ALIAJE CU MEMORIE A FORMEI ÎN STRUCTURI SUBȚIRI

Teză de doctorat – Rezumat
pentru obținerea titlului științific de doctor la
Universitatea Politehnica Timișoara
în domeniul de doctorat **Ingineria Materialelor**
autor ing. **BOLOCAN Vlad-Marius**
conducător științific Prof.univ.dr.ing. **CRĂCIUNESCU Corneliu Marius**
luna **07** anul **2026**

Cuprinsul rezumatului

1. Introducere.....2
2. Studii privind aliajele cu memorie a formei și utilizarea lor în sistemele microelectromecanice.....3
3. Studii si cercetări privind utilizarea și dezvoltarea metodelor experimentale utilizate pentru realizarea și caracterizarea structurilor subțiri pe bază de aliaje cu memorie a formei.....7
4. Contribuții la realizarea filmelor din aliaje cu memorie a formei prin pulverizare magnetron.....11
5. Cercetări privind realizarea de microactuatori cu filme din aliaje cu memorie a formei — modelări și realizări experimentale.....15
6. Concluzii finale, contribuții proprii și direcții viitoare de cercetare.....29
7. Bibliografie selectivă.....33

1. Introducere

Context.

Dezvoltarea tehnologiilor moderne a determinat o creștere semnificativă a interesului pentru materiale și structuri capabile să răspundă controlat la stimuli externi. Integrarea funcționalităților mecanice, electrice și termice în dispozitive miniaturizate a devenit o direcție majoră în cercetarea contemporană, atât în ingineria materialelor, cât și în micro și nanotehnologii. Structurile subțiri și arhitecturile multistrat au dobândit în acest context un rol esențial, datorită versatilității, posibilității de miniaturizare și compatibilității cu procesele avansate de fabricație. Materialele inteligente, în special cele care își modifică proprietățile sau forma sub acțiunea unui stimul extern, reprezintă o categorie deosebit de importantă pentru proiectarea sistemelor funcționale moderne.

Motivație.

Interesul pentru structurile subțiri funcționale este alimentat de necesitatea obținerii unor materiale și dispozitive cu performanțe ridicate, stabilitate în exploatare și capacitate de integrare în sisteme complexe. Variația compoziției, grosimii, secvenței de depunere sau a tratamentelor aplicate permite controlul fin al proprietăților structurilor multistrat și al filmelor subțiri. Totodată, cerințele tot mai stricte privind eficiența energetică, precizia și fiabilitatea impun metode avansate de realizare și caracterizare. Motivația tezei derivă din necesitatea de a integra într-un cadru coerent procesele de realizare, metodele de caracterizare și modelele predictive asociate structurilor subțiri funcționale, cu scopul de a fundamenta dezvoltarea unor arhitecturi optimizate pentru aplicații avansate.

Obiective.

Obiectivul general al lucrării este investigarea proceselor de realizare, caracterizare și modelare a structurilor subțiri inteligente de tip grindă în consolă (cantilever) alcătuite din filme din aliaje cu memorie a formei depuse pe substrat prin pulverizare, cu scopul de a înțelege și de a optimiza comportamentul acestora în arhitecturi simple și multistrat. Obiectivele specifice vizează: dezvoltarea și utilizarea metodelor experimentale de realizare a filmelor, punerea în funcțiune a echipamentelor necesare, aplicarea tratamentelor termice adecvate, caracterizarea structurală, microstructurală, compozițională și funcțională a structurilor subțiri, analiza transformărilor de fază prin Calorimetria diferențială cu baleiaj, dezvoltarea metodelor de evaluare a comportamentului electric și mecanic, modelarea sistemelor film-substrat, bimorfe și trimorfe, identificarea factorilor de influență și optimizarea prin variații compoziționale și arhitecturi multistrat.

Structura tezei.

Lucrarea este organizată în șase capitole, urmând un parcurs de la analiza stadiului actual al domeniului (Capitolul 2) prin metodele și echipamentele experimentale (Capitolul 3), contribuțiile privind realizarea filmelor (Capitolul 4), cercetările privind simularea comportamentului cantileverelor din aliaje cu memorie a formei depuse pe substrat (Capitolul 5), până la concluziile finale, contribuțiile proprii și direcțiile viitoare de cercetare (Capitolul 6).

2. Studii privind aliajele cu memorie a formei și utilizarea lor în sistemele microelectromecanice

Capitolul prezintă o sinteză a literaturii de specialitate privind sistemele microelectromecanice, materialele active utilizate în aceste sisteme și, în mod particular, aliajele cu memorie a formei, cu accent pe transformarea martensitică, pe parametrii de depunere prin pulverizare și pe principalele direcții de aplicare.

Sisteme microelectromecanice și materiale active.

Sistemele microelectromecanice (MEMS) integrează componente mecanice, electrice și de procesare a semnalului la scară micrometrică, permițând realizarea unor dispozitive cu funcționalitate complexă și dimensiuni reduse. Acționarea în MEMS poate fi realizată prin diverse principii, electrostatic, piezoelectric, termic, magnetic, fiecare cu avantaje și limitări specifice. Aliajele cu memorie a formei se remarcă prin densitatea energetică ridicată și forțele de acționare superioare față de celelalte alternative, ceea ce le recomandă în mod special pentru microactuatoarele care impun deplasări mari și sarcini ridicate la dimensiuni reduse.

Aliaje cu memorie a formei — generalități.

Aliajele cu memorie a formei sunt materiale care, după deformare, revin la forma inițială prin aplicarea unui stimul extern termic [1]. Efectul de memorie a formei unidirecțional, bidirecțional sau superelasticitatea reprezintă principalele manifestări funcționale ale acestor materiale [2]. Aplicațiile practice valorifică fie forța generată la revenire, fie deplasarea produsă, fie combinația dintre stimul și acționare, ceea ce conferă aliajelor cu memorie a formei o versatilitate remarcabilă în inginerie.

Transformarea martensitică.

Comportamentul funcțional al aliajelor cu memorie a formei este guvernat de transformarea martensitică termoelastică reversibilă între faza de înaltă temperatură (austenită, faza B2) și faza de joasă temperatură (martensită, fazele B19 sau B19') [3].

Formele memorate de material sunt de fapt formele pe care acesta le are în starea martensitică, respectiv austenitică. Transformarea are loc într-un mod diferit față de clasica transformare martensitică cunoscută de la oțeluri. În cazul aliajelor cu memorie a formei, transformarea are loc nu prin ruperea legăturilor dintre atomi ci prin alunecarea straturilor atomice între ele. Un aspect caracteristic este acela că în cazul AMF transformarea este reversibilă, ceea ce nu este posibil în cazul oțelurilor. Martensita din aliajele cu memorie a formei mai poate fi întâlnită și sub denumirea de martensită termoelastică.

Prin răcirea austenitei se obține martensita maclată, formată din două variante de martensită. O forță exterioară va face varianta de martensită favorabil poziționată să crească în volum față de varianta nefavorabil poziționată rezultând într-o martensită demaclată, cu o singură variantă. Martensita demaclată este asociată materialului deformat, iar revenirea la forma inițială, deci în austenită, se face prin încălzirea acestuia (Figura 2-1).

Transformarea se produce în două intervale termice distincte, caracterizate prin patru puncte: Ms (Martensita start) și Mf (Martensita finish) la răcire, respectiv As (Austenita start) și Af (Austenita finish) la încălzire, după cum sunt prezentate în Figura 2-2. Prezența histerezisului termic, diferit pentru sistemele NiTi față de NiTiCu, determină comportamentul de acționare în cicluri complete de încălzire-răcire. Transformarea este asociată cu modificări ale proprietăților termomecanice, electrice și optice ale materialului, fapt ce permite detectarea ei prin multiple tehnici de caracterizare.

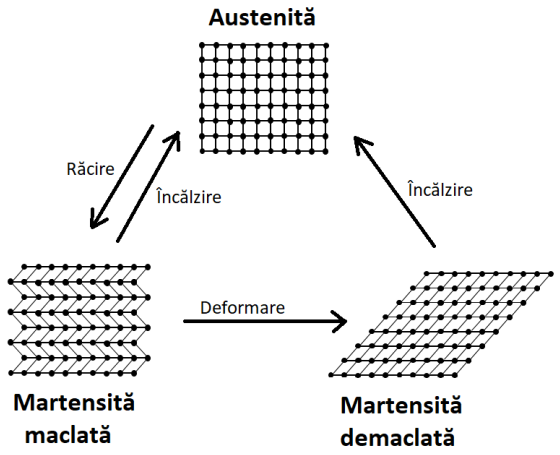


Figura 2-1 Mecanismul transformării martensitice, adaptat după [3].

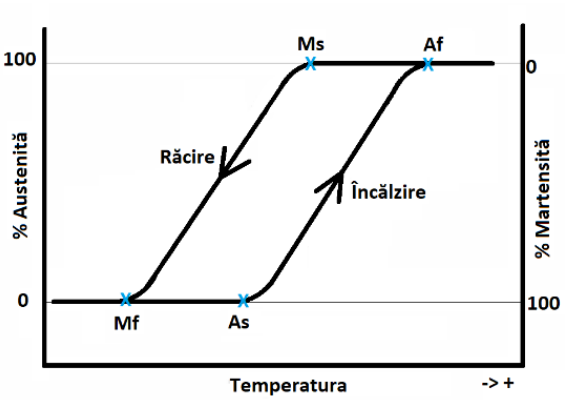


Figura 2-2 Histerezisul și punctele caracteristice transformărilor martensitice.

Aplicații ale aliajelor cu memorie a formei.

Principalele direcții de aplicare vizează conectica (îmbinări cu strângere controlată) [4], actuatorica (generarea de deplasări controlate termic), medicina (stenturi, cleme ortopedice, instrumente endoscopice) [5], [6], [7], [8]; robotica de precizie și MEMS [9], [10], [11]. În domeniul microactuatoarelor, structurile bimorfe de tip cantilever cu film AMF depus pe substrat rigid [12] reprezintă configurația cel mai frecvent studiată, datorită simplității fabricației și predictibilității comportamentului de acționare. Arhitecturile multistrat extind posibilitățile de control al acționării, permițând generarea de platouri succesive sau acționări secvențiale pe intervale termice extinse.

Obținerea filmelor prin tehnica de depunere prin pulverizare în plasmă.

Pulverizarea este un proces de bombardare și desprindere a atomilor unui material sursă de către ioni ai unui gaz inert și depunerea acestora pe un substrat. Procesul se desfășoară în incinta vidată a echipamentului de pulverizare, în aceasta se găsesc anodul și catodul unui circuit electric. Pe anod se montează substratul pe care se va depune filmul iar pe catod se montează materialul sursă. În incintă se introduce un gaz inert, de regulă Ar, care are rolul de a menține procesul de pulverizare (Figura 2-3 a). Odată catodul încărcat negativ, toți electronii liberi din incintă vor fi accelerați în direcția opusă acestuia iar în calea lor se vor ciocni cu atomi de Ar. În urma coliziunii, atomul de Ar pierde un electron și devine ion pozitiv (Figura 2-3 b) care va fi atras cu putere către catod (Figura 2-3 c) unde, din nou, va avea loc o coliziune, dar de această dată cu materialul sursă din care se vor desprinde atomi (Figura 2-3 d). Atomii desprinși vor călători prin incintă, spre anod și se vor depune pe substrat (Figura 2-3 e). Electronii liberi își caută calea de a se alătura ionilor de Ar, moment în care aceștia devin din nou atomi și eliberează

energia câștigată în urma alăturării electronilor sub formă de fotoni (Figura 2-3 f), acesta fiind motivul pentru care incinta este ”iluminată” în timpul pulverizării (Figura 2-3 g).

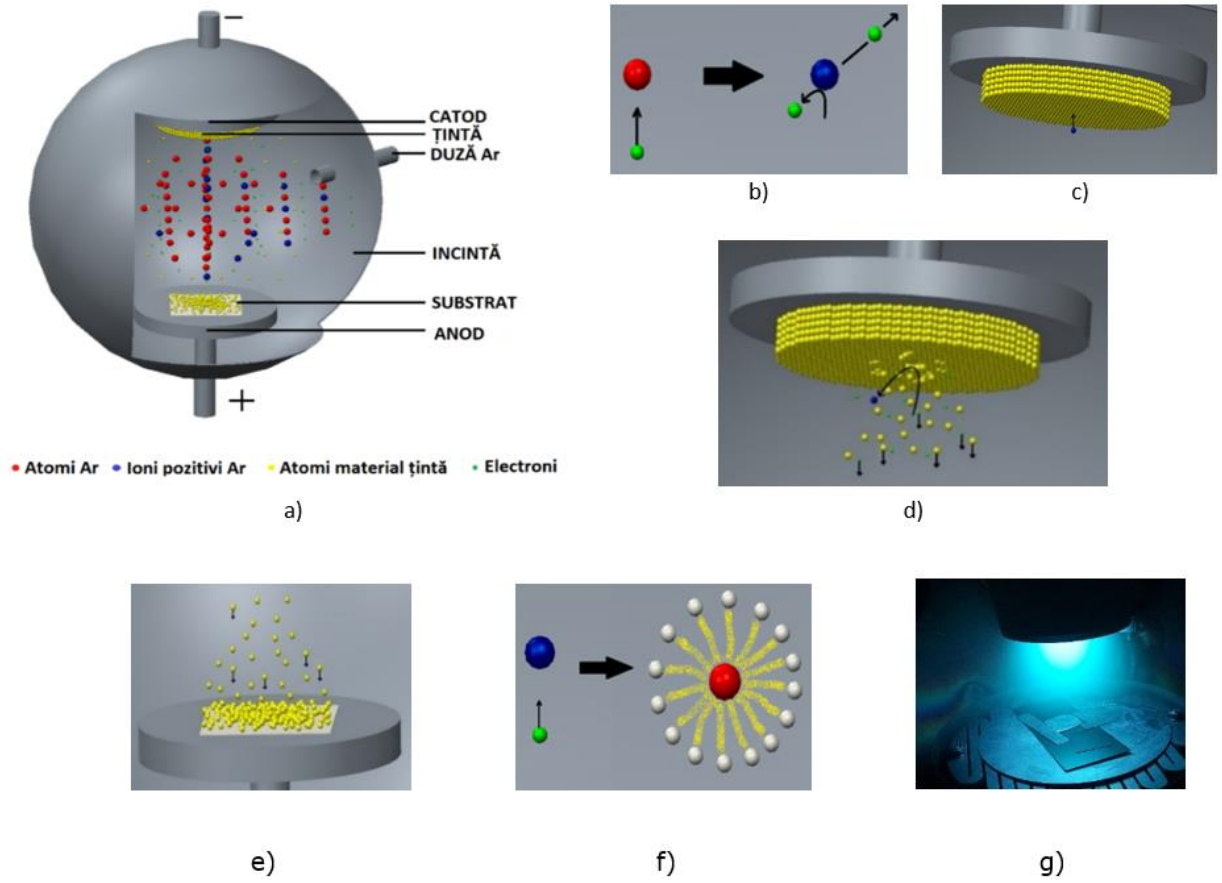


Figura 2-3 Procedeul general de pulverizare.

Parametri de depunere și influența lor.

Depunerea prin pulverizare magnetron permite obținerea de filme subțiri cu grosimi, compoziții și microstructuri controlabile prin varierea parametrilor de proces: puterea de pulverizare [13], presiunea gazului de lucru [14] sau temperatura substratului. Temperatura de depunere [15], [16] influențează determinant gradul de cristalinitate al filmelor și, prin acesta, temperaturile de transformare și proprietățile funcționale. Depunerea la temperaturi joase produce filme amorfe sau parțial cristaline, care necesită tratament termic ulterior pentru activarea transformării martensitice.

Aplicații ale filmelor din AMF

Filmele subțiri din AMF își găsesc utilizare în mai multe categorii de dispozitive, o selecție de aplicații fiind prezentată în continuare, prin exemple din literatura de specialitate.

- Microsenzori. Transformarea de fază activată termic produce modificări ale proprietăților AMF — capacitatea de reflexie a luminii, rezistivitatea electrică — care pot servi ca semnale de intrare în sisteme logice de control.
- Micropompe și microvalve. Diferența dintre forma „caldă" și forma „rece" a filmului permite proiectarea unor elemente care obturează un orificiu într-o stare și îl eliberează

în cealaltă. Filmele pot funcționa și ca membrane care, montate peste o cavitate, pompează sau aspiră un fluid în funcție de direcția concavității (Figura 2-4).

- Micrograpere. Funcționează pe baza a două stări (deschis/închis) corespunzătoare formei reci, respectiv calde (Figura 2-5). Proprietățile AMF pot fi exploatate direct, gripperul fiind realizat integral din material activ, sau indirect, prin mecanisme acționate de AMF.

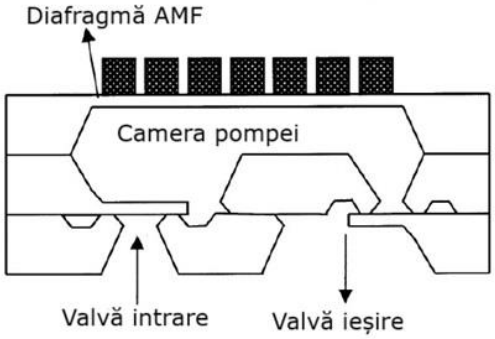


Figura 2-4 Schema de funcționare a unei micropompe. Adaptat după [17], cu permisiunea Elsevier.

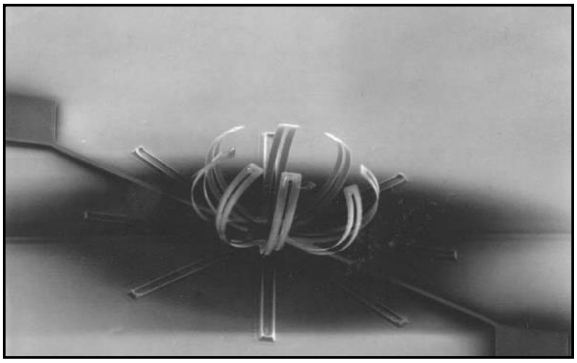


Figura 2-5. Microwrapper din AMF [10] reprodus cu permisiunea Elsevier.

Concluzii capitol.

Analiza literaturii de specialitate a evidențiat că aliajele cu memorie a formei reprezintă materialul de elecție pentru microactuatoarele MEMS care impun forțe și deplasări mari. Temperatura de depunere și compoziția aliajului sunt factorii cu cel mai mare impact asupra proprietăților funcționale ale filmelor subțiri, iar arhitecturile multistrat deschid perspective semnificative pentru controlul profilului de acționare.

Aplicațiile filmelor subțiri din AMF (microsenzori, micro-întrerupătoare, micropompe, microvalve, micrograpere și microelectrozi pentru achiziția semnalelor neurologice) ilustrează versatilitatea acestor structuri și confirmă relevanța lor pentru integrarea în sisteme funcționale complexe la scară micrometrică.

Aceste concluzii au fundamentat direcțiile experimentale și de modelare abordate în capitolele următoare.

3. Studii si cercetări privind utilizarea și dezvoltarea metodelor experimentale utilizate pentru realizarea și caracterizarea structurilor subțiri pe bază de aliaje cu memorie a formei

Capitolul descrie infrastructura experimentală utilizată în lucrare, metodele de realizare a filmelor subțiri și tehnicile de caracterizare structurală, microstructurală, termică și funcțională aplicate.

Realizarea și caracterizarea structurilor subțiri pe bază de aliaje cu memorie a formei presupune parcurgerea unui lanț metodologic bine definit, în care fiecare etapă condiționează calitatea și interpretabilitatea rezultatelor următoare. De la alegerea și pregătirea substraturilor, continuând cu depunerea filmelor în condiții controlate și până la caracterizarea lor structurală, compozițională și funcțională, fiecare pas implică echipamente și metode specifice ale căror particularități trebuie cunoscute și stăpânite. Schema logică prezentată în Figura 3-1 sintetizează această succesiune metodologică, evidențiind legăturile dintre etape și rolul fiecăreia în cadrul procesului de cercetare.

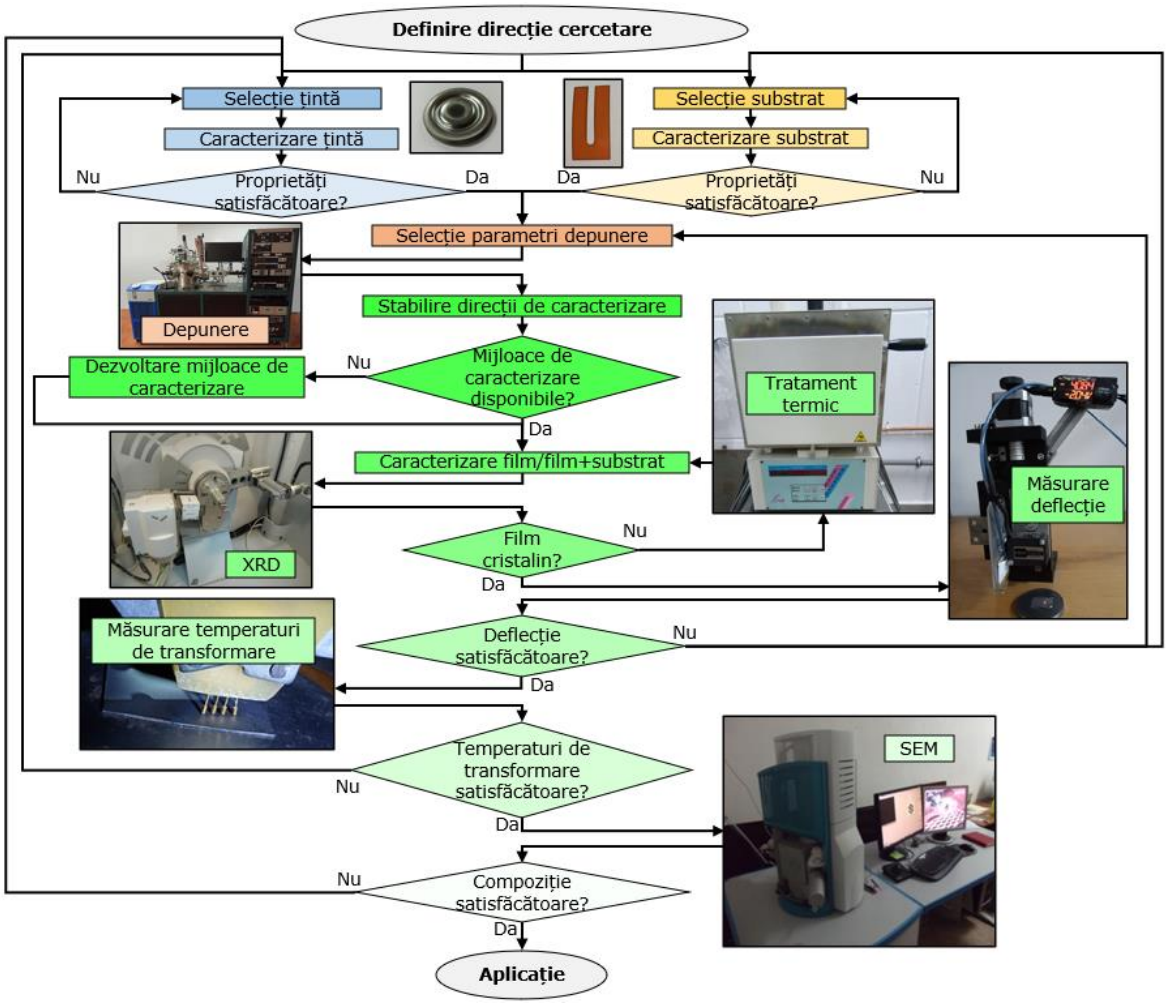


Figura 3-1 Schema logică aplicată în procesul de concept-realizare-caracterizare a filmelor.

Depunerea filmelor prin pulverizare magnetron.

Filmele subțiri au fost realizate prin pulverizare magnetron. Au fost utilizate două echipamente: un sistem construit în cadrul Departamentului de Ingineria Materialelor și Fabricației din cadrul Universității Politehnica Timișoara (UPT) (Figura 3-2) și un sistem comercial AJA International ORION 8 (Figura 3-3), echipat cu patru tunuri de pulverizare și control automatizat al temperaturii substratului. Parametrii principali de depunere: puterea aplicată pe țintă, presiunea gazului de lucru (argon), temperatura substratului și durata depunerii au fost controlați și variați sistematic pentru a investiga influența lor asupra proprietăților filmelor obținute.



Figura 3-2 Echipament de pulverizare DC Magnetron.



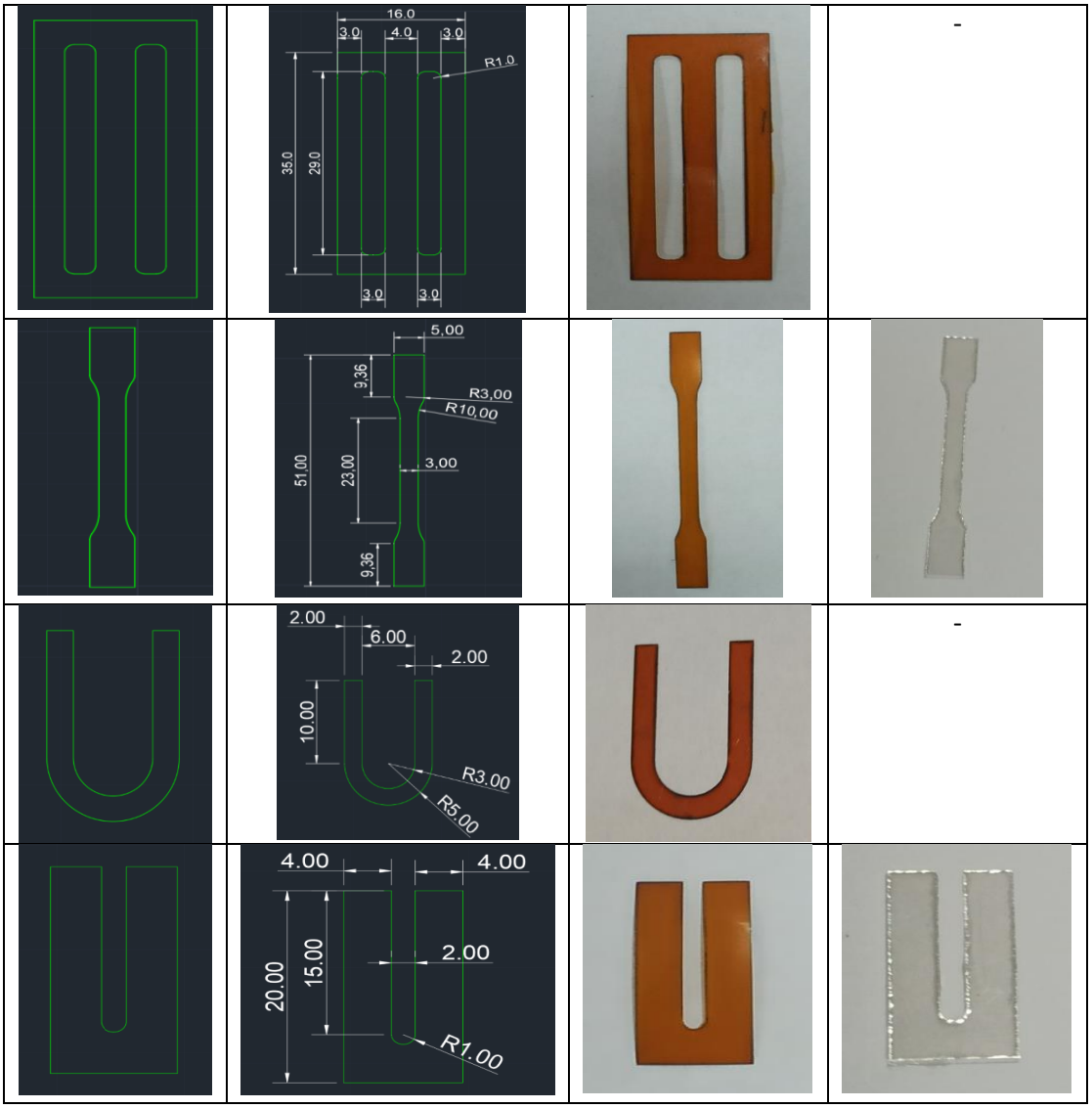
Figura 3-3 Echipamentul de pulverizare DC Magnetron ORION 8.

Pregătirea substraturilor.

Substraturile utilizate au fost din siliciu (Si), polimidă (Kapton), Upilex, Mo, Mică, sticlă, și altele. Debitarea substraturilor (Kapton, mică, și alte materiale pretabile pentru un laser de putere redusă) la dimensiunile dorite s-a realizat cu echipamentul de marcare și tăiere cu laser Trumpf TruMark Station 5000 echipat cu un LASER Trumpf TruMark 3230 având o putere de 7W și o lungime de undă λ=532 nm (LASER Verde), diametru focar d_r=24 μm, distanța focală f=160 mm, distanța de lucru A=212 mm, înălțimea obiectivului B=36 mm, diametrul obiectivului C=91,4 mm, câmp de marcare D x D= 110 mm X 110 mm, și folosește o lentilă de tip F-Theta și o masă cu vid pentru fixarea pieselor. În Tabelul 3-1 sunt prezentate unele substraturi debitate prin această metodă.

Tabelul 3-1 Exemple de substraturi debitate cu LASER.

Model	Schiță	Kapton	Mică



Caracterizarea structurală prin difracție de raze X.

Analiza structurală a filmelor și a materialelor-țintă s-a realizat prin difracție de raze X (XRD), utilizând difractometrul PANAlytical X'Pert³. Difractogramele obținute au permis identificarea fazelor cristaline prezente, faza cubică cu volum centrat B2 (austenită), martensita monoclinică B19' și martensita ortorombică B19 și evaluarea gradului de cristalinitate al filmelor depuse. Interpretarea difractogramelor a fost susținută de simulări realizate cu programul de vizualizare și analiză structurală a cristalelor VESTA.

Caracterizarea microstructurală şi compoziţională.

Microstructura și compoziția chimică a filmelor și a materialelor-țintă au fost investigate prin microscopie electronică cu baleiaj (SEM), utilizând microscopul Tescan Vega 3LM. Analiza compozițională cantitativă a fost realizată prin spectroscopie de dispersie a energiei razelor X (Energy Dispersive X-ray Spectroscopy — EDX), cu sistemul Bruker Quantax 200 integrat în microscopul

electronic. Imaginile de microscopie electronică au permis identificarea morfologiei grăunților, a mecanismelor de creștere și a variațiilor compoziționale locale.

Calorimetria diferențială cu baleiaj.

Temperaturile caracteristice ale transformării martensitice: temperatura de start și de finish la răcire (Ms și Mf) și la încălzire (As și Af), au fost determinate prin calorimetrie diferențială cu baleiaj (DSC), utilizând echipamentul Perkin-Elmer DSC 7. Măsurătorile au fost efectuate în cicluri complete de încălzire și răcire, permițând și extragerea profilului fracției de martensită m(θ) în funcție de temperatură, utilizat ulterior în modelele de acționare.

Profilometria.

Grosimea filmelor depuse a fost determinată prin profilometrie de contact, pe probe cu trepte realizate prin mascarea parțială a substratului în timpul depunerii. Profilometrul a furnizat date cantitative despre uniformitatea filmului și despre viteza de depunere în condițiile experimentale utilizate.

Dezvoltarea sistemului integrat de caracterizare funcțională.

O contribuție infrastructurală esențială a lucrării este dezvoltarea și validarea unui sistem integrat (Figura 3-4) care permite înregistrarea a două mărimi funcționale în funcție de temperatură: rezistivitatea electrică, prin metoda în patru puncte și deflecția capătului liber al cantileverului, prin senzor laser punctiform OMRON ZX2-LD50. Temperatura probei este controlată prin module cu efect Peltier, iar datele sunt achiziționate computerizat. Sistemul permite detectarea transformărilor de fază pe baza variației rezistivității și cuantificarea simultană a capacității de acționare termomecanică, oferind posibilitatea comparației directe cu predicțiile modelelor dezvoltate în lucrare.



Figura 3-4 Dispozitivul de măsurare a deflecției și a rezistivității electrice în filmele depuse pe substrat.

Concluzii capitol.

Infrastructura experimentală pusă în funcțiune acoperă întregul lanț de la depunerea filmelor până la caracterizarea lor structurală, microstructurală, termică și funcțională. Sistemul integrat de caracterizare funcțională reprezintă o unealtă originală, validată pe multiple configurații film-substrat, care a stat la baza tuturor experimentelor efectuate.

4. Contribuții la realizarea filmelor din aliaje cu memorie a formei prin pulverizare magnetron

Capitolul prezintă caracterizarea compozițională, microstructurală și structurală a materialelor-țintă utilizate la pulverizare și a filmelor subțiri obținute din acestea, împreună cu analiza transformărilor de fază identificate în filme.

Caracterizarea țintelor din aliaje cu memorie a formei.

Materialele-țintă utilizate cel mai frecvent au fost aliaje din familia Nichel-Titan (Ni-Ti), în variante bogate în titan (Ti) și respectiv bogate în nichel (Ni), inclusiv o variantă superelastică și o țintă din familia Titan-Nichel-Cupru (Ti-Ni-Cu).

Țintă NiTi bogată în Ti. Analiza prin difracție de raze X a confirmat prezența martensitei monoclinice de tip B19', prin succesiunea de vârfuri localizate în jurul valorii 2θ = 40° (Figura 4-1). Analiza prin microscopie electronică cu baleiaj a evidențiat aspectele microstructurale ale topografiei suprafeței, cu identificarea variantelor de martensită în două zone distincte ale suprafeței țintei.

Țintă NiTi bogată în Ni. Analiza compozițională a țintei NiTi bogate în Ni arată o compoziție specifică stării austenitice. Analiza prin difracție de raze X pune în evidență preponderent vârful austenitic specific structurii cristaline de tip B2 (Figura 4-2), confirmat ca fază dominantă în această țintă.

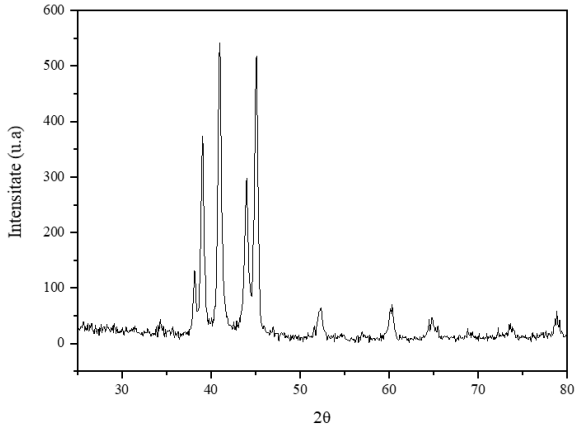


Figura 4-1 Analiză prin difracție de raze X pentru ținta NiTi bogată în Ti în stare martensitică.

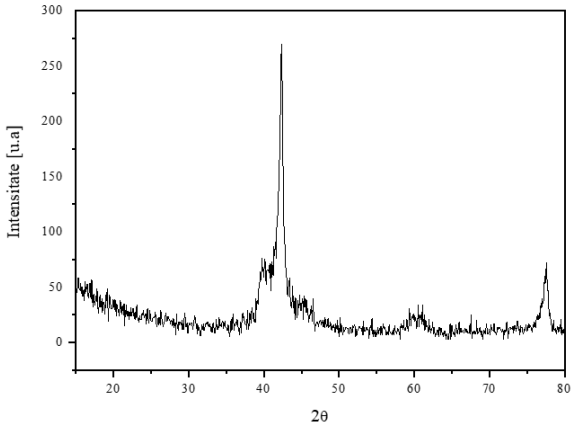


Figura 4-2 Analiză prin difracție de raze X pentru ținta NiTi bogată în Ni în stare austenitică.

Ținta TiNiCu. Microstructura aliajelor TiNiCu este influențată de compoziție; întrucât înlocuirea Ni cu Cu poate interveni pe un interval compozițional mai larg, segregarea fazelor secundare nu este neobișnuită. Temperaturile de transformare ale acestor aliaje sunt mai stabile în raport cu compoziția Ni/Cu față de sistemul NiTi, unde raportul Ni/Ti are un efect mult mai pronunțat. Microstructura țintei TiNiCu prezintă grăunți poliedrici individualizați prin limite bine delimitate, cu dimensiuni cuprinse între 40 și 60 µm. Sunt identificate precipitate bogate în Ti, iar analiza compozițională prin EDX arată variații semnificative între grăunți și limitele acestora Figura 4-3.

Înregistrarea spectrului de difracție de raze X la temperatură ridicată evidențiază prezența fazei austenitice B2 (Figura 4-4).

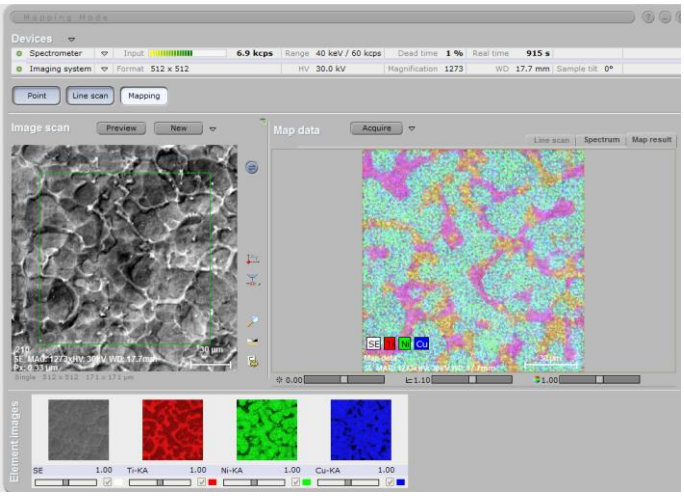


Figura 4-3 Microstructura și harta compozițională a țintei Ti-Ni-Cu.

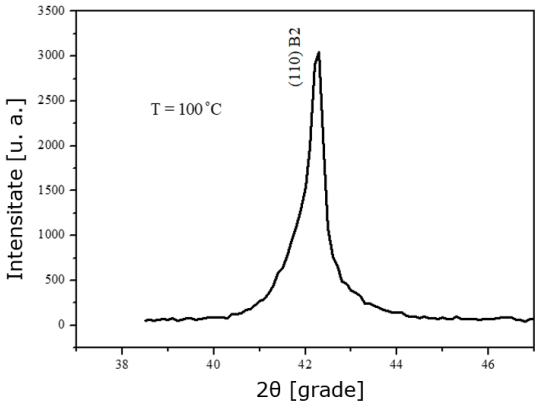


Figura 4-4 Analiza XRD a țintei Ti-Ni-Cu.

Caracterizarea țintelor după utilizarea la pulverizare.

Utilizarea repetată a țintelor în procesul de pulverizare magnetron produce erodări inelare specifice, caracteristice geometriei câmpului magnetic, vizibile pe suprafața tuturor țintelor investigate. Zona inelară cu erodare maximă prezintă o concentrație mai ridicată în Ti față de compoziția nominală (Figura 4-5). Această redistribuție compozițională are consecințe directe asupra stoechiometriei filmelor depuse și, implicit, asupra temperaturilor de transformare ale filmelor. Concluzia practică este că stoechiometria filmului nu corespunde întotdeauna compoziției nominale a țintei și că variațiile compoziționale ale filmelor dintr-un lot la altul pot fi parțial atribuite uzurii progresive a țintei.

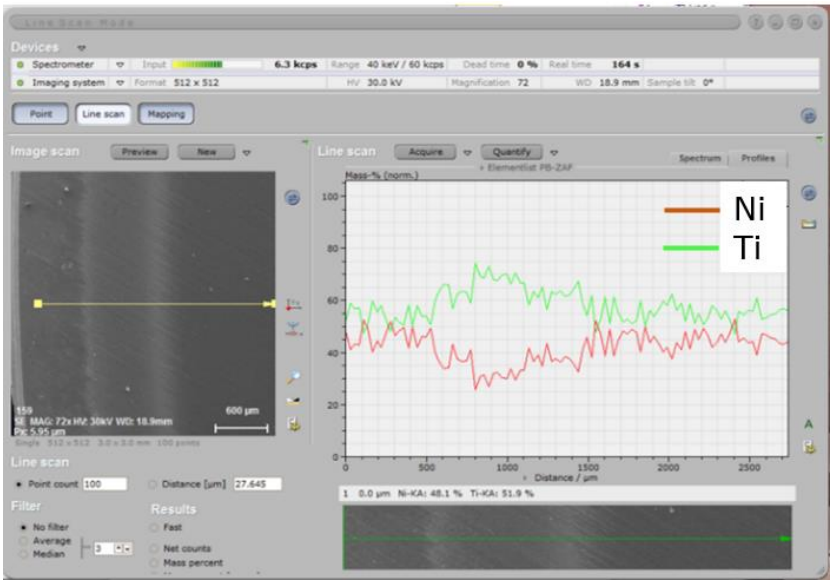


Figura 4-5 Analiză compozițională a țintei NiTi superelastic.

Analiza compozițională a filmelor depuse.

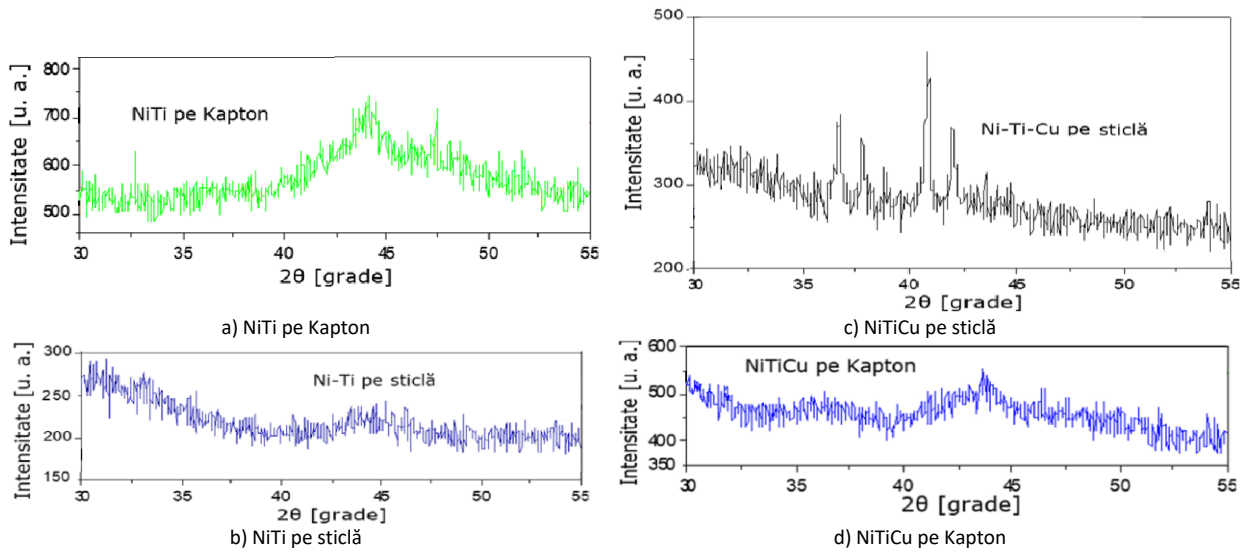
Compoziția filmelor TiNiCu a fost determinată prin analiză EDX și comparată cu cea a materialelor-țintă corespunzătoare. S-a constatat o scădere sistematică a conținutului de Ti în film față de țintă, asociată cu randamentul diferit de pulverizare al elementelor componente (Tabelul 4-1).

Tabelul 4-1 Analiză comparativă a compoziției țintei și filmului Ti-Ni-Cu.

Element	Ti		Ni		Cu	
	at%	wt%	at%	wt%	at%	wt%
Țintă	59.32	53.65	26.77	29.64	13.91	16.71
Film	52.28	46.58	33.34	36.41	14.38	17.01

Caracterizarea structurală prin difracție de raze X a filmelor depuse.

Analiza structurală prin difracție de raze X, realizată cu echipamentul Panalytical X'Pert³ MRD în laboratorul UPT, a arătat că gradul de cristalinitate depinde de tipul și compoziția substratului. Filmele NiTi depuse pe Kapton (Figura 4-6 a), sau sticlă (Figura 4-6 b) nu au prezentat vârfuri caracteristice transformării martensitice nici la încălzire, nici la răcire. În schimb, filmele NiTiCu depuse pe sticlă (Figura 4-6 c) au evidențiat clar vârfurile martensitice, în timp ce pentru filmele depuse pe Kapton (Figura 4-6 d) transformarea de fază nu a fost la fel de evidentă, observându-se doar o cristalizare parțială.



a) NiTi pe Kapton
c) NiTiCu pe sticlă
b) NiTi pe sticlă
d) NiTiCu pe Kapton

Figura 4-6 Analiză XRD pentru filmele depuse pe sticlă și Kapton.

Microstructura filmelor depuse.

Creșterea filmelor depuse prin pulverizare se concretizează prin formarea unei structuri dense, a cărei morfologie în secțiune transversală se evidențiază sub forma de grăunți columnari (Figura 4-7).

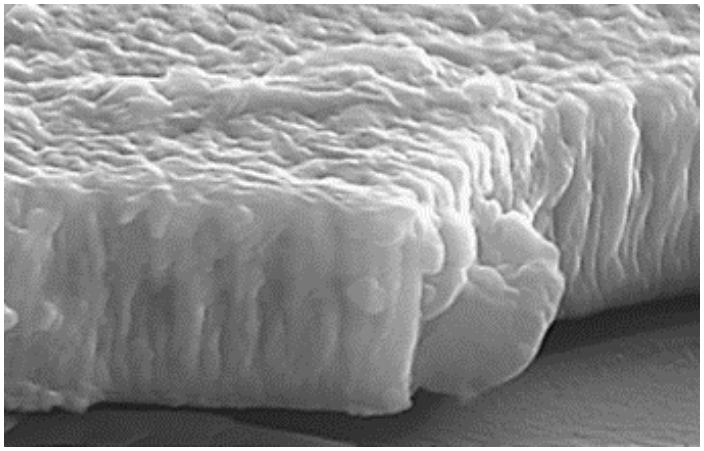


Figura 4-7 Grăunți columnari ai filmelor depuse pe substrat.

Concluzii capitol.

Caracterizarea microstructurală și compozițională a țintelor și a filmelor depuse a evidențiat o serie de particularități determinate de natura aliajului, de parametrii de depunere și de interacțiunea dintre film și substrat. Analiza fazelor prezente, a morfologiei suprafeței și a mecanismelor de creștere a permis corelarea condițiilor de procesare cu proprietățile structurale ale filmelor obținute, furnizând informații esențiale pentru înțelegerea comportamentului funcțional al acestora în arhitecturile studiate. Principalele observații sunt sintetizate în continuare:

- Ținta NiTi bogată în Ti a arătat o structură martensitică B19', confirmată prin XRD și DSC.
- Ținta NiTi bogată în Ni s-a dovedit a fi austenitică, cu faza B2 stabilă la temperatura ambiantă.
- Ținta Ti-Ni-Cu a prezentat grăunți poliedrici bine delimitați, dar cu variații compoziționale la limite și segregări bogate în Ti.
- După pulverizare magnetron, țintele au suferit erodări inelare și modificări locale de compoziție, ceea ce a dus la diferențe de stoechiometrie în filme.
- Filmele depuse au rămas amorfe la temperaturi joase, dar la temperaturi ridicate au cristalizat, punând în evidență fazele B2, B19 și B19'.

5. Cercetări privind realizarea de microactuatori cu filme din aliaje cu memorie a formei — modelări și realizări experimentale

Capitolul constituie nucleul contribuțiilor originale și reunește opt studii publicate privind modelarea, optimizarea și caracterizarea experimentală a microactuatoarelor de tip consolă cu filme din aliaje cu memorie a formei (AMF), dar și alte experimente și cercetări nepublicate, organizate în subsecțiuni corespunzătoare fiecărei lucrări.

Stabilirea factorilor de influență.

Cercetarea prezintă compoziția aliajului și grosimea filmului activ ca factori care influențează comportamentul de acționare al structurilor bimorfe. Se consideră varierea acestor doi factori, dar se menține grosimea și materialul substratului, temperatura de depunere și lungimea consolei fixe. Pe baza analizei parametrice, s-a stabilit că variația grosimii filmelor depuse sau a compoziției aliajului joacă un rol important în proiectarea actuatorilor, arătând că variații mici ale conținutului de Ni (între 48% și 51%) conduc la diferențe vizibile în poziția intervalului de transformare și în amplitudinea deflecției, cu intervalul critic 50–51% Ni: aici apar cele mai mari diferențe de temperatură de acționare și de deflecție, ceea ce confirmă sensibilitatea ridicată a materialului la rafinarea compoziției. Grosimea filmului (df) influențează amplitudinea deflecției, dar tendința generală rămâne aceeași: curbele prezintă o creștere bruscă în zona de transformare martensită–austenită. Rezultatele grafice sunt prezentate mai jos în Figura 5-1, Figura 5-2 și Figura 5-3.

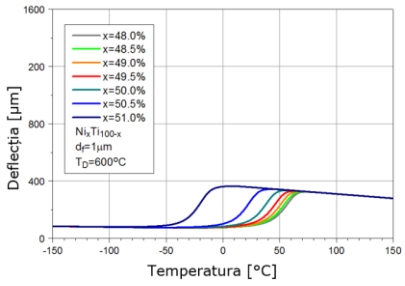


Figura 5-1 Influența compoziției (x) asupra temperaturii de transformare pentru df=1µm.

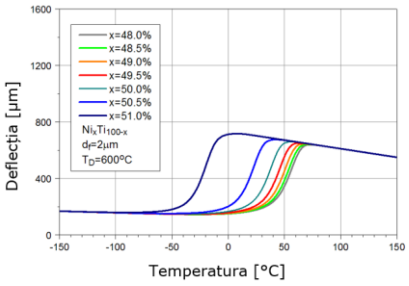


Figura 5-2 Influența compoziției (x) asupra temperaturii de transformare pentru d_f=2µm.

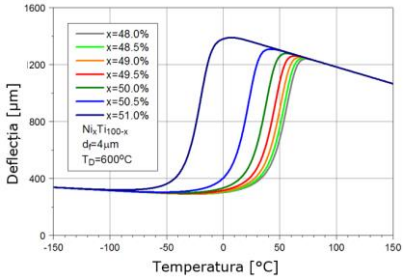
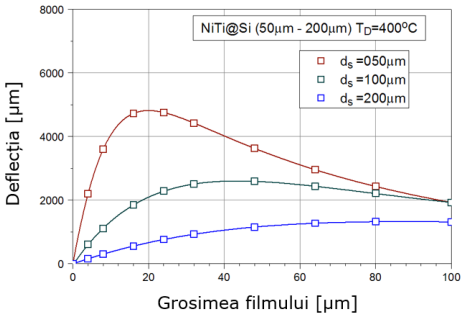


Figura 5-3 Influența compoziției (x) asupra temperaturii de transformare pentru d_f=4µm.

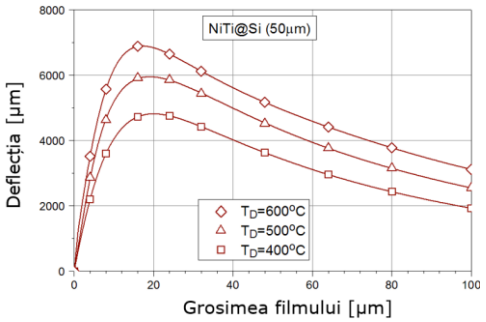
Optimizarea sistemului de explorare pentru extinderea cercetării inovative.

Această cercetare prezintă o analiză parametrică sistematică a factorilor care influențează amplitudinea deflecției cantileverelor bimorfe NiTi pe substrat de siliciu (Si), realizată prin serii de modelări numerice. Parametrii variați au fost: grosimea substratului (ds = 50, 100 și 200 µm), grosimea filmului activ depus (df), temperatura de depunere (TD = 400, 500 și 600°C) și lungimea consolei (L = 1–25 mm). Din analiza rezultatelor obținute au reieșit patru concluzii principale. În primul rând, temperatura de depunere influențează direct amplitudinea deflecției: filmele depuse la 600°C produc deflecții maxime mai mari față de cele depuse la 400°C, efectul fiind mai pronunțat la substraturi mai subțiri. În al doilea rând, există o grosime optimă a filmului la care deflecția atinge un maxim, creșterea ulterioară a grosimii rigidizează structura și diminuează efectul de acționare. În al treilea rând, substraturile mai subțiri (50

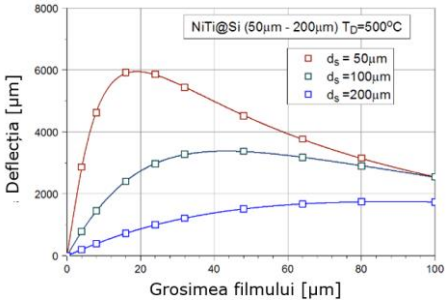
µm) permit amplitudini de deflecție mai mari față de substraturile groase (200 µm), care limitează deformarea. Rezultatele sunt reprezentate grafic în Figura 5-4.



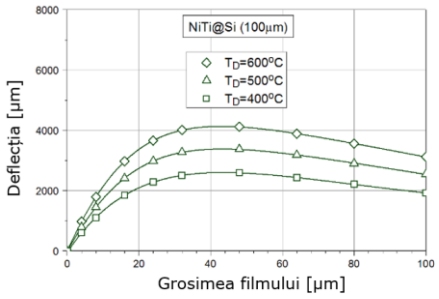
a) Influența grosimii substratului asupra deflecției pentru filmele depuse T_D=400°C.



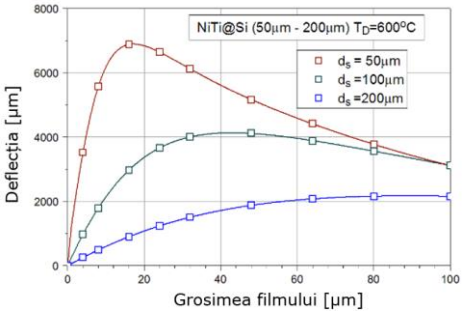
b) Influența temperaturii de depunere asupra deflecției pentru filmele depuse pe substrat cu d_s=50µm.



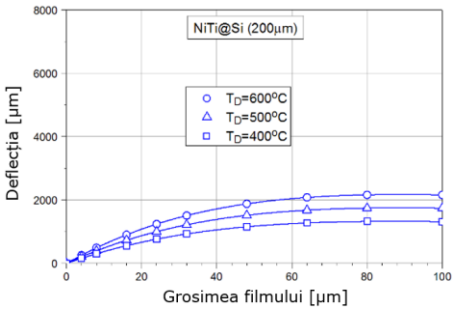
c) Influența grosimii substratului asupra deflecției pentru filmele depuse T_D=500°C.



d) Influența temperaturii de depunere asupra deflecției pentru filmele depuse pe substrat cu d_s=100µm.



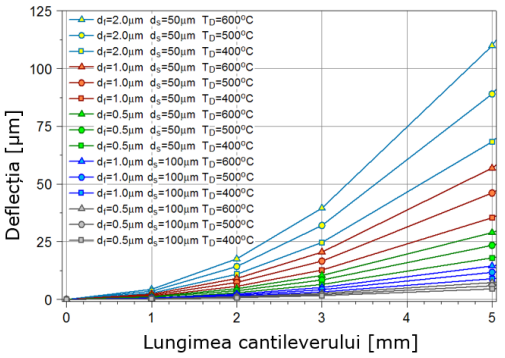
e) Influența grosimii substratului asupra deflecției pentru filmele depuse T_D=600°C.



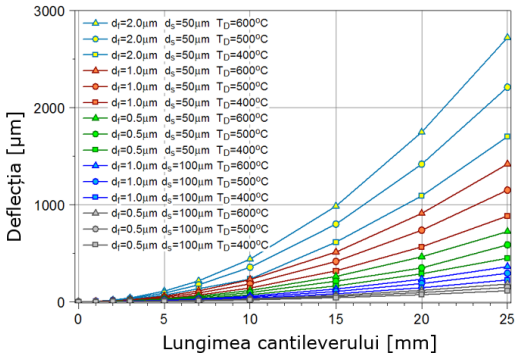
f) Influența temperaturii de depunere asupra deflecției pentru filmele depuse pe substrat cu d_s=200µm.

Figura 5-4 Influența grosimii filmului, a grosimii substratului și a temperaturii de depunere asupra amplitudinii deflecției pe parcursul transformării martensitice.

În al patrulea rând, amplitudinea deflecției crește odată cu lungimea consolei, după cum este prezentat în Figura 5-5, unde se observă că indiferent de temperatura de depunere, grosimea filmului sau grosimea substratului, creșterea lungimii duce la creșterea deflecției.



a) Pentru lungimi ale cantileverului cuprinse între 0 și 5 mm.



b) Pentru lungimi ale cantileverului cuprinse între 0 și 25 mm.

Figura 5-5 Dependența amplitudinii deflecției pe parcursul transformării martensitice pentru diferite grosimi ale filmului, diferite grosimi ale substratului și pentru diferite temperaturi de depunere.

Modelele construite în această etapă, dezvoltate pentru sistemul NiTi dar adaptabile oricărui sistem de aliaje prin modificarea datelor de intrare, cristalizează bazele pentru investigarea sistematică a capacității de acționare în funcție de compoziție și parametrii de depunere.

Optimizarea materialelor prin distribuții compoziționale de filme subțiri.

Lucrarea introduce metodologia bibliotecilor compoziționale realizate prin pulverizare simultană din ținte elementare, care permite explorarea rapidă a unui număr mare de compoziții dintr-un singur proces de depunere. Metoda a fost aplicată sistemelor Titan-Niobiu (Ti-Nb) și Titan-Niobiu-Platină (Ti-Nb-Pt). În cazul sistemului TiNb distribuția compozițională pe o lungime de 90 mm permite identificarea unor puncte unice din punct de vedere compozițional, începând cu un raport aproximativ Ti:Nb de 9:1 și încheind cu un raport de aproximativ 1:9 (Figura 5-6). Figura 5-7 arată o minibibliotecă a sistemului TiNbPt a cărui rezistivitate electrică este direct influențată de raportul elementelor.

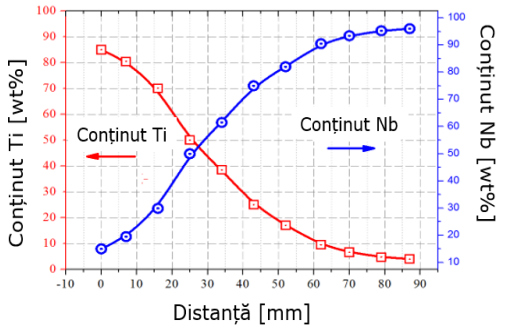


Figura 5-6 Reprezentare grafică a distribuției de Nb și Ti.

Gradient Ti [wt%]	2,31	3,8	6,38	8,41	18,44
Gradient Nb [wt%]	8,63	10,56	18,61	27,25	38,81
Gradient Pt [wt%]	89,06	85,64	75,01	64,35	42,75
Rezistență [Ω]	0,0493	0,0385	0,035	0,0474	0,0633

Figura 5-7 Mini-bibliotecă în sistemul Ti-Nb-Pt

Validarea experimentală a modelului de predicție.

Modelul de acționare a fost validat prin compararea predicțiilor cu măsurători efectuate pe probe fizice: cantilevere bimorfe cu filme din aliaj Ni-Ti depuse pe substrat de polimidă (Kapton) la temperaturi de 450, 500 și 600°C (Figura 5-8). Concordanța apropiată obținută între valorile simulate și cele măsurate

confirmă aplicabilitatea modelului pentru proiectarea microactuatoarelor și reduce semnificativ efortul experimental necesar optimizării.



a) metoda de măsurare a deflecției pe probă.

b) prezentarea celor trei probe măsurate.

c) grafic comparativ între valorile măsurate și cele modelate.

Figura 5-8 Comparație a deflecției măsurate și modelate.

Sisteme de micro-acționare bazate pe filme cu transformare de fază. [18]

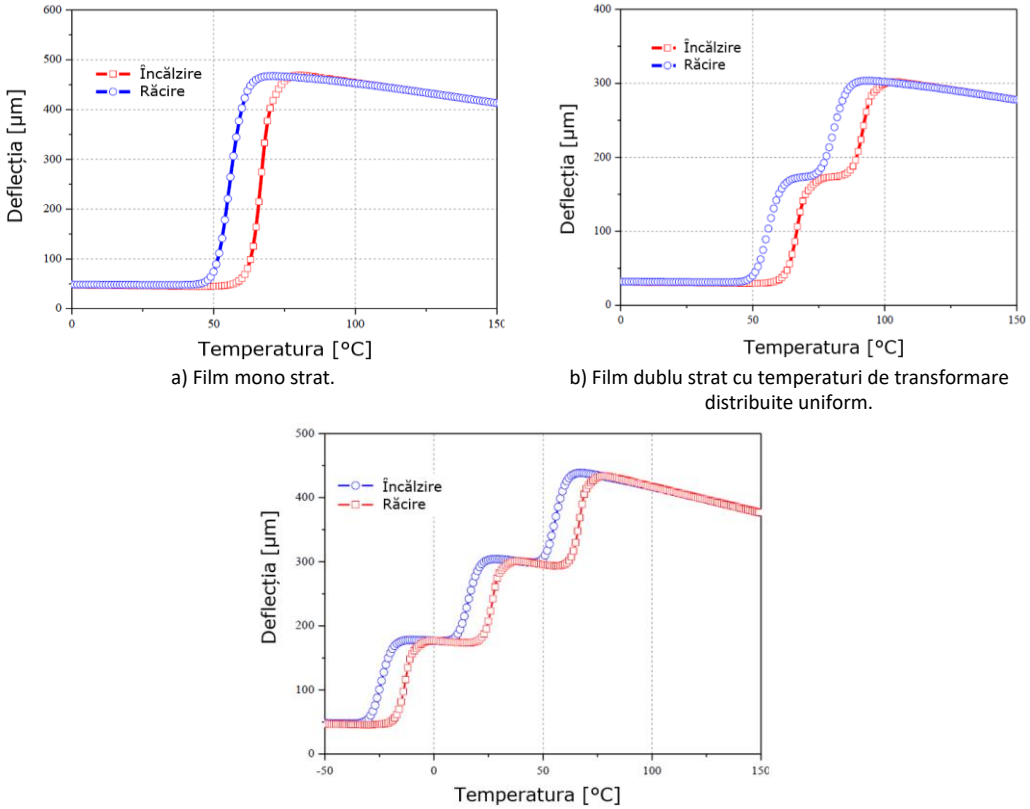
Lucrarea sintetizează principiile de proiectare ale microactuatoarelor bimorfe cu filme din aliaje cu memorie a formei. Odată ce filmele austenitice încep să se transforme în martensită, apare o variație a deflecției capătului liber al cantileverului. Temperatura de depunere influențează semnificativ amplitudinea deflecției, filmele depuse la temperaturi ridicate generând variații mai mari față de cele depuse la temperatura camerei. Varierea compoziției aliajului Ti-Ni permite controlul poziției termice a intervalului de transformare, oferind posibilitatea adaptării acționării la domenii de temperatură specifice. Rezultatele modelării demonstrează importanța proprietăților termoelastice ale filmului în generarea acționării în microactuatoarele de tip cantilever pe bază de filme din aliaje cu memorie a formei.

Acționare bazată pe transformări de fază în arhitecturi micro-strat. [19]

Lucrarea extinde analiza de la structurile monostrat la arhitecturile bistrat și tristrat cu temperaturi de transformare diferite. Utilizând parametrii din Tabelul 5-1, s-au efectuat modelări ale comportamentului la deflecție pentru actuatori multistrat și s-a demonstrat că prin proiectarea stratificării se pot genera platouri de acționare distincte sau acționări secvențiale distribuite pe intervale termice extinse (Figura 5-9).

Tabelul 5-1 Parametrii microactuatoarelor NiTi/Si de tip consolă utilizați în simulare, considerând ca depunerea s-a efectuat la aceeași temperatură pentru toate filmele.

Microactuator de tip consolă	Grosimea substratului [µm]	Stratul 1		Stratul 2		Stratul 3		Figura
		Grosime [µm]	Ms [°C]	Grosime [µm]	Ms [°C]	Grosime [µm]	Ms [°C]	
Mono strat	100	1	60	-	-	-	-	Figura 5-9 a
Dublu strat	100	0.5	60	0.5	80	-	-	Figura 5-9 b
Triplu strat	100	0.333	60	0.333	20	0.333	-20	Figura 5-9 c



a) Film mono strat.

b) Film dublu strat cu temperaturi de transformare distribuite uniform.

c) Film triplu strat cu temperaturi de transformare distribuite uniform.

Figura 5-9 Simulări deflecție–temperatură pentru structuri bimorfe cu film din aliaj cu memorie de formă depus pe un substrat ne-transformabil.

Studiul influenței caracteristicilor substratului asupra deflecției actuatorilor bimorfi. [20]

Lucrarea investighează sistematic influența proprietăților termoelastice ale substratului: modulul lui Young și coeficientul de dilatare termică asupra deflecției termice a cantileverelor bimorfe cu film Ni-Ti urmărind maximizarea amplitudinii acționării prin alegerea adecvată a materialului substratului.

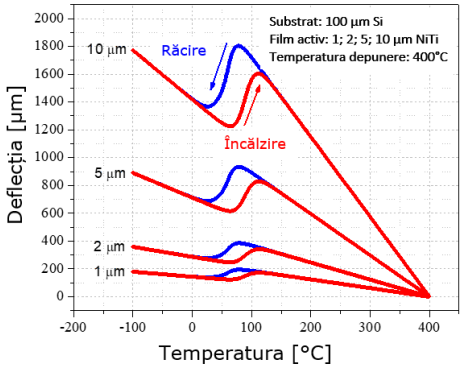
S-au stabilit în vederea modelării, un actuator bimorf de tip cantilever cu următoarele caracteristici: 20 mm lungime, 100 µm grosimea substratului și 4 mm lățime iar temperatura de depunere este considerată 400˚C. Pentru a analiza optimizările pentru o aplicație specifică de micro-acționare, influența proprietăților termoelastice asupra acționării a fost studiată pentru mai multe cazuri, cum ar fi:

- Coeficientul de dilatare termică a filmului din AMF mai mic decât cel al substratului ($\alpha_{SMA}<\alpha_S$). Film de NiTi depus pe substrat de Si sau Polimidă.
- Coeficientul de dilatare termică a filmului din AMF egal cu cel al substratului ($\alpha_{SMA}\approx\alpha_S$). Film de NiTi depus pe substrat de Ti și Ni.
- Coeficientul de dilatare termică a filmului din AMF mai mare decât cel al substratului ($\alpha_{SMA}>\alpha_S$). Film de NiTi depus pe substrat de oțel inoxidabil 304 sau Mo.

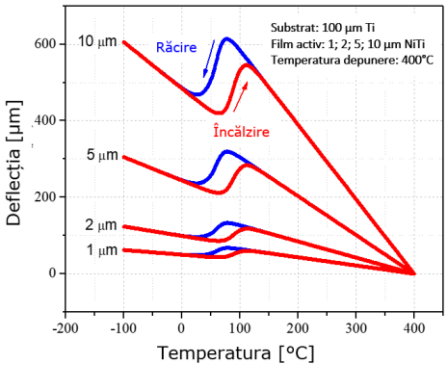
În Figura 5-10 sunt prezentate rezultatele obținute în urma modelării. Așa cum era de așteptat, se observă o creștere constantă a acționării în timpul transformării de fază odată cu creșterea grosimii filmului de NiTi. Mărimea deflecției este de asemenea influențată de nepotrivirea dintre constantele termoelastice ale filmului din AMF și ale substratului.

Filmul depus la 400°C pe substrat de Si prezintă o acționare semnificativ mai mare comparativ cu cel depus la aceeași temperatură pe substrat de Ti, în timp ce filmul depus pe Mo este într-o gamă apropiată cu cel depus pe Ti. Diferența dintre parametrii termoelastici ai Si și cei ai NiTi este cea mai mare pe când diferența dintre cei ai Ti și cei ai NiTi este cea mai mică.

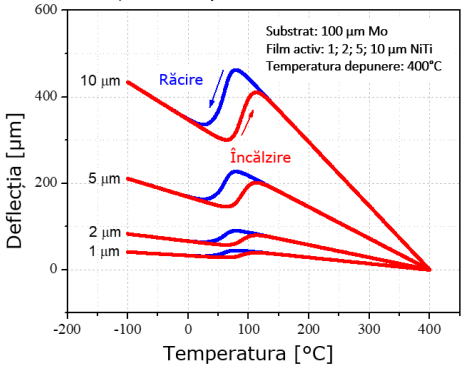
În cazul actuatoarelor cu substrat cu coeficient de dilatare mai mare decât cel al filmului, deflecția se va realiza prin deplasarea vârfului cantileverului înspre film. Pentru cazul în care coeficientul de dilatare este mai mare la film decât la substrat, vârful cantileverului se va deplasa înspre substrat.



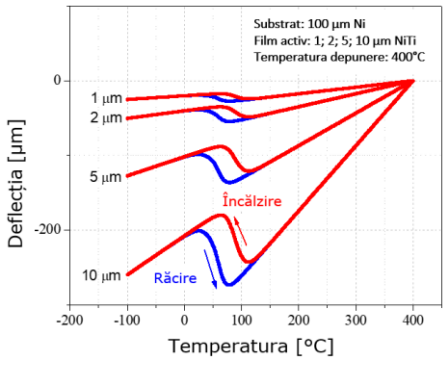
a) Film NiTi pe substrat de Si.



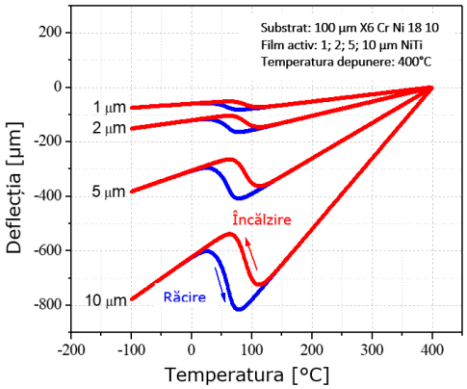
b) Film NiTi pe substrat de Ti.



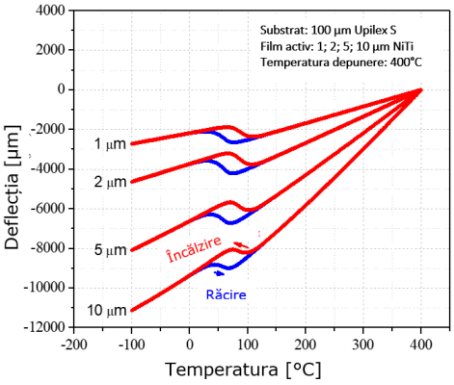
c) Film NiTi pe substrat de Mo.



d) Film NiTi pe substrat de Ni.



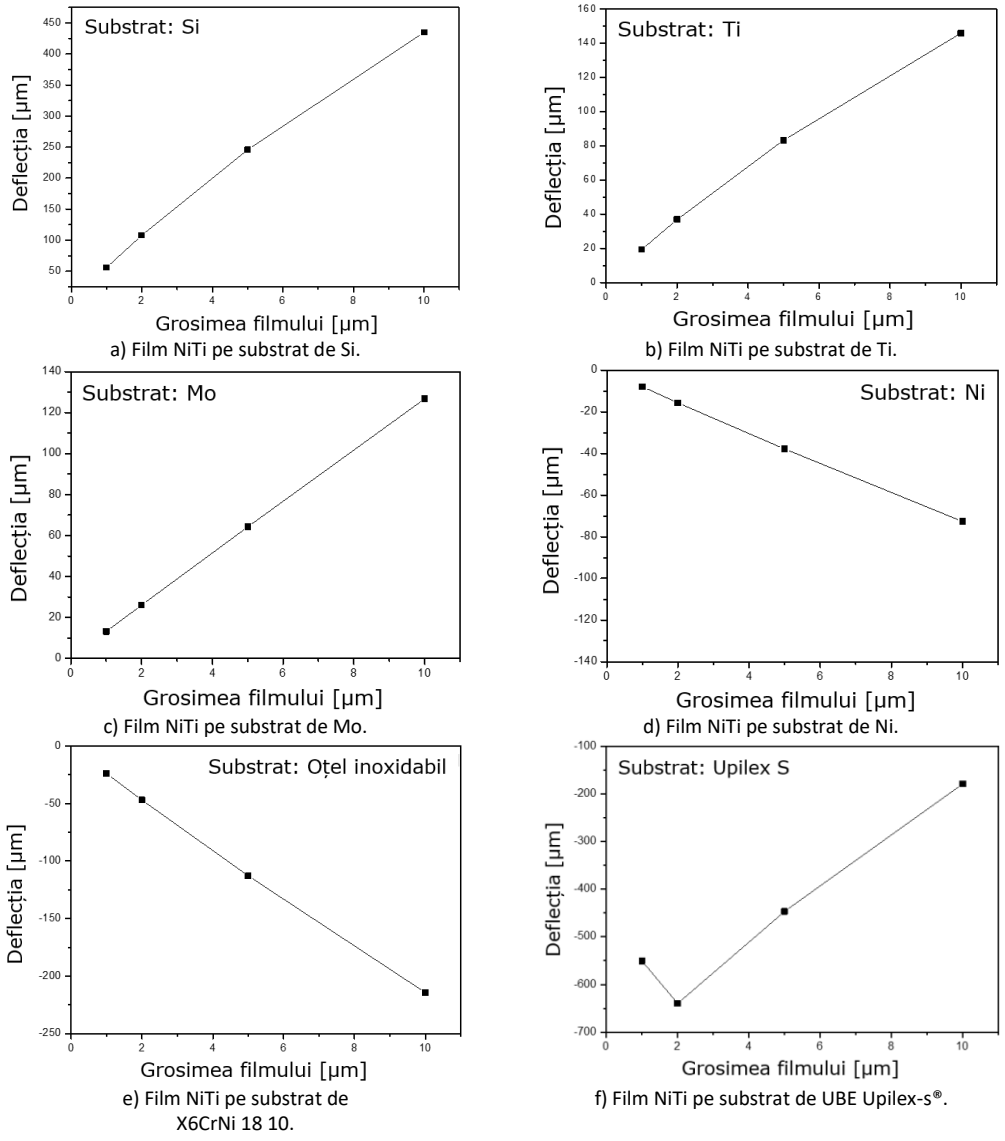
e) Film NiTi pe substrat de X6CrNi 18 10.



f) Film NiTi pe substrat de UBE Upilex-s®.

Figura 5-10. Modelarea deflecției pentru filme NiTi depuse la 400°C în grosimi de 1, 2, 5, 10 µm pe substraturi de 100 µm grosime.

Din rezultatele modelării prezentate în Figura 5-10 se pot extrage informații referitoare la deflecția maximă a fiecărui tip de cantilever funcție de grosimea filmului depus. Astfel, în Figura 5-11 sunt prezentate valorile maxime ale deflecției cantileverelor prezentate anterior, funcție de grosimea filmului depus pe fiecare tip de substrat.



a) Film NiTi pe substrat de Si.
b) Film NiTi pe substrat de Ti.
c) Film NiTi pe substrat de Mo.
d) Film NiTi pe substrat de Ni.
e) Film NiTi pe substrat de X6CrNi 18 10.
f) Film NiTi pe substrat de UBE Upilex-s®.

Figura 5-11 Deflecția maximă pentru modelarea cantileverelor cu filme NiTi depuse la 400°C în grosimi de 1, 2, 5, 10 µm pe substraturi de 100 µm grosime.

Rezultatele arată că selecția materialului de substrat este un instrument de proiectare la fel de important ca și compoziția filmului activ (Figura 5-12). Substratul Upilex prezintă un comportament special: diferența mare dintre modulul de elasticitate al filmului și al substratului conduce la răsucirea cantileverului la deflecții mari, inversând aparent direcția de deflecție (Figura 5-13). Trecerea de la substratul de Si la cel de Kapton determină inversarea direcției de curbură, fenomen confirmat atât experimental, cât și prin modelare.

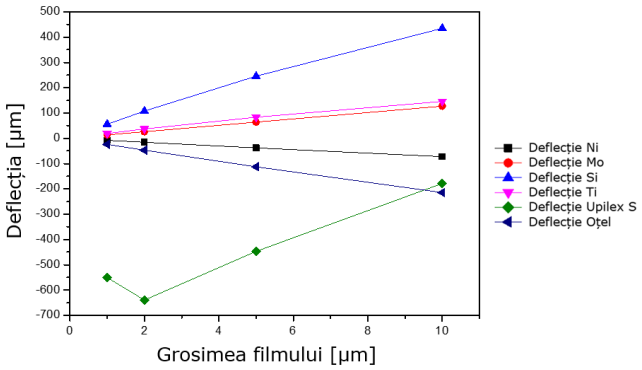


Figura 5-12. Grafic comparativ pentru deflecțiile maxime pentru diferite materiale de substrat și grosimi de filme depuse.

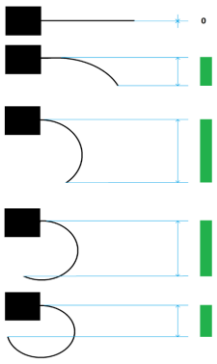


Figura 5-13 Comportament specific de deflecție pentru cantilever bimorf cu $E_s << E_f$.

Proiectarea modulelor de micro-actuator cu acționare secvențială. [21]

Lucrarea propune și analizează, prin modelare, conceptul blocurilor de microactuatori cu acționare secvențială, alcătuite din cantilevere cu filme Ni-Ti cu conținut de Ni cuprins între 48,5% și 51%. Precum este prezentat în Figura 5-14, fiecare dintre cele 6 cantilevere ale blocului are depus, un film NiTi cu conținutul de Ni de 48.5 %, 49.0%, 49.5%, 50.0%, 50.5% și 51.0%, grosimea filmelor este de 1.2 µm, substratul este considerat a fi Si cu grosime de 100 µm iar dimensiunea cantileverelor 20 mm lungime și 4mm lățime. Totodată, temperatura de depunere a filmelor pe substrat este considerată a fi 500°C. O primă concluzie este aceea că temperaturile specifice: As, Af, Ms, Mf; sunt influențate direct de conținutul de Ni din filmul depus. În Figura 5-15 este reprezentată influența conținutului de Ni asupra temperaturilor de transformare de fază. În cazul filmelor cu conținut de Ni de 48.5 %, 49.0% și 49.5% temperaturile diferă foarte puțin, pe când în cazul filmelor cu 50.0%, 50.5% și 51.0% conținut de Ni, diferențele încep să crească.

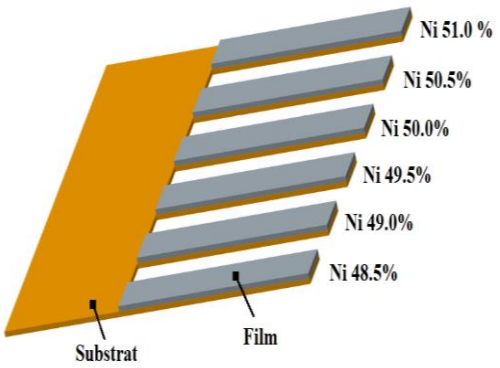


Figura 5-14 Bloc de actuatoare modelat [21]– V. Bolocan-coautor.

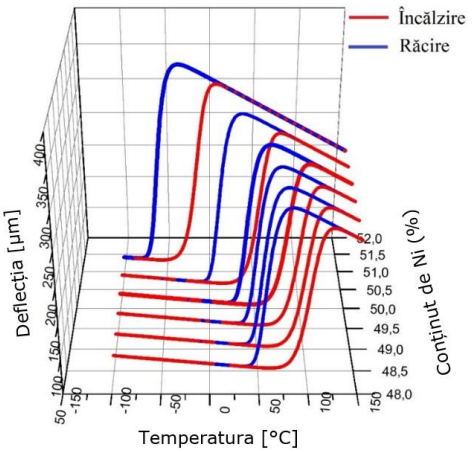
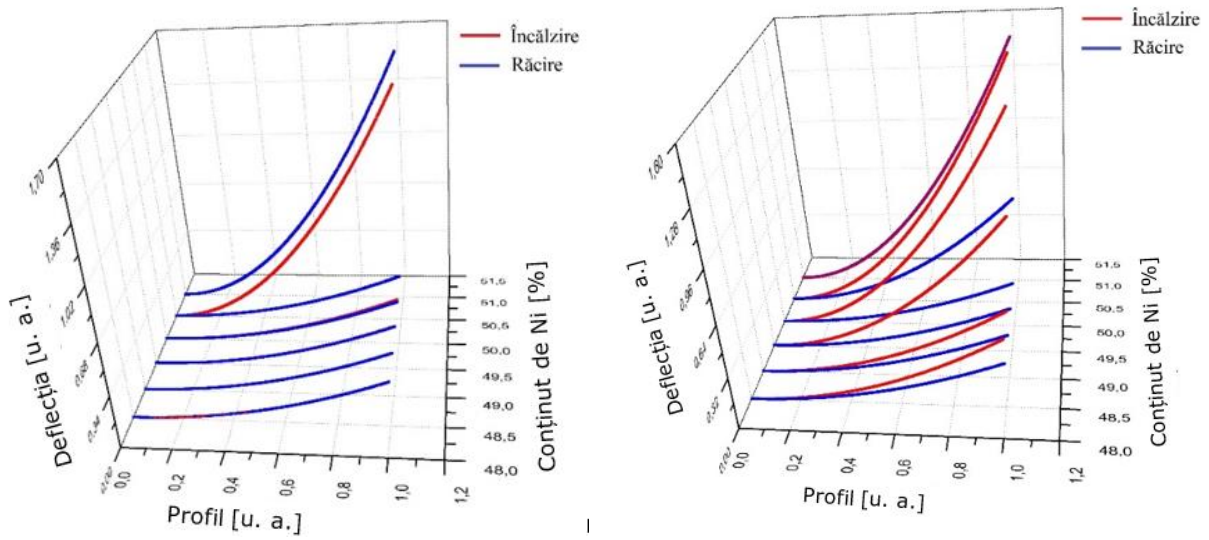


Figura 5-15 Reprezentare grafică a deflecției actuatorilor, cu scopul de a evidenția influența conținutului de Ni asupra temperaturilor de transformare de fază [21]– V. Bolocan-coautor.

O altă abordare a acestei cercetări a fost să se stabilească profilul de acționare al fiecărui cantilever din bloc la o temperatură constantă. Astfel, am efectuat simulări și interpretări grafice pentru blocul de actuatori la temperaturile de 25°C (Figura 5-16, a) și 50°C (Figura 5-16, b). Rezultatele obținute arată că la temperatura de 25°C, filmele cu 48,5% Ni-49,5% Ni se află în stare martensitică și nu se observă deflecție diferită pe fluxul de încălzire sau răcire; o foarte mică diferență de deflecție între fluxurile de temperatură se înregistrează la filmul cu 50% Ni; filmul cu 50,5% Ni este singurul care se află în proces de transformare la temperatura de 25°C, prezentând histerezisul specific între fluxurile de încălzire, respectiv răcire; iar filmul cu 51% Ni se află în stare austenitică la această temperatură. La temperatura de 50°C, în afară de filmul cu 51% Ni, care se află încă în stare austenitică, toate filmele prezintă histerezis între fluxurile de temperatură.



a) 25°C. b) 50°C.

Figura 5-16 Profilul de acționare al cantileverelor blocului, la temperaturile de: a) 25°C, b) 50°C [21]– V. Bolocan-coautor.

Plecând de la blocul modelat anterior, s-a simulat și comportamentul individual al fiecărui cantilever în cazul expunerii fiecăruia la temperaturi diferite dar considerând că toate filmele au aceeași compoziție $Ni_{50}Ti_{50}$. Astfel, în Figura 5-17 sunt reprezentate grafic profilurile de deflecție ale celor 6 cantilevere ale blocului considerându-le expuse la temperaturi de 20°C, 40°C, 60°C, 80°C, 100°C și 120°C.

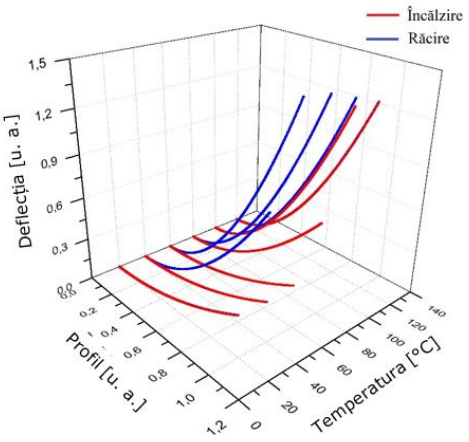


Figura 5-17 Profilul de acționare al cantileverelor blocului la temperaturi diferite [21]– V. Bolocan-coautor.

S-a demonstrat că intervalul compozițional 50–51% Ni determină cele mai mari variații ale temperaturii de transformare și că fiecare element al blocului se activează independent la temperatura sa specifică de transformare, fără a perturba elementele vecine.

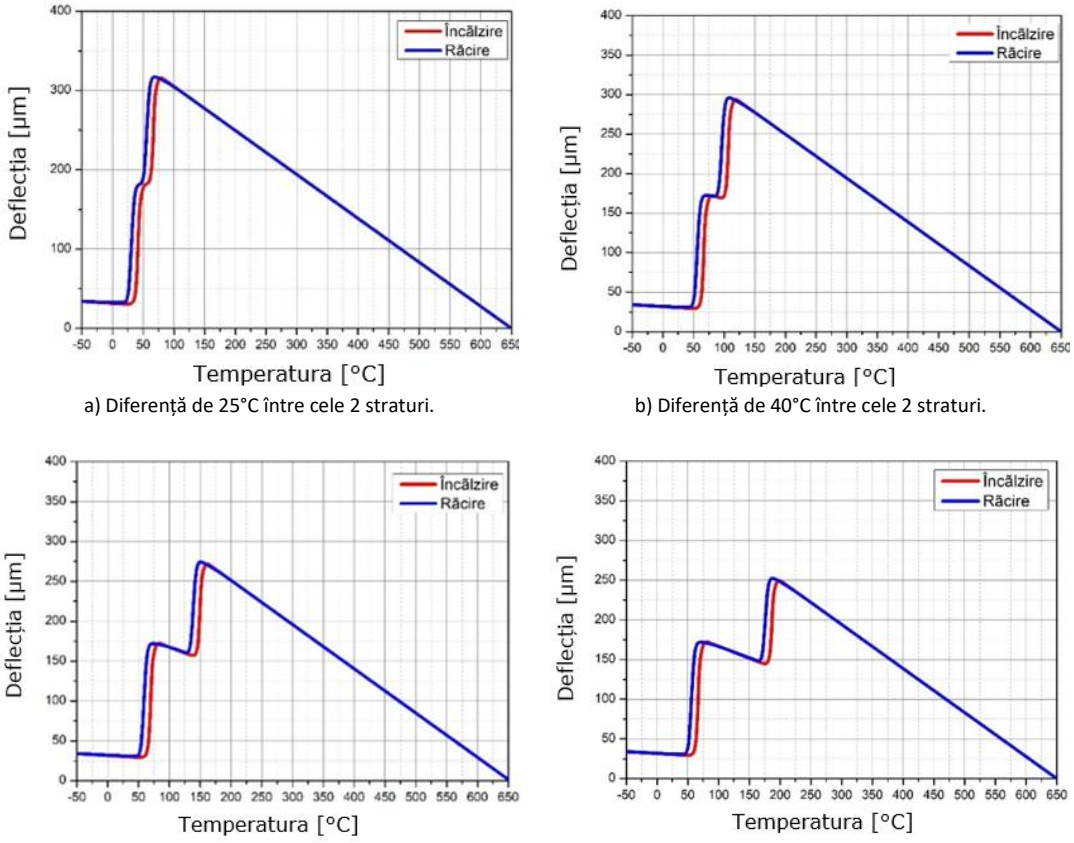
Modelarea acționării secvențiale prin utilizarea filmelor multistrat cu proprietăți diferite. [22]

Lucrarea analizează comportamentul cantileverelor bimorfe cu lungimea de 20 mm, alcătuite dintr-un substrat de Si cu grosimea de 100 µm și filme din aliaj cu memorie a formei, cu variații ale temperaturilor de transformare și ale grosimilor.

Rezultatele simulărilor pentru patru situații distincte, în care intervalele de transformare martensitică ale celor două straturi din film diferă cu 25°C, 40°C, 80°C și 120°C, sunt prezentate în Figura 5-18. În cazul actuatorului la care s-au depus două filme din AMF cu o diferență de temperatură a transformării martensitice de 25°C (Figura 5-18a): comportamentul general al cantileverului se apropie foarte mult de cel al unui film omogen. Deflecția capătului liber nu prezintă variații majore, ci doar mici inflexiuni în panta curbei de acționare, în intervalul de transformare. Valoarea totală a deflecției este ușor mai mică decât în cazul filmului omogen, deoarece transformarea dintr-un strat începe imediat după ce transformarea din celălalt strat se încheie, ceea ce face ca efectele să se suprapună parțial și să nu se distingă clar.

Atunci când diferența dintre temperaturile de transformare ale celor două straturi crește la 40°C (Figura 5-18b): curba deflecției în funcție de temperatură se modifică vizibil. Între cele două transformări apare un platou: primul strat își epuizează capacitatea de acționare, iar al doilea nu a început încă să se transforme. În această zonă intermediară, comportamentul seamănă cu cel al unui bimetal clasic, până la inițierea transformării în al doilea strat. Totodată, deflecția totală scade suplimentar, deoarece tensiunile interne din actuator influențează răspunsul, iar contribuția bimetalică modifică distribuția stresului.

Pentru diferențe și mai mari, de 80°C și 120°C (Figura 5-18c și Figura 5-18d): fenomenul observat anterior se amplifică. Deflecția totală se reduce considerabil, iar curba de acționare devine mai fragmentată, cu secvențe distincte corespunzătoare fiecărui strat. Practic, fiecare strat contribuie separat la acționare, iar efectul global este o succesiune de pași, nu o creștere continuă.



a) Diferență de 25°C între cele 2 straturi.
b) Diferență de 40°C între cele 2 straturi.
c) Diferență de 80°C între cele 2 straturi.
d) Diferență de 120°C între cele 2 straturi.

Figura 5-18 Graficele simulării deflecției pentru actuatoare bimorfe cu dublu strat de AMF cu temperaturi de transformare martensitică diferite.

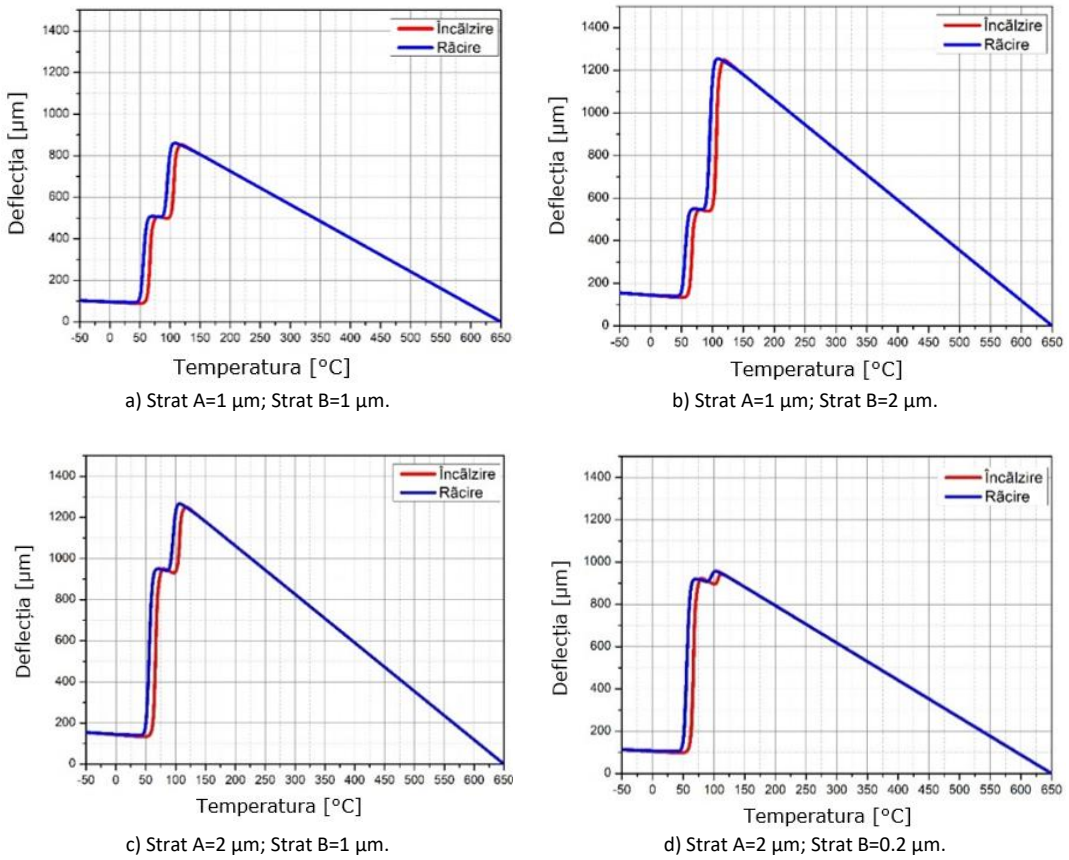
Un alt aspect esențial care influențează comportamentul actuatorului dublu-stratificat este grosimea straturilor depuse. Pentru a evidenția acest efect, au fost realizate simulări în cazul unui cantilever la care diferența dintre temperaturile de transformare martensitică ale celor două straturi este de 40°C. În cadrul acestor simulări, primul strat a fost denumit Strat A, iar al doilea Strat B.

În situația în care Stratul A și Stratul B au grosimi egale (Figura 5-19a), de 1 µm fiecare, deflecția capătului liber se distribuie aproape uniform între cele două transformări. La temperaturi diferite, fiecare strat contribuie în mod similar la acționarea totală, iar curba deflecției prezintă două trepte apropiate ca amplitudine. Practic, răspunsul global seamănă cu cel al unui film omogen, dar cu două intervale distincte de transformare.

Când Stratul A are grosimea de 2 µm și se transformă la temperatură mai ridicată, iar Stratul B are grosimea de 1 µm și se transformă la temperatură mai joasă (Figura 5-19b), comportamentul se schimbă vizibil. La răcire, Stratul A este primul care se transformă și, datorită grosimii sale mai mari, eliberează o cantitate de stres mult mai mare. Aceasta se traduce printr-o deflecție accentuată în intervalul său de transformare. Ulterior, Stratul B contribuie cu o deflecție mai mică, completând răspunsul total.

În scenariul invers, când Stratul A are grosimea de 1 µm și se transformă la temperatură mai ridicată, iar Stratul B are grosimea de 2 µm și se transformă la temperatură mai joasă (Figura 5-19c), deflecția maximă se înregistrează în intervalul de transformare al Stratului B. Stratul subțire (A) are un efect limitat, iar răspunsul global este dominat de stratul gros (B), care acționează puternic la temperaturi mai scăzute.

O situație extremă apare atunci când Stratul A are doar 0,2 µm grosime și se transformă la temperatură mai ridicată, iar Stratul B are grosimea de 2 µm și se transformă la temperatură mai joasă (Figura 5-19d). În acest caz, contribuția Stratului A este aproape neglijabilă: deflecția generată este foarte mică, iar răspunsul semnificativ apare abia când Stratul B începe să se transforme. Practic, comportamentul actuatorului este dictat aproape exclusiv de stratul gros, în timp ce stratul subțire joacă doar un rol secundar.



a) Strat A=1 µm; Strat B=1 µm.

b) Strat A=1 µm; Strat B=2 µm.

c) Strat A=2 µm; Strat B=1 µm.

d) Strat A=2 µm; Strat B=0.2 µm.

Figura 5-19 Graficele simulării deflecției pentru actuatoare bimorfe cu dublu strat cu grosimi diferite ale straturilor de AMF.

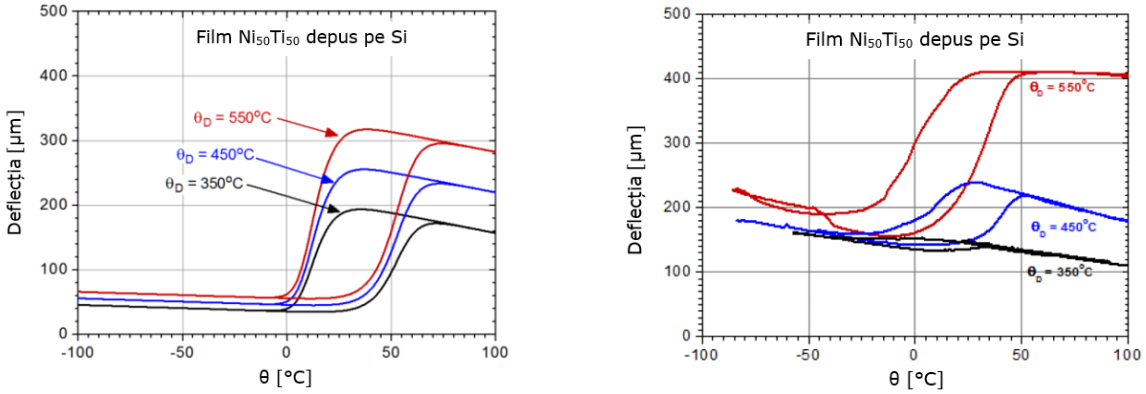
Analiza realizată demonstrează că prin proiectarea atentă a stratificării – alegerea compoziției, a temperaturilor de depunere și a grosimilor – se poate controla și regla răspunsul actuatorului. Astfel, se deschide posibilitatea dezvoltării unor micro-acționări secvențiale, adaptate aplicațiilor care necesită răspunsuri multiple sau modulare.

Modelarea și caracterizarea acționării structurilor bimorfe cu film de TiNiCu depus prin pulverizare magnetron. [23]

Lucrarea este o continuare a studiilor anterioare care au tratat preponderent aliajele binare și prezintă caracterizarea țintelor și filmelor ternare TiNiCu dar totuși păstrează și aliajele NiTi, depuse pe substrat de Si, sticlă și Kapton în paralel cu utilizarea modelelor de simulare existente în literatura de specialitate.

Filmele subțiri Ni-Ti și Ti-Ni-Cu au fost depuse prin pulverizare magnetron pe substraturi de siliciu, Kapton® HN și sticlă, obținându-se structuri bimorfe film/substrat destinate studiului acționării termice.

Un aspect important observat a fost acela că în cazul filmelor NiTi depuse la temperaturi diferite, filmele cu cristalinitate scăzută (depuse la temperaturi mai scăzute) au fost capabile de o deflecție mult mai redusă comparativ cu predicția modelului utilizat, ceea ce înseamnă ca modelul nu ține cont de gradul de cristalinitate al filmului ci consideră că acesta este complet cristalin indiferent de temperatura de depunere. Analiza comparativă este reprezentată grafic în Figura 5-20.



a) Date modelate. b) Date experimentale.

Figura 5-20 Deflecția funcție de temperatură a actuatoarelor cu filme de NiTi depuse pe substrat de Si la temperaturi diferite (θ_D=350°C; 450°C; 550°C). [23]– V. Bolocan-coautor.

Cercetări privind realizarea și caracterizarea structurilor bimorfe cu filme din aliaje cu memorie a formei. [24]

Lucrarea investighează depunerea filmelor TiNiCu pe substraturi de sticlă prin pulverizare magnetron la temperatura camerei. Secțiunile transversale ale filmelor evidențiază grosimi de aproximativ 1 µm și o structură densă. Difracția de raze X a confirmat că filmele sunt parțial cristaline, prezentând reflexii corespunzătoare martensitei ortorombice B19. Tratamentul termic de recoacere la 370°C nu a condus la modificări semnificative ale gradului de cristalinitate, indicând că temperaturi mai ridicate sunt necesare pentru cristalizarea completă a filmelor depuse la temperatura camerei (Figura 5-21).

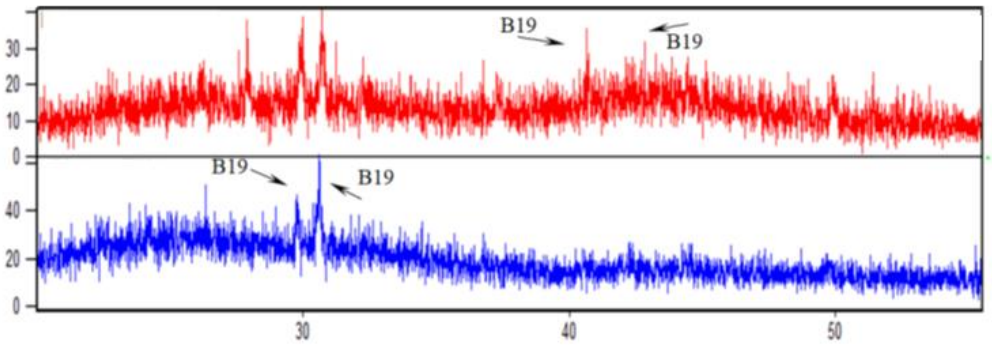


Figura 5-21 Profile de difracție de raze X pentru filmele Ti-Ni-Cu depuse la temperatura camerei (sus) și ulterior recoapte la 370 °C (jos). [24]– V. Bolocan-coautor.

Concluzii capitol.

Performanța funcțională a microactuatoarelor bimorfe cu filme din aliaje cu memorie a formei (AMF) este guvernată de interacțiunea complexă dintre proprietățile filmului, ale substratului și condițiile de procesare. Modelele de predicție validate experimental confirmă că deflecția depinde simultan de compoziția aliajului, grosimea filmului și a substratului, temperatura de depunere și lungimea consolei. Arhitecturile multistrat permit modularea răspunsului actuatorului prin generarea de platouri de acționare și acționări secvențiale pe intervale termice extinse, față de acționarea bruscă specifică filmelor monostrat. Proprietățile termoelastice ale substratului determină decisiv atât amplitudinea, cât și direcția curburii, selecția materialului de substrat constituind un instrument de proiectare la fel de important ca și compoziția filmului activ. Blocurile de microactuatori cu filme de compoziții diferite pe același substrat demonstrează fezabilitatea acționărilor secvențiale independente. Aliajul TiNiCu s-a confirmat ca alternativă viabilă față de NiTi clasic, cu histerezis termic mai îngust și temperaturi de transformare ajustabile. Explorarea combinatorială prin biblioteci cu gradient compozițional accelerează identificarea compozițiilor optime printr-un singur proces de depunere, cu mențiunea că tensiunile interne și dificultatea extrapolării la structuri masive reprezintă limitări care trebuie avute în vedere.

6. Concluzii finale, contribuții proprii și direcții viitoare de cercetare

Concluzii finale

Lucrarea a investigat comportamentul structurilor subțiri pe bază de aliaje cu memorie a formei depuse prin pulverizare magnetron, cu scopul de a înțelege și de a optimiza răspunsul de acționare termomecanică în arhitecturi bimorfe și multistrat. Cercetările au integrat analiza bibliografică a domeniului, dezvoltarea metodelor experimentale, caracterizarea filmelor obținute și modelarea predictivă a comportamentului de acționare.

Analiza bibliografică a confirmat că aliajele metalice cu memorie a formei reprezintă un material preferat pentru microactuatoarele MEMS, datorită densității energetice ridicate, forțelor de acționare superioare față de alternativele piezoelectrice și magnetostrictive și compatibilității cu procesele de microfabricare. Transformarea martensitică termoelastică, cu histerezisul redus și cele patru puncte caracteristice de transformare, constituie mecanismul fizic pe care se bazează comportamentul funcțional studiat.

În ceea ce privește realizarea și caracterizarea filmelor, temperatura de depunere reprezintă factorul dominant în controlul structurii cristalografice: filmele depuse la temperaturi joase rămân amorfe sau parțial cristaline, în timp ce depunerea sau recoacerea la temperaturi ridicate conduce la cristalizare și la apariția fazelor B2, B19 și B19'. Filmele NiTiCu depuse la temperatura camerei s-au dovedit a fi parțial cristaline, prezentând martensită ortorombică B19, iar tratamentul termic de recoacere până la 370°C nu a condus la modificări semnificative ale gradului de cristalinitate. Caracterizarea țintelor a evidențiat erodări inelare care introduc variații locale de compoziție în planul țintei, cu consecințe directe asupra stoechiometriei filmelor depuse și, implicit, asupra temperaturii de transformare. Mecanismele de creștere identificate, Volmer-Weber pentru filmele NiTi și Johnson-Mehl pentru filmele NiTiCu, explică morfologiile distincte observate, structuri columnare și, respectiv, teselate.

Studiile de modelare au demonstrat că deflecția cantileverelor bimorfe depinde simultan de mai mulți factori interconectați: compoziția aliajului, grosimea filmului și a substratului, temperatura de depunere și lungimea consolei. Proprietățile termoelastice ale substratului influențează decisiv atât amplitudinea, cât și direcția curburii cantileverului, iar alegerea materialului de substrat constituie un instrument de proiectare la fel de important ca și compoziția filmului. La substratul Upilex, diferența mare dintre modulele de elasticitate ale filmului și substratului conduce la răsucirea cantileverului la deflecții mari. Inversarea direcției de curbură la trecerea de la substratul de Si la cel de Kapton, confirmată atât experimental, cât și prin modelare, demonstrează că selecția substratului are efect direct asupra direcției de acționare. Modelele au fost validate prin compararea rezultatelor simulate cu măsurători efectuate pe probe fizice, concordanța obținută confirmând aplicabilitatea lor pentru proiectări ulterioare.

Cercetările privind arhitecturile multistrat au arătat că structurile bistrat și tristrat cu temperaturi de transformare diferite permit modularea răspunsului termic al actuatorului prin generarea de platouri de acționare și extinderea intervalului termic de funcționare. Diferențele mici dintre temperaturile de transformare ale straturilor produc un comportament similar filmului omogen, în timp ce diferențele mari generează acționări secvențiale distincte cu amplitudine totală redusă față de filmul monostrat

echivalent. Stratul cu grosimea mai mare domină răspunsul global al actuatorului. Blocurile de microactuatori cu filme de compoziții diferite depuse pe același substrat au demonstrat posibilitatea realizării acționărilor secvențiale independente, fiecare cantilever activându-se la temperatura sa specifică de transformare. Aliajul TiNiCu a confirmat că reprezintă o alternativă viabilă față de NiTi clasic, cu un histerezis termic mai îngust datorită tranziției de la faza B2 la faza B19 și cu temperaturi de transformare ajustabile prin compoziție, iar caracterizarea filmelor a confirmat concordanța dintre comportamentul experimental și predicțiile modelului.

Contribuții proprii

Contribuțiile originale ale lucrării se structurează pe două direcții principale: dezvoltarea infrastructurii experimentale necesare realizării și testării filmelor subțiri din AMF și cercetările publicate privind modelarea, realizarea și caracterizarea microactuatoarelor pe bază de astfel de filme.

În ceea ce privește infrastructura experimentală, a fost pusă în funcțiune și optimizată o instalație de pulverizare DC magnetron construită în cadrul Departamentului de Ingineria Materialelor și Fabricației din UPT, la care s-a adăugat un sistem computerizat de control și înregistrare a temperaturii substratului prin conectarea unui controler Omron e5cn. Au fost stabilite și optimizate procedurile de pregătire a substraturilor din Kapton și Mică prin debitare LASER cu echipamentul Trumpf TruMark Station 5000, cu identificarea parametrilor optimi pentru fiecare material în parte. A fost dezvoltat și validat un sistem integrat de caracterizare funcțională care permite înregistrarea simultană a rezistivității electrice prin metoda în patru puncte și a deflecției prin senzor laser punctiform, în funcție de temperatură, pe un interval termic controlat prin module Peltier. Sistemul a fost utilizat cu succes atât pe benzi din aliaje CuZnAl și TiNiCu, cât și pe filme subțiri depuse pe substrat de Kapton.

Contribuțiile concretizate prin lucrări publicate în reviste internaționale și volumele unor conferințe internaționale sunt prezentate în continuare, în ordinea în care sunt abordate în capitolul 5.

- Lucrarea „Material optimization through thin film compositional spreads" (Solid State Phenomena), în coautorat cu B. Gavre, D. D. Vâlsan și C. M. Crăciunescu, a introdus și validat metodologia de explorare combinatorială prin biblioteci cu gradient compozițional realizate prin pulverizare simultană din ținte elementare, aplicată sistemelor TiNb și TiNbPt. Lucrarea demonstrează că această abordare permite investigarea rapidă a unui număr mare de compoziții printr-un singur proces de depunere, cu identificarea variațiilor sistematice ale rezistivității electrice în funcție de compoziția locală a filmului.
- Lucrarea „Micro-actuation systems based on phase transformation films" (AIP Conference Proceedings, Vol. 2843, 2023), în coautorat cu D. Vâlsan, A. Ercuța și C. Crăciunescu, a sintetizat principiile de proiectare ale microactuatoarelor bimorfe pe bază de filme AMF. Lucrarea a demonstrat că temperatura de depunere influențează atât potențialul de acționare, cât și intervalul termic în care aceasta are loc, și că structura bimorfă asigură o reproductibilitate superioară față de filmele AMF neconectate la substrat.
- Lucrarea „Actuation based on phase transformations in microlayered architectures" (Journal of Engineering Sciences and Innovation, Vol. 8, Nr. 1, 2023), în coautorat cu D. D. Vâlsan și C. M. Crăciunescu, a extins analiza de la arhitecturile monostrat la structurile bistrat și tristrat cu temperaturi de transformare diferite. Lucrarea demonstrează că prin proiectarea stratificării pot fi generate platouri de acționare sau acționări secvențiale pe intervale termice extinse și că grosimea straturilor controlează direct amplitudinea contribuției fiecăruia la deflecția totală.
- Lucrarea „Optimization of thermal deflection in NiTi-based bimorph microactuators" (Materials Today: Proceedings, Vol. 45, 2021), în coautorat cu D. Vâlsan, Gh. Chilnicean și A. Novac, a analizat

sistematic influența proprietăților termoelastice ale substratului asupra deflecției termice a cantileverelor bimorfe cu film NiTi. Lucrarea a evidențiat comportamentul particular al substratului Upilex, unde diferența mare dintre modulele de elasticitate ale filmului și substratului conduce la răsucirea cantileverului la deflecții mari, și a demonstrat că selecția materialului de substrat și controlul grosimii filmului activ reprezintă instrumente esențiale pentru optimizarea amplitudinii și direcției acționării.

- Lucrarea „Design of shape memory micro-actuator modules with sequential actuation" (Solid State Phenomena, Vol. 332, 2022), în coautorat cu D. D. Vâlsan, A. Novac și G. A. Chilnicean, a propus și analizat conceptul blocurilor de microactuatori cu acționare secvențială, alcătuite din cantileverele cu filme NiTi de compoziții cuprinse între 48,5 și 51% Ni, depuse pe substrat de Si. Lucrarea demonstrează că intervalul compozițional 50 până la 51% Ni determină cele mai mari variații ale temperaturii de transformare și că fiecare element al blocului se activează independent la temperatura sa specifică.
- Lucrarea „Micro-actuation in bi-layered shape memory alloy structures" (Materials Today: Proceedings, Vol. 78, 2023), în coautorat cu D. D. Vâlsan, A. Ercuța și C. M. Crăciunescu, a analizat comparativ comportamentul actuatoarelor bimorfe cu film bistrat pentru diferențe ale temperaturii de transformare între straturi de 25, 40, 80 și 120°C și pentru grosimi diferite ale straturilor. Lucrarea a demonstrat că diferențele mici produc un comportament similar filmului omogen, că diferențele mari generează acționări secvențiale cu amplitudine totală redusă și că stratul mai gros domină răspunsul global al actuatorului.
- Lucrarea „Actuating Bimorph Microstructures with Magnetron-Sputtered Ti-Ni-Cu Shape Memory Alloy Films" (Nanomaterials, Vol. 12, 2022), în coautorat cu D. Vâlsan, A. Ercuța și C. M. Crăciunescu, a prezentat caracterizarea structurală, compozițională, termică și funcțională a filmelor TiNiCu depuse prin pulverizare magnetron pe substraturi de Si și Kapton. Lucrarea a confirmat că aliajul TiNiCu reprezintă o alternativă viabilă față de NiTi clasic, cu un histerezis termic mai îngust datorită tranziției de la faza B2 la faza B19, și a demonstrat concordanța dintre comportamentul experimental al structurilor bimorfe și predicțiile modelului, inclusiv inversarea direcției de curbură la trecerea de la substratul de Si la cel de Kapton.
- Lucrarea „Shape Memory Alloy Films Manufactured by Magnetron Sputtering" (IOP Conference Series: Materials Science and Engineering, Vol. 418, 2018), în coautorat cu R. Sprîncenatu, A. Novac, G. Chilnicean și C. Crăciunescu, a investigat depunerea filmelor subțiri din aliaj NiTiCu pe substraturi de sticlă prin pulverizare DC magnetron, la temperatura camerei. Lucrarea a evidențiat că filmele depuse sunt parțial cristaline, prezentând martensită ortorombică B19, și că tratamentul termic de recoacere până la 370°C nu conduce la modificări semnificative ale gradului de cristalinitate.

Direcții de cercetare viitoare

Rezultatele obținute ridică o serie de aspecte care nu au putut fi acoperite în totalitate în cadrul lucrării și care constituie direcții firești de continuare a cercetării.

O primă direcție vizează validarea experimentală a modelelor de predicție a acționării pentru arhitecturile trimorfe și pentru cantileverele cu ranforsare, tratate în lucrare exclusiv teoretic. Extinderea experimentelor spre aceste configurații ar permite verificarea limitelor de aplicabilitate ale modelelor și identificarea unor factori de influență suplimentari neincluși în modelarea actuală.

O a doua direcție se referă la studiul comportamentului filmelor la cicluri termice repetate. Lucrarea s-a concentrat pe caracterizarea răspunsului în primele cicluri de acționare, însă comportamentul pe termen lung, oboseala termomecanică, evoluția temperaturii de transformare cu numărul de cicluri și

stabilitatea aderenței filmului la substrat reprezintă aspecte esențiale pentru evaluarea fiabilității microactuatoarelor în condiții de exploatare reală.

O a treia direcție constă în investigarea mai detaliată a influenței parametrilor procesului de depunere, puterea de pulverizare, presiunea gazului de lucru și temperatura substratului, asupra stoechiometriei filmelor și a temperaturii de transformare. Rezultatele din capitolul 4 au evidențiat că variațiile de compoziție generate de erodarea neuniformă a țintelor au consecințe directe asupra comportamentului de acționare, iar un control mai precis al acestor parametri ar permite ajustarea predictibilă a proprietăților funcționale ale filmelor.

O a patra direcție vizează extinderea modelării și a validării experimentale la arhitecturi cu mai mult de trei straturi, cu proprietăți și grosimi diferite. Lucrarea a demonstrat că structurile bistrat și tristrat generează comportamente secvențiale controlabile, iar arhitecturi cu un număr mai mare de straturi ar putea extinde intervalul termic de funcționare și ar oferi un grad suplimentar de libertate în proiectarea răspunsului actuatorului.

7. Bibliografie selectivă

1. Elahinia, Mohammad. Effect of System Dynamics on Shape Memory Alloy Behavior and Control. 2004.

2. Crăciunescu, Corneliu Marius. Micro și Nanoingineria Aliajelor cu Memorie a Formei. Timișoara: Editura Politehnica, 2005. 973-625-216-7.

3. T. W. Duerig, K. N. Melton, D. StÖCkel, C. M. Wayman. Engineering Aspects of Shape Memory Alloys. s.l.: Butterworth-Heinemann Ltd, 1990. 0-750-61009-3.

4. www.aerofit.com. [Online] AeroFit. [Cited: 14 01 2020.] http://www.aerofit.com/sma-cryofit-couplings/.

5. Fixation of a frontozygomatic fracture with a shape-memory staple. Z. Laster, A. D. MacBean, P. R. Ayliffe, L. C. Newlands. 2001, British Journal of Oral and Maxillofacial Surgery, Vol. 39, pp. 324-325.

6. Scoliosis correction with shape-memory metal: results of an experimental study. D. J. Wever, J. A. Elstrodt, A. G. Veldhuizen, J. R. v Horn. s.l.: Springer, 2002, Eur Spine, Vol. 11, pp. 100-106.

7. Modulation of scoliotic spine growth in experimental animals using intelligent metal bars. J.M. Sánchez-Márquez, F.J. Sánchez Pérez-Grueso, N. Fernández-Baíllo, E. Gil-Garay, S. Antuna-Antuna. 2013, Revista Española de Cirugía Ortopédica y Traumatología.

8. Fusionless Scoliosis Correction Using a Shape Memory Alloy Staple in the Anterior Thoracic Spine of the Immature Goat. J. T. Braun, J. W. Ogilvie, E. Akyuz, D. S. Brodke. 18, 2004, Spine, Vol. 29, pp. 1980-1989.

9. SMA microgripper system. M. Kohl, B. Krevet, E. Just. 2002, Vols. 97-98, pp. 646-652.

10. Manufacturing issues of thin film NiTi microwrapper. John J. Gill, David T. Chang, Leslie A. Momoda, Greg P. Carman. s.l.: Elsevier Science B.V., 2001, Sensors and Actuators, Vol. 93, pp. 148-156.

11. A Three-Dimensional Shape Memory Alloy Microelectrode with Clipping Structure for Insect Neural Recording. Shoji Takeuchi, Isao Shimoyama. 1, s.l.: 2000 IEEE, March 2000, JOURNAL OF MICROELETROMECHANICAL SYSTEMS, Vol. 9, pp. 24-31.

12. A practical microgripper by fine alignment, eutectic bonding and SMA actuation. Abraham P. Lee, Dino R. Ciarlo, Peter A. Krulevitch, Stacy Lehew, Jimmy Trevino, M. Allen Northrup. Elsevier Science S.A., 1996, Sensors and Actuators A54, pp. 755-759

13. Effect of sputtering power on surface topography of dc magnetron sputtered Ti thin films observed by AFM. Yongzhong Jin, Wei Wub, Li Li, Jian Chen, Jingyu Zhang, Youbing Zuo, Jun Fu. s.l.: Elsevier, 2009, Applied Surface Science, Vol. 255.

14. The effect of argon pressure on the structural and photocatalytic characteristics of TiO2 thin films deposited by d.c. magnetron sputtering. K. Eufinger, E.N. Janssen, H. Poelman, D. Poelman, R. De Gryse, G.B. Marin. s.l.: Elsevier, 2006, Thin Solid Films, Vol. 515, pp. 425-429.

15. Effect of temperature on the properties of Al:ZnO films deposited by magnetron sputtering with inborn surface texture. Weimin Li, Huiying Hao. s.l.: Springer, 2012, Mater Sci, Vol. 47, pp. 3516-3521.

16. Effects of deposition parameters on tantalum films deposited by direct current magnetron sputtering. Y.M. Zhou, Z. Xie, H.N. Xiao, P.F. Hu, J. He. s.l.: Elsevier, 2009, Vacuum, Vol. 83, pp. 286-291.

17. Characteristics and fabrication of NiTi/Si diaphragm micropump. D. Xu, L. Wang, G. Ding, Y. Zhou, A. Yu, B. Cai. 2001, Sensors and Actuators, Vol. 93, pp. 87-92.

18. Micro-actuation systems based on phase transformation films. V. Bolocan, D. Vâlsan, A. Ercuța, C. Crăciunescu. 2023, AIP Conf. Proc., Vol. 2843.

19. Actuation based on phase transformations in microlayered architectures. V-M. Bolocan, D. D. Vâlsan, C-M. Crăciunescu. 1, 2023, Journal of Engineering Sciences and Innovation, Vol. 8, pp. 53-62.

20. Optimization of thermal deflection in NiTi-based bimorph microactuators. Vlad Bolocan, Dragos Vâlsan, Gheorghe Chilnicean, Andrei Novac. [ed.] Elsevier. 2021, Materials Today: Proceedings, Vol. 45, pp. 4216-4220.

21. Design of shape memory micro-actuator modules with sequential actuation. V. Bolocan, D-D. Vâlsan, A. Novac, G. A. Chilnicean. 05 2022, Solid State Phenomena, Vol. 332, pp. 67-72.

22. Micro-actuation in bi-layered shape memory alloy structures. Vlad Bolocan, Dragoș-Dumitru Vâlsan, Aurel Ercuța, Corneliu-Marius Crăciunescu. 2023, Materials Today: Proceedings, Vol. 78, pp. 282-286.

23. Actuating Bimorph Microstructures with Magnetron-Sputtered Ti-Ni-Cu Shape Memory Alloy Films. V. Bolocan, D. Vâlsan, A. Ercuța, C. M. Crăciunescu. 12, 2022, Nanomaterials.

24. Shape Memory Alloy Films Manufactured by Magnetron Sputtering. V. Bolocan, R. Sprincenatu, A. Novac, G. Chilnicean, C. Craciunescu. s.l.: IOP Publishing, 2018. IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. Vol. 418.