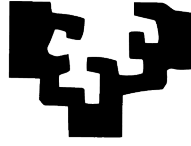




**ZTF-FCT**

Zientzia eta Teknologia Fakultatea  
Facultad de Ciencia y Tecnología

eman ta zabal zazu



Universidad  
del País Vasco

Euskal Herriko  
Unibertsitatea

# **TRABAJO FIN DE GRADO**

## **MEMS basados en aleaciones magnéticas con memoria de forma**

**GRADO DE INGENIERÍA  
ELECTRÓNICA**

**MEMORIA PRESENTADA POR**  
**Iker Reyes Salazar**

**Realizado en: Grupo de Magnetismo y Materiales  
Magnéticos, Departamento de Electricidad y  
Electrónica, UPV-EHU**

**Bajo la dirección de: J.M. Barandiarán**

**Leioa, Junio de 2013**

## Resumen

Las aleaciones ferromagnéticas con memoria de forma son un material de gran interés porque presentan deformaciones recuperables (de hasta un 10% en el caso de monocristales) que pueden inducirse por campo magnético, esfuerzo mecánico o temperatura. Este hecho se debe a la reorientación de variantes cuando se produce una transición martensítica. Estas aleaciones son de gran interés gracias a su capacidad de recordar su forma, es decir, que son capaces de recuperar su forma macroscópica inicial tras experimentar la deformación. Estas características permiten, entre otras muchas posibilidades, la construcción de microsensors y microactuadores.

Para las aplicaciones de este tipo de materiales se busca principalmente que la transición martensítica se dé ligeramente por encima de la temperatura ambiente. En este trabajo se han depositado películas delgadas de una aleación de Níquel, Manganeso y Galio mediante la técnica de sputtering sobre unos cantilevers con el objetivo de estudiar el comportamiento de los mismos de cara a sus posibles usos como microsensors y microactuadores. Las películas se han caracterizado por medio de medidas magnéticas y eléctricas. También se ha simulado el comportamiento esperado de los cantilevers con la temperatura.

Ferromagnetic shape memory alloys are very interesting materials because of their recoverable deformations (up to 10% in single crystals) that can be induced by magnetic field, mechanical strain or temperature. This is due to the variants rearrangement occurring in the martensitic phase. These alloys are of great interest because of their special ability to remember their shape, i.e., they are able to recover their initial macroscopic shape after suffering a deformation. These features allow, among other possibilities, the construction of microsensors and microactuators.

For these alloys applications, martensitic transformation slightly above room temperature is requested. In this work, thin films made of Nickel, Manganese and Gallium have been deposited by the sputtering technique over some cantilevers in order to analyse their behaviour for their future use as microsensors and microactuators. Magnetic and electric measures have been carried to characterize these films. The expected thermal behaviour of the cantilevers has also been simulated.

# Índice

<b>1. Aleaciones ferromagnéticas con memoria de forma.....</b>	<b>4</b>
1.1 <i>Aleaciones con memoria de forma: características y propiedades.....</i>	<i>4</i>
1.2 <i>Aleaciones ferromagnéticas con memoria de forma.....</i>	<i>6</i>
1.2.1 <i>Deformación inducida por campo magnético: características necesarias de las aleaciones.....</i>	<i>6</i>
1.2.2 <i>Estructura de las aleaciones magnéticas con memoria de forma.....</i>	<i>8</i>
1.2.3 <i>Temperaturas características.....</i>	<i>9</i>
1.3 <i>Películas delgadas de aleaciones magnéticas con memoria de forma.....</i>	<i>10</i>
1.4 <i>Objetivo y planteamiento del trabajo.....</i>	<i>11</i>
<b>2 Técnicas experimentales.....</b>	<b>13</b>
2.1 <i>Sputtering (pulverización catódica).....</i>	<i>13</i>
2.2 <i>Espectroscopia de Rayos X por energías dispersivas (EDX).....</i>	<i>15</i>
2.3 <i>Perfilómetro.....</i>	<i>16</i>
2.4 <i>Medidas magnéticas.....</i>	<i>17</i>
2.4.1 <i>Dependencia de la imanación con la temperatura.....</i>	<i>18</i>
2.4.2 <i>Imanación en función del campo aplicado.....</i>	<i>18</i>
2.5 <i>Resistividad eléctrica frente a temperatura.....</i>	<i>19</i>
2.6 <i>Brockhaus Kerr Microscope.....</i>	<i>19</i>
2.7 <i>Simulación del movimiento de los cantilevers en función de la temperatura.....</i>	<i>20</i>
<b>3 Resultados.....</b>	<b>23</b>
3.1 <i>Preparación y espesor de las muestras.....</i>	<i>23</i>
3.2 <i>Composición.....</i>	<i>24</i>
3.3 <i>Medidas magnéticas.....</i>	<i>25</i>
3.3.1 <i>Campo magnético frente a temperatura.....</i>	<i>25</i>
3.3.2 <i>Imanación en función del campo.....</i>	<i>26</i>
3.4 <i>Resistividad.....</i>	<i>27</i>
3.5 <i>Imágenes.....</i>	<i>29</i>
3.6 <i>Simulación.....</i>	<i>33</i>
<b>4 Conclusiones.....</b>	<b>35</b>

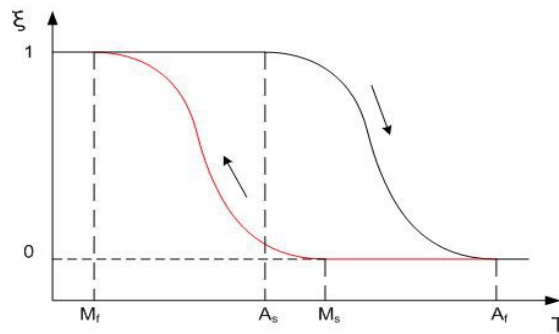
# 1. Aleaciones ferromagnéticas con memoria de forma (FMSA, Ferromagnetic Shape Memory Alloys)

## 1.1 Aleaciones con memoria de forma: características y propiedades

Las aleaciones con memoria de forma son un tipo de material que presenta una transición de fase de tipo martensítico[1] y que pueden recuperar su forma macroscópica inicial tras una deformación. Dentro de este grupo tenemos los materiales magnéticos con memoria de forma, que añaden el carácter magnético a sus propiedades de memoria de forma. Por tanto, estos materiales permiten inducir y recuperar una deformación por medio de la aplicación de campos magnéticos, además de aplicando una tensión o cambios de temperatura[2]. El hecho de que la aplicación de un campo magnético externo permita inducir una deformación sin contacto es lo que otorga a estos materiales su interés en diversas aplicaciones. Por contra, la fragilidad de estos compuestos intermetálicos es uno de sus principales problemas.

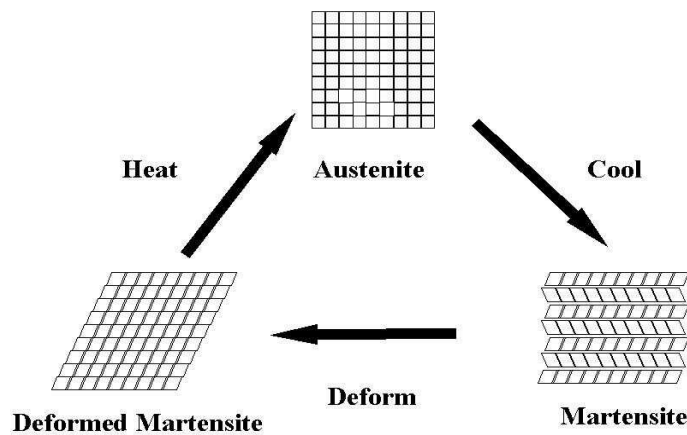
El fundamento físico que subyace bajo la deformación de estos materiales con memoria de forma (tanto magnéticos como no magnéticos) es la **transformación martensítica termoelástica**[3]. Esta es una transformación de primer orden entre dos estados cristalográficos o fases (durante la cual ambas coexisten), displaciva (los desplazamientos atómicos son menores que las distancias interatómicas) y que presenta una deformación homogénea dominada por un cizallamiento (que es el responsable del cambio macroscópico).[4]

Las dos fases que pueden presentar estos materiales son: una fase de baja temperatura conocida como martensita (que tiene una estructura tetragonal u ortorrómbica) y una fase de alta temperatura o austenita (que presenta una estructura cúbica). Las temperaturas a la que comienza y termina la transición de fase dependen de si consideramos un proceso de transformación directa (pasamos de la fase austenita a la martensita) o un proceso de transformación inversa (pasamos de la fase martensita a la austenita). Las temperaturas de comienzo y fin de transformación son más altas para la transformación inversa ( $A_s$  y  $A_f$ ) que para la directa ( $M_s$  y  $M_f$ ) por la cual se produce un ciclo de histéresis en temperatura en los procesos de calentamiento y enfriamiento como se muestra en la Figura 1.



**Figura 1.** Porcentaje de martensita en un ciclo térmico

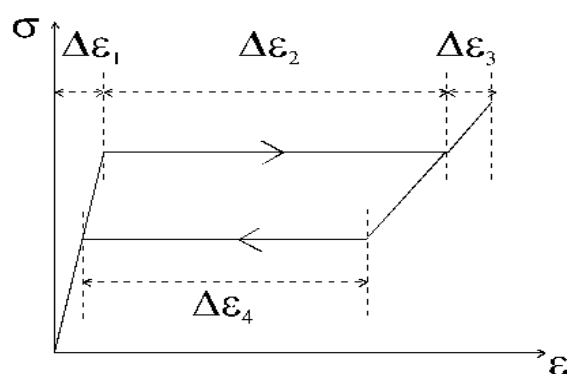
El **efecto de memoria de forma**[5] de estos materiales consiste en la capacidad que presentan de recuperar su forma original tras experimentar una deformación en la fase martensita. La forma macroscópica inicial en la fase austenita es aquella la que la disposición atómica tiene menor energía, y por la propiedad displaciva los átomos no pueden moverse más que la distancia entre ellos por lo que la disposición de los átomos en la fase austenita es única y se tiene que partiendo de cualquier forma martensítica, se llega a una misma forma austenítica. La Figura 2 muestra ese proceso.



**Figura 2.** Efecto de memoria de forma

La fase martensítica de los materiales con memoria de forma puede tener principalmente, dos estructuras cristalográficas[6]: tetragonal u ortorrómbica. Ambas estructuras presentan variantes que son estructuras cristalográficamente equivalentes, pero con distintas orientaciones espaciales.

La transformación martensítica en estos materiales puede ser inducida por temperatura, tensión mecánica o mediante la aplicación de un campo magnético. Cuando se induce por temperatura y en ausencia de otros factores, la probabilidad de formación de una variante u otra será la misma, y estas tratarán de acomodarse de modo que su forma macroscópica sea la más parecida a la inicial. En cambio, si inducimos la transformación mediante la aplicación de una tensión o un campo magnético favoreceremos la formación de las variantes que contribuyan a una forma macroscópica acorde con el esfuerzo aplicado[7]. Para el caso en el que aplicamos una tensión, estos materiales presentan el denominado **efecto superelástico**[8]. Éste consiste en aplicar una tensión en la fase austenita, lo que provoca la aparición de la fase martensita, y recuperar la fase original al retirar dicha tensión como se muestra en la Figura 3. Tras la aplicación de este efecto no se presenta deformación residual.



**Figura 3.** Ciclo de carga y descarga de una aleación con memoria de forma

El **efecto de deformación inducido por campo magnético** no se da en todas las aleaciones con memoria de forma, solo en las denominadas aleaciones ferromagnéticas con memoria de forma, que son las que se estudian en este trabajo.

## 1.2 Aleaciones ferromagnéticas con memoria de forma

### 1.2.1 Deformación inducida por campo magnético: características necesarias de las aleaciones

El **efecto de deformación inducido por campo magnético** no se da en todas las aleaciones con memoria de forma, solo en las denominadas aleaciones ferromagnéticas con memoria de forma, que son las que se estudian en este trabajo.

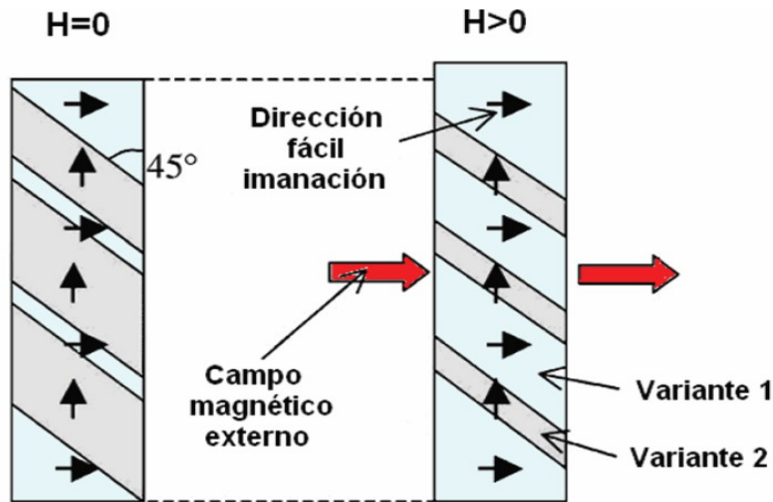
Para que un material experimente una deformación inducida por un campo

magnético[9] deberá encontrarse en su fase martensita (de modo que haya variantes) y estar en su fase ferromagnética, es decir, por debajo de la temperatura de Curie (temperatura a la cual un material ferromagnético pasa a ser paramagnético).

Los materiales ferromagnéticos presentan una imanación macroscópica  $\mathbf{M}$ , pero esta puede ser mucho menor que la imanación de saturación  $M_s$ , que se da cuando todos los momentos magnéticos están alineados, debido a que en un material ferromagnético los momentos magnéticos se distribuyen en dominios en los que la imanación está saturada, pero que tienen orientaciones distintas entre sí. En un material en estado martensítico tenemos diversas orientaciones de las variantes, que presentan una dirección de fácil imanación según la variante. En esa dirección de fácil imanación la susceptibilidad magnética es máxima. Al aplicar un campo externo  $\mathbf{H}$  a una variante con imanación  $\mathbf{M}$ , la energía magnetostática viene dada por:  $E_{magnetostática} = -\mu_0 \vec{H} \cdot \vec{M}$  siendo  $\mu_0$  la permeabilidad magnética del vacío. La fórmula nos muestra que el campo tiende a alinear los momentos magnéticos en su dirección; y además, si el valor de  $\mathbf{M}$  es grande, nos bastará un campo pequeño para alinear esos momentos.

Por otro lado, las aleaciones magnéticas presentan una energía de anisotropía magnética, que es la responsable de que la imanación se mantenga en la dirección fácil. Esta energía está relacionada con la constante de anisotropía  $K_u$  por la ecuación:  $E_{anisotropía} = K_u \sin^2 \Theta$ . La constante de anisotropía deberá ser grande para que la reorientación de variantes en la martensita sea energeticamente favorable al aplicar un campo externo y que no tenga lugar un simple cambio en la dirección de imanación con respecto a la orientación cristalina. Es decir, que si el campo tiende a mover la imanación fuera del eje y la imanación tiende a mantenerse en dicho eje, podría llegar a mover físicamente la celda, dando lugar a la reorientación de variantes.

Si el material es ferromagnético y presenta una constante de anisotropía grande, al aplicar un campo el porcentaje de variantes con su imanación alineada con el campo crecerá, a expensas de aquellas que presenten otras direcciones. Esto producirá un cambio en la forma macroscópica del material en la dirección del campo, produciendo el efecto de deformación inducido por campo magnético. Este efecto se muestra en la Figura 4.

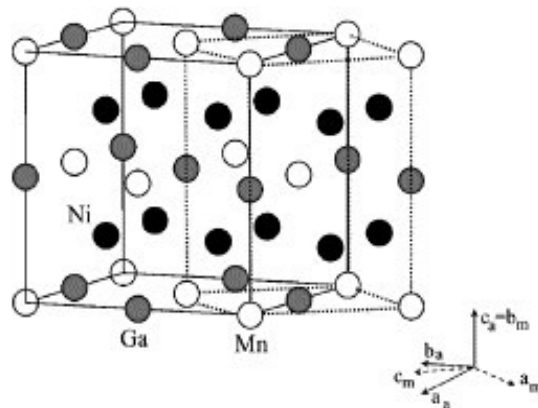


**Figura 4.** Representación de la reorientación de variantes debido al efecto del campo externo  $H$  en un material magnético con memoria de forma

### 1.2.2 Estructura de las aleaciones magnéticas con memoria de forma

El comportamiento de este tipo de materiales y sus propiedades está ligado a su estructura que a su vez depende de la composición. La aleación básica de NiMnGa tienen una fórmula estequiométrica  $\text{Ni}_2\text{MnGa}$  o en porcentaje  $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{25}\text{Ga}_{25}$ , pero en las que se han desarrollado y estudiado en este trabajo la fórmula presenta pequeñas desviaciones de la estequiometría que permitirán dotar al material de características distintas.

En la fase austenita la aleación presenta una estructura cúbica centrada en las caras. Si tuviésemos la composición estequiométrica, el Níquel se encontraría en las posiciones  $(0,0,0)$  y  $(\frac{1}{2}, \frac{1}{2}, \frac{1}{2})$ , el Manganeso en  $(\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4})$  y el Galio en  $(\frac{3}{4}, \frac{3}{4}, \frac{3}{4})$  [10]. El volumen de la celda unidad sería:  $V = a^3$



**Figura 5.** Celda cúbica de la austenita



En cambio, y como ya se ha mencionado, para la fase martensítica la estructura es tetragonal (2 lados iguales y 1 diferente  $V = a^2 c$ ) u ortorrómbica (los 3 lados diferentes  $V = a b c$ ) pero tanto en una fase como en la otra el volumen de la celda es aproximadamente constante (puede haber un pequeño cambio durante la transición).

### 1.2.3 Temperaturas características

Ya se ha visto que la composición afecta a la estructura de las aleaciones, pero también influye en las temperaturas de transformación martensítica ( $T_M$ ), y en la temperatura de Curie ( $T_C$ ). La temperatura de transición martensítica la definiremos como el punto medio entre las temperaturas de inicio y fin de la transición directa:

$$T_M = \frac{M_s + M_f}{2}$$

Conocer la temperatura de transición de fase es importante dado

que por encima, ya no podremos producir deformaciones inducidas por campo magnético y es justo cerca de esa temperatura cuando las deformaciones que se producen son mayores.

Un parámetro relacionado con la composición y que nos permitirá caracterizar las aleaciones, en parte, es la concentración electrónica (número de electrones de valencia por átomo)  $e/a$ . Este número se calcula multiplicando el porcentaje de cada uno de los componentes en la aleación por la cantidad de electrones que aportan y dividiendo el resultado entre 100. El Níquel contribuye con 10 electrones, el Manganeso con 7 y el Galio con 3. Por ejemplo, para la composición estequiométrica ( $\text{Ni}_{50}\text{Mn}_{25}\text{Ga}_{25}$ )

$$\text{tendríamos: } \frac{e}{a} = \frac{50 \cdot 10[\text{Ni.}] + 25 \cdot 7[\text{Mn.}] + 25 \cdot 3[\text{Ga.}]}{100} = 7,5$$

En función del parámetro  $e/a$ , podremos clasificar las aleaciones en 3 grupos. Usaremos como temperatura ambiente  $T_{\text{amb.}} \approx 300\text{K}$ .

- $e/a < 7,7$ . En este caso, las aleaciones presentan  $T_C > T_{\text{amb.}} > T_M$ . La fase martensítica presenta una estructura tetragonal.
- $e/a > 7,7$ . Para este segundo grupo se cumple  $T_M > T_C$ . Las aleaciones de este grupo no presentan transición inducida por campo magnético pues se alcanza la temperatura de Curie antes de la transición. La martensita de estas aleaciones presenta también una estructura tetragonal.
- $e/a \approx 7,7$ . Este último grupo corresponde a las aleaciones que, de cara a sus posibles usos en microsensores y microactuadores, tienen mayor interés puesto que sus

temperaturas cumplen  $T_{\text{amb.}} \approx T_M < T_C$ ; es decir, pueden presentar transición de fase inducida por campo magnético a temperatura ambiente, o próxima a ambiente. Las estructuras que puede presentar la martensita son tanto tetragonal como ortorrómbica.

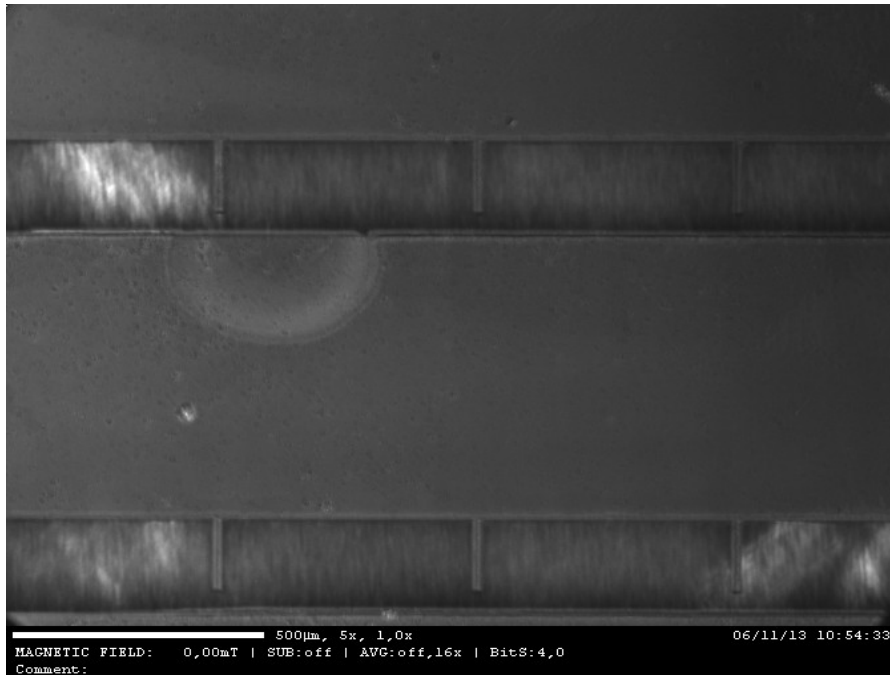
### *1.3 Películas delgadas de aleaciones magnéticas con memoria de forma*

Las aleaciones intermetálicas son, por lo general, frágiles; y si además se busca que estas aleaciones sean de un tamaño muy reducido y espesor muy pequeño (películas) para su uso en aplicaciones de microelectrónica, se nos presenta la necesidad de depositar dichas películas sobre un sustrato. La utilización de películas nos brinda la posibilidad de tener un área considerable, según las necesidades y prestaciones, cubierta por este material pero con un espesor de un micrómetro o menos.

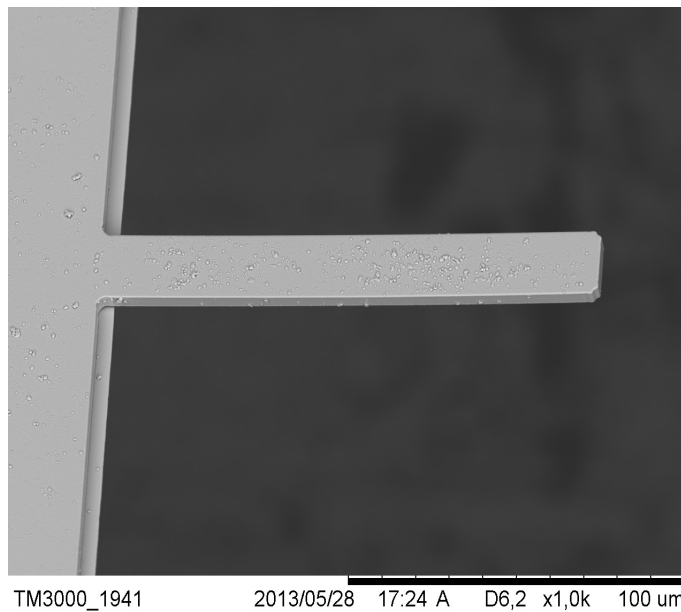
Para la fabricación de estas películas se ha utilizado la técnica de sputtering, en la que desde la temperatura hasta la presión de Argón utilizada durante la deposición afectan a la composición final de la película y, por ende, a las temperaturas de transición, etc. Cualquier cambio mínimo en la composición puede tener grandes efectos sobre las propiedades magnéticas y la transición martensítica de las películas por lo que es muy importante controlar todo el proceso.

Por otro lado, es importante destacar que en estos procesos de deposición mediante la técnica de sputtering no se conservan exactamente ni la estequiometría del blanco ni el ordenamiento atómico.

Dado que el objetivo de este trabajo es sentar las bases para realizar un sensor con estas aleaciones, como sustrato para estas películas hemos utilizado una matriz de cantilevers de Silicio, que es un conjunto de voladizos esculpidos en un sustrato de mayor tamaño.



**Figura 6.** *Cantilevers de 150  $\mu\text{m}$  de longitud esculpidos sobre Silicio*



**Figura 7.** *Cantilever de 150  $\mu\text{m}$  de longitud con 1  $\mu\text{m}$  de película*

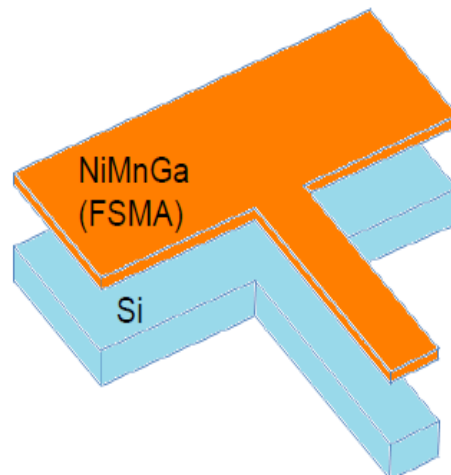
En este trabajo, las dimensiones de los cantilevers han sido de  $50 \times 20 \times 5 \mu\text{m}$  y  $100 \times 20 \times 5 \mu\text{m}$ . Toda la matriz esta hecha de Silicio, que tendrá una capa superficial de óxido debido a su exposición al aire.

#### 1.4 Objetivo y planteamiento del trabajo

Como ya se ha mencionado las aleaciones ferromagnéticas presentan unas propiedades muy interesantes de cara a su uso en sensores y actuadores magnéticos. Por otro lado, las aleaciones con memoria de forma son un tipo de material inteligente del que ya existen diversos tipos de sensores y actuadores aunque la mayoría se han realizado a escalas mayores.[11]

El objetivo principal de este trabajo es la obtención y caracterización de películas delgadas de aleaciones ferromagnéticas con memoria de forma sobre unos cantilevers con el objetivo de sentar las bases de cara a un futuro desarrollo de sensores y actuadores micrométricos. Para ello, el proceso seguido ha sido:

- Escoger un blanco.
- Obtener películas delgadas de distintos espesores sobre cantilevers de distintas dimensiones mediante la técnica del sputtering.



**Figura 8.** Ilustración de una capa de una aleación ferromagnética con memoria de forma sobre Silicio

- Caracterizar las películas obtenidas y analizar la deformación de los cantilevers en función de la temperatura y del campo magnético aplicados.
- Simular la deformación de los cantilevers debida a la temperatura.

## 2 Técnicas experimentales

### 2.1 Sputtering (*pulverización catódica*)

Para la preparación de las películas se ha usado la técnica del sputtering (cámara de sputtering Pfeiffer Vacuum Classic 500). El uso de esta técnica se basa en que ofrece excelentes propiedades de densidad y adherencia de las capas depositadas y permite un gran control de la velocidad de deposición.

Para el proceso de sputtering se requiere de un blanco (que contiene la aleación de los materiales que se pretende depositar con una composición que debe ser próxima a la que se desea obtener) y los sustratos sobre los que pretendemos depositar. Lo primero es hacer vacío en la cámara de deposición (se alcanza un vacío en torno a  $4 \cdot 10^{-7}$  mbar) y posteriormente se introduce Argón. El Argón se ioniza, generando un plasma, al aplicar una diferencia de potencial entre el cátodo (en el que colocaremos el blanco) y el ánodo (en el que tendremos los sustratos) que será constante puesto que usaremos un potencial continuo (DC). Los sustratos se calentarán a  $500^{\circ}\text{C}$  para favorecer el ordenamiento atómico. El Argón, al ionizarse, forma cationes  $\text{Ar}^+$  que son acelerados hacia el blanco por la diferencia de potencial y llegan con gran energía cinética. Cuando esos cationes alcanzan el blanco se produce la pulverización liberando los átomos del blanco (al transferirles momento cinético) y electrones que continúan con la ionización del plasma (al ser acelerados por la diferencia de potencial desde el blanco hasta el plasma). Gracias a un imán que genera líneas de campo paralelas a la superficie del cátodo se provoca que esos electrones describan trayectorias helicoidales alrededor de estas y así aumentar el número de colisiones cerca del blanco, de modo que tengamos gran cantidad de Argón ionizado en la proximidades del blanco[12]. Este es el efecto magnetrón.

En las deposiciones antes de proceder a depositar la aleación ferromagnética, se ha depositado una capa de Cromo de 10 nanómetros aproximadamente con el objetivo de favorecer la adherencia de la aleación. Esta capa se ha depositado a temperatura ambiente, ya que el Cromo cristaliza bien a esa temperatura.

Durante los primeros minutos los sustratos se encuentran cubiertos por una pantalla



**Figura 9.** Cámara de sputtering Pfeiffer Vacuum Classic 500

(de tal modo que no se vea afectada la diferencia de potencial pero que no se deposite material en los sustratos) con un doble objetivo: por un lado, limpiar la superficie del blanco (puesto que así se eliminará una primera capa del blanco que podría tener trazas de óxido por ejemplo); y por el otro, se consigue que la velocidad de deposición de todos los elementos se estabilice y así la composición de la películas sea lo más similar posible a la del blanco. Posteriormente, se mueve la pantalla que protegía los sustratos para permitir la deposición.

Debe mencionarse que, en las deposiciones se ha depositado además del chip de cantilevers un sustrato de silicio que no está esculpido. Una parte del sustrato de silicio ha sido recubierto con una máscara, de modo que se crea un escalón y al retirar la máscara puede medirse con el perfilómetro el espesor depositado. Este sustrato nos permitirá hacer medidas de perfilometría y magnéticas sin tener que tomar una parte de la matriz de chips para realizarlas

En el proceso de sputtering hay diversos parámetros que influyen en las propiedades de las películas:

- **La naturaleza del sustrato utilizado.** En el caso de que los parámetros de la celda del sustrato y la aleación sean comparables, podría tener lugar un crecimiento epitaxial (la película tiene la misma estructura cristalina que el sustrato). Si no tiene lugar este crecimiento, el sustrato podría ejercer esfuerzos de tracción o compresión sobre la película alterando sus propiedades. En nuestro caso, dado que la capa de óxido de Silicio es amorfa no tendremos crecimiento epitaxial.
- **La temperatura del sustrato.** Las películas que se analizan en este trabajo han sido depositadas a 500°C. El objetivo de usar una temperatura tan elevada es favorecer el ordenamiento atómico en la película.[13] Una temperatura elevada permite que los átomos encuentren su posición de mínima energía potencial en la red antes de quedar fijadas por interacciones con el resto de la red. Otro método que podría usarse con el mismo fin es depositar a una temperatura menor y luego recocer la película en un horno, pero gracias a que la cámara de sputtering nos permite depositar con el sustrato a alta temperatura, se ha optado por el primer sistema.
- **La tensión aplicada** que acelera los cationes de Argón. Esta tensión es del orden de cientos de voltios. Cuanto mayor sea la diferencia de potencial entre el cátodo y el ánodo, mayor energía tendrán los iones de Argón y por lo tanto, habrá más cationes con la energía requerida para extraer átomos del blanco y será mayor el número de partículas arrancadas del blanco en el mismo tiempo.

- **La presión de Argón** en el interior de la cámara. Cuanto mayor sea la presión de Argón, las partículas arrancadas del blanco por los cationes experimentarán un mayor número de colisiones con los átomos de Argón del plasma por lo que el número de átomos que llegarán al sustrato será menor. Por otra parte, si la presión de Argón es muy pequeña, la velocidad de deposición es también muy pequeña; por lo que hay que encontrar una presión que sea adecuada.

## *2.2 Espectroscopia de Rayos X por energías dispersivas (EDX)*

Mediante el uso de esta técnica se han medido las composiciones de los blancos y las películas depositadas. Para ello se ha utilizado un microscopio electrónico Hitachi TM3000 perteneciente al grupo de Magnetismo y Materiales Magnéticos.



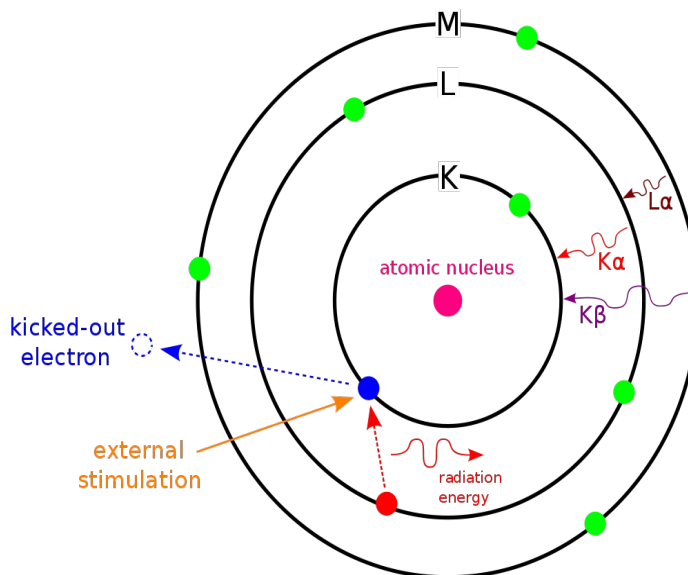
**Figura 10.** *Microscopio de barrido Hitachi TM3000*

La composición de los blanco ha sido medida para verificar su composición, y luego poder compararla con la de las películas. La composición de las películas se ha medido para poder obtener la concentración de electrones de valencia por átomo (e/a), a partir de la cual poder estimar sus fases (martensita o austenita) a temperatura ambiente, la temperatura de transición y el tipo de estructura cristalina que pueden presentar.

Este proceso de espectroscopia de Rayos X se basa en la emisión de un fotón cuando un electrón cae a un nivel de menor energía, cuya energía es característica de cada átomo. Un haz de electrones es acelerado hacia la muestra y al impactar, debido a la gran energía que tiene, es capaz de arrancar electrones de la capa K (la más interna) y de la capa L (nivel inmediatamente superior al K). Dado que esos electrones arrancados dejan un hueco en un nivel de baja energía, otros electrones de niveles superiores caen para llenar ese hueco. Si esos electrones pasan de la capa L a la K tendremos emisión  $K_{\alpha}$ ; y si provienen de la capa M (nivel 3) tendremos: emisión  $K_{\beta}$  si

caen a la capa K y  $L_{\alpha}$  si caen a la capa L. La radiación emitida en forma de fotones en estos procesos lleva asociada una energía en el rango de los rayos X. Conocida la intensidad y energía de la radiación emitida, un programa determina el tipo de elemento que está presente y en que proporción.

La Figura 10 ilustra el proceso de emisión de radiación y las líneas de emisión  $K_{\alpha}$ ,  $K_{\beta}$  y  $L_{\alpha}$ .



**Figura 11.** Proceso de emisión de un fotón cuando un electrón de una capa superior “cae” a una más interior

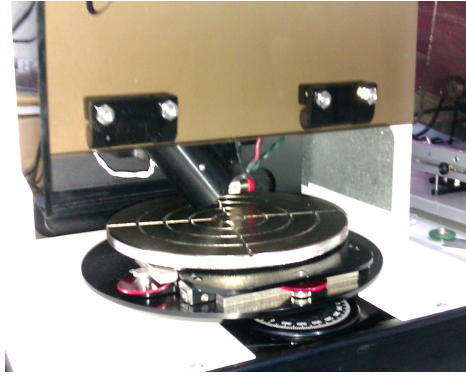
Este equipo además nos permite además obtener imágenes de los cantilevers a distintas temperaturas, entre  $50^{\circ}\text{C}$  y  $-50^{\circ}\text{C}$  gracias a una soporte que incorpora una celda Peltier.

### 2.3 Perfilómetro

Un aspecto importante de las películas depositadas es conocer el espesor de la película depositada, no solo de cara a futuras deposiciones, sino para poder normalizar los valores del momento magnético medido por gramo. Para medir dicho espesor utilizamos el equipo KLA Tencor D-100.

Durante el proceso de sputtering se había colocado, en una parte del sustrato de silicio, una máscara que tras el proceso ha sido retirada de modo que tenemos sobre el mismo sustrato una parte con película depositada y otra en la que no lo está.



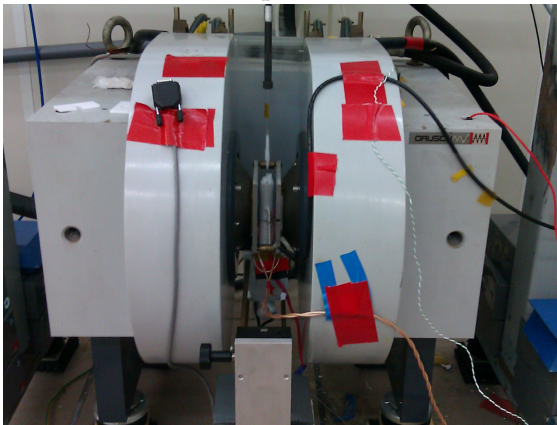


**Figura 12.** *Perfilómetro KLA  
Tencor D-100*

El perfilómetro mide el espesor colocando una punta sobre la película que mide las variaciones de altura de la superficie. Dicha punta recorre una distancia que podemos establecer (hasta varios centímetros). Si colocamos la película de modo que la punta pase de la parte en la que no hay película a la parte en la que si hay, o viceversa, podremos determinar el espesor de la película.

#### **2.4 Medidas magnéticas**

Las medidas magnéticas de las películas se han realizado en un magnetómetro de muestra vibrante que permite variar el campo magnético entre -1,8 y 1,8 Tesla además de variar la temperatura de la muestra en un amplio rango alrededor de la



**Figura 13.** *Magnetómetro de muestra  
vibrante*

temperatura ambiente. Para medir la imanación, la muestra se pone a vibrar con una frecuencia de 63Hz frente a unas bobinas en las que se induce un voltaje y así podemos medir el campo producido por la muestra filtrando la componente que oscila a 63Hz.

El magnetómetro es un electroimán que produce el campo magnético y consta de cuatro bobinas secundarias que miden el campo producido. Esas bobinas secundarias, en las que se induce un voltaje como consecuencia de la variación de flujo magnético producido por la vibración de la muestra, están conectadas en serie-oposición (distinto sentido de arrollamiento) de modo que las posibles contribuciones externas al sistema son eliminadas.

Se han realizado dos tipos de medidas: imanación frente al campo aplicado e imanación en función de la temperatura a campo fijo. Las medidas que se obtienen son para una muestra de masa concreta por lo que es conveniente normalizar los valores del momento magnético medido a fin de poder realizar comparaciones. Para ello, el procedimiento es el siguiente: conocido el espesor de la película,  $h_P$ , y del sustrato,  $h_S$ , esta se pesa y se hace la aproximación de que toda la masa pertenece al sustrato,  $M_{total} \simeq m_S$ , (puesto que el espesor  $h_S$ , es mucho mayor que el de la película,  $h_P$ ). Sabiendo cual es la densidad del sustrato,  $\rho_S$ , (para el Silicio  $\rho_{Si}=2,33\text{g/cm}^3$ ) podemos hallar la superficie de la cara de éste donde se ha depositado la película S; puesto que:  $h_S \cdot S \cdot \rho_S = m_S$ . Dado que esa superficie, S, es la misma que para la película, conocemos la densidad de la película  $\rho_P = 8 \text{ g/cm}^3$  y conocemos el espesor  $h_P$  puesto que lo hemos medido con el perfilómetro, podemos hallar la masa de la película  $m_P$ :  $m_P = \rho_P \cdot S \cdot h_P$ . Una vez sabemos la masa de la película podemos normalizar los valores del momento magnético por gramo: emu/g. Este valor de emu/g es igual a  $\text{Am}^2/\text{Kg}$  en unidades del Sistema Internacional. Para hallar la imanación bastaría con multiplicar ese valor por la densidad de la aleación que es constante, por ello imanación y momento magnético por unidad masa son proporcionales.

#### 2.4.1 Dependencia de la imanación con la temperatura

Para observar la dependencia de la imanación con la temperatura, se ha fijado un campo magnético de 100Oe, y se ha ido variando la temperatura haciendo pasar nitrógeno gaseoso que se enfría con nitrógeno líquido y se calienta haciéndolo pasar por una resistencia (su temperatura se mide con un termopar). Las medidas de la imanación se hacen desde la temperatura alta hasta la baja, y luego subiendo, para poder apreciar, en caso de que se dé, la histéresis de la transición martensítica.

De estas medidas podemos obtener las temperaturas de inicio y fin de la transición martensítica, así como la temperatura de Curie.

#### 2.4.2 Imanación en función del campo aplicado

La muestra se coloca a una temperatura en la que sepamos en que fase está con total seguridad y se hace variar el campo magnético desde +1,8T hasta -1,8T y otra vez hasta 1.8T para poder apreciar la histéresis.

Estas medidas se realizan con el plano de la muestra colocado paralelo y perpendicular al campo aplicado con el fin de observar si existe anisotropía de forma.

## ***2.5 Resistividad eléctrica frente a temperatura***

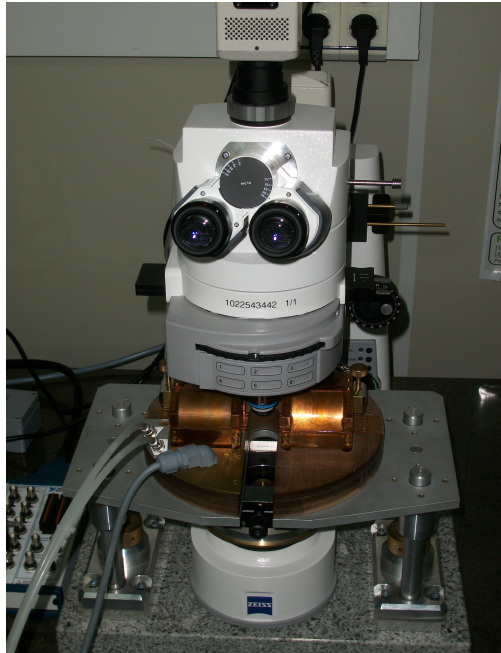
Las medidas de resistividad se han realizado usando el mismo sistema para enfriar y calentar que para las medidas magnéticas. En este caso, no se ha aplicado ningún campo magnético; sino que se hace pasar una corriente constante y conocida por la muestra y se mide la caída de tensión en función de la temperatura. Para que los resultados sean lo más exactos posibles, la medida de la resistencia se realiza aplicando la corriente en ambos sentidos y midiendo a cuatro hilos, de modo que se elimina la contribución dada por la resistencia del propio hilo que lleva la corriente.

Estas medidas pueden utilizarse para contrastar los valores obtenidos de imanación en función de la temperatura puesto que pueden extraerse los datos de inicio y fin de la transición martensítica. Para poder ver la histéresis de la transición, las medidas deben hacerse subiendo y bajando la temperatura. La ventaja que presentan estas medidas, es que la transición de fase puede verse incluso si estamos en la fase paramagnética.

## ***2.6 Brockhaus Kerr Microscope***

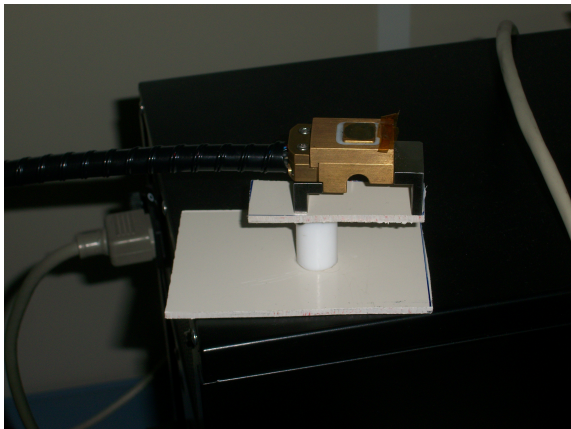
Una de las partes más importantes de este trabajo es comprobar el movimiento de los cantilevers en función de la temperatura y del campo magnético. Como ya se ha mencionado, el equipo de EDX nos va a permitir tomar imágenes en un rango de temperaturas entre  $-50^{\circ}\text{C}$  y  $+50^{\circ}\text{C}$ .

El equipo Brockhaus Kerr Microscope será el que además de permitirnos variar la temperatura nos permita aplicar un campo magnético en la muestra. El rango de temperaturas en principio oscila entre  $-20^{\circ}\text{C}$  y  $160^{\circ}\text{C}$ , pero ya que los experimentos no se realizan en vacío las temperaturas medidas sobre las cuñas que se usan para inclinar las muestras abarcan un rango entre los  $-5^{\circ}\text{C}$  y los  $120^{\circ}\text{C}$ . Los campos magnéticos que permite aplicar el dispositivo alcanzan los  $0,6\text{T}$ , en una dirección que es paralela a la muestra.

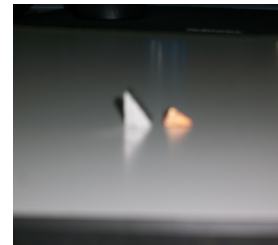


**Figura 14.** *Brockhaus Kerr Microscope*

Para tomar las imágenes no haremos uso del efecto Kerr. Se han usado 2 lentes objetivo (con aumentos x5 y x20) y en el ocular podemos tener los distintos aumentos (x1; x1,6; x2,5 y x4).



**Figura 15.** *Celda Peltier utilizada en el microscopio Brockhaus Kerr*



**Figura 16.** *Cuñas empleadas en los experimentos*

Las dos cuñas metálicas empleadas han sido una de cobre y con un ángulo aproximado de  $30^\circ$  de inclinación y la otra de aluminio a  $45^\circ$  que solo ha podido usarse en este equipo.

## ***2.7 Simulación del movimiento de los cantilevers en función de la temperatura***

Ante la dificultad de medir la deformación de los cantilevers con precisión a través de las imágenes debido a que en el microscopio Brockhaus Kerr no hay vacío y el control de la temperatura en los cantilevers no puede ser suficientemente preciso dado que no podemos medirla directamente sobre los cantilevers se ha optado por simular el comportamiento de los mismos. Además hay que añadir que una de las cuñas empleadas para inclinar los cantilevers no es uniforme y por tanto no podemos determinar el ángulo de inclinación con un error lo suficientemente pequeño.

Por ello, se ha optado por simular el movimiento de los cantilevers utilizando un programa de simulación por elementos finitos. El programa ha sido el Lisa 7.7, que permite incluir hasta 1300 nodos. De entre todos los resultados entregados por el programa para cada nodo, hemos hecho uso de los los valores de deformación en el eje vertical para un nodo del extremo del cantilever que no está fijo.

Para el programa se han utilizado los datos de coeficientes de expansión térmica y modulo de Young obtenidos en experimentos previos realizados por Iván Rodríguez. Los datos empleados han sido:

**Tabla 1:** *Módulo de Young y coeficientes de expansión térmica y de Poisson*

<b>Material</b>	<b>Modulo de Young (Gpa)</b>	<b>Coefficiente de Poisson</b>	<b>Coefficiente de expansión térmica (<math>10^{-6} K^{-1}</math>)</b>
Silicio	150	0,17	3
Austenita	110	0,30	12
Martensita	70	0,30	38

De la simulación se han tomado los datos correspondientes a la variación, en el eje perpendicular al plano del chip, del extremo del cantilever. Las pendientes asociadas a la dicha variación cambian según la fase de la película y temperatura a la que nos encontremos partiendo de que a la temperatura de deposición (500°C) no habrá deformación.

De los datos de la simulación se ha tomado la pendiente de la austenita, y de la martensita. Después haciendo uso del programa Mathematica se ha modelizado por medio de una función arcotangente las transiciones marteníticas tanto directa como inversa.

## 3 Resultados

### *3.1 Preparación y espesor de las muestras*

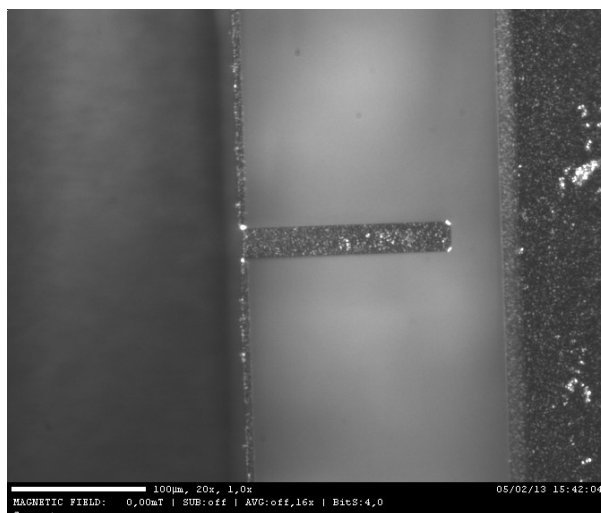
Para las muestras que describiremos a continuación se ha utilizado, como blanco en el proceso de sputtering, uno con una composición (en porcentaje atómico) de 49,9% de Níquel, 27,8% de Manganeso y 22,3% Galio. En realidad, el blanco de la primera deposición no es el mismo que el del resto, ya que se gastó pero el que se utilizó como sustituto tenía la misma composición.

Las deposiciones además de sobre un sustrato de Silicio, se han realizado sobre 2 tipos diferentes de cantilevers. En la primera deposición se depositó  $1\mu\text{m}$  de película sobre unos cantilevers de dimensión  $50\times 20\times 5\mu\text{m}$ , y de ahí en adelante los cantilevers han tenido como dimensiones  $150\times 20\times 5\mu\text{m}$  y los espesores depositados han sido de 1, 2 y 3  $\mu\text{m}$ .

En todas las deposiciones la separación entre blanco y las muestras fue de 9 cm. Las deposiciones de las películas se precedieron de una deposición de Cromo a temperatura ambiente durante 2 minutos, con una presión de Argón de  $2,4\times 10^{-2}$  mbar y una potencia de ionización de 60 W. Después los blancos se calentaron hasta  $500^{\circ}\text{C}$  y con la misma presión de Argón se depositó la película con una potencia de ionización de 150W. Los tiempos de deposición han sido 20, 40 y 60 minutos para conseguir espesores de  $1\mu\text{m}$ ,  $2\mu\text{m}$  y  $3\mu\text{m}$ .

Las medidas con el perfilómetro han confirmado estos valores.

Hay que mencionar que en las muestras con un espesor mayor de una micra la película se ha despegado del sustrato en distintas partes aunque la mayoría de los cantilevers han permanecido con la película. La siguiente figura muestra un cantilever con la película depositada mientras que a su izquierda está se ha despegado.



**Figura 17.** *Cantilever 150x20x5 con 2 de espesor*

### 3.2 Composición

Como se ha visto, la composición de las películas no tiene porque coincidir exactamente con la del blanco, por ello se midieron las composiciones de las películas independientemente. Los resultados obtenidos (en porcentaje atómico) se muestran en la Tabla 1:

**Tabla 2:** *Composición (en porcentaje atómico) de*

Largo del cantilever / espesor de la película ( $\mu\text{m}$ )	N (%at.)	Mn (%at.)	Ga (%at.)
50 / 1	53,4	26,4	20,2
150 / 1	54,3	23,4	22,3
150 / 2	54,3	23,4	22,3
150 / 3	54,3	23,4	22,3

El error estimado en las medidas de la Tabla 1 es del 1% del valor, es decir,  $\pm 0,5\%$  para el Níquel,  $\pm 0,2\%$  para el Manganeso y  $\pm 0,2\%$  para el Galio.

Vemos que el cambio de blanco altera la composición dando películas más ricas en Níquel, con lo que las propiedades no serán las mismas pero sí similares a las de la primera.

Con estos valores podemos obtener, como se ha explicado anteriormente, la relación de

electrones de valencia por átomo ( $e/a$ ). Los valores que se obtienen están en la Tabla 2:

**Tabla 3:** *Valores calculados de electrones de valencia por átomo*

Largo del cantilever ( $\mu\text{m}$ )	$e/a$
50	7,79
150	7,74

Estos valores están próximos al valor objetivo de  $e/a=7,7$ , por lo que tenemos películas con una composición cercana a la que queremos de cara a sus posibles aplicaciones.

### **3.3 Medidas magnéticas**

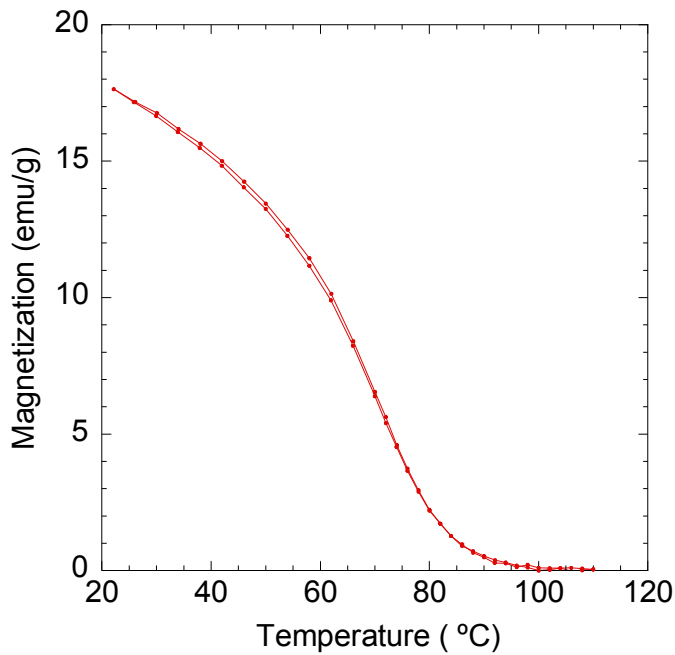
Para realizar estas medidas se cortó un trozo de la película depositada sobre Silicio no esculpido, y se pesó para poder normalizar las medidas en función de la masa de películas. Los resultados que aquí se muestran corresponden a las deposiciones de  $1 \mu\text{m}$ , ya que las que tenían más espesor se han despegado del sustrato. El objetivo de estas no es tanto caracterizar en profundidad las películas sino obtener unos valores orientativos de las temperaturas de transición martensítica (directa e inversa), de la temperatura de Curie y del campo necesario para orientar todos los momentos en una dirección.

#### **3.3.1 Campo magnético frente a temperatura**

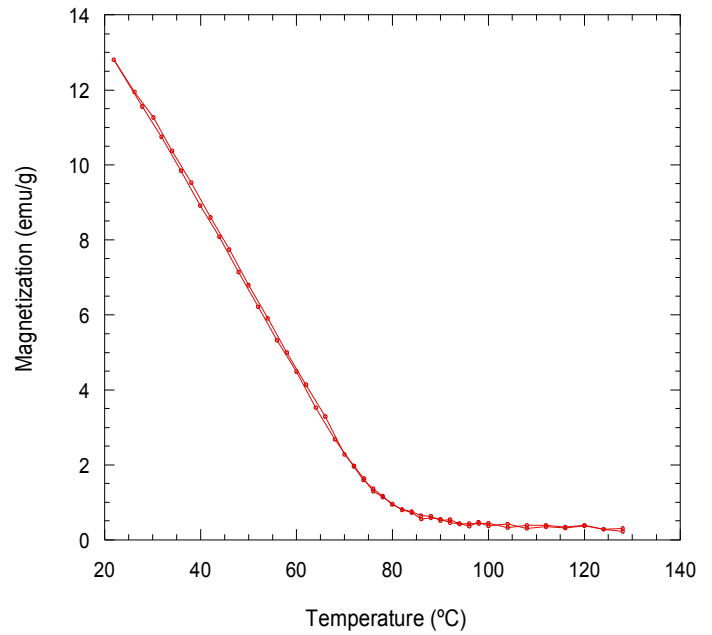
Para realizar las medidas de imanación en función de la temperatura se colocó la muestra en un campo fijo de  $10\text{Oe}$ , y se midió el momento magnético inducido en la muestra.

Las Figuras 18 y 19 muestran los valores del momento inducido (ya normalizado a  $\text{emu/g}$ ) frente a la temperatura (en grados centígrados). De esta gráfica puede obtenerse el valor de la temperatura de Curie ( $T_C$ ), a partir de la cual el material deja de ser ferromagnético y pasa a ser paramagnético. alla





**Figura 18.** *Momento magnético inducido (normalizado) en función de la temperatura para una muestra depositada con los cantilevers de 50  $\mu\text{m}$  de longitud*



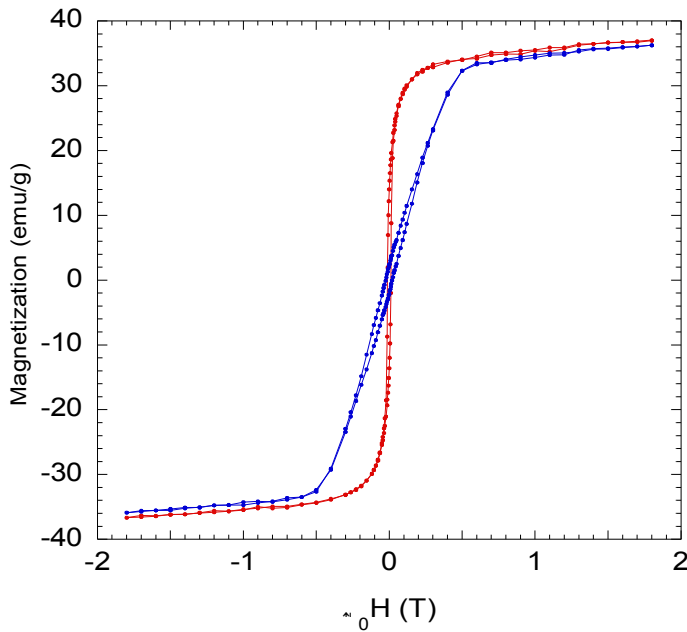
**Figura 19.** *Momento magnético inducido (normalizado) en función de la temperatura para una muestra depositada con los cantilevers de 150  $\mu\text{m}$  de longitud*

De la figura obtenemos un valor de la temperatura de Curie de  $85^{\circ}\text{C}$  (con un error de  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ ) pero no podemos estimar las temperaturas de inicio y fin de las transiciones martensíticas.

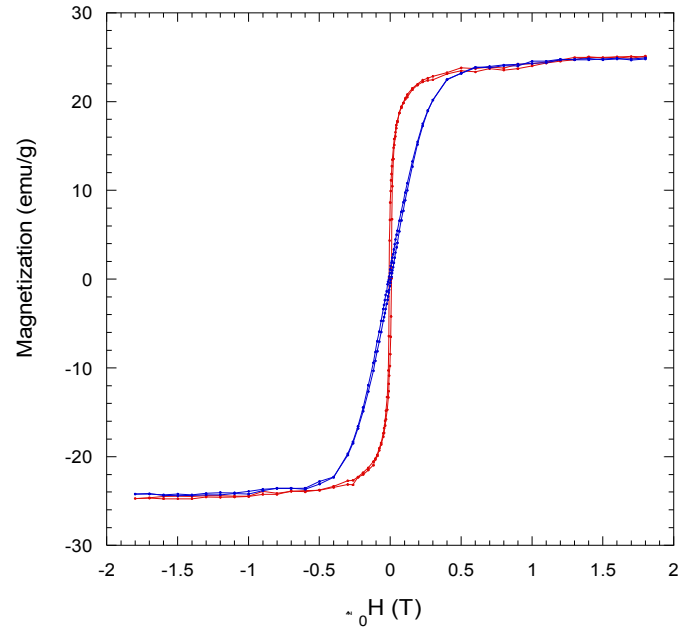
Las diferencias en los valores de imanación son debidas las en la composición de las películas.

### 3.3.2 Imanación en función del campo

Para realizar estas medidas se escogió una temperatura de  $20^{\circ}\text{C}$  a la que la película se encontrar en su fase martensítica. Para cada una de esas temperaturas se han tomado las medidas del momento magnético inducida en la muestra en función del campo aplicado que ha variado entre  $1,8\text{T}$  y  $-1,8\text{T}$ . En la gráfica se representan los resultado obtenidos para una temperatura con el plano de la muestra situado paralelo (en rojo) y perpendicular (en azul) al campo.



**Figura 20.** Momento magnético inducido (normalizado) en función del campo aplicado a 20°C para una muestra depositada con los cantilevers de 50  $\mu\text{m}$  de longitud



**Figura 21.** Momento magnético inducido (normalizado) en función del campo aplicado a 20°C para una muestra depositada con los cantilevers de 150  $\mu\text{m}$  de longitud

La figura anterior nos permite ver que con un campo mayor de 0,5T tendríamos la máxima deformación inducida por campo magnético para ambas muestras.

En las gráficas se aprecia con facilidad que la pendiente de los ciclos con el campo perpendicular es menor que con el campo paralelo. Esto es debido a que las películas presentan gran anisotropía de forma que tiende a contener la imanación en el plano [14] y por lo tanto cuando situamos la película perpendicular al campo este tiende a sacar la imanación del plano, situación que no se da si campo y película son paralelos. En las medidas en las que apliquemos campo sobre los cantilevers, estos se encontraran paralelos al campo.

Nuevamente, las diferencias en los valores de imanación pueden achacarse a las diferencias en la composición.

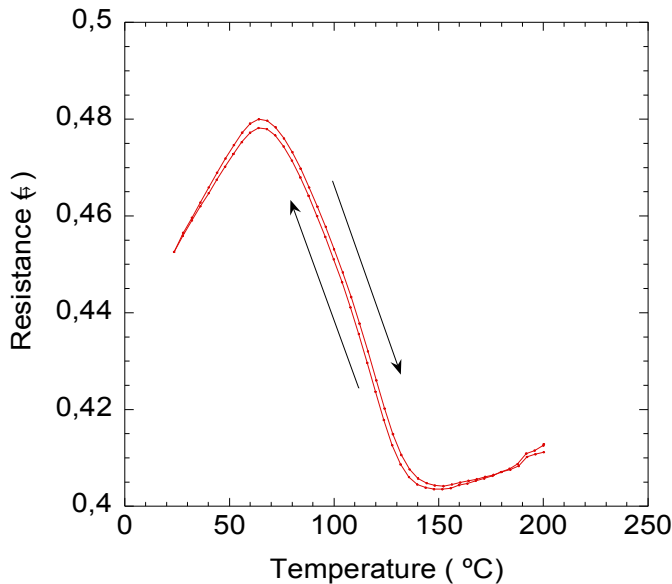
### 3.4 Resistividad

Las medidas de resistividad nos permiten estimar los valores de las temperaturas de inicio y fin de la transformación martensítica directa e inversa que no hemos podido apreciar en las medidas magnéticas.

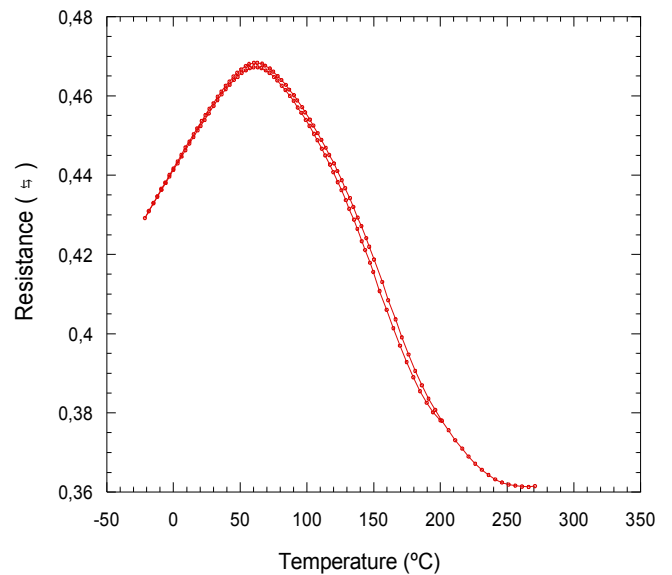
En este experimento la temperatura se ha controlado de la misma manera que en las medidas de imanación y la resistencia se ha determinado haciendo pasar una corriente de 1mA y midiendo la caída de tensión entre dos terminales que se han soldado a la muestra, mientras que la corriente se hace pasar entre otros dos que también se han soldado. Esta medida a cuatro hilos permite eliminar la contribución que daría la resistencia de los propios hilos.

Los terminales se han obtenido fundiendo estaño que es el material que une la película con los hilos de cobre.

Las Figuras 22 y 23 representa los datos obtenidos.



**Figura 22.** Resistividad frente a la temperatura para una muestra depositada con los cantilevers de 50  $\mu\text{m}$  de longitud



**Figura 23.** Resistividad frente a la temperatura para una muestra depositada con los cantilevers de 150  $\mu\text{m}$  de longitud

En la gráfica anterior puede verse como la resistividad decae cuando pasamos de martensita a austenita debido a que durante la transformación el número de portadores disminuye y además se reduce su movilidad debido a las colisiones con las imperfecciones del cristal.[15]

De la Figura 22 obtenemos los valores de comienzo y fin de la transformación directa ( $M_a$  y  $M_f$ ) y de la inversa ( $A_s$  y  $A_f$ ) con un error de  $\pm 5^\circ\text{C}$  para la película depositada sobre los cantilevers de 50  $\mu\text{m}$  son:

$$M_S=160^\circ\text{C} \quad M_F=65^\circ\text{C} \quad A_S=75^\circ\text{C} \quad A_F=180^\circ\text{C}$$

En cambio para las otras deposiciones (dado que la composición es idéntica las temperaturas también lo serán) obtenemos las siguientes temperaturas con un error de  $\pm 5^\circ\text{C}$ :

$$M_S = 210^\circ\text{C} \quad M_F = 65^\circ\text{C} \quad A_S = 75^\circ\text{C} \quad A_F = 220^\circ\text{C}$$

Vemos que las temperaturas de inicio de la transición martensítica inversa ( $A_s$ ) y fin de la directa ( $M_f$ ) coinciden con las del caso anterior, y sin embargo la transición ocurre a lo largo de un rango de temperaturas mayor, debido a que estas muestras son más ricas en Níquel.

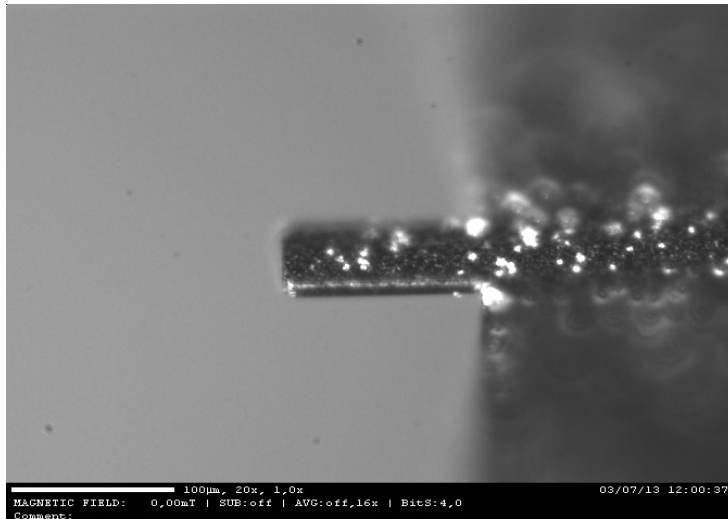
### ***3.5 Imágenes***

Para obtener las imágenes que se muestran a continuación hemos superpuesto varias obtenidas a distintas temperaturas (la temperatura estimada se indica en la imagen). Debido principalmente a la expansión térmica de las cuñas ha sido necesario reenfocar para tomar cada una de las fotos. En las figuras que se muestran a continuación sólo han superpuesto algunas de las imágenes tomadas.

En ninguna de las muestras hemos podido observar deformación debida al campo magnético, aunque sí a la temperatura. Esto es debido a que las tensiones en la muestra son mayores que la fuerza que es capaz de ejercer la reorientación de variantes.

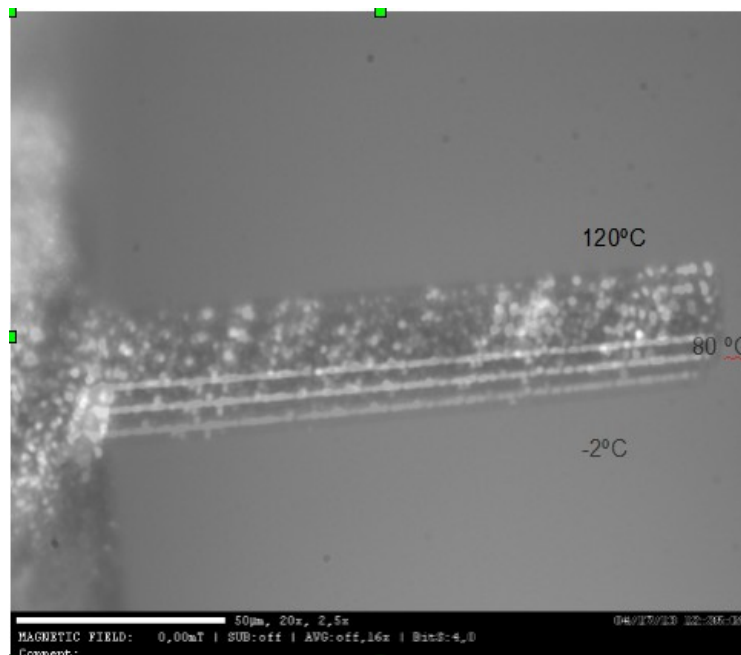
Como ya se ha mencionado hay 2 equipos que nos han permitido observar la deformación real de los cantilevers. El primero de ellos, el microscopio Brockhaus Kerr, nos permitía fijar una temperatura en la celda Peltier entre  $-14^\circ\text{C}$  y  $160^\circ\text{C}$  y además aplicar campos magnéticos de hasta  $0,6\text{T}$  pudiendo estos ser continuos o alternos (cuya frecuencia podemos variar).

En los cantilevers de  $50\ \mu\text{m}$  de largo no se aprecia ningún movimiento debido al cambio de temperatura.



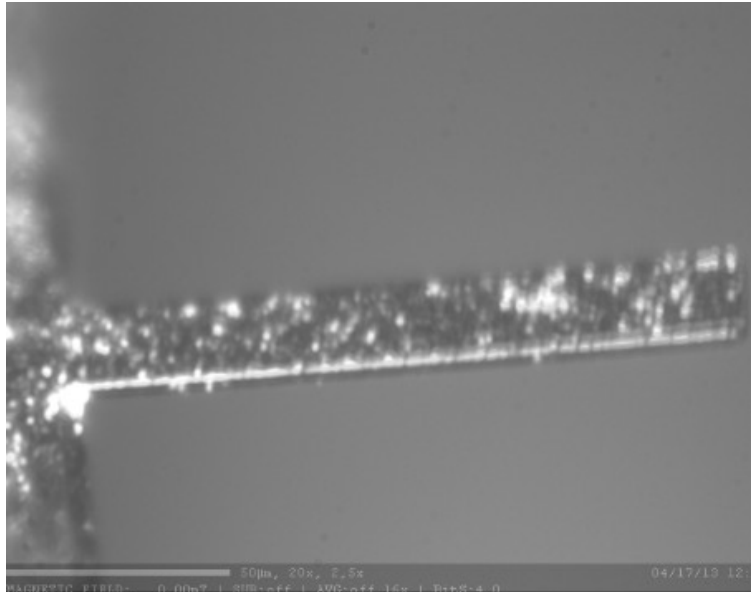
**Figura 24.** *Cantilever de 50  $\mu\text{m}$  de longitud con 1  $\mu\text{m}$  de película*

En los de 150  $\mu\text{m}$  de largo y 1  $\mu\text{m}$  de espesor de película el movimiento es muy pequeño.



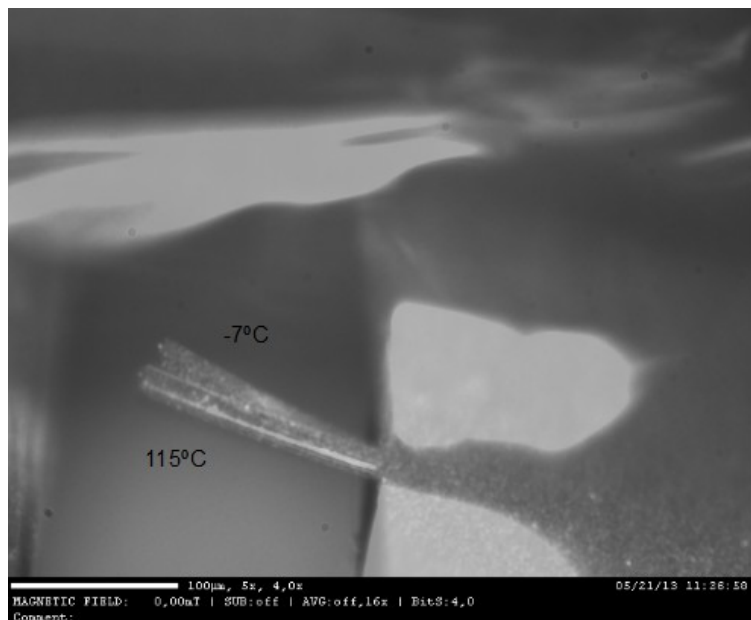
**Figura 25.** *Cantilever de 150  $\mu\text{m}$  de longitud con 1  $\mu\text{m}$  de película*

Si ahora superponemos las imágenes manteniendo la base del cantilever en la misma posición vemos un movimiento muy pequeño en el extremo.



**Figura 26.** *Cantilever de 150  $\mu\text{m}$  de longitud con 1  $\mu\text{m}$  de película*

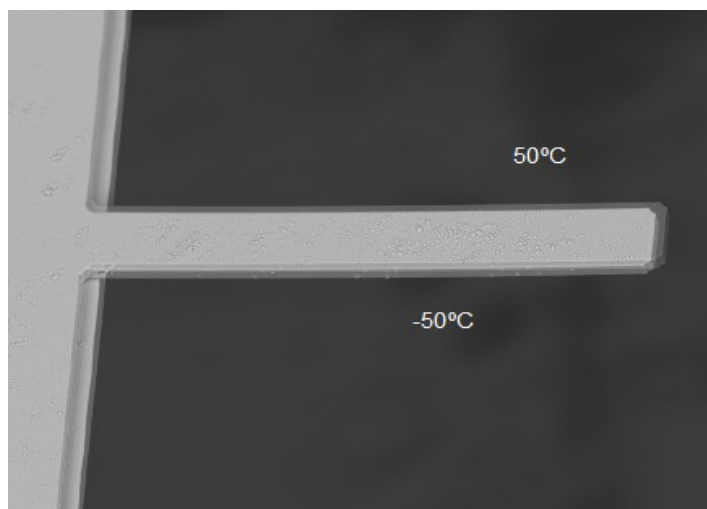
En los cantilevers en los que hemos depositado 2  $\mu\text{m}$  de película el movimiento no es tampoco fácilmente apreciable, pero sí lo es en los que hay 3  $\mu\text{m}$  como se ve en la siguiente figura:



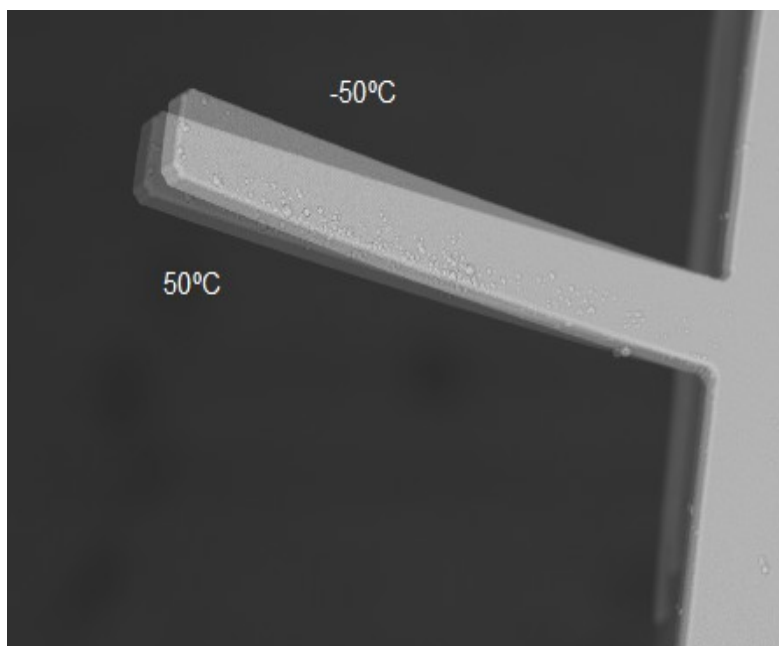
**Figura 27.** *Cantilever de 150  $\mu\text{m}$  de longitud con 3  $\mu\text{m}$  de película*

Las imágenes tomadas con el microscopio electrónico Hitachi TM3000 nos sirven para

observar el movimiento de los cantilevers con un control mejor de la temperatura.



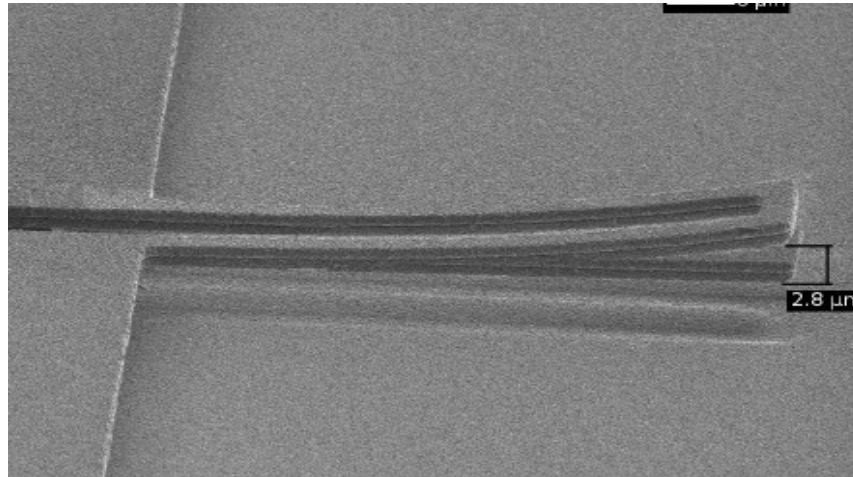
**Figura 28.** Cantilever de  $150\ \mu\text{m}$  de longitud con  $1\ \mu\text{m}$  de película



**Figura 29.** Cantilever de  $150\ \mu\text{m}$  de longitud con  $3\ \mu\text{m}$  de película

Como puede apreciarse en las figuras cuanto mayor es la temperatura los cantilevers tiende a situarse más planos acercándose a su posición inicial, de modo que si pudiesemos alcanzar los  $500^\circ\text{C}$ , deberíamos ver los cantilevers planos.

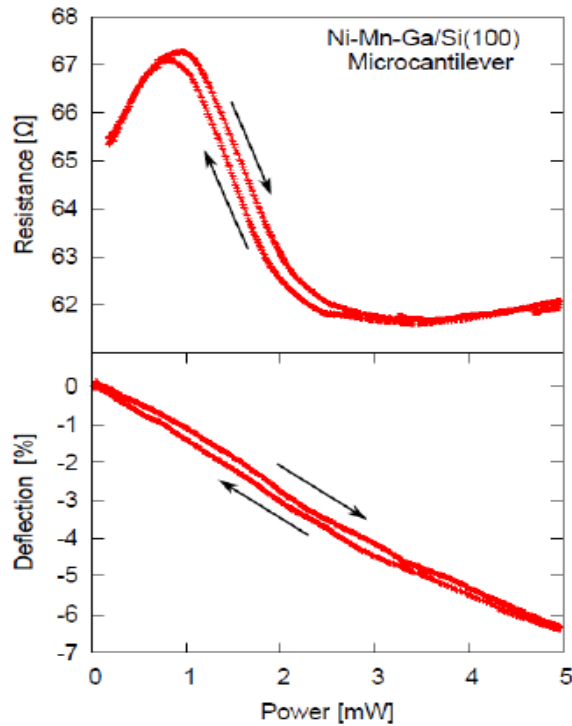
Un grupo de investigación alemán del Karlsruhe Institute of Technology también está investigando en este área, y durante la misma deposición en la que cubrimos los cantilevers de 50  $\mu\text{m}$ , también depositamos sobre unos cantilevers para este grupo. Estos tenían una longitud de 35  $\mu\text{m}$ , y un espesor de 1  $\mu\text{m}$ , por lo que la relación entre espesores de sustrato y película es más favorable y han conseguido una deformación de un 8% de la longitud del cantilever por temperatura. La siguiente imagen muestra este cantilever:



**Figura 31.** *Cantilever depositado para el grupo del Karlsruhe Institute of Technology*

Sus medidas en lugar de representar la deformación del cantilever frente a la temperatura, la presentan frente a la potencia eléctrica que aplican (que es la que calienta el cantilever). En sus resultados puede verse una pequeña histéresis que se corresponde aproximadamente con el rango de la transformación martensítica:

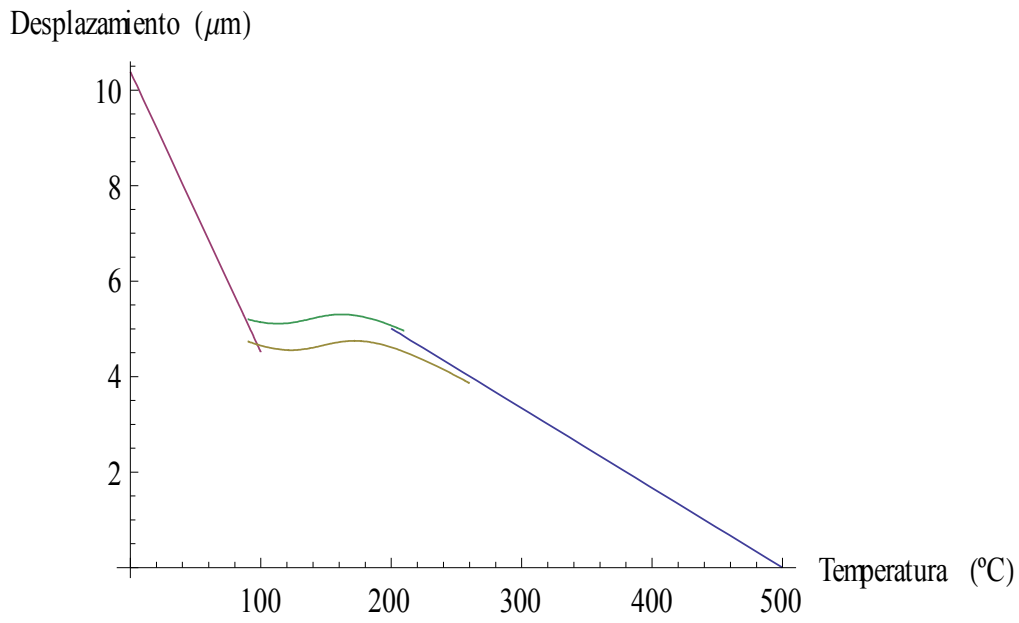




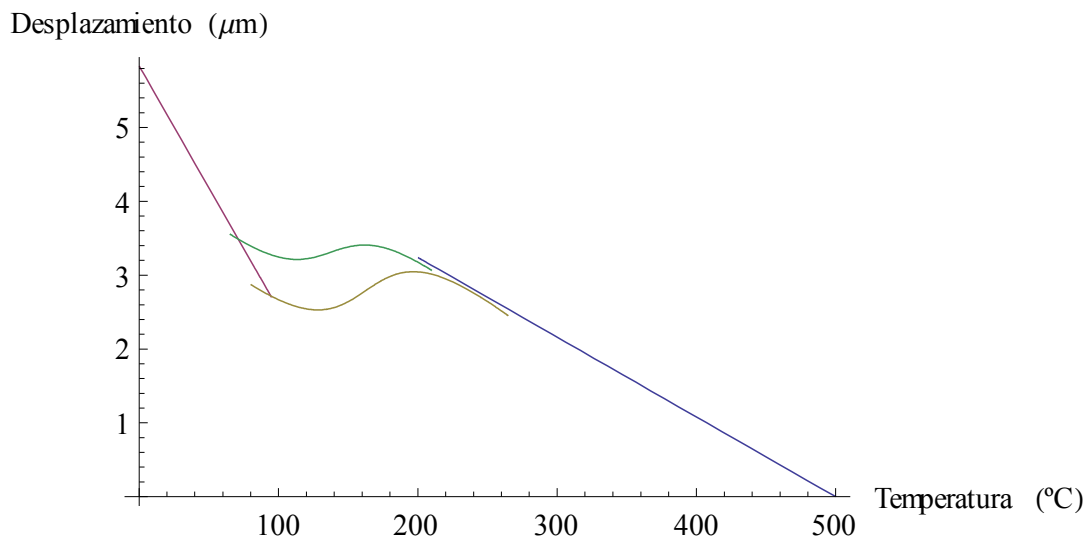
**Figura 32.** Resistencia y deformación porcentual en el cantilever depositado para el grupo del Karlsruhe Institute of Technology

### 3.6 Simulación

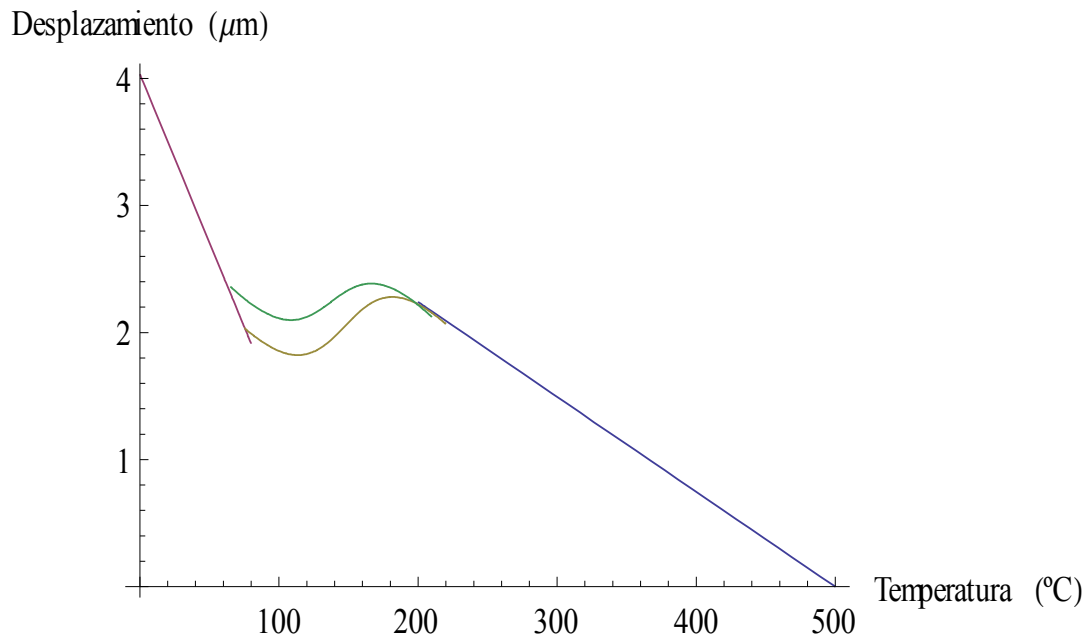
A continuación se muestran los resultados obtenidos del programa de simulación, representados con el Mathematica y modelizando las transiciones entre austenita y martensita por medio de una arcotangente. La recta correspondiente a la austenita se hace pasar por el punto (0,500) -dado que supondremos que no hay deformación a la temperatura de deposición- y para la de la martensita se toma como un punto de la curva aquel que a la temperatura de fin de la transición martensítica directa coincide con el de una recta en la que se ha tomado el coeficiente de expansión térmica de la austenita y el módulo de Young de la martensita y que también pasa por el punto (0,500). Se utiliza el punto de fin de la transición martensítica en lugar de un punto intermedio para tratar de contemplar la relajación debida al acoplo de variantes.



**Figura 33.** Deformación esperada de un cantilever de  $150\ \mu\text{m}$  de longitud con  $3\ \mu\text{m}$  de película



**Figura 34.** Deformación esperada de un cantilever de  $150\ \mu\text{m}$  de longitud con  $2\ \mu\text{m}$  de película



**Figura 35.** Deformación esperada de un cantilever de  $150 \mu\text{m}$  de longitud con  $1 \mu\text{m}$  de película

Las fuerzas que aparecen en la película debido al hecho de que se encuentre sobre un sustratos provocan una serie de esfuerzos y tensiones que hacen que estos resultados simulados no se correspondan con los observados ya que la transformación se extiende durante un rango muy amplio de temperaturas como se ha podido observar en la Figura 32.

## 4 Conclusiones

En este trabajo se han sintetizado y estudiado películas delgadas de aleaciones ferromagnéticas con memoria de forma de NiMnGa. Las películas se han obtenido mediante la técnica de sputtering y la caracterización se ha hecho por diversas técnicas para conocer desde su composición hasta sus propiedades magnéticas y la transición martensítica.

En el proceso de sputtering, se ha visto que la composición inicial del blanco no coincide exactamente con la final de las películas lo que dificulta la obtención de una aleación con una composición que presente una fase martensítica a temperatura ambiente u otras características que se deseen.

Las medidas magnéticas y de resistividad nos permiten conocer la temperatura de Curie,  $T_C$ , y las de transición martensítica (directa e inversa), así como el campo necesario para alinear los momentos.

Se ha demostrado que estas películas permiten la creación de microactuadores, aunque por el momento solo térmicos. El hecho de que la histéresis térmica que se aprecia en las medidas del grupo del Karlsruhe Institute of Technology sea tan pequeña permite un buen control de la fase por medio de la temperatura.

Aunque no hemos conseguido inducir una deformación en los cantilevers mediante la aplicación de un campo magnético, queda para futuros trabajos intentar inducir esa deformación en un cantilever en el que la relación entre los espesores de película y sustrato sea 1:1, empleando cantilevers más finos (dado que hemos visto que añadir más película lleva a que esta se desprege al bajar la temperatura dados los esfuerzos que se inducen).

## Bibliografía

- [1]: "The martensitic transformation in ferromagnetic Heusler alloy ". V. V. Kokorin, V. A. Chernenko. *Phys. Met. Metall.* **68**, No.6, pp. 111-1115, 1989
- [2]: "Encyclopedia of smart materials". R. C. O'Handley, S. M. Allen. Wiley, New York, 2002
- [3]: "Martensitic transformation in ferromagnets: experiment and theory". V. A. Chernenko, V. A. L'vov, E. Cesari. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, No., **196 -197**, pp. 859 - 860, 1999
- [4]: "Transiciones magnéticas y estructurales en aleaciones ferromagnéticas con memoria de forma". P. Lázpita. 2008. Tesis doctoral leída en la UPV-EHU
- [5]: "Engineering aspects of shape memory alloys". T. Duerig, K. N. Melton, D. Stockel, C. M. Wayman. Butterworth-Heineman, London, 1990
- [6]: "Magnetically induced reorientation of martensite variants in constrained epitaxial NiMnGa films grown on MgO (001)". M. Thomas, O. Heczko, J. Buschbeck, U. K. Rößler, J. McCord, N. Scheerbaum, L. Schultz, S. Fähler . *New Journal of Physics*, **10**, 023040, 2008
- [7]: "Thermal and Magnetic Properties of Stress-Induced Martensites in NiMnGa Alloys". V. A. Chernenko, A. Amengual, E. Cesari, V. V. Kokorin, I. K. Zasimchuk. *Journal of Physique IV*, **5**, C2-95-C2-98, 1995
- [8]: "Shape Memory Materials". K. Otsuka, C. M. Wayman, editors. *Cambridge University Press*, Cambridge, 1998
- [9]: "Martensitic transformations in NiMnGa systems affected by external fields". V. A. Chernenko, O. Babii, V. L'vov, P. G. McCormick. *Material Science Forum*, **327 - 328**, pp. 485 - 488, 2000
- [10]: "Crystal Structure of Martensitic Phases in NiMnGa Shape Memory Alloys". J. Pons, V. A. Chernenko, R. Santamarta, E. Cesari. *Acta Materialia*, **48**, pp. 3027-3038, 2000
- [11]: "The high potential of shape memory alloys in developing miniature mechanical devices: A review on shape memory alloy mini-actuators". Adelaide Nespoli, Stefano Besseghini, Simone Pittaccio, Elena Villa, Stefano Viscuso. *Sensors and Actuators A* , **158**, pp.149–160, 2010
- [12]: "Láminas delgadas y recubrimientos: preparación, propiedades y aplicaciones". J. M. Albella. Cap. 5. Biblioteca de Ciencias, Editorial CSIC, Madrid, 2003.
- [13]: "Fabrication conditions and transformation behaviour of epitaxial Ni-Mn-Ga thin films". V. Chernenko, I. Aseguinolaza, J. M. Barandiarán, I. Orue, A. V. Svalov, S. Besseghini. *Journal of Materials Science*, **47**, pp. 3658-3662, 2012

- [14]: "Magnetic susceptibility of martensitic Ni-Mn-Ga film". V. A. Chernenko, M. Hagler, P. Müllner, V. M. Kniazkyi, V. A. L'vov, M. Ohtsuka, S. Besseghini. *Journal of Applied Physics*, **101**, pp. 053909-053914, 2007
- [15]: "In situ studies of the martensitic transformation in epitaxial Ni-Mn-Ga films". J. Buschbeck, R. Niemann, O. Heczko, M. Thomas, L. Schultz, S. Fähler. *Acta Materiala*, **57**, pp. 2516 - 2526, 2009

## **Agradecimientos**

Quiero agradecer al director de este proyecto José Manuel Barandiarán la atención que me ha dedicado para cualquier duda que ha surgido a lo largo del proyecto. También quiero agradecer a Volodymyr Chernenko y a Alfredo García sus ideas y su colaboración y un especial agradecimiento a Iván Rodríguez por su inestimable apoyo y ayuda durante todo este tiempo.