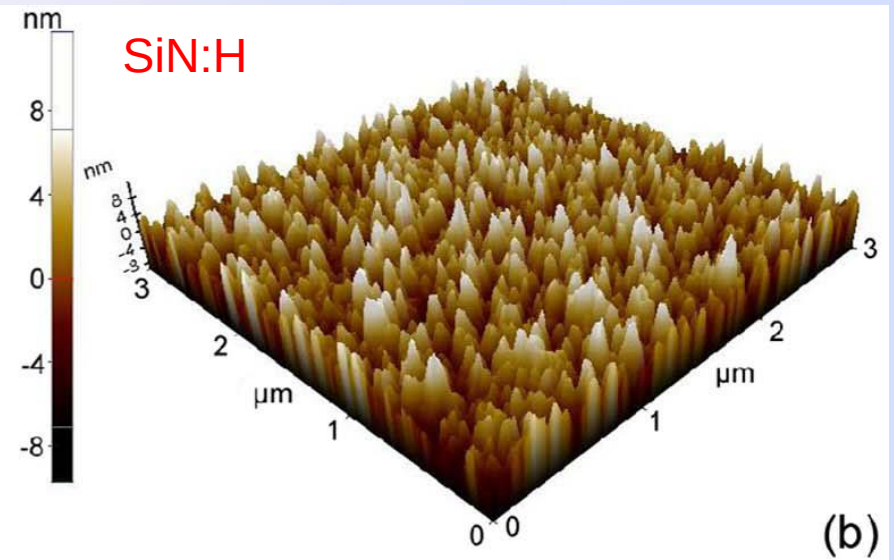
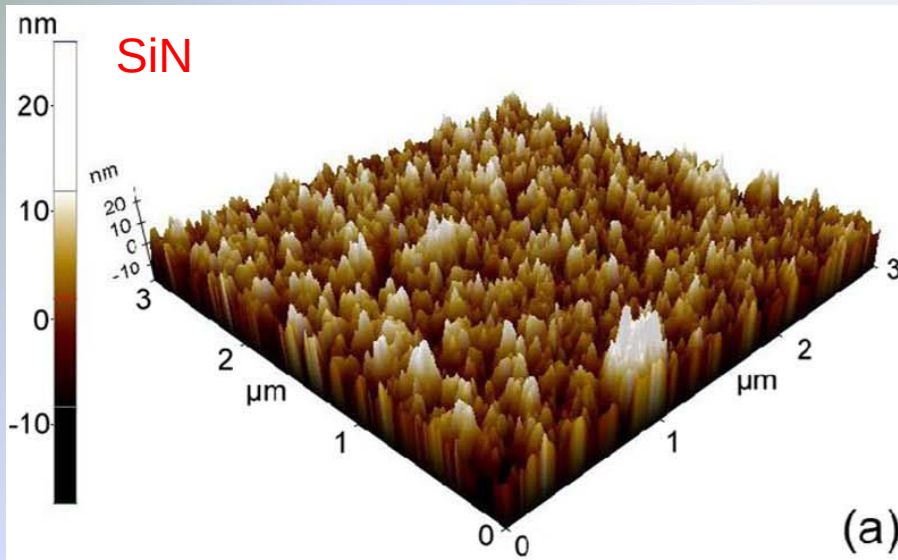
I.2.1. Straturi subțiri dure (dlc, **W**, TiN, SiN)



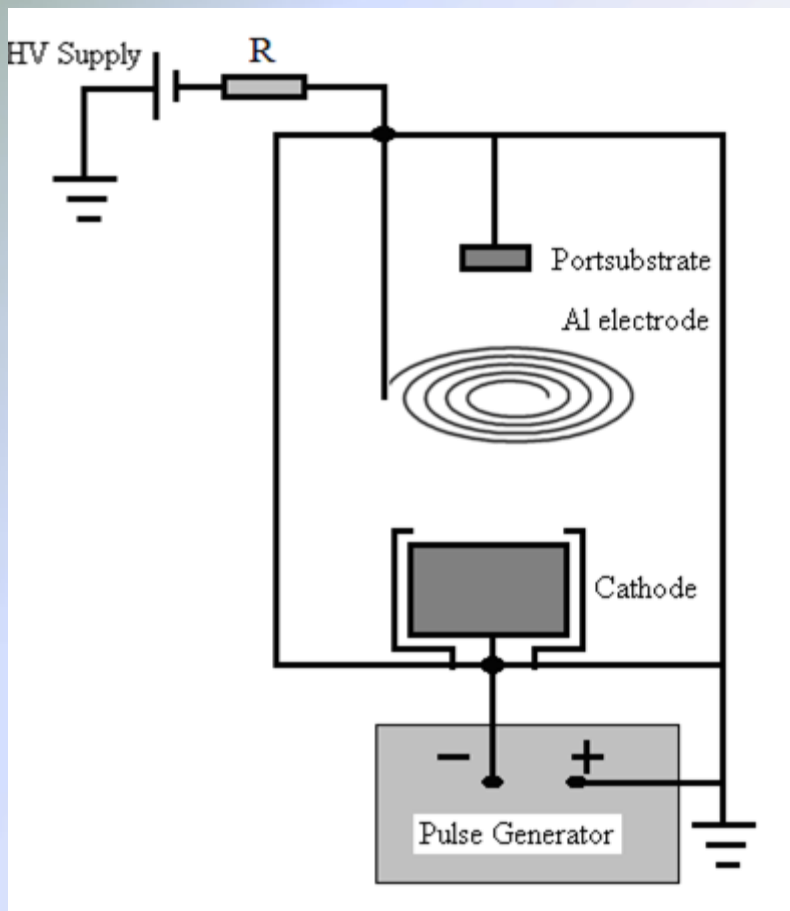
I.2.1. Straturi subțiri dure (dlc, W, TiN, SiN)



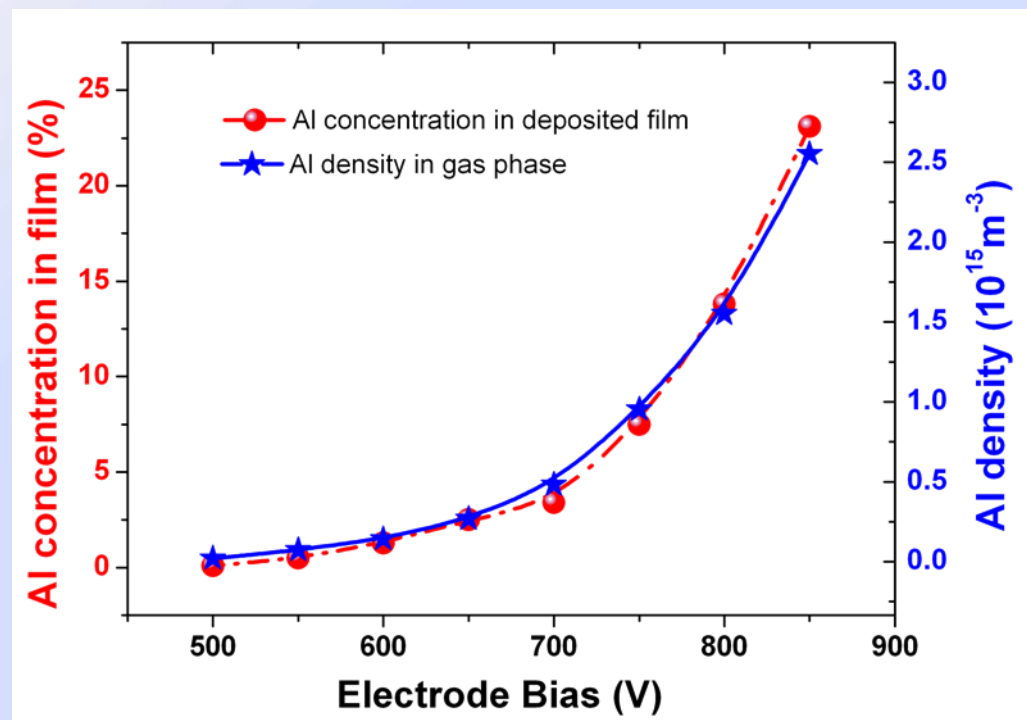
I.2.1. Straturi subțiri dure (dlc, W, TiN, **SiN**)



I.2.2. Electrozi transparenți (ZnO:Al)



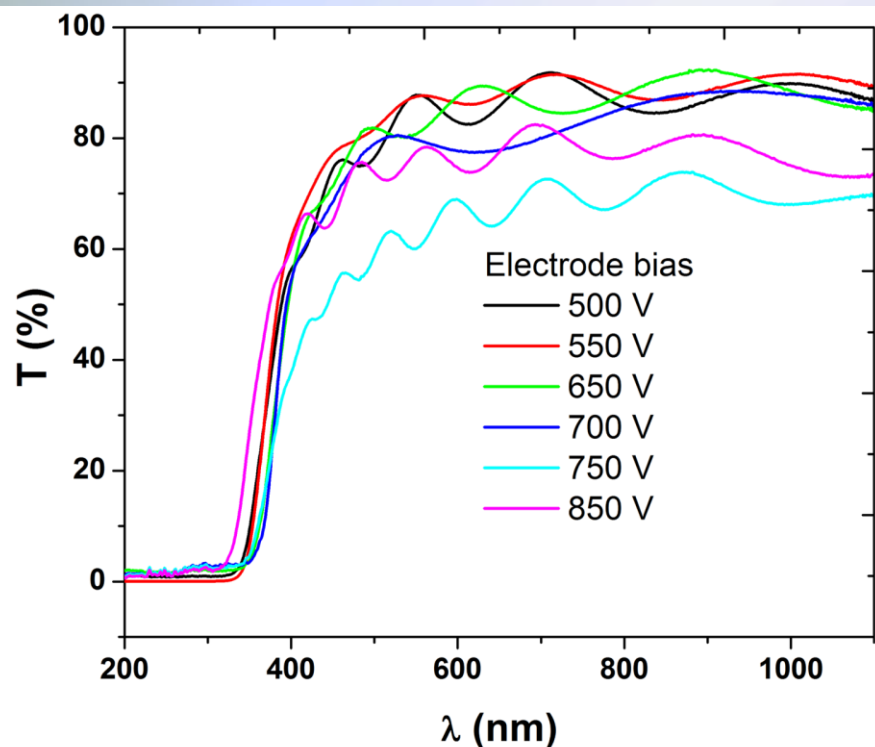
Schema dispozitivului experimental



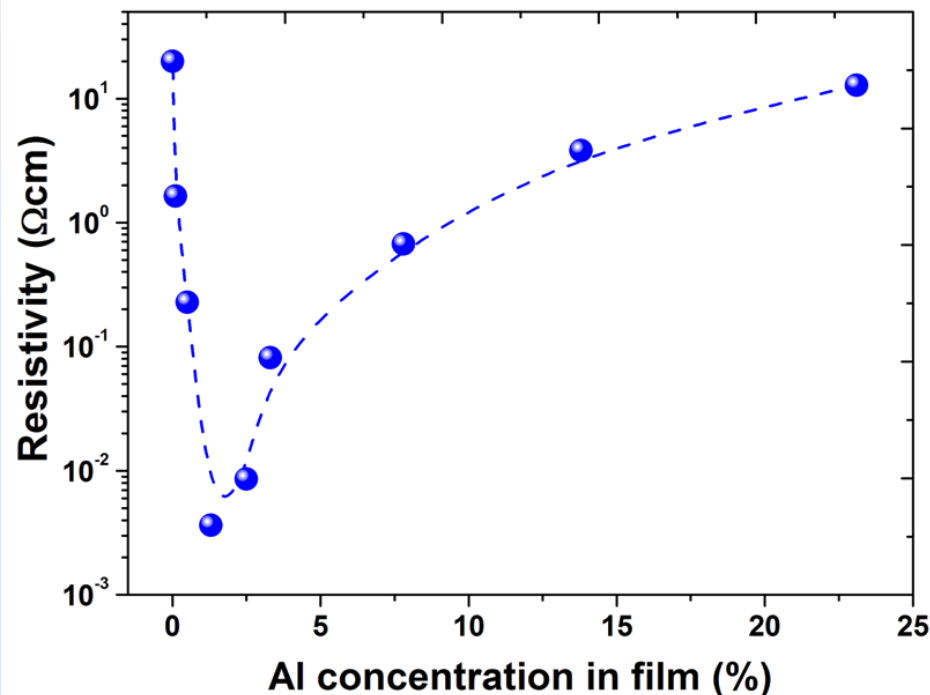
Influența tensiunii de polarizare a electrodului asupra densității de atomi de Al în material (XPS) și în stare gazoasă (TD-LAS)



I.2.2. Electrozi transparenți (ZnO:Al)

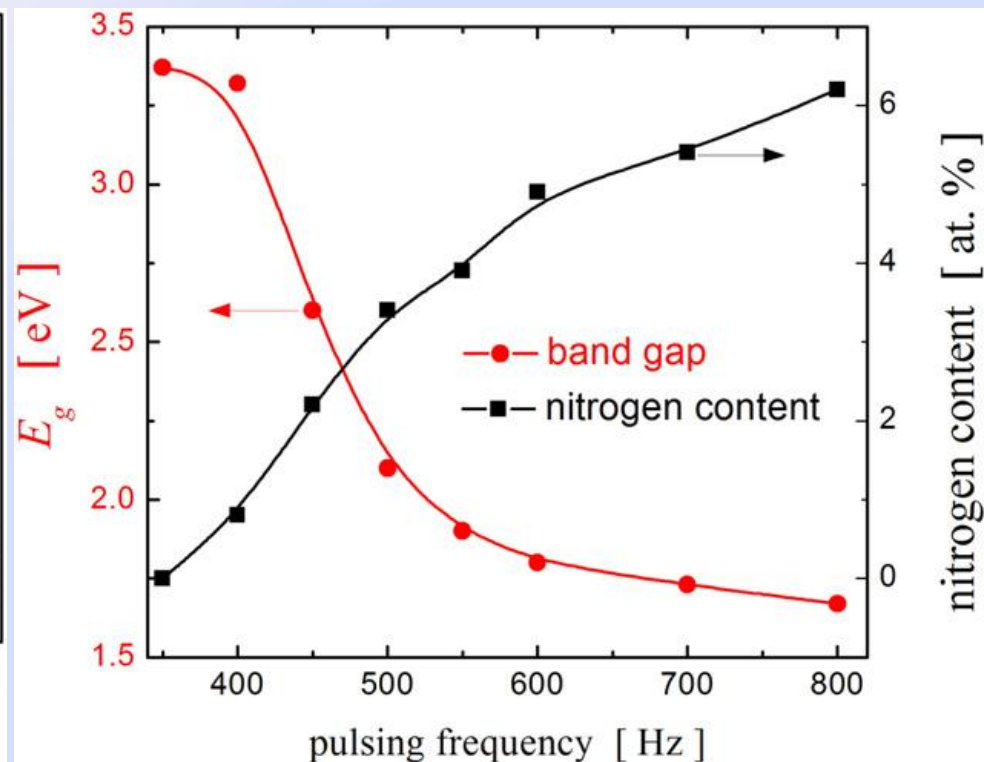
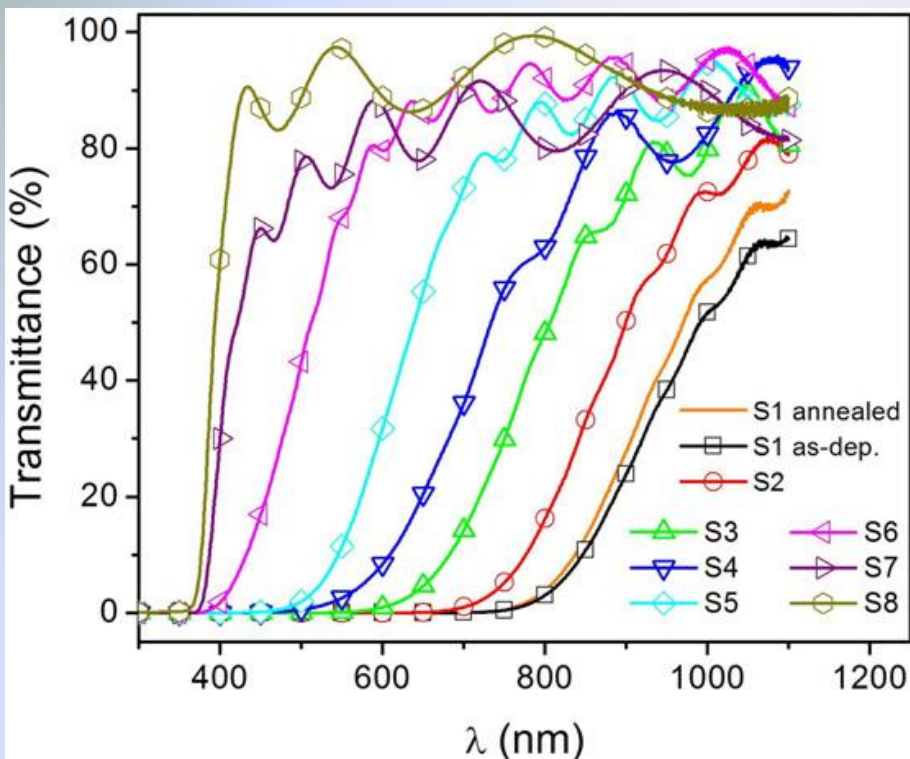


Transmitanța straturilor subțiri de ZnO:Al obținute la diferite valori ale tensiunii de polarizare a electrodului auxiliar.



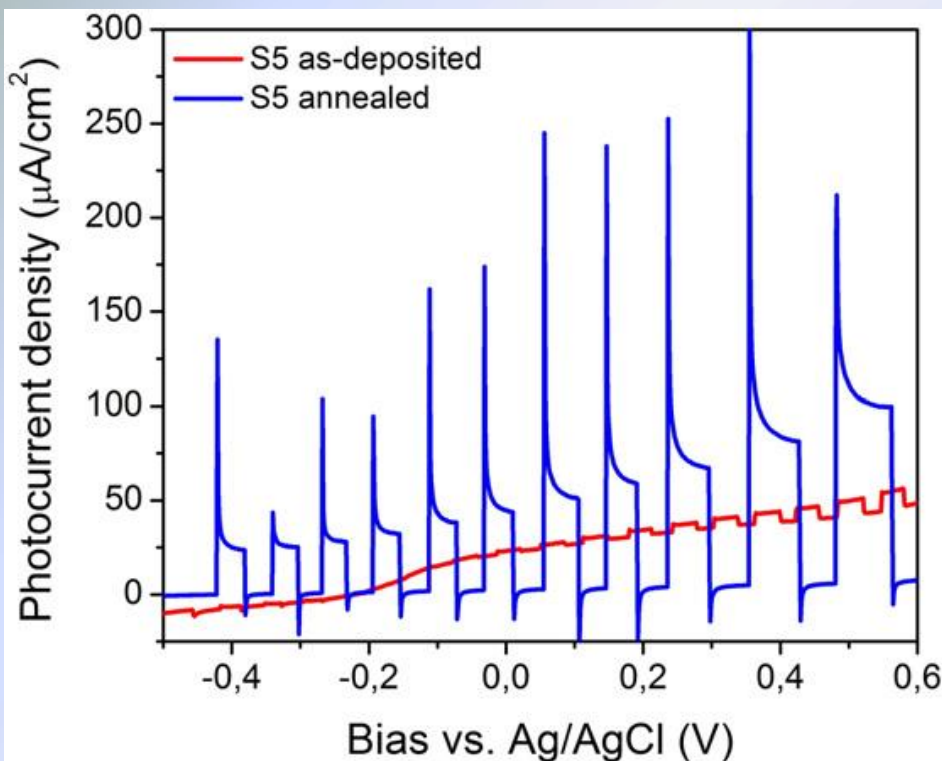
Influența concentrației de Al din filme asupra rezistivității electrice de suprafață.

1.2.3. Straturi subțiri fotocatalitice (ZnON, TiON)

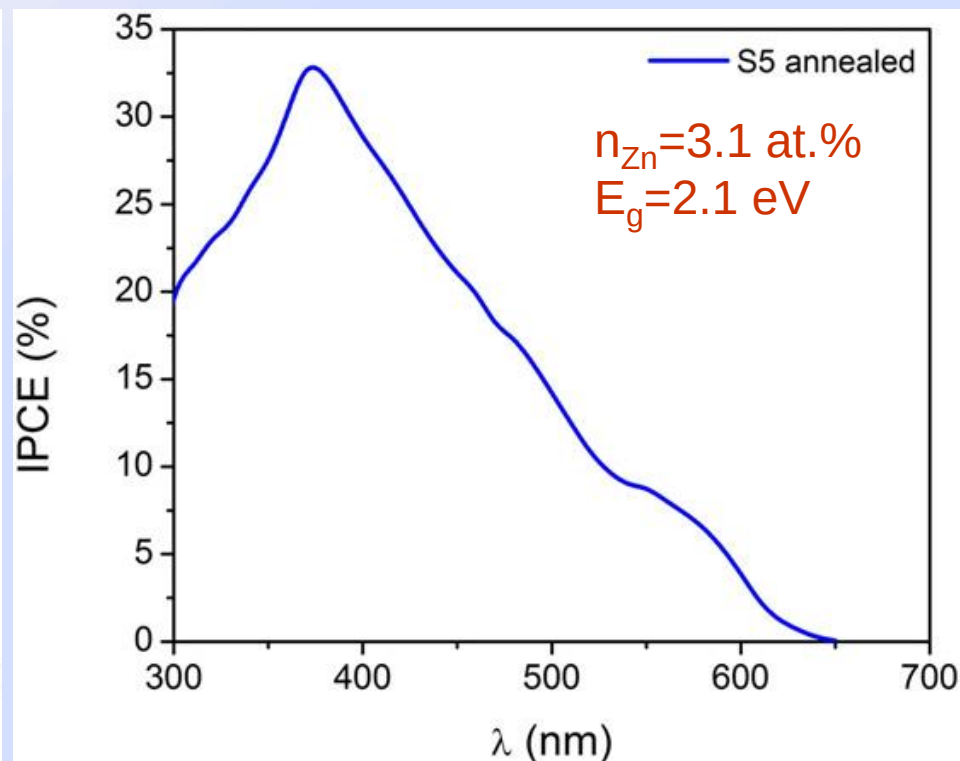


Influența frecvenței de repetiție a pulsurilor asupra energiei benzii interzise și a conținutului de azot din filmele de ZnON;

I.2.2. Straturi subțiri fotocatalitice (ZnON, TiON)

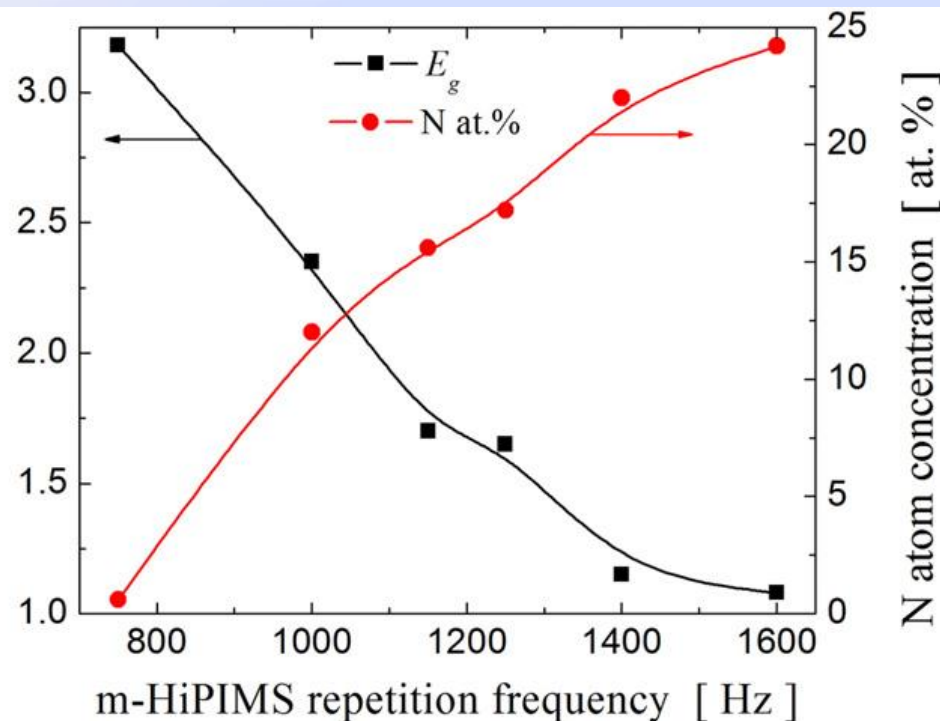
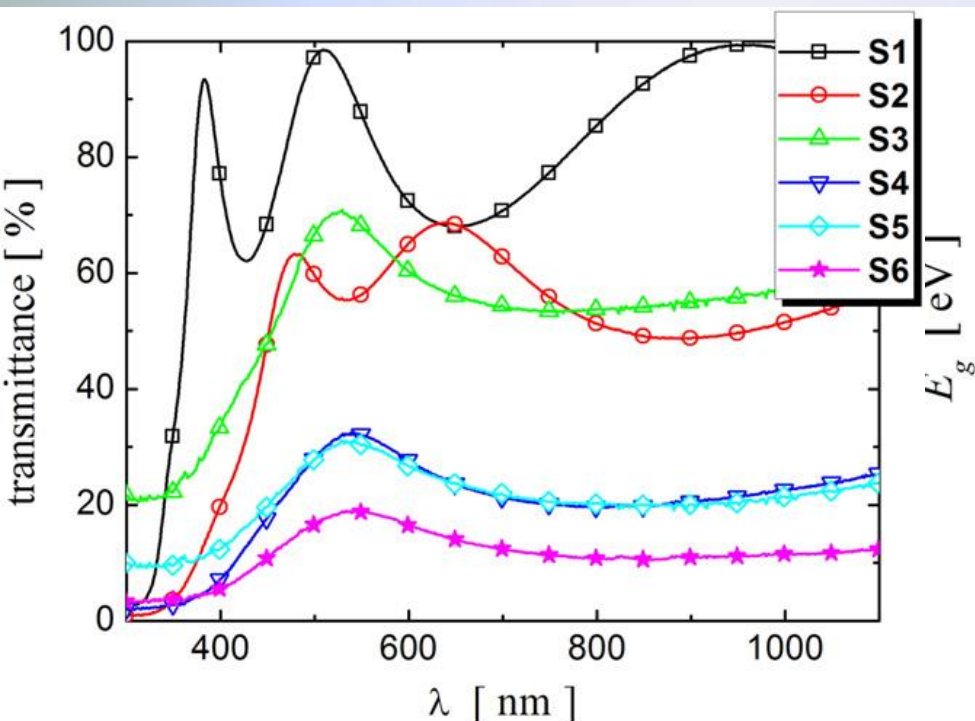


Influența tensiunii de polarizare asupra fotocurentului pt. stratul subțire de ZnON obținut la frecvența de 500 Hz;



Eficiența de conversie a radiației în curent pt. stratul subțire de ZnON obținut la frecvența de 500 Hz;

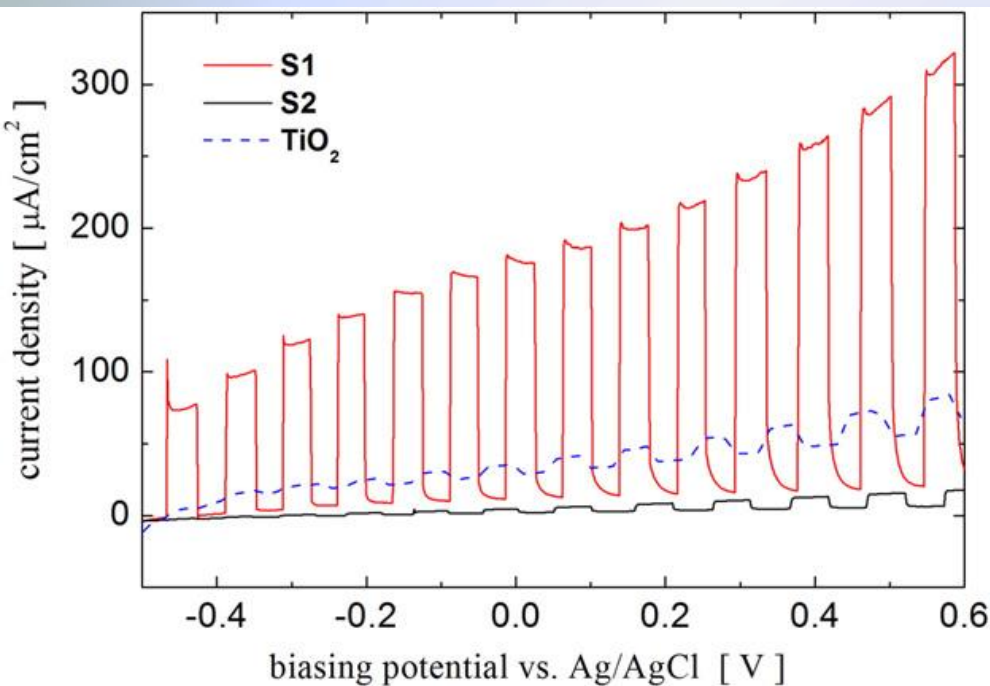
I.2.3. Straturi subțiri fotocatalitice (ZnON, TiON)



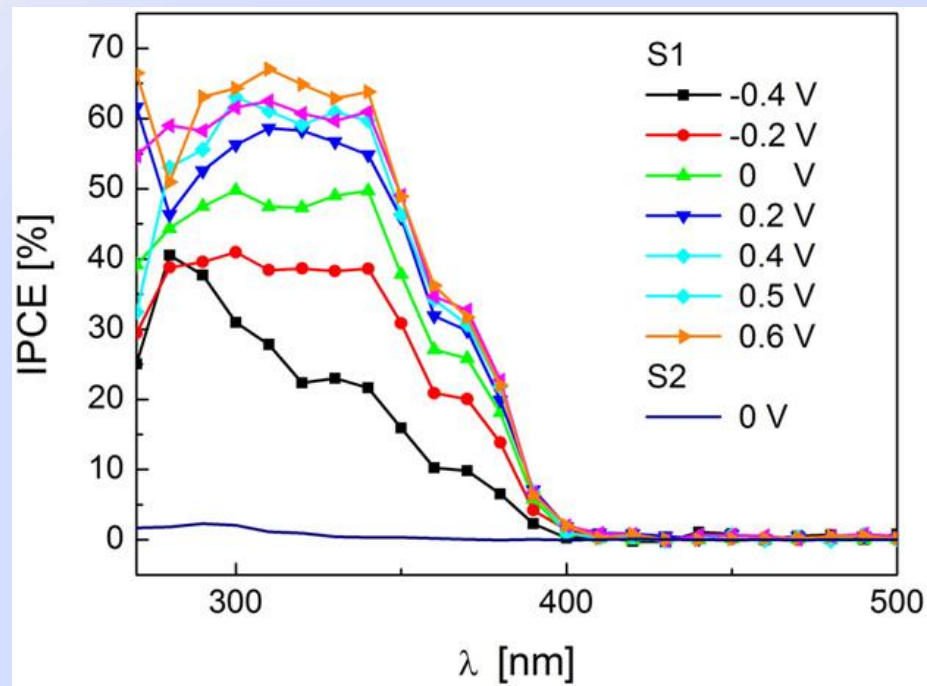
Influența frecvenței de repetiție a pulsurilor asupra energiei benzii interzise și a conținutului de azot din filmele de TiON;



1.2.3. Straturi subțiri fotocatalitice (ZnON, TiON)



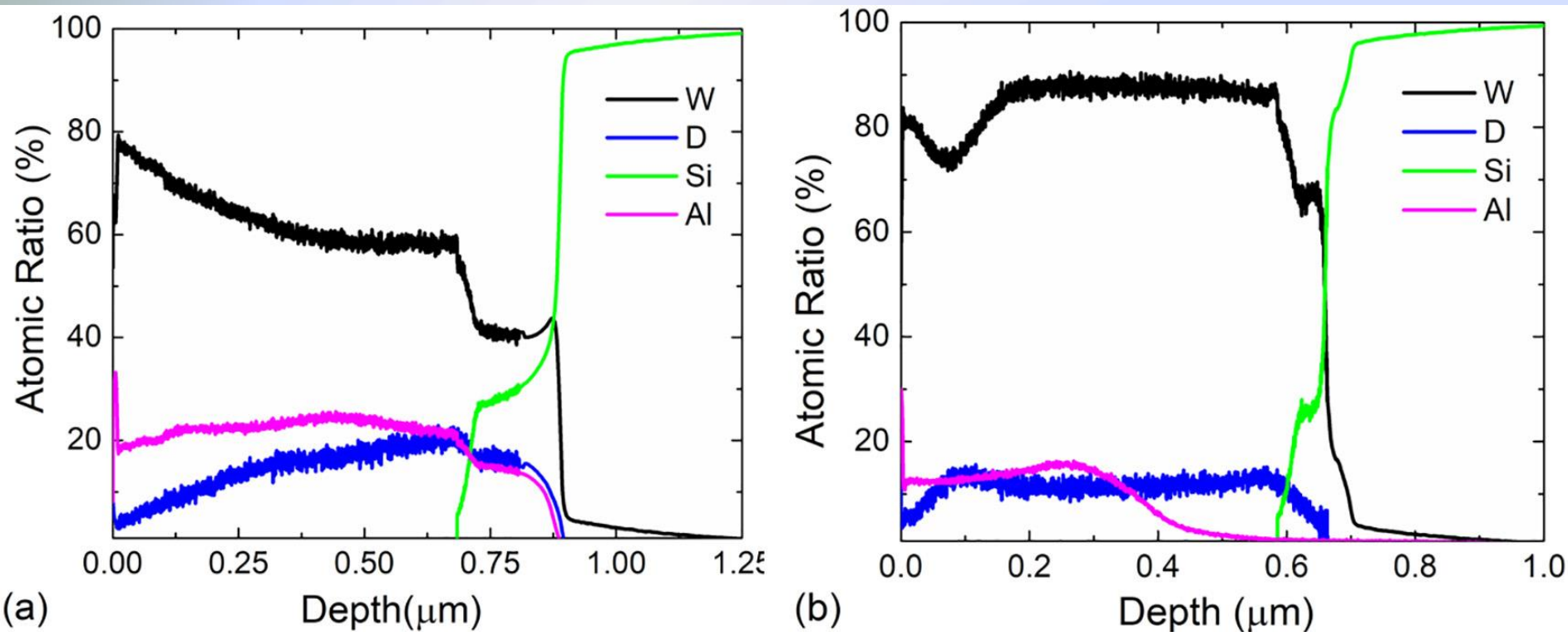
Influența tensiunii de polarizare asupra fotocurentului pt. stratul subțire de TiON cu 0,6% conținut de azot;



Eficiența de conversie a radiației în curent pt. stratul subțire de TiON cu 0,6% conținut de azot;



I.2.4. Materiale pt. fuziune nucleară (WAl:D, W-Be)

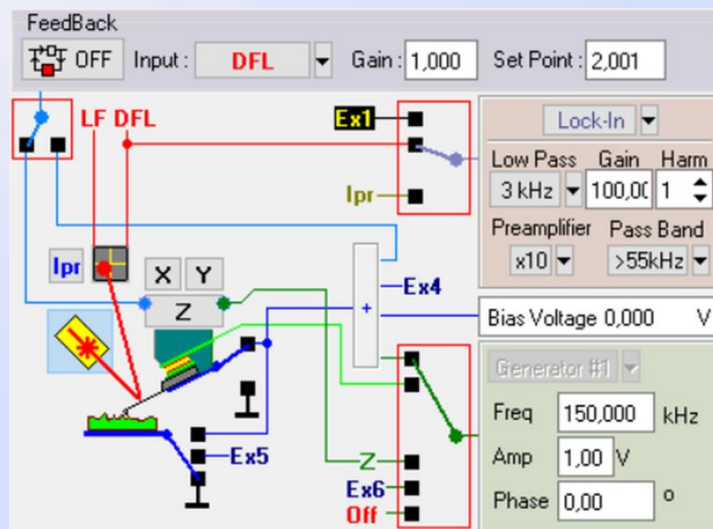


Profil de adâncime (GDOES) pentru straturi subțiri de W(80%)-Al(20%) (a) și W(90%)-Al(10%) (b) depuse pe substrat de Si;

I.3. Tehnici de analiză a materialelor (AFM, PFM, MFM)



Microscop de Forță Atomocă
(NT-MDT, Rusia)



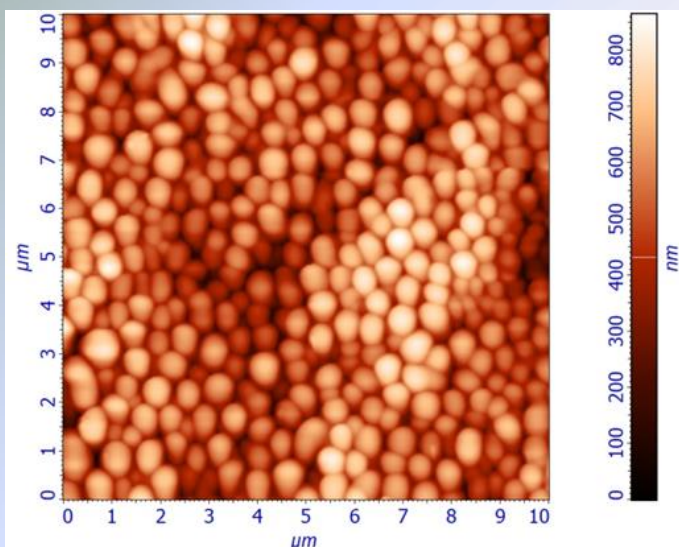
Caracteristici:

- Rezoluție z: 0.1 nm
- Suprafața scanată: $500 \times 500 \text{ nm}^2 \div 100 \times 100 \text{ } \mu\text{m}^2$

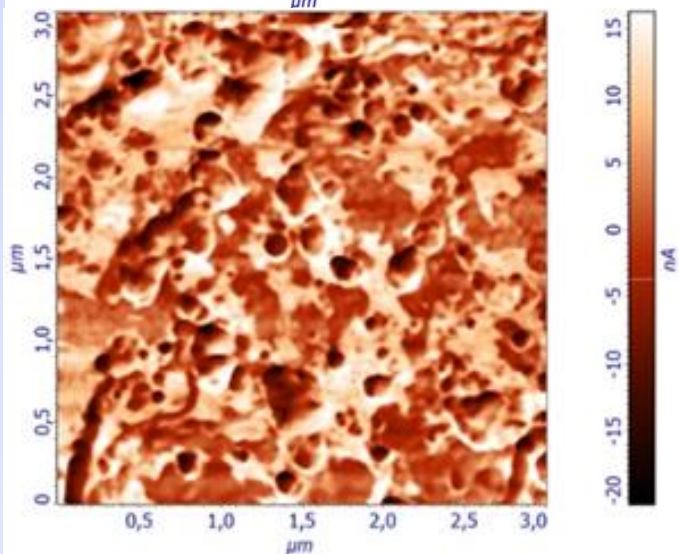
Moduri operare:

- AFM (topografie 2D și 3D, rugozitate suprafață);
- PFM (proprietăți piezoelectrice, coeficient piezoelectric d_{33});
- MFM (proprietăți magnetice).

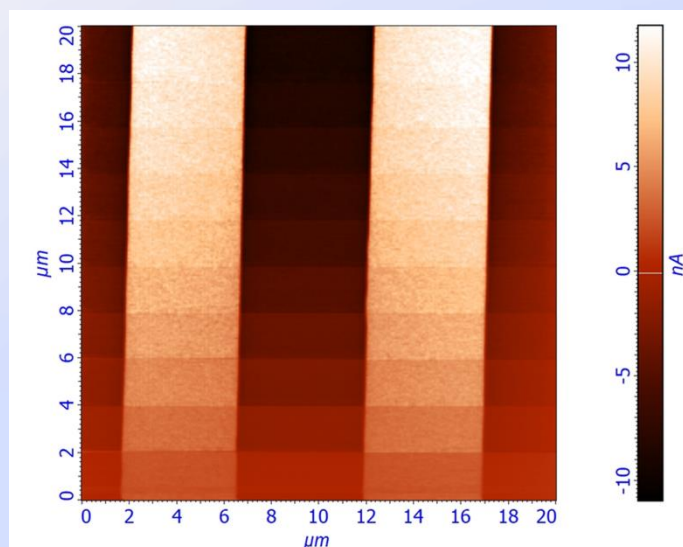
I.3. Tehnici de analiză a materialelor (AFM, PFM, MFM)



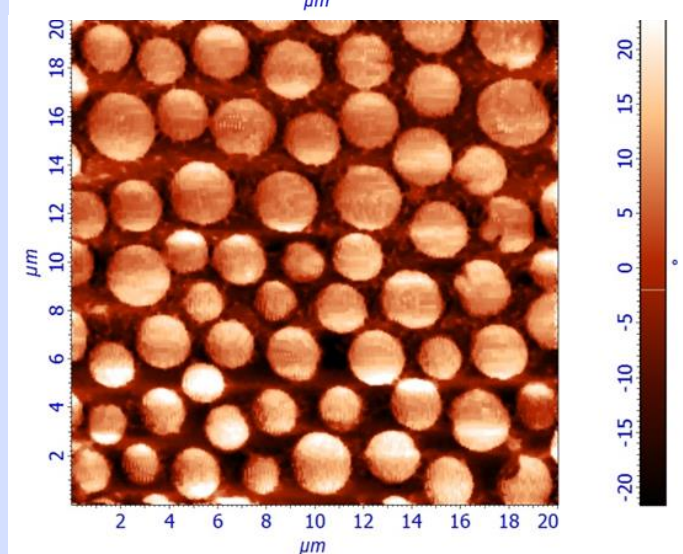
1. AFM



2. PFM



3. PFM



4. MFM



1. S. Shova, A. Vlad, M. Damoc, **V. Tiron**, M. Dascalu, G. Novitchi, C. Ursu, M. Cazacu,

Advanced Functional Materials (2020) – in press

2. F. Gheorghiu, R. Stanculescu, L. Curecheriu, E. Brunengo, P. Stagnaro, **V. Tiron**, P. Postolache, M.T. Buscaglia, L. Mitoseriu, *Journal of Materials Science* 55 (2020) 3926-3939

I.4. Proiecte de cercetare

- Membru în echipele de cercetare a 12 granturi de cercetare, **director proiect** tip parteneriate: PN-II-PT-PCCA-2 no. 174/2012 „*Procese și instalație pentru depunerea de straturi subțiri în plasme pulsate cu grad ridicat de ionizare*”.
Perioada 2013-2016, Buget: 3 000 000 lei.
- Membru expert în echipa proiectului „*Straturi subțiri multifuncționale de tip oxinitruri binare depuse prin pulverizare magnetron în regim reactiv*”,
PN-III-P1-1.1-TE-2019-1209.
Coordonator: Universitatea Transilvania din Brașov.
- Membru în echipa proiectului „*Participarea României la EUROfusion WPPFC și cercetări complementare*”, în cadrul programului PNCDI III, **EURATOM-RO Fuziune** și în consorțiul **EUROfusion**.

I.4. Proiecte de cercetare

Programul de Valorizare a Cercetării 2019-2020 (RVP.1).

Program de Susținere a Inovației în Regiunile de Dezvoltare din Romania, derulat în Regiunea de Nord-Est a României printr-un proiect de asistență tehnică finanțat de DG REGIO al Comisiei Europene și implementat cu sprijinul Agenției de Dezvoltare Regională Nord-Est și al Băncii Mondiale.

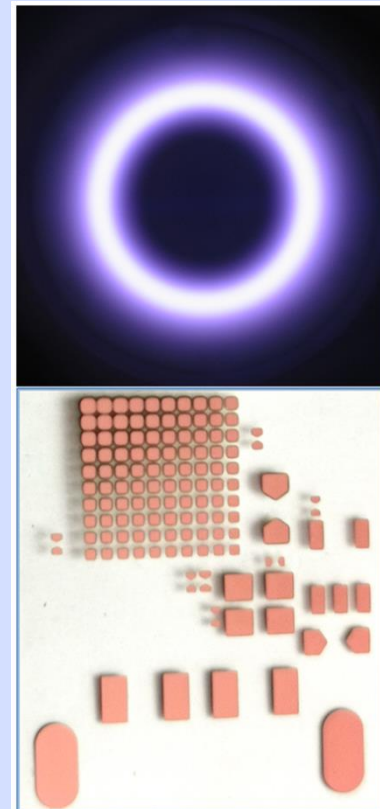
Proiect: **Pulverizare magnetron în impulsuri de mare putere în regim bipolar pentru depunerea de straturi subțiri**

Etape

- I. 26 propuneri de proiecte (UAIC, UTI, UMF, USAMV);
- II. 10 echipe de cercetare selectate pentru training general:
 - transfer tehnologic;
 - comercializarea tehnologiei;
 - protejarea drepturilor de proprietate intelectuală;
- III. 4 echipe selectate pentru training individual;

Obiectiv: Transfer tehnologic/servicii la parteneri economici din mediul privat;

Partener: **S.C. ELECTRA s.r.l.**

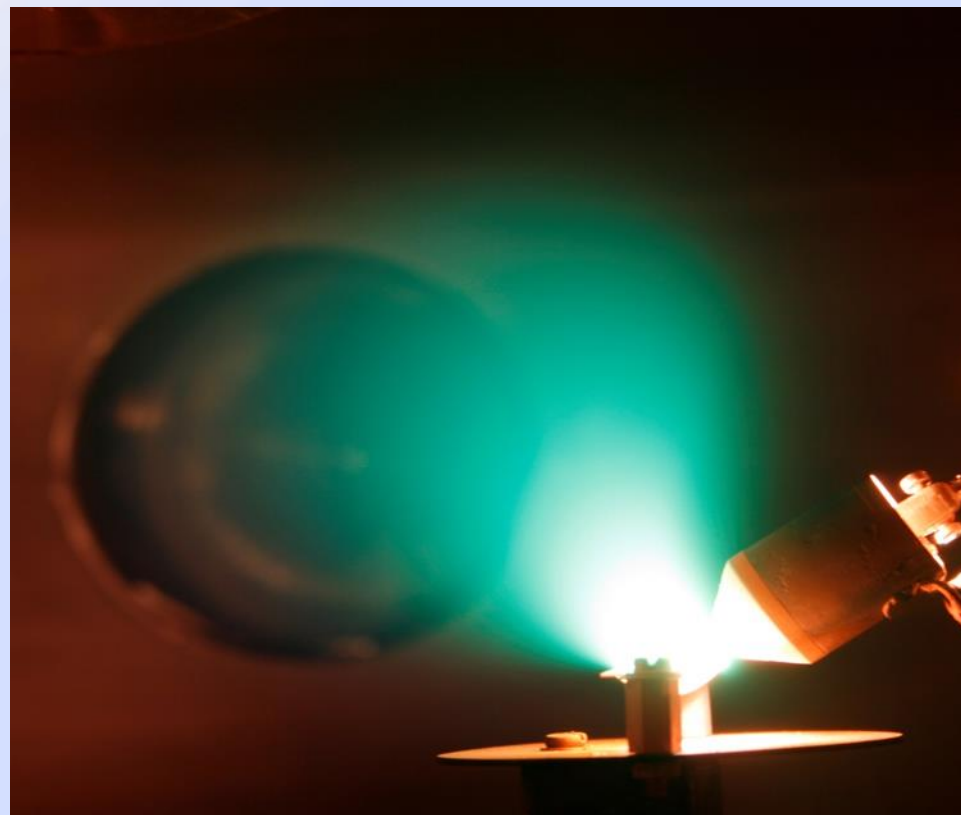
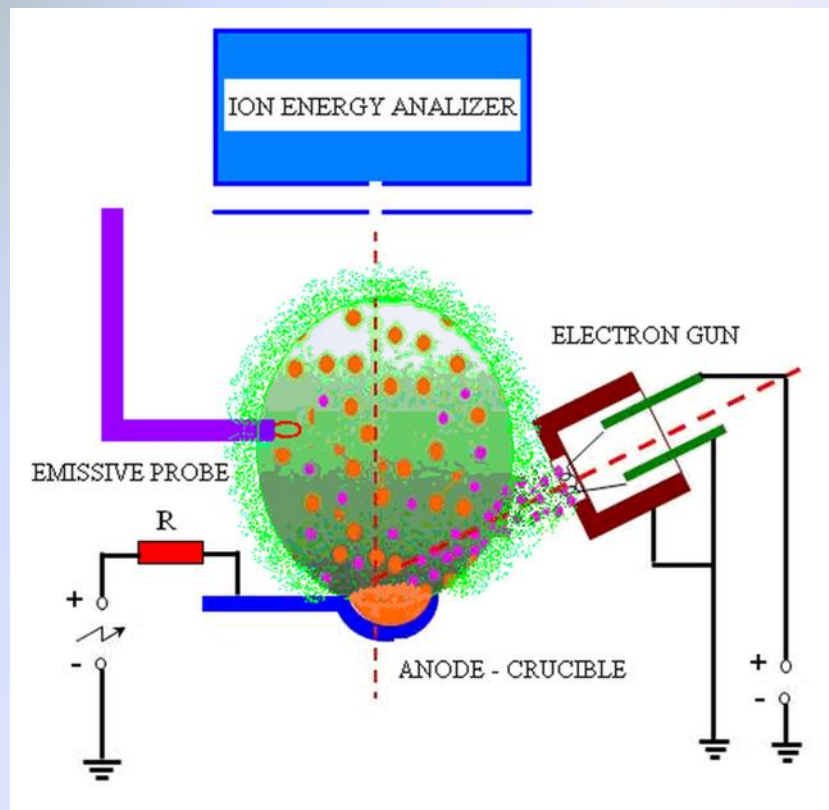


I.5. Colaborări naționale și internaționale

- ✓ *Institutul de Chimie Macromoleculară “Petru Poni”, Iași, România.*
- ✓ *Institutul de Fizică Tehnică, Iași, România*
- ✓ *Institutul Național de Fizica Laserilor, Plasmei și Radiației, Măgurele, România*
- ✓ *Institutul Național de Fizică și Inginerii Nucleare “Horia Hulubei”, Măgurele, România*
- ✓ *Universitatea Craiova, România*
- ✓ *Universitatea Transilvania, Brașov, România*
- ✓ *Universitatea Paris Sud, Orsay, Franța*
- ✓ *Institutul pentru Materiale și Radiație (IRAMIS), Saclay, Franța*
- ✓ *Universitatea Leopold-Franzens, Innsbruck, Austria*

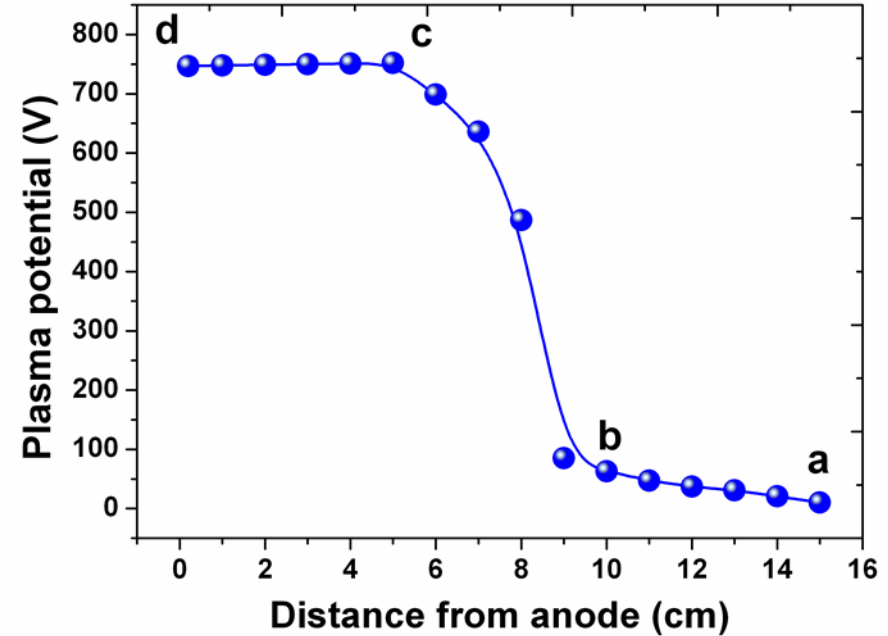
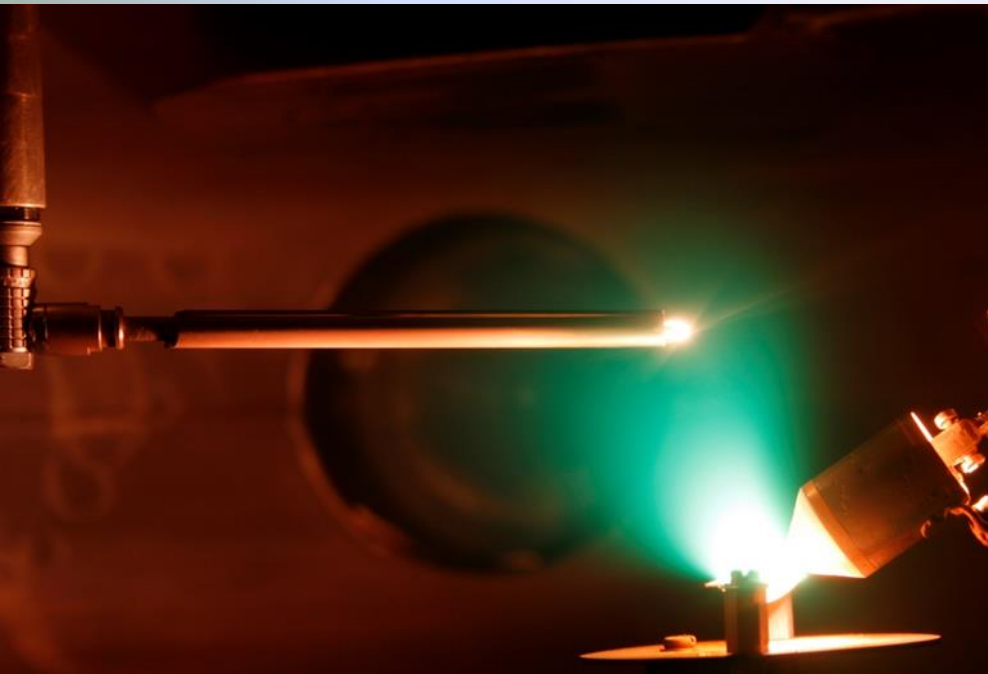
II. Perspective ale activității de cercetare

Arcul termoionic în vid (TVA)

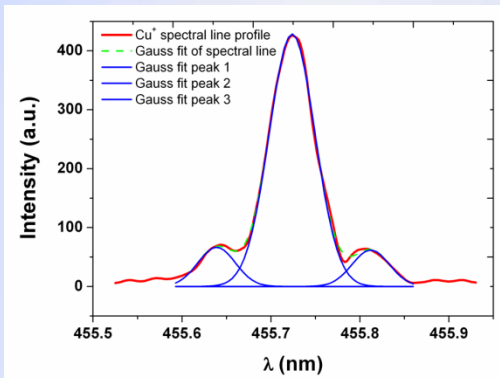


Schema de principiu a arcului termoionic în vid și imagine a plasmei TVA;

Arcul termoionic în vid (TVA)



Distribuția axială a potențialului plasmei TVA ($U = 700$ V):

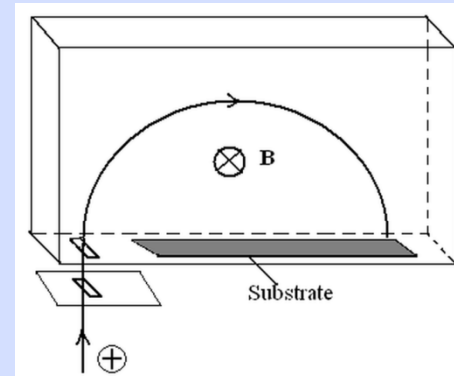


$$U = 1000 \text{ V}$$

$$v_{ion} = c \frac{\Delta\lambda}{\lambda}$$

$$\Delta\lambda = 85 \text{ pm}$$

$$E_i = 1050 \text{ eV}$$



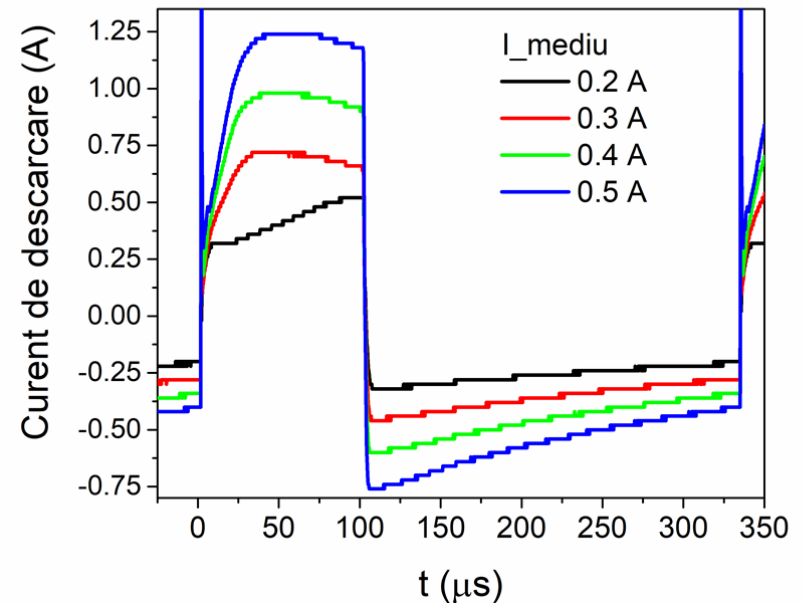
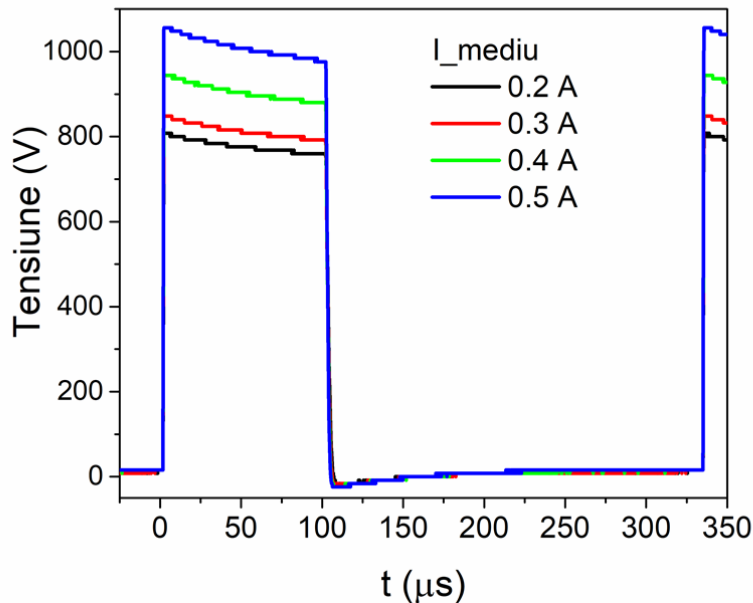
$$E(\text{eV}) = \frac{eB^2 r_c^2}{2M}$$

$$B = 0.75 \text{ T}$$

$$r_c = 50 \text{ mm}$$

$$E_i = 1050 \text{ eV}$$

Arcul termoionic pulsat (p-TVA)



Evoluțiile temporale ale tensiunii și intensității curentului electric pe descărcare în cazul arcului termoinic pulsat:

Mode	$U_{\max}$ (V)	$I_{\max}$ (A)	α (%)
dc	1000	0.5	5
pulsat	2000	2	50

Arcul termoionic pulsat (p-TVA)

Comparație între parametrii experimentali și de performanță ai plasmei arcului termo-ionic pulsat și cei obținuți în cazul unor motoare ionice de tip Ion-Thruster sau Hall Thruster.

Parametri specifici	XIPS ion thruster	STP Hall thruster	TVA thruster
Putere (W)	2000 - 4300	350 - 1350	450 - 1350
Impuls specific I_{sp} (s) (calculat pentru $g = 9,81 \text{ m/s}^2$)	3420 - 3550	1100 - 1600	975 - 4825
Thrust T (mN)	80 - 166	20 - 80	43 - 87
Eficiență totală η_T (%)	67.0 – 68.8	35 - 50	11 - 47
Eficiență electrică η_e (%)	87.0 – 87.5	-	75 - 90
Eficiență de utilizare a masei η_m (%)	80.0 – 82.5	-	20 - 70
T/ P_T (nm/kW)	40.0 - 38.6	57 -59	95.5 – 64.4
Tensiune accelerare (V)	1215	300	1000 - 2000
Curent ionic (A)	1.45 – 3.05	1.17 – 4.50	1 - 2

📖 “Instalație și procedeu de obținere a fasciculelor energetice de ioni metalici cu aplicații în propulsia spațială”,

V. Tiron, I.-L. Velicu, G. Popa, cerere inregistrata la **OSIM**, Patent: **A/00304/2018**.

Medalia de Aur și **Diploma de Onoare** obținută la Salonul Internațional de Inventică, **INVENTICA 2019**.

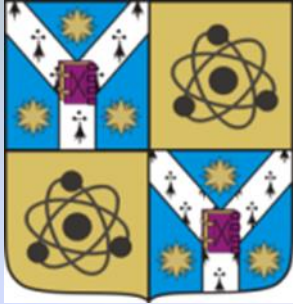
Propunere proiect de cercetare

- Propunere proiect pentru competiția **PN-III-ID-PCE-2021-3**
PROIECTE DE CERCETARE EXPLORATORIE (PCE 2021)
Titlu: *Concept inovativ de propulsor cu ioni metalici bazat pe descărcarea pulsată a arcului termoionic în vid*
Acronym: *MIThrust*
Partener: *Institutul Național de Cercetare-Dezvoltare Turbomotoare COMOTI-București.*

II. Perspective ale activității de cercetare

- *Utilizarea descărcării HiPIMS bipolar pentru realizarea de circuite imprimate și de acoperiri ale materialelor izolatoare electric;*
- *Utilizarea descărcării HiPIMS bipolar în regim reactiv pentru obținerea de oxizi, nitruri și oxinitruri (Al_2O_3 , SiO_2 , SiN , SiON , ZnON) cu aplicații în industria aero-spațială și în conversia energiei solare;*
- *Scalarea la nivel industrial și brevetarea sursei HiPIMS bipolar, transfer tehnologic către parteneri din mediul privat;*
- *Continuarea activităților de cercetare în cadrul programului EURATOM-RO Fuziune;*
- *Participarea la programele de cercetare finanțate de Agenția Spațială Europeană;*
- *Achiziționarea de noi echipamente și upgradarea celor existente în laboratorul de cercetare prin atragerea de noi fonduri;*
- *Formarea de tineri cercetători și specialiști în fizica plasmei-aplicații;*
- *Obținerea atestatului de abilitare.*

Mulțumiri



- Prof. dr. Gheorghe POPA
- Lect. dr. Ioana - Laura VELICU



CERNESIM

- CS III dr. Ilarion MIHĂILĂ
- CS Georgiana BULAI



- CS II dr. Sorin TAȘCU