

Лега Петр Викторович

**Термоупругий мартенситный переход и эффект памяти формы  
в сплаве  $Ti_2NiCu$  на микро- и наномасштабе**

1.3.8. (01.04.07) Физика конденсированного состояния

**АВТОРЕФЕРАТ**  
диссертации на соискание ученой степени кандидата  
физико-математических наук

Москва - 2022

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном учреждении науки Институте радиотехники и электроники им. В.А. Котельникова РАН (ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН), г. Москва

**Научный руководитель:**

*Коледов Виктор Викторович,*  
доктор физико-математических наук,  
в.н.с. лаборатории физики магнитных явлений в  
микроэлектронике ИРЭ им. В.А. Котельникова  
РАН

**Официальные оппоненты:**

*Глезер Александр Маркович,*  
доктор физико-математических наук,  
профессор кафедры физического  
материаловедения МИСиС

*Квашнин Александр Геннадьевич,*  
доктор физико-математических наук,  
старший научный сотрудник Сколковского  
института науки и технологий (Сколтех)

**Ведущая организация:** Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт физики твердого тела имени Ю.А. Осипяна Российской академии наук (ИФТТ РАН), г. Черноголовка

Защита состоится «23» сентября 2022 г. в 10 ч. 00 мин. на заседании диссертационного совета 24.1.111.01 (Д 002.231.01) на базе Федерального государственного бюджетного учреждения науки Института радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН (ИРЭ им. В.А.Котельникова РАН) по адресу: 125009, Москва, ул. Моховая, д. 11, корп. 7.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке Института радиотехники и электроники им. В.А.Котельникова РАН, а также на сайте <http://cplire.ru/rus/dissertations/Lega/index.html>

Отзывы и замечания по автореферату в двух экземплярах, заверенные печатью, просьба высылать по вышеуказанному адресу на имя учёного секретаря диссертационного совета

Автореферат разослан «\_\_\_» \_\_\_\_\_ 2022 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета 24.1.111.01  
доктор физ.-мат. наук, доцент

И.Е. Кузнецова

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

### Актуальность темы диссертации

Важной фундаментальной проблемой физики конденсированного состояния вещества является изучение особенностей физических свойств различных материалов на наноуровне [1, 2]. Большое научное значение для понимания природы фазовых превращений (ФП) имеют исследования фазовых переходов в образцах нанометровых размеров [3]. Актуальной является нерешенная задача определения физических пределов минимального размера девайсов на основе материалов с эффектом памяти формы (ЭПФ). Поэтому, необходимо изучить проявления термоупругого мартенситного перехода в образцах субмикронных размеров и эффектов деформации микро- и нанообразцов при воздействии температуры и внешних механических напряжений.

Среди ФП в интерметаллических сплавах большой интерес вызывает бездиффузионный термоупругий мартенситный переход из кубической высокосимметричной фазы (аустенит) в низкосимметричную фазу (мартенсит) [4]. Этот переход сопровождается ЭПФ, который находит широкое применение в приборостроении, медицине, микро- и наномеханике [5]. Актуальным является изучение фундаментальных закономерностей, принципиально ограничивающих характеристики механических устройств с ЭПФ. В данной диссертации представлены результаты исследования, которые можно объединить по двум направлениям:

- 1) определение физических и технологических пределов минимального размера проявления мартенситного перехода и ЭПФ;
- 2) изучение скорости протекания мартенситного ФП и управляемых деформаций в микро- и наноактюаторах с ЭПФ.

Для решения первой задачи необходимо изучить проявления термоупругого мартенситного перехода в образцах с малыми размерами и эффектов деформаций микро- и нанообразцов под действием температуры и внешних механических напряжений.

Задача о критическом размере частицы, в которой проявляется мартенситный переход, близка к классической задаче определения критического размера зародыша при фазовом переходе первого рода [6]. Эксперименты по наблюдению зародышей мартенситной фазы в объемных поликристаллических сплавах с искусственно измельченными зёрнами показывают, что при уменьшении зерна до 50 нм температура перехода в сплаве снижается по сравнению с объемным образцом, а при дальнейшем уменьшении размера зерна фазовый переход блокируется [7]. Однако зёрна – это трехмерный объект, а большой научный интерес представляют квазидвумерные объекты, такие как нанопластины. Например, авторы [8] получили немонотонную зависимость температуры мартенситного превращения от толщины пленки TiNi. Эта зависимость убывающая вплоть до толщин тонкой пленки 100 нм, а при толщине пленки от 90 до 60 нм температура резко возрастает. Однако исследовали тонкие

пленки, осажденные на подложку, и эффект подложки может быть очень сильным.

Также во всем мире ученые изучают мартенситные превращения с помощью компьютерного моделирования – методами молекулярной динамики (МД), [9], где изучали зависимость размера зерна от температуры мартенситных превращений, и теории функционала плотности [10]. Также, методом МД изучают ЭПФ, например в наноструктурированном сплаве Ti-Ni происходит деградация ЭПФ после нескольких термоциклирований и циклов нагрузки-разгрузки [11], что было показано методом МД. В [12] рассматривали размерный эффект микро- и наностолбиков NiTi с ЭПФ. Эксперименты показывают, что ЭПФ все еще существует в столбиках диаметром до 200 нм. Эксперименты на образцах с ЭПФ в холодном (мартенситном) состоянии проводили *in situ* в камере растрового электронного микроскопа (РЭМ) при помощи наноиндентора. Затем образцы нагревали до 200°C и получали РЭМ-изображения, т.е. само восстановление формы в динамике видно не было, лишь конечный результат.

Другим направлением настоящего исследования является изучение кинетики протекания термоупругого мартенситного фазового перехода и ЭПФ на микро- и наномасштабе слоистого аморфно-кристаллического композита и оценка скорости движения границы фазового мартенситного перехода. Скорость протекания мартенситного перехода в интерметалидах, как известно, ограничена, как инерцией тепловых процессов, так и характерными временами термоактивации мартенситного ФП 1-го рода и скоростью движения границ мартенситных доменов [13]. Очевидно, что уменьшение характерного размера микроактюатора с ЭПФ может позволить уменьшить характерные тепловые времена и приблизиться к физическому пределу. Например, в [14] проведены эксперименты по быстроедействию миллиметрового актюатора с ЭПФ. Резонансная частота для этой геометрии составляет 35 Гц. Однако, это практическое достижение только ставит проблему принципиальных ограничений, связанных с кинетическими свойствами фазовых превращений 1-го рода. Также, известно, что скорость роста мартенситных кристаллов порядка  $10^3$  м/с [15, 16]. Представляет интерес вопрос: граница мартенсит-аустенит следует за тепловым фронтом (изотермический характер) или имеет место “взрывной” рост (атермический характер)?

Таким образом, изучение размерных эффектов и кинетики проявления термоупругого мартенситного перехода и ЭПФ является областью повышенного интереса исследователей. Однако, ни экспериментальные данные о реальных предельных значениях характерных размеров и времен проявления этих эффектов, ни надежные теоретические объяснения пока еще не получены.

### **Цели и задачи работы**

Цель настоящей работы - исследование особенностей проявления термоупругого мартенситного перехода и ЭПФ в сплаве  $Ti_2NiCu$  на микро- и наномасштабе.

### **Задачи данной работы:**

1. Разработать методику изучения термоупругого мартенситного ФП и ЭПФ на микро- и наномасштабе на основе использования схемы слоистого предварительно напряженного композита, не требующего тренировки для достижения обратимых деформаций.

2. Изготовить методом фокусированного ионного пучка (ФИП) экспериментальные образцы композитных микроактюаторов  $Ti_2NiCu/Pt$  с ЭПФ и изучить их обратимую деформацию при активации нагревом как в ФИП, так и в установке просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ).

3. Изучить обратимые термоуправляемые деформации композитов с микронной, субмикронной и нанометровой толщиной активного слоя с ЭПФ. Исследовать физические и технологические ограничения на проявления ЭПФ на наномасштабе.

4. Изучить методом ПЭМ термоупругий мартенситный переход в клиновидных пластинах сплава  $Ti_2NiCu$  в зависимости от температуры и толщины пластины на нанометровом масштабе, а также объяснить полученную зависимость методами компьютерного моделирования в совокупности с термодинамическим подходом.

5. Изучить кинетику проявления термоупругого мартенситного перехода и ЭПФ на микроуровне размеров образца слоистого композита и сделать оценку скорости движения границы фазового мартенситного перехода.

### **Научная новизна работы**

1. Предложен новый метод изучения ЭПФ на микро- и наноуровне с применением функциональных материалов на основе сплавов с ЭПФ, представляющих собой слоистую структуру, состоящую из упругого слоя и слоя с ЭПФ, причем последний предварительно псевдопластически деформирован на растяжение. Такой композитный материал отличается большой обратимой изгибной деформацией на микро- и наноуровне, а также технологичностью.

2. Экспериментально исследован образец композитной микроструктуры с ЭПФ с размерами: длина 12 мкм, ширина 3 мкм, толщина слоя с ЭПФ 0.5 мкм. Показано, что температура мартенситного перехода у субмикронного образца сплава осталась такой же, как и у исходного. В слое сплава  $Ti_2NiCu$  толщиной 0.5 мкм ЭПФ проявляется качественно так же, как и в исходной быстрозакаленной ленте сплава толщиной 40 мкм. Продемонстрирована обратимая деформация микропинцета, управляемая лазерным лучом, при этом наблюдается прогиб до 1 мкм. Имеется хорошее согласие теоретической оценки псевдопластической деформации на основе модели, описывающей деформацию крупноразмерного композита, и экспериментальных измерений. Таким образом, ЭПФ в 500 нм слоях проявляется качественно так же, как и в микронных слоях.

3. Впервые изучен ЭПФ в слоистых композитных наноструктурах, состоящих из сплава  $Ti_2NiCu$  и платины. Установлено, что ЭПФ при комнатной температуре сохраняется вплоть до толщин функционального слоя 70 нм, а при дальнейшем уменьшении толщины управляемая деформация, связанная с ЭПФ,

резко снижается. Изучены технологические ограничения при создании микромеханических девайсов на основе двуслойного композита с ЭПФ при помощи метода ФИП и сделана оценка для минимальной толщины слоя, который аморфизуется ионным пучком в процессе изготовления композита. Впервые прямым методом в ПЭМ исследованы одновременно и термоиндуцированные деформации и структурное фазовое (мартенситное) превращение в нанобразцах сплава.

4. Экспериментально определены зависимости положения границы аустенит-мартенсит от толщины пластины  $Ti_2NiCu$  и температуры клиновидной пластины в области 20 – 100 нм при изменении температуры от 400 до 100 К. Экспериментальные результаты согласуются с численным расчетом на основе феноменологической дислокационно-кинетической теории, а также с результатами компьютерного моделирования первопринципными методами и методом молекулярной динамики.

5. Впервые изучено экспериментально быстрое действие композитного микроактюатора с ЭПФ при активации импульсами электрического тока, пропускаемого непосредственно через микроактюатор. Продемонстрировано быстрое действие до 8 кГц. Сделана оценка скорости движения границы перехода мартенсит – аустенит в сплаве с ЭПФ при активации микроактюатора.

### **Практическая значимость работы**

Результаты работы могут быть найдены применение для производства устройств микросистемной техники, позволяющих манипулировать индивидуальными нанобъектами. Системы манипулирования и наносборки с применением механических наноинструментов с ЭПФ могут найти применение для прототипирования и мелкосерийного производства различных изделий нанoeлектроники, например, биомедицинских датчиков для диагностики инфекционных заболеваний, в технологии МЭМС и НЭМС для создания исполнительных элементов и роботизированных устройств, в lab-on-chip технологии, микробиологии, для исследования биологических (ДНК, сенсилы насекомых и др.) и небиологических (углеродные нанотрубки, графеновые слои, вискеры) микро- и нанобъектов.

Достоверность результатов работы обеспечена использованием современных экспериментальных методов решения поставленных задач, воспроизводимостью результатов экспериментов, согласием экспериментальных и расчетных данных.

### **Основные положения, выносимые на защиту:**

1. Методика изучения ЭПФ на микро- и наномасштабе размеров на основе использования схемы слоистого предварительно напряженного композита, не требующего дополнительной тренировки для достижения обратимых деформаций при термоциклировании. Методика позволила впервые прямым методом в просвечивающем электронном микроскопе (ПЭМ) исследовать

одновременно и термоиндуцированные деформации и структурное фазовое (мартенситное) превращение в нанобразцах сплава.

2. ЭПФ на основе термоупругого мартенситного перехода в слоистых нанокompозитах  $Ti_2NiCu/Pt$  в области температур выше комнатной наблюдается при уменьшении толщины активного слоя сплава до 80 нм.

3. В клиновидных пластинах сплава  $Ti_2NiCu$  температура термоупругого мартенситного перехода (МП) резко снижается при уменьшении толщины пластинки менее 80 нм. Критическая толщина, при которой наблюдается блокировка перехода составляет 20 нм, при этом критическое значение температуры перехода составляет 150 К.

4. Сочетая метод классической молекулярной динамики с численными квантово-механическими расчетами, получено количественное и качественное описание ФП в объемных образцах и тонких пластинах  $Ti_2NiCu$  нанометрового масштаба. В ходе проведения численного расчета, обнаружено снижение доли мартенсита в объеме пластины с уменьшением ее толщины, а также на меньших размерных шкалах наблюдалась полная блокировка МП, что удовлетворительно согласуется с наблюдаемыми экспериментальными данными.

5. Активация композитного аморфно-кристаллического микроактюатора с ЭПФ на основе  $Ti_2NiCu$  наблюдается при увеличении частоты возбуждающих импульсов электрического тока до 8 кГц. Оценка скорости движения границы фазового мартенситного перехода составляет не менее 0,4 м/с и совпадает с оценкой скорости теплового фронта по порядку величины.

### **Апробация результатов работы**

Результаты исследований, вошедших в диссертацию, докладывались на следующих российских и международных конференциях, научных семинарах и форумах:

2-я Конференция «Физика конденсированных состояний» (Черноголовка, Россия, июнь 2021), XI Международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов», памяти академика Г.В. Курдюмова (Черноголовка, Россия, октябрь 2020), Дни Калорики в Дагестане: Мультикалорические материалы и их приложения (Гуниб, Россия, сентябрь 2020), V форум молодых ученых БРИКС (Челябинск, Россия, сентябрь 2020), The 9th International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale «3M-Nano 2019» (Чжэньцзян, Китай, август 2019). Международная конференция Manipulation, Automation and Robotics at Small Scales (Хельсинки, Финляндия, июль 2019). 6-ая Международная научно-техническая конференция «Технологии микро- и наноэлектроники в микро- и наносистемной технике» (Москва, Россия, февраль 2019). 6-ая Международная конференция "State-of-the art trends of Scientific Research of Artificial and Natural Nanoobjects" (Москва, Россия, октябрь, 2018). The 8<sup>th</sup> International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale «3M-Nano 2018» (Ханчжоу, Китай, август 2018). Международная конференция Manipulation, Automation and Robotics at Small Scales (Нагоя, Япония, июль 2018). Международная зимняя школа физиков-

теоретиков «Коуровка» (Екатеринбург, Россия, 2018). Международная конференция «Фазовые переходы, критические и нелинейные явления в конденсированных средах» (Махачкала, Россия, 2017). The 7th International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale «3M-Nano 2017» (Китай, Шанхай, август 2017). Пленарный доклад на международной конференции Manipulation, Automation and Robotics at Small Scales (Монреаль, Канада, июль 2017). Международный симпозиум "Перспективные материалы и технологии" (Витебск, Беларусь, май 2017). Вторая международная конференция «Сплавы с эффектом памяти формы» (Санкт-Петербург, Россия, сентябрь 2016). 7th Baikal International Conference "Magnetic Materials. New technologies" (VICMM-2016). (Иркутск, август 2016). The 6th International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale «3M-Nano 2016» (Китай, июль 2016). Международная научно-техническая конференция «Нанотехнологии функциональных материалов НФМ-2016» (Санкт-Петербург, июнь 2016). III Международная научная конференция Моделирование структур, строение вещества, нанотехнологии. Тульский государственный педагогический университет им. Л.Н. Толстого. (Тула, 2016). The 5th International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale «3M-Nano 2015» (Китай, Чанчунь, октябрь 2015). Международная конференция «Фазовые переходы, критические и нелинейные явления в конденсированных средах» (Челябинск, август 2015). Международная выставка «Научно-технические и инновационные достижения России» (Испания, Мадрид, май 2011). Международная выставка высоких технологий, инноваций и промышленной автоматизации «Ганноверская ярмарка 2011» (Германия, Ганновер, апрель 2011). Международная выставка «Научно-технические и инновационные достижения России» (Франция, Париж, июнь 2010). Международная конференция E-MRS (European Materials Research Society) 2010 (Франция, Страсбург, июнь 2010). Международная конференция TMS (The Minerals, Metals & Materials Society) 2010 Annual Meeting & Exhibition (США, Сизтл, 2010). Международная конференция «Функциональные материалы» ICFM 2009 (Крым, октябрь 2009). Международная конференция The 8th European Symposium on Martensitic Transformations ESOMAT 09 (Чехия, Прага, сентябрь 2009). Симпозиум «Нанофизика и наноэлектроника» (Нижний Новгород, март 2009). 5 Международная конференция «Фазовые превращения и прочность кристаллов» (Черноголовка, ноябрь 2008). Международный симпозиум «Ordering in minerals and alloys» (Сочи, сентябрь 2008). Международная конференция «Функциональные материалы» ICFM 2007 (Крым, октябрь 2007).

#### **Достижения соискателя**

1. Лауреат Премии Правительства Москвы молодым ученым 2017 в области «Новые материалы и нанотехнологии».
2. Лауреат II Международного конкурса научных работ молодых ученых в области нанотехнологий Rusnanotech, 2010.



3. Лауреат премии за лучший доклад на международной конференции The 6th International Conference on Manipulation, Manufacturing and Measurement on the Nanoscale «3M-Nano 2016», China.

4. Руководитель гранта Фонда содействию малому бизнесу в сфере инноваций СТАРТ-2010.

### **Публикации**

По результатам диссертации опубликовано 55 работ, из них 4 статей в журналах, входящих в Перечень изданий, рекомендованных ВАК Минобрнауки России, 19 – в журналах, индексируемых в наукометрических базах данных Web of Science и Scopus, 2 патента РФ на изобретение. Кроме того, выпущено 34 публикаций в сборниках трудов конференций.

### **Личный вклад автора**

Результаты, изложенные в диссертации, получены автором лично, либо совместно с сотрудниками ИРЭ им. В.А. Котельникова РАН и НИТУ МИСиС, причём при выполнении работ автором сделан определяющий вклад в постановку задач исследования, создание новых экспериментальных установок, проведение экспериментов, обработку результатов, выполнение теоретических выкладок и численных расчетов.

Автор ставил эксперименты совместно с к.ф.-м.н. Орловым А.П. на установке ФИП. В 2019 самостоятельно освоил пробоподготовку на ФИП и получил сертификат, подтверждающий квалификацию оператора ФИП. В дальнейшем, делал образцы и эксперимент самостоятельно в присутствии оператора. Автор ставил эксперименты совместно с к.ф.-м.н. Табачковой Н.Ю. на установке ПЭМ. Автор освоил работу с программами численного расчета как LAMMPS, VASP, Quantum Espresso. Автор делал численные расчеты совместно с к.ф.-м.н Карцевым А.И., а расчеты поверхностной энергии методами DFT и зависимости температуры от полной энергии на атом методом молекулярной динамики вдоль кристаллографических направлений (001), (110), (122), осуществлял самостоятельно.

Ряд публикаций автор выполнил в соавторстве с к.ф.-м.н. А. В. Иржаком. В этих работах автору принадлежат результаты, описанные в данной диссертации. А.В. Иржаку принадлежат результаты по разработке физических основ технологии изготовления микропинцетов из сплавов с ЭПФ методом ФИП для манипулирования нанообъектами методами нанесения упругой пленки металла методом химического осаждения из газовой фазы (FIB-CVD), а также оригинальным методом перенапыления аморфного слоя интерметаллида с ЭПФ.

### **Структура и объем работы:**

Диссертационная работа состоит из введения, четырех глав, заключения, списка работ автора и списка использованной литературы, состоящего из 143 наименований. Работа изложена на 127 страницах, иллюстрирована 95 рисунками и содержит 6 таблиц

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

**Во введении** дана общая характеристика диссертации и ее структуры, приведено краткое описание состояния проблемы, сформулирована цель работы и научная новизна, изложены основные научные положения, выносимые на защиту, а также, определена практическая значимость работы.

**В Главе 1** даны основные определения, используемые в диссертации, и обсуждены вопросы терминологии, касающейся фазового (мартенситного) перехода и эффекта памяти формы. Также в главе приведен обзор современной научной литературы, посвященной исследованиям мартенситного перехода и ЭПФ в сплавах на основе Ti-Ni на микро- и наноуровне, а также, микро- и наноактюаторов на основе различных физических эффектов (пьезоэффект, электростатика, ЭПФ и т.д.). Показано, что наилучших результатов по минитюарности, величине относительной деформации, быстродействию и наработке на отказ обладают актюаторы на основе ЭПФ. Также, представлен обзор основных работ по поиску минимальных размеров зерен и толщин образцов сплавов, при которых сохраняется термоупругое мартенситное ФП и ЭПФ. Приведены работы по компьютерному моделированию сплавов семейства Ti-Ni методом молекулярной динамики. Представлен обзор современных работ по кинетике мартенситных превращений и быстродействию микро- и нано девайсов с ЭПФ.

**Вторая глава** содержит описание методики исследования термоупругого мартенситного фазового перехода и ЭПФ в сплаве  $Ti_2NiCu$  на микромасштабе на основе новой схемы композитного функционального материала с ЭПФ, обеспечивающей гигантскую обратимую изгибную деформацию, при использовании только “одностороннего” ЭПФ сплава.

**В Разделе 2.1** [A3, A4, A15, A16, A21-A23, A25] представлена новая методика исследования термомеханических свойств сплава  $Ti_2NiCu$ . В основе этой методики лежит исследование нового слоистого материала (композита), состоящего из двух слоев ленты  $Ti_2NiCu$  с ЭПФ (слой 1) и слоя без ЭПФ (слой 2), который прочно соединен с лентой. Такая схема композита показана на рис. 1.

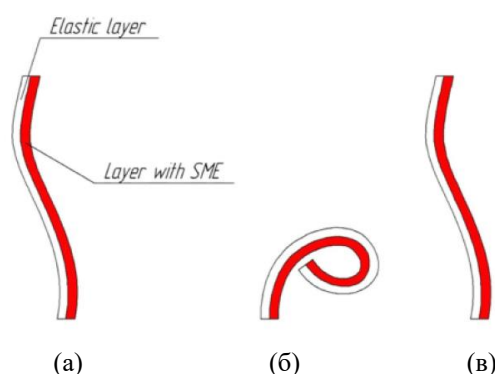


Рис. 1. Схема слоистого композита, обеспечивающего обратимую изгибную деформацию на основе быстроокаленной ленты  $Ti_2NiCu$  с ЭПФ: 1 – слой с ЭПФ, 2 – упругий слой; (а) – слой с ЭПФ в мартенситном состоянии; (б) – в аустенитном состоянии; (в) – в мартенситном состоянии.

Отличием композита от обычной биметаллической пластины является то, что лента с ЭПФ до соединения со слоем 2 предварительно псевдопластически

деформирована на растяжение в холодном состоянии, а также на порядок превышающую возвратимую деформацию при термоциклировании. Изгиб такого композитного слоистого материала при нагреве происходит ввиду того, что слой 1 сжимается, а слой 2 растягивается (изгиб есть сжатие на внутреннем слое и растяжение на внешнем). Также, односторонний ЭПФ приводит лишь к однократному восстановлению формы, а актюатор на основе композитного материала с ЭПФ при охлаждении и нагреве будет периодически деформироваться. Создание и применение таких композитных материалов с ЭПФ открывает новые возможности в микро- и наномеханике.

В **Разделе 2.2** [А3, А4, А18, А21-А23] проводилось исследование гигантских обратимых деформаций в объемных образцах быстрозакаленных лент и композитов сплава  $Ti_2NiCu$  с ЭПФ. В **Разделе 2.2.1** исследовались гигантские возвратимые деформации в быстрозакаленных лентах  $Ti_2NiCu$  и композитах  $Ti_2NiCu/Ni$  с ЭПФ, которые подвергались псевдопластическому растяжению в холодном (мартенситном) состоянии. Построена зависимость относительного изменения длины быстрозакаленной ленты  $Ti_2NiCu$  от тока при определенной механической нагрузке.

Для дальнейшего изучения гигантских обратимых деформаций в **Разделе 2.2.2** были проведены эксперименты на моделях актюаторов, изготовленных гальваническим нанесением никеля на предварительно псевдопластически деформированных быстрозакаленных лентах сплава. Построены графики зависимости деформации от температуры. Макет актюатора, изготовленного методом гальванического нанесения никеля на сплав  $Ti_2NiCu$  с ЭПФ, продемонстрировал деформацию на уровне 1% на протяжении 1000 циклов, а работоспособность композитного актюатора продемонстрировала более 2000 термоциклов. При увеличении количества термоциклов, актюатор деградирует.

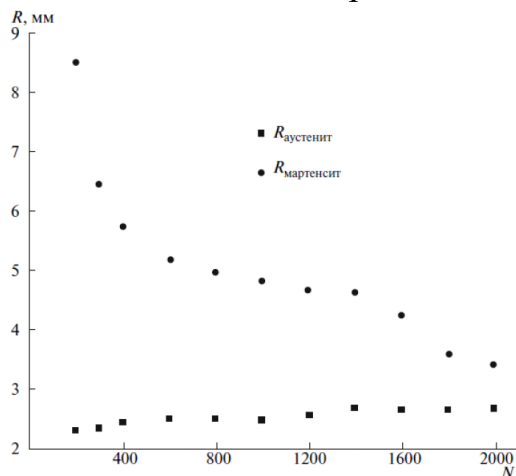


Рис. 2. Зависимость радиуса изгиба композита  $R$  от количества термоциклов  $N$

В **Разделе 2.2.3** для теоретических оценок гигантских возвратимых изгибных деформаций слоистого композита с ЭПФ была построена математическая модель. Впервые выведена уточняющая поправка к известной формуле, связывающей радиус изгиба композита в аустенитном состоянии с величиной псевдопластической деформации слоя с ЭПФ и характеристиками образца. Показано, что для момента, развиваемого актюатором и его обратимых

деформаций теоретические оценки хорошо согласуются с модельными экспериментами.

**В Разделе 2.2.4** была проведена серия экспериментов, в которых измерялась сила, развиваемая композитным актюатором на основе сплава  $Ti_2NiCu$  при нагреве. Теоретические оценки силы дают хорошее согласие с экспериментальными результатами.

**В Главе 2.3** экспериментально и теоретически исследовался ЭПФ в микроактюаторах в сплаве  $Ti_2NiCu$  с ЭПФ [A21-A23, A26]. Для исследования при помощи новой методики проявления ЭПФ на микро- и субмикронных образцах были проведены эксперименты с образцами композитов на основе сплава  $Ti_2NiCu$  с ЭПФ толщиной менее 1 мкм в вакуумной камере микроскопа ФИП. Также была создана экспериментальная установка на основе полупроводникового инжекционного лазера с системой фокусировки излучения для нагрева образца непосредственно в вакуумной камере ФИП.

Были изготовлены образцы композитных микроструктур с ЭПФ методом ФИП. Экспериментально были исследованы композитные микроструктуры с ЭПФ. Изготовление композитных микроструктур и исследование в них эффектов гигантских деформаций в условиях нагрева излучением полупроводникового инжекционного лазера проводили на установке ФИП “Strata FIB 201” (фирма FEI). Полученный образец композитной микроструктуры с ЭПФ может служить прототипом наноактюатора (рис. 3). Длина свободного конца образца составляет около 12 мкм, ширина образца 3 мкм, толщина слоя с ЭПФ 0.5 мкм, толщина упругого слоя 0.5 мкм, а просвет около 1 мкм. Для нагрева образца в вакуумную камеру ФИП помещали полупроводниковый инжекционный лазер, излучение которого было сфокусировано на предметном столике ионного сканирующего микроскопа. При включении питания лазера сплав нагревается, затем переходит в аустенитное состояние и деформируется, а при выключении тока сплав восстанавливает исходную форму за счет нанесенного упругого слоя. Наноактюатор показан в мартинсите (рис. 3а), а под действием нагрева он переходит в аустенитное состояние (рис. 3б).

Показано, что температура мартенситного перехода у субмикронного образца сплава осталась такой же, как и у исходного. В слое сплава  $Ti_2NiCu$  толщиной 500 нм ЭПФ проявляется качественно так же, как и в исходной быстрозакаленной ленте сплава толщиной 40 мкм. Продемонстрирована обратимая деформация микроактюатора, управляемая лазерным лучом, при этом створ актюатора управляемо сжимается и расжимается от 1 мкм до 0. Зависимость величины раствора микроактюатора от рабочего тока лазера представлена на рис. 3 (в). График демонстрирует некоторый гистерезис и полное сжатие микроактюатора. Имеется хорошее согласие теоретической оценки псевдопластической деформации на основе модели, описывающей деформацию крупноразмерного композита по формуле (1) и экспериментальных измерений.

$$\lambda = \frac{L^2}{2R} = \frac{3L^2 \varepsilon}{8h} \quad (1)$$

Таким образом, ЭПФ в субмикронных слоях проявляется качественно так же, как и в микронных слоях.

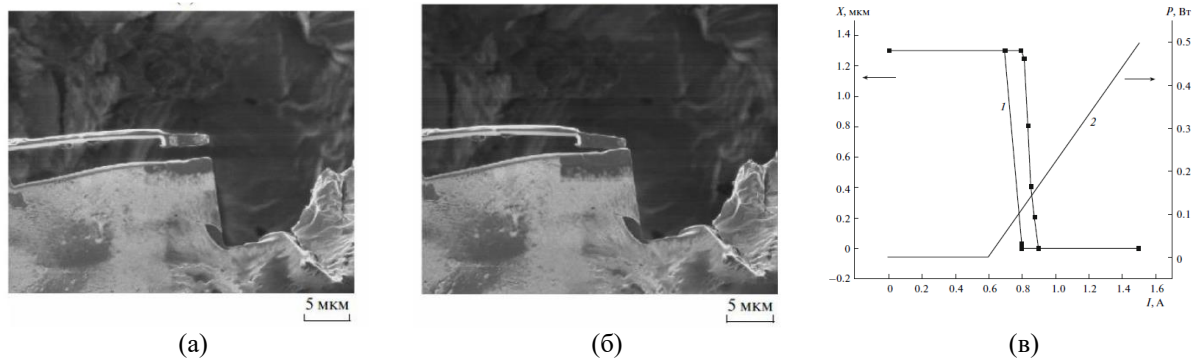


Рис. 3. Управление деформацией макета микроактюатора, выполненного на основе слоя с ЭПФ толщиной 0.5 мкм. (а) микроактюатор в холодном (мартенситном) состоянии, (б) микроактюатор в нагретом (аустенитном) состоянии. (в) Зависимость величины раствора микроактюатора  $X$  (кривая 1) и выходной мощности полупроводникового лазера  $P$  (кривая 2) от рабочего тока лазера  $I$ .

В Главе 2.4 методами математического моделирования [A17, A19, A20] изучен способ активации микромеханических устройств с ЭПФ при помощи резистивного импульсного нагрева. Показано, что при уменьшении габаритов нагревательного элемента от 1 мм до 10 мкм быстродействие резко увеличивается от  $10^2$  до  $10^5$  с<sup>-1</sup>, а энергопотребление одновременно уменьшается от  $10^{-3}$  до  $10^{-8}$  Дж на одну операцию (рис. 4, 5). Моделирование распределения тепла по игле показано на рис. 6.

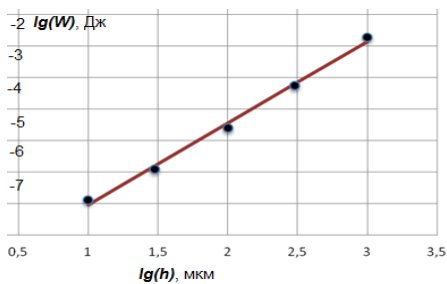


Рис. 4. Зависимость логарифма энергии  $W$ , необходимой для нагрева конца иглы до температуры 350 К от логарифма ширины нагревателя  $h$  (точки); аппроксимация значений методом наименьших квадратов – прямая линия.

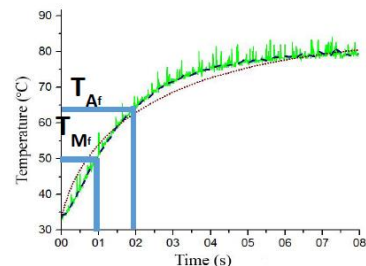


Рис. 5. Теоретическая и экспериментальная зависимость температуры кончика иглы, где расположен микроактюатор от времени разогрева.

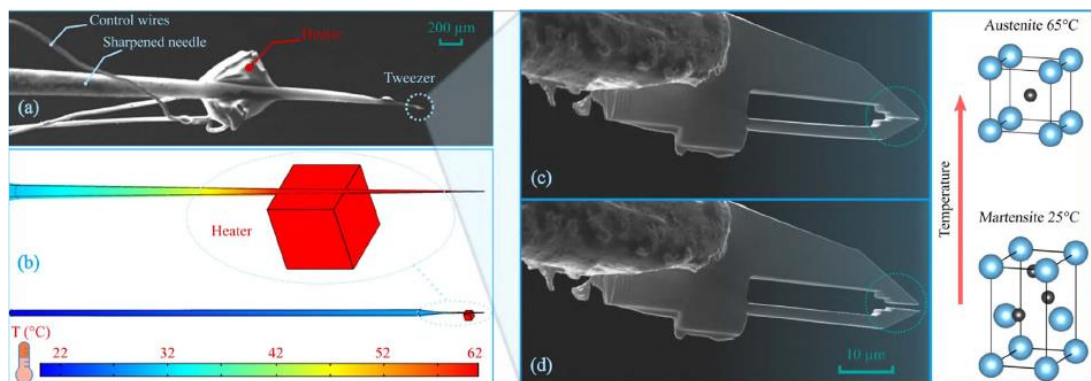


Рис. 6. (а) СЭМ-изображение устройства с нанопинцетом с диодным нагревателем. Нанопинцет установлен на кончике вольфрамовой иглы. (б) Моделирование передачи тепла от диода в вольфрамовой игле в процессе нагрева. Композитный нанопинцет на основе сплав  $Ti_2NiCu$  в закрытом (аустенитном) состоянии (св) и открытом (мартенситном) состоянии (д). Устройство с нанопинцетом помещается в вакуумную камеру СЭМ.

**В Главе 2.5** [A6, A8, A9, A12, A14, A15, A26] представлены примеры применения композитного наноактюатора для решения различных задач нанофизики. Разработан и испытан наноактюатор на основе ЭПФ. В сочетании с коммерческим наноманипулятором, они позволяют управляемо манипулировать нанообъектами в трехмерном наномасштабе в СЭМ. В данной главе приведен пример применения актюатора для изготовления наноструктур на основе вискеро́в NbS<sub>3</sub>, квазиодномерного соединения с волной зарядовой плотности (ВЗП) при комнатной температуре. Нановискеры были без повреждений отделены из выращенной партии, запутанного массива вискеро́в, и безопасно перенесен на подложку с предварительно напыленной золотой пленкой. Были изготовлены контакты путем напыления платины поверх вискеро́в и подложки. Полученный физический эффект ВЗП подтверждает высокое качество контактов и структуры образца после трехмерного манипулирования. Предлагаемый метод открывает путь к созданию микро- и наноструктур нового типа и их различных применений.

**В главе 3.1** [A13, A15, A16] изучались обратимые термоуправляемые деформации изготовленных во второй главе композитов с субмикронной и нанометровой толщиной активного слоя. Для экспериментальной оценки критического размера образца сплава, при котором перестает проявляться ЭПФ, из ленты сплава Ti<sub>2</sub>NiCu, псевдопластически растянутой до значений деформации  $\varepsilon_0 \approx 1\%$ , изготавливались биметаллические композиты методами селективного травления фокусированным пучком ионов галлия и ионно-стимулированного осаждения слоев платины в ионном микроскопе FEI Strata FIB 201. Толщины  $h$  слоев сплава Ti<sub>2</sub>NiCu и Pt в каждом образце были примерно равны и находились в диапазоне от 1 мкм до 80 нм, а длина композитных микроструктур  $L$  – от 30 до 1 мкм при ширине 1–3 мкм. Образцы композитов имели приблизительно одинаковые пропорции, но различались масштабом размеров.

На рис. 7 показаны микрофотографии образцов композитов, полученные в ионном микроскопе FEI Strata FIB 201. Обратимая деформация образцов при  $h > 100$  нм (рис. 7 а, б) отвечает приблизительно деформации крупногабаритных композитов. Форма искривленной поверхности композита описывается дугой окружности радиуса  $R$ . При этом относительная деформация слоев композита  $\varepsilon$  и прогиб конца композита  $\lambda$  могут быть определены по известным формулам [A4]:

$$\varepsilon = \frac{4h}{3R}, \quad \lambda = \frac{3\varepsilon L^2}{8h}. \quad (2)$$

На рис. 8 представлен график зависимости относительной деформации композита от толщины активного слоя сплава, рассчитанной по экспериментально полученным значениям  $R(h)$  и  $\lambda(h)$ . Как видно, при толщине активного слоя композита менее 100 нм управляемая деформация резко ослабевает. В исследованной серии образцов самым миниатюрным образцом, в котором еще наблюдалась термоиндуцированная деформация, оказался образец с толщиной активного слоя  $h = 80$  нм (рис. 7с, d). При длине композита  $L = 1.5$  мкм прогиб его конца составляет величину менее 30 нм, а  $\varepsilon \approx 0.23\%$ .

Так же, в главе делается вывод, что технология селективного ионного травления ионами галлия накладывает дополнительные ограничения на толщину активного слоя. Поэтому, при формировании композита из объема сплава на его поверхности образуется аморфный слой толщиной не менее 5 нм. Чтобы оценить критическую толщину проявления ЭПФ, из толщины активного слоя (80 нм) следует вычесть удвоенную толщину аморфизованного слоя сплава (5–7 нм).

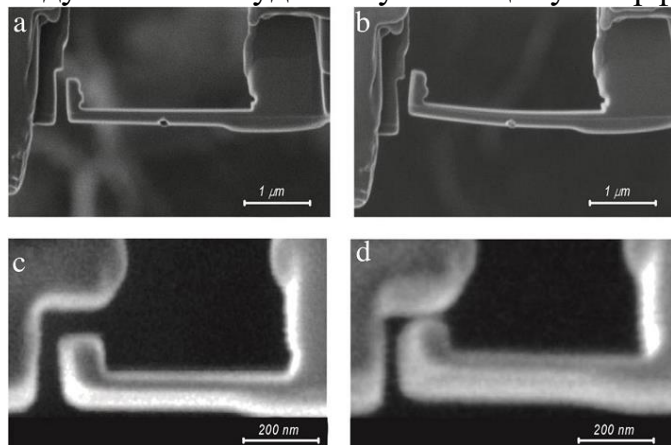


Рис. 7. Микрофотографии образцов композита  $Ti_2NiCu/Pt$  в мартенситном состоянии при комнатной температуре (a, c) и в аустенитном состоянии (b, d).

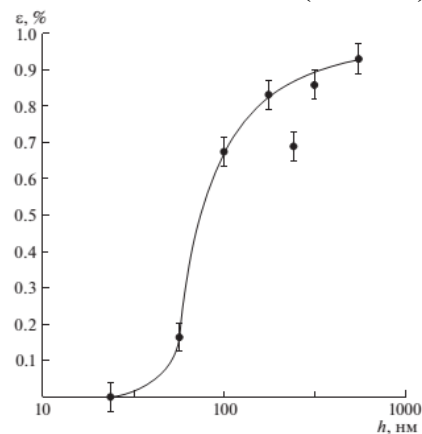


Рис. 8. Зависимость относительной деформации  $\epsilon$  композита с ЭПФ при мартенситном переходе от толщины  $h$  активного слоя из сплава с ЭПФ.

**Глава 3.2 работы [A1, A5, A7, A13, A16, A24]** посвящена экспериментальному исследованию мартенситных превращений в клиновидных пластинах сплава  $Ti_2NiCu$  в зависимости от температуры и толщины пластинки. Главная идея заключается в том, чтобы проверить предположение о том, что, в принципе, наноактюаторы из  $Ti_2NiCu$  могут работать и при толщине активного слоя с ЭПФ менее 80 нм, пусть, если даже для этого придется проводить эксперименты в криогенной области температур.

Образцы сплава  $Ti_2NiCu$  были изготовлены методом быстрой закалки из расплава в аморфном состоянии в виде лент толщиной 30-40 мкм. Затем они были подвергнуты отжигу импульсами электрического тока и частичной кристаллизации. В процессе подготовки эксперимента образец быстрозакаленной ленты, первоначально утонялся с помощью установки ионного утонения GATAN Model 691 (JEOL, Япония) до появления отверстия с клиновидными краями (рис. 10).

Затем с помощью ПЭМ высокого разрешения JEM-2100 (JEOL, Япония) с термостабилизирующей приставкой GATAN, изучалась кристаллическая структура отдельных локальных участков на просвет и в режиме дифракции в диапазоне температур 100...400 К. Изображения в ПЭМ на просвет (см. рис. 9) позволяют выявить на краю пластины эволюцию областей, занятых мартенситной и аустенитной фазой. Граница фаз различима по характерному рисунку двойников в мартенситной фазе.

Для определения толщины клиновидной пластины в областях исследования в ПЭМ, при помощи метода ФИП был изготовлен тонкий (менее 100 нм) срез поперечного сечения клина. Для предотвращения разрушений поверхности ионным пучком, образец предварительно покрывался защитной

пленкой тантала толщиной около 400 нм. Полученный образец помещался в ПЭМ для изучения сечения и построения зависимости толщины клиновидной пластинки от расстояния до края (см. рис. 11). Используя всю совокупность данных был построен график зависимости температуры мартенситного превращения от толщины пластины, показанный на рис. 12.

На рис. 9 представлен набор микрофотографий, полученных с помощью ПЭМ на одном и том же участке, вблизи края образца при различных температурах. Граница перехода видна достаточно четко на всех изображениях, кроме тех случаев, когда фотография получена при температуре выше температуры окончания обратного мартенситного перехода -  $A_f$  для объемного образца, и на ней полностью отсутствует мартенсит. На рис. 9 слева обращает внимание тот факт, что граница движется при снижении температуры, приближаясь к краю, то есть к области минимальной толщины пластины. Отметим, что при нагреве (см. рис. 9 справа), движение происходит с некоторой задержкой, и если при охлаждении фронт мартенситного перехода останавливается при  $T = 150$  К, то при нагреве, сначала движение не происходит, оно начинается только при  $T = 220$  К. Это поведение можно объяснить, тем, что мартенситный переход первого рода имеет гистерезис.

Для того, чтобы убедиться, что лишенная мартенситных двойников область пластины с толщиной порядка несколько десятков нанометров, находится именно в аустенитной фазе, при помощи ПЭМ проводилось исследование микродифракции в локальных участках. Микродифракционные картины (рис. 10) однозначно доказывают, что часть области вблизи края пластины действительно является аустенитной фазой, не смотря на то, что аустенит в объемном образце сплава исчезает при температурах значительно ниже, а именно, при  $M_f = 337$  К. Более того, вблизи края клина переход не наступает вообще даже при  $T = 100$  К. Поскольку движение фронта останавливается еще раньше, при  $T = 150$  К, то можно предположить, что фазовый переход в столь тонких пластинах вообще подавлен.

Обобщенные результаты, полученные в ПЭМ и подтвержденные картинами микродифракции, приведены на графике (рис. 12). График зависимости температуры термоупругого мартенситного перехода от толщины пластинки имеет гистерезисный характер. Один и тот же участок образца на краю пластины, который был при комнатной температуре в аустенитном состоянии, при охлаждении переходит в мартенситное состояние при некоторой температуре  $T_1$ , а возвращается в аустенитное состояние при температуре  $T_2 > T_1$ . Этот характерный гистерезис, очевидно можно отнести к внутренним свойствам фазового мартенситного перехода первого рода на наномасштабе.

Из графика на рис. 12 видно, что зависимость температуры перехода от толщины имеет характер критической точки. При уменьшении толщины образца от 80 до 20 нм температура снижается до 150 К, а затем резко падает, и дальнейшее охлаждение не вызывает расширения области мартенситной фазы. Часть образца так и остается в аустенитной фазе. Можно предположить, что дальнейшее охлаждение не приведет в этих участках к образованию низкотемпературной фазы.



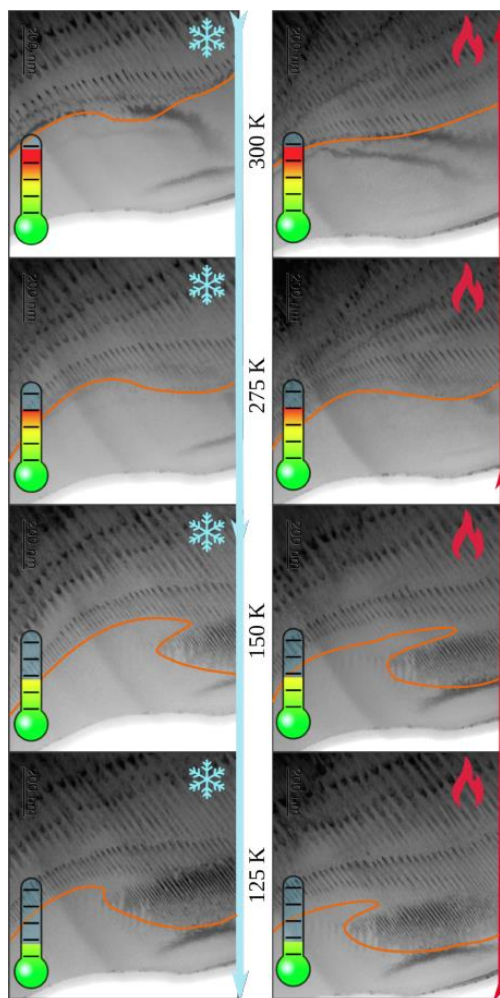


Рис. 9. Микрофотографии, полученные с помощью ПЭМ в образце клина  $Ti_2NiCu$ , вблизи тонкого края образца при разных температурах. Граница перехода между фазами хорошо видна и обозначена красно-оранжевой линией. Синяя стрелка соответствует процессу охлаждения (символ снежинки), а красная стрелка указывает на процесс нагрева (символ пламени).

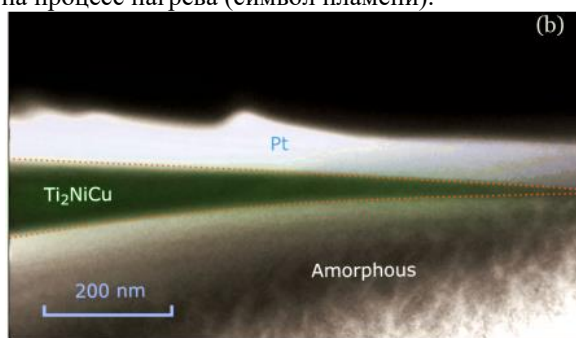


Рис 11. Методика определения толщины клиновидной пластины образца путем изучения в ПЭМ ее сечения среза клина. Темная область в верхней части фото над клиновидным образцом – защитная пленка тантала.

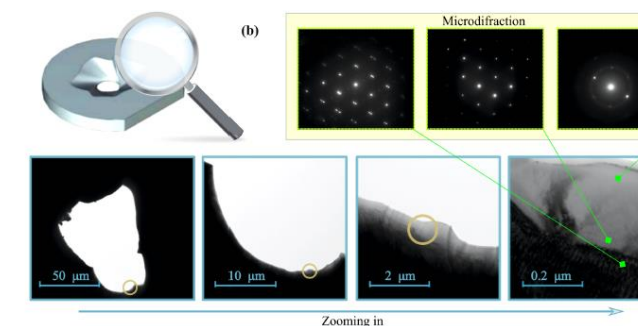


Рис. 10. Выбор исследуемой области в клиновидной пластинке, а также микродифракция от различных участков клина.

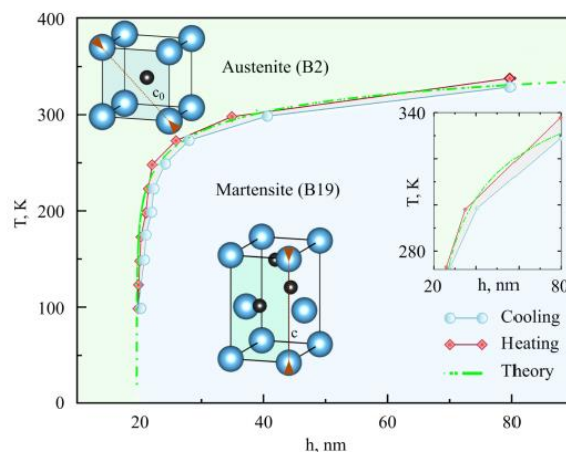


Рис. 12. Зависимость температуры мартенситного превращения от толщины пластины для охлаждения и нагрева. Пунктирная зеленая линия представляет собой результат дислокационно-кинетического подхода. Вставка указывает увеличенную область графика между 280 и 340 К, где находится основная часть гистерезиса.

В Главе 3.3. работы [A5, A7, A24] полученная зависимость качественно объясняется путем расчета методом теории функционала плотности при помощи программного пакета VASP ((Vienna Ab initio Simulation Package).

Расчет показал следующие результаты: для объемного образца сплава как  $Ti_2NiCu$ , так и  $TiNi$ , мартенсит является более энергетически выгодным, чем аустенит при низких температурах. Для вычисления энергии образования поверхности в сплаве  $Ti_2NiCu$  (рис. 13) были использованы сечения вдоль кристаллографического направления  $[001]$  атомными плоскостями  $NiCu$  и  $Ti$  для кубической фазы, а для орторомбической фазы – по два различных сечения атомными плоскостями  $NiCu$  и  $Ti$ . Энергетически более выгодна оказалась поверхность  $(001)$  в аустенитной фазе с сечением атомами  $NiCu$  - энергия образования  $1,309 \text{ Дж/м}^2$ . Также в работе были использованы различные направления и сечения как для сплава  $Ti_2NiCu$ , так и  $TiNi$ , и результаты расчетов показали однозначно, что энергетически более выгодной оказались поверхности в аустенитной фазе, что является качественным объяснением полученных экспериментальных данных.

Для воссоздания поверхностных эффектов полубесконечного образца были использованы расчетные ячейки с шестью эквивалентными слоями. Позиции атомов в первых трех слоях были зафиксированы, что имитировало объемный материал. В последующих трех слоях ограничения на позиции атомов были сняты, что создавало эффект поверхностной перестройки. Формула для расчета поверхностной энергии для сплава  $TiNi$ :

$$\sigma_{TiNi} = \frac{1}{2A} \left[ E_{slab}^{total} - N_{Ti} E_{TiNi}^{bulk} - E_{Ni}^{bulk} (N_{Ni} - N_{Ti}) \right] \quad (3)$$

Формула для расчета поверхностной энергии для сплава  $Ti_2NiCu$ :

$$\sigma_{Ti_2NiCu} = \frac{1}{2A} \left[ E_{slab}^{total} - \frac{1}{2} N_{Ti} E_{Ti_2NiCu}^{bulk} - E_{Ni}^{bulk} \left( N_{Ni} - \frac{1}{2} N_{Ti} \right) - E_{Cu}^{bulk} \left( N_{Cu} - \frac{1}{2} N_{Ti} \right) \right], \quad (4)$$

где  $E_{slab}^{total}$  и  $E_{Ni}^{bulk}$  обозначает полную энергию полубесконечного и объемного материала соответственно, а  $N_Y$  и  $A$  представляют собой количество атомов  $Y$  ( $Y = Ti, Ni, Cu$ ) и площадь сечения в моделируемой ячейки.

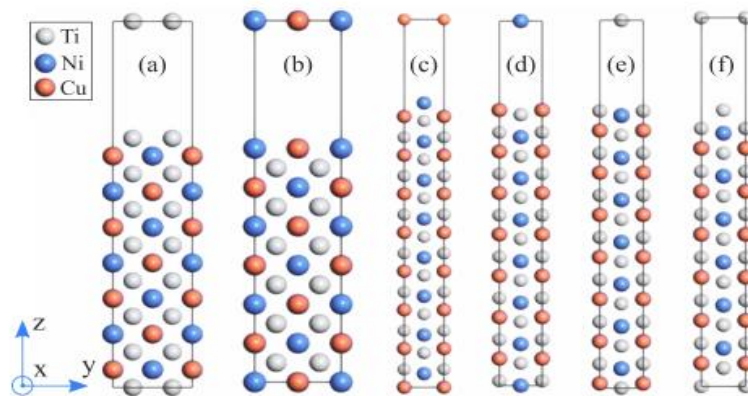


Рис. 13. Поверхностные структуры вдоль направления  $(001)$  с различными срезами как для кубической, так и для орторомбической сингонии  $Ti_2NiCu$ , используя метод суперячейки DFT для: кубической решетки  $Ti_2NiCu$ : срез  $Ti$  и (b) срез  $NiCu$  и для орторомбической (c) срез  $NiCu-1$  и срез  $NiCu-2$  (d), срез  $Ti-1$  (e) и срез  $Ti-2$  (f).

В Главе 3.4 [A5, A7, A24] рассматривается объяснение полученных экспериментальных результатов с точки зрения дислокационно-кинетической теории. Для количественного описания экспериментальных данных, была применена теория, разработанная Малыгиным [17], но сделанная конкретно для моей задачи – клиновидной пластины сплава на основе  $Ti_2NiCu$  и  $TiNi$ . Эта теория основана на применении к классическому термодинамическому подходу кинетической теории.

Кинетический подход гласит [18], что формирование мартенсита есть процесс самоорганизации объемов превращения зародыша, а само мартенситное превращение осуществляется за счет движения дислокаций превращения или мартенситных ступенек атомных размеров на межфазных границах. Микроскопический механизм роста мартенситных ламелей состоит в движении дислокаций превращения вдоль межфазной границы, вызывающем локальную перестройку решетки из аустенита в мартенсит, то есть мартенситный переход с этой точки зрения – это бездиффузионная перестройка решетки [19]. С точки зрения физики, происходит анализ механизма формирования зародышей мартенситной фазы в аустенитной матрице и последующий рост мартенситных пластинок (ламелей) [20].

Вывод всех формул взят из работ [17 – 20].

В итоге, получаем:

$$T(h) = T_c \left[ 1 - B \ln \frac{2k_0}{1 - \frac{k_a}{3}} + \frac{\lambda}{h} \right]^{-1} \quad (5)$$

$$k_0 = h_c \lambda^2 n_0 \quad (6)$$

$$k_a = \frac{h_a}{h_c} \quad (7)$$

$$w(h) = w_0 \left( 1 + \frac{l}{h} \right)^{-1} \quad (8)$$

$$B = \frac{wq}{kT_c} \quad (9)$$

$k_a$  – коэффициент аннигиляции ступенек разных знаков.  $k_0$  и  $n$  – относительная и объемная плотность источников дислокаций,  $h_a$  – характерные расстояния аннигиляции мартенситных и аустенитных ступенек,  $h_c$  – высота ступеньки,  $\lambda$  – свободный пробег дислокации превращения между препятствиями.

В этой зависимости, выражение перед логарифмом определяет влияние размерного фактора на термодинамику перехода, а выражение под знаком логарифма – на его кинетику. Толщина нанопластины  $h$  влияет на фазовое равновесие системы аустенит-мартенсит, когда один из размеров зародышей мартенситной фазы  $w$  становится сопоставимым с толщиной пластины  $h$ .

Предположим, установившееся состояние, где не происходит изменение во времени. Это соответствует экспериментальным результатам, полученным в

работе в каждой точке  $T(h)$ , где постоянный нагрев применялся в течение достаточно длительного времени, чтобы гарантировать, что мартенситный фронт не движется. Это соответствует статическим решениям кинетического уравнения ( $\frac{\partial \varphi}{\partial t} = 0$ ). Анализ этого решения был выполнен Малыгиным в деталях [20]. Данная работа направлена на установление соотношения между коэффициентами для определения критической температуры. Как следствие, возможно установить зависимость температуры от толщины пластины. Соответствующие значения параметров критической температуры в свободном объеме  $T_c = 310$  К,  $k_a = 1.0$ ,  $k_0 = 0.22$ , объем зародыша превращения  $w = 4100$  нм<sup>3</sup> и были выбраны так, чтобы соответствовать кривой  $T(h)$ , наблюдаемой в эксперименте (рис. 12). Также, был построен график зависимости (рис. 14) температуры мартенситного превращения от толщины пластины для эквиатомного сплава TiNi.

Также, в рамках диссертации было показано, что теплота превращения (стандартная энтальпия)  $q = 5,5 * 10^4$  Дж/кг, полученная в рамках дислокационно-кинетической теории, совпадает с теплотой превращения, полученной расчетом методом теории функционала плотности.

1 а. е. м. =  $1,6 * 10^{-27}$  кг – атомная единица массы

Атомный вес Ti<sub>2</sub>NiCu =  $2*47,8 + 63,5 + 58,7 = 217,8$

Атомная масса Ti<sub>2</sub>NiCu =  $362 * 10^{-27}$  кг

Полная энергия превращения ( $E_A - E_M$ ) = 0,12 эВ =  $1,92 * 10^{-20}$  Дж

$q = \frac{1,92 * 10^{-20} \text{ Дж}}{362 * 10^{-27} \text{ кг}} = 5,3 * 10^4$  Дж/кг

В рамках дислокационно-кинетической теории, можно сделать вывод о физическом смысле снижения температуры мартенситного превращения. Дислокации превращения генерируются источниками внутри или на поверхности кристалла. Здесь важна термодинамическая вероятность или интенсивность процессов генерации дислокаций. При высоких температурах вероятность экспоненциально мала, и равняется 1 при  $T < T_c$ . Толщина клина ограничивает длину пробега дислокаций превращения. При уменьшении размера кристалла, общая плотность источников дислокаций возрастает, а при низких температурах, термодинамическая вероятность процессов генерации дислокаций увеличивается, но при каком-то критическом размере, эта вероятность станет нулевой. Поэтому, при уменьшении толщины клина, температура перехода снижается и при достижении критической толщины в 20 нм, блокируется.

В Главе 3.5 работы [A5, A7, A24], наблюдаемое поведение с классической термодинамической точки зрения, можно объяснить как баланс между различными энергетическими вкладами в энергию Гиббса. Рассматривая равновесное состояние системы, может быть записано следующее соотношение для перехода из аустенита в мартенсит как функция температуры  $T$  и толщины образца  $h$ :

$$G^{A \rightarrow M}(h, T) = \Delta G^{об} + \Delta E^{пов} + \Delta E^{гр} \quad (10)$$

где  $\Delta G^{об}$  – разница значений свободной энергии фаз в объемном образце,  $\Delta E^{пов}$  – разница значений поверхностной энергии,  $\Delta E^{гр}$  – энергия, затрачиваемая на создание новых границ раздела.

Если  $\Delta G^{об}$  является основной движущей силой мартенситного превращения в объемном материале, то в нанопластинах сопоставимый вклад в  $G^{A \rightarrow M}$  будут давать члены  $\Delta E^{пов}$ . Методом теории функционала плотности были рассчитаны значения поверхностной энергии кубической и моноклинной фаз TiNi для основных кристаллографических направлений: [001], [100], [111], [122], а также кубической и орторомбической фаз Ti<sub>2</sub>NiCu. Из полученных значений следует, что при низких температурах в объемном образце энергетически более выгодна мартенситная фаза. Однако в нанопластинах в процессе охлаждения, в основном за счет поверхностных эффектов, сохраняется аустенит как энергетически более выгодная фаза. При увеличении влияния поверхностных эффектов (уменьшении толщины нанопластины), температура фазового перехода снижается, а при определенной толщине фазовый переход в нанопластине вообще не произойдет (кривые для аустенита и мартенсита не пересекутся, рис. 15).

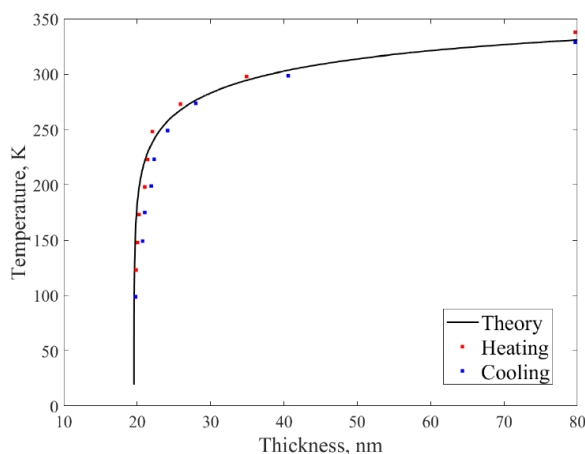


Рис. 14. Зависимость температуры мартенситного перехода от толщины пластины сплава TiNi при нагреве/охлаждении, полученная экспериментально и теоретически

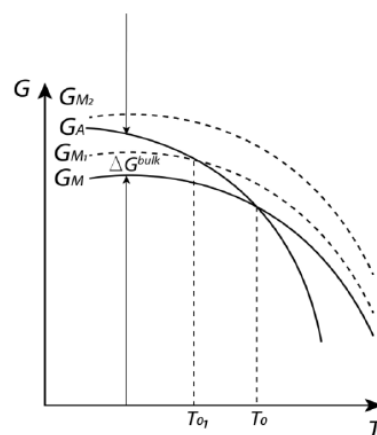


Рис. 15. Зависимость энергии Гиббса от температуры для объяснения мартенситного перехода с точки зрения термодинамики.

В Главе 3.6 [A5, A24] полученные экспериментальные результаты объяснялись методом молекулярной динамики (МД). С атомистической точки зрения, стоит задача теоретического количественного описания систем, содержащих от сотен тысяч до нескольких миллионов атомов. На данном этапе развития науки и техники, поставленная многочастичная задача численного описания полученных экспериментальных результатов, корректно может быть решена только лишь современным методом молекулярной динамики на основе межатомного потенциала, полученного машинным обучением. В то время, как методы, изложенные выше (см. раздел 3.3. «Расчет методом теории функционала плотности» и раздел 3.5 «термодинамический подход») дают лишь качественное описание, согласующееся с экспериментальными результатами. А феноменологическая теория, разработанная для описания подобных систем [19, 20] оперирует множеством «подгоночных» параметров. Более того, ключевым аспектом описания фазового перехода в рамках метода МД является создание корректного межатомного потенциала, посредством которого происходит переход от квантово-механического описания системы атомов к классическому.

Также, процесс охлаждения в объемной фазе  $Ti_2NiCu$  из аустенитной фазы был смоделирован методом молекулярной динамики, используя программный пакет LAMMPS при периодических граничных условиях. Полученная температура фазового перехода была сравнима с температурой перехода, наблюдаемой в эксперименте. Более того, доминирующие нарастание мартенситной фазы в объеме происходит практически мгновенно на шкале времени, используемой для моделирования процесса охлаждения (2 фс, рис. 16 а, рис. 17 а). Полученные результаты для объемного образца значительно отличаются от результатов, полученных в ходе моделирования пластины толщиной менее 30 нм (рис. 16 б). Нарастание мартенситной фазы в объеме происходит более плавно, по сравнению с объемным образцом на масштабах шкалы времени, используемого для моделирования процесса охлаждения. Более того, полученные результаты указывают на наличие остаточной аустенитной фазы по всему объему пластины при низких температурах (рис. 16 б). Данная особенность является ключевым отличием от процесса образования мартенсита в объемном образце. При толщине пластины  $h_{cr} \sim 3$  нм (рис. 18 а) полученные результаты свидетельствуют о полной блокировке образования мартенситной фазы, что согласуется с экспериментальными данными и феноменологической моделью на основе дислокационно-кинетических уравнений. Чтобы охарактеризовать изменение формы, было рассчитано распределение деформации пластины сплава  $TiNi$ , соответствующие фазовому мартенситному переходу. Сумма недиагональных элементов тензора деформации  $\epsilon_{ij}$  для сечений вдоль поверхностей (100)-, (110)- и (111)- при низкой температуре ( $\sim 25$  К) показаны на рис. 17 б. Видно, что на образование двойников расходуется упругая энергия для сечений вдоль поверхностей (100)- и (110). Хотя для сечения вдоль поверхности (111) не наблюдалось двойников, поверхность сечением вдоль (111)  $\epsilon_{ij}$  играют решающую роль подобно обычному тепловому расширению [21]. Поскольку двойники с габитусными плоскостями  $\{111\}$  имеют относительно небольшие энергетические барьеры по сравнению с остальными двойники в  $TiNi$  [22] их образование предпочтительнее. А в случае тонкой пластины с сечением вдоль (111) может привести к тому, что вся пластина малой толщины действует как единый двойник. Поэтому справедливо ожидать отсутствия ЭПФ для таких структур из-за отсутствия двойников. На рис. 18 б представлена зависимость полной энергии моделируемых пластин  $TiNi$  при различных кристаллографических ориентациях поверхностей. Впервые было показано влияние ориентации сечения на температуру фазового перехода в тонких пластинах  $TiNi$ . Данное поведение может быть объяснено как увеличение удельного вклада поверхностной энергии при уменьшении толщины пластин, что говорит о критической роли поверхностных эффектов при описании мартенситных превращений в тонких пластинах  $TiNi$ .

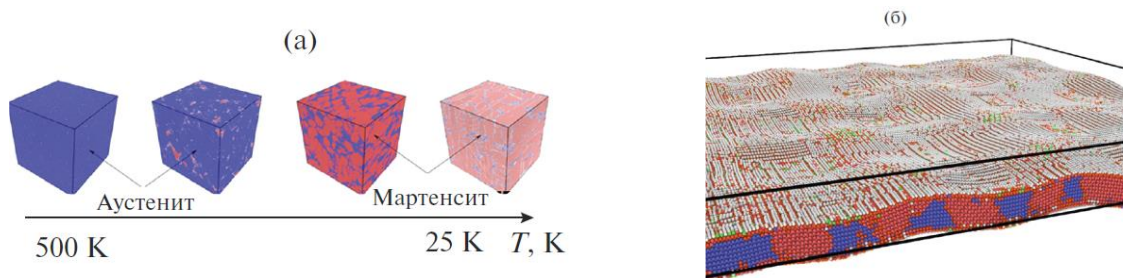


Рис. 16. Процесс охлаждения объемной аустенитной фазы TiNi, моделируемый с помощью пакета LAMMPS в рамках периодических граничных условий (а). Визуализация различных фаз выполнена с помощью метода анализа по полигонам Вороного. Формирование аустенитной фазы TiNi при моделировании с использованием периодических граничных условий вдоль осей x и y и конечных граничных условий вдоль оси z (б); размер системы составляет  $0.3 \times 10^6$  атомов.

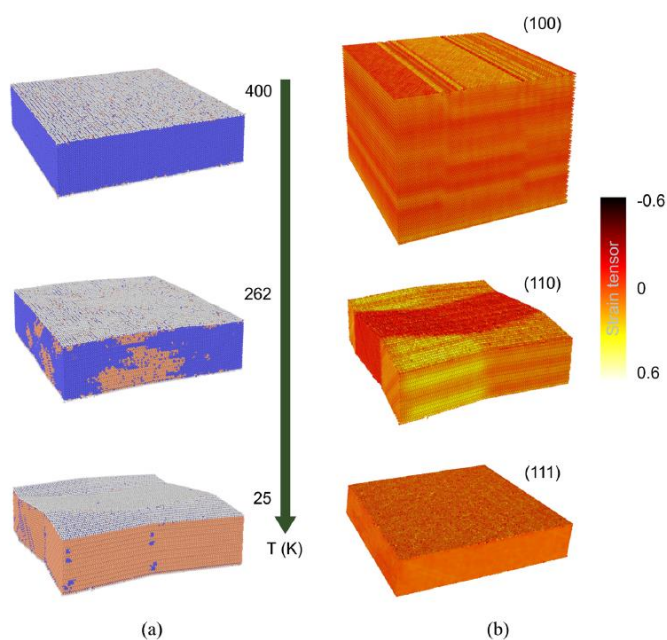


Рис. 17. (а) Мартенситный переход сплаве TiNi в направлении (110). Синий цвет соответствует аустениту, оранжевый – мартенситу. (б) Тензор деформации (сумма недиагональных элементов  $\sum_{i \neq j} \epsilon_{ij}$ ) пластины TiNi в направлениях (100), (110) и (111).

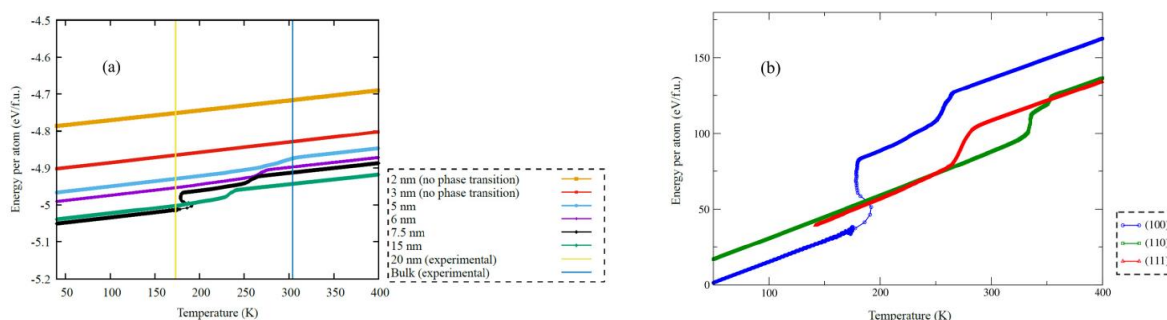


Рис. 18. (а) Температура в зависимости от полной энергии на атом для пластин TiNi толщиной 20 нм - 2 нм методом молекулярной динамики. Зависимость полной энергии на формульную единицу от температуры при охлаждении пластин TiNi со значениями толщины  $h \approx 25 \div 35$  нм несколько превышает критическое значение  $h_{кр}$ . (б) Синяя, зеленая и красная линии соответствуют пластинам с разным сечением вдоль кристаллографических плоскостей (100), (110) и (111) соответственно.

**В главе 3.7 [A1, A5, A24]** было проведено исследование структуры и формы наноактюаторов в ПЭМ. На рис. 19 изображены микроактюаторы с нано-

заточкой на кончике. Впервые продемонстрирован обратимый эффект памяти формы в аморфно-кристаллических нано-образцах клиновидного профиля по толщине. Толщина нано-актюаторов была измерена методом EELS и составила 23 нм на кончике, и 200 нм в середине актюатора, что является наименьшим на сегодняшний день образцом, в котором проявляется обратимый ЭПФ.

В соответствии с формулой (2), при  $\varepsilon = 0.7$ , прогиб актюатора  $\lambda = 200$  нм, что соответствует экспериментальному значению прогиба актюатора. Микродифракционные картины подтверждают мартенситную и аустенитную структуру слоя с ЭПФ актюатора. Также, из рисунка 19 видно, что при нагреве исчезают мартенситные двойники.

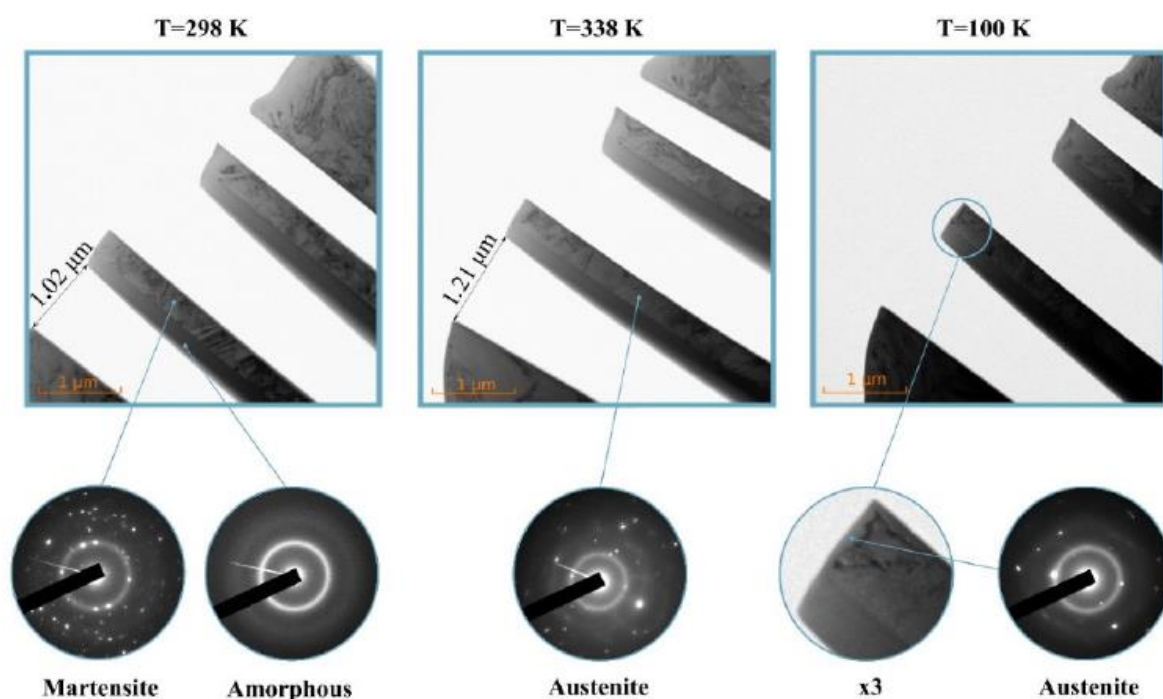


Рис. 19. *In situ* исследование структуры и формы наноактюаторов в ПЭМ при термоциклировании через температуру термоупругого фазового перехода.

В четвертой главе [A2, A10, A11] представлены результаты экспериментов по изучению быстрого действия композитного микроактюатора на основе сплава  $Ti_2NiCu$  с ЭПФ. Нижняя консоль микроактюатора представляет собой композит, состоящий из слоя с ЭПФ и упругого слоя. При нагревании нижняя консоль изгибается и касается верхней консоли, т.е. происходит срабатывание микроактюатора. Нагревание осуществлялось джоулевым теплом при пропускании тока через микроактюатор. Для реализации предложенной схемы нагрева микроактюатор был припаян к вольфрамовой игле, установленной на микроманипулятор Kleindiek. Другая вольфрамовая игла, установленная на второй такой же манипулятор, подводилась к микроактюатору, после чего достигалось касание иглой нижней части микроактюатора (рис. 20). Суммарное электросопротивление микроактюатора, подсоединенных к нему игл и подводных проводов варьировалось в пределах от 20 Ом до 100 Ом в зависимости от качества контакта микроактюатора с нижней иглой. При протекании тока 4 – 11 мА в электронный микроскоп Crossbeam Neon 40 EsV наблюдалось смыкание



консолей микроактюатора (рис. 20 а), а при выключении тока – размыкание (рис. 20 б).

Методика проведения измерений по быстродействию микроактюатора с ЭПФ заключается в следующем. Узкий электронный пучок был сфокусирован на объектном столике СЭМ в точке, находящейся в непосредственной близости от кончика микроактюатора, таким образом, чтобы при срабатывании микроактюатора происходило перекрытие электронного пучка. Сила тока электронного пучка в ходе измерений составляла несколько нА. Объектный столик СЭМ заземлен через резистор нагрузки 100 кОм, к которому подключался цифровой осциллограф. При перекрытии электронного пучка микроактюатором напряжение на нагрузочном резисторе объектного столика становилось равным нулю, что позволяло зафиксировать факт срабатывания микромеханического устройства.

В результате измерений был получен ряд зависимостей деформации актюатора от управляющего тока, как для одиночных импульсов, так и для периодических последовательностей импульсов тока. На рис. 21 а показана осциллограмма временной зависимости импульсов тока (верхняя линия) и напряжения на нагрузочном резисторе (нижняя линия) для импульсов длительностью 200 мкс. На нижней линии осциллограммы отображена часть сигнала, соответствующая помехам в измерительной цепи, возникающим при замыкании и размыкании электрической цепи. Сигнал помехи был записан и впоследствии вычитался из выходного сигнала при обработке. Пример обработанной осциллограммы приведен на рис. 21 б. Она соответствует длине импульса тока 500 мкс и частоте повторения импульсов 1 кГц, при этом хорошо заметно время запаздывания между импульсом активации и срабатыванием актюатора.

Детектирование колебаний микроактюатора на частотах свыше 1 кГц становится затруднительным в связи с возрастанием шумов. Однако колебания актюатора можно зафиксировать визуально на частотах вплоть до 8 кГц. При возрастании частоты управляющего напряжения амплитуда отклонения микроактюатора уменьшается. Оценив амплитуду колебаний  $\lambda$  по визуально наблюдаемой в СЭМ вибрации актюатора, можно вычислить значения относительной деформации сплава с ЭПФ. Полученные данные для частоты управляющего напряжения от 1 до 8 кГц представлены на рис. 22. Можно заметить, что, несмотря на резкое падение амплитуды колебаний в диапазоне от 1 до 3 кГц, актюатор сохраняет частичную работоспособность на частотах вплоть до 8 кГц.

Далее было проведено исследование работы актюатора в режиме автоколебаний, возникающих при касании токовым заостренным электродом подвижной консоли микроактюатора. При пропускании электрического тока происходит нагрев и срабатывание актюатора. В результате его изгибной деформации происходит разрыв электрической цепи. Затем происходит охлаждение и возвращение актюатора в исходное положение, что приводит к замыканию электрической цепи. Таким образом, происходит выход актюатора на автоколебательный режим. Было продемонстрировано, что в автоколебательном режиме частота срабатывания актюатора может превышать 100 кГц (рис. 23).

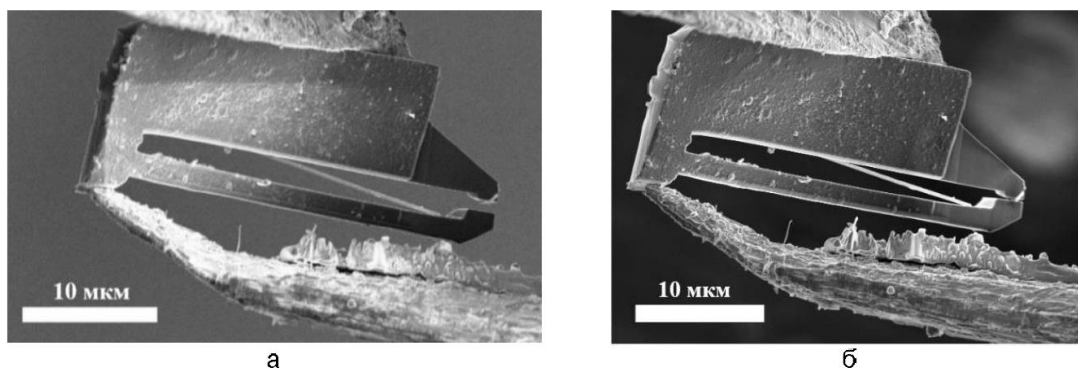


Рис. 20. Композитный наноактуатор в открытом (а) и закрытом (б) состояниях

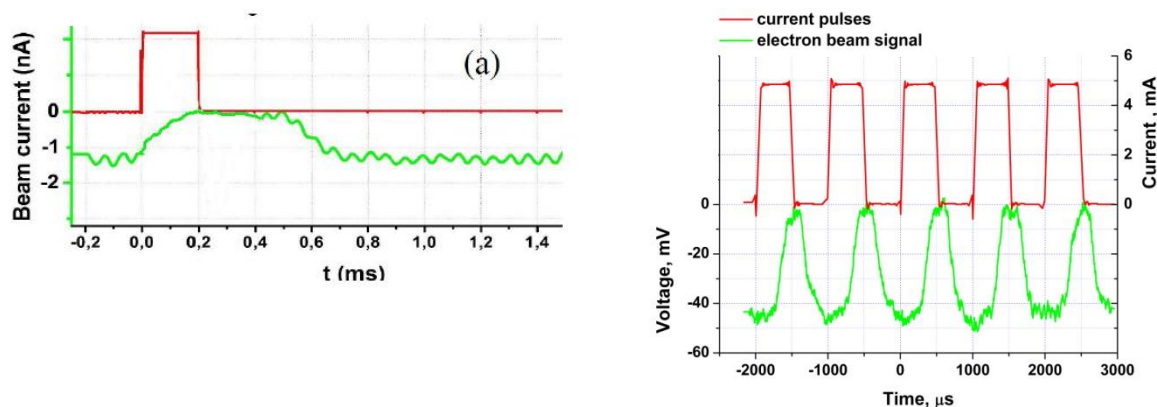


Рис. 21. Временная зависимость 200 мкс импульса электрического тока и сигнала от электронного пучка (а). Временная зависимость управляющего тока частоты 1 кГц (сверху) и отклик нанопинцета (внизу) (б).

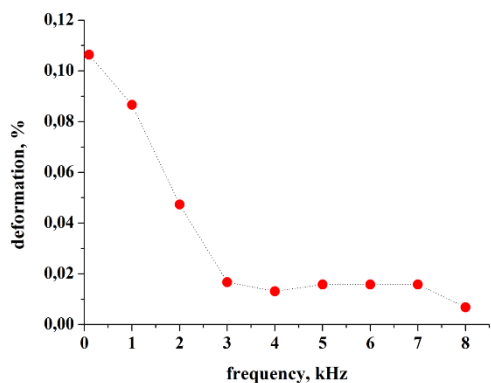


Рис. 22. График зависимости деформации консоли актуатора от частоты.

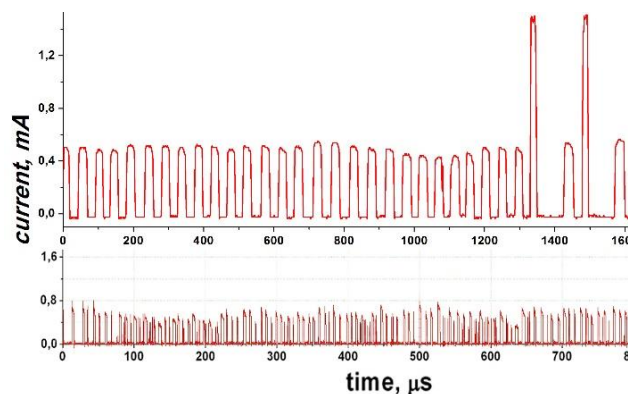


Рис. 23. Временные зависимости тока в цепи нанопинцета при приложении постоянного напряжения. Частоты сигналов 20 кГц (сверху) и 125 кГц (внизу).

## ОСНОВНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ И ВЫВОДЫ

В заключение, сформулируем основные результаты работы:

1. Предложена новая схема для экспериментального изучения проявления термоупругого мартенситного перехода и ЭПФ на микро- и наномасштабе размеров на основе слоистого композитного материала, включающего слой предварительно деформированного сплава с ЭПФ и слоя упругого металла.

- ЭПФ изучен экспериментально на крупногабаритных моделях, полученных склеиванием и гальваническим нанесением слоя никеля на быстрозакаленную ленту сплава  $Ti_2NiCu/Ni$  с ЭПФ. Наблюдается согласие экспериментальных данных и результатов расчетов, полученных на основе теории деформации упругих оболочек.
2. Изготовлены образцы композитных микро- и наноструктур из быстрозакаленного сплава  $Ti_2NiCu$  с ЭПФ и слоя упругого металла (вольфрама и платины) методом ФИП и изучены обратимые деформации композита с ЭПФ с субмикронной толщиной активного слоя. Продемонстрирован ЭПФ на образцах двуслойных микро- и наноактюаторов вплоть до толщин функционального слоя 80 нм. *In situ* в ПЭМ изучена перестройка фазового состава и механические обратимые деформации, индуцированные термоциклированием в слоистых композитах на основе  $Ti_2NiCu$  толщиной 80 нм. При дальнейшем уменьшении толщины функционального слоя ЭПФ не проявляется.
  3. Экспериментально показано, что в сплаве  $Ti_2NiCu$  при уменьшении толщины функционального слоя менее 100 нм температура образования фазового превращения аустенит - мартенсит снижается. *In situ* в ПЭМ изучено формирование фазового равновесия в клиновидных нанообразцах сплава  $Ti_2NiCu$ . Определены зависимости положения границы аустенит-мартенсит от толщины и температуры в области 20 - 100 нм при изменении температуры от 400 до 100 К. Зависимость имеет гистерезисный характер, при  $T = 150$  К,  $h = 20$  нм наблюдается блокирование мартенситного перехода. Экспериментальные данные находятся в согласии с расчетами согласно теоретической модели.
  4. Изучена экспериментально кинетика протекания термоупругого мартенситного перехода и ЭПФ в слоистых композитах актюаторах на основе сплава  $Ti_2NiCu$ , активируемых импульсами электрического тока. Была продемонстрирована непрерывная работа наноактюатора с частотой срабатывания 8 кГц. Сделана оценка скорости движения границы перехода мартенсит - аустенит. Исследована зависимость частоты активации от размера микроактюатора. Зафиксирована его непрерывная работа в течение, по крайней мере,  $10^7$  циклов.

### Цитируемая литература:

1. Луцкий В.Н., Пинскер Т.Н. Размерное квантование. – М: Знание, 1983. – 64 с.
2. Buffat P., Borel J.P. // Physical review A. 1976. V. 13. P. 2287.
3. Зайцев-Зотов С.В. // Успехи физических наук. 2004. Т. 174 № 6. С. 585.
4. Курдюмов Г. В., Хандрос Л. Г. // ДАН СССР. 1948. Т. 60. № 2. С. 211-220.
5. Fu Y., Du H., Huang W., Zhang S., Hu M. // Sensors and Actuators A. 2004. V. 112. P. 395.
6. Ландау Л.Д., Лившиц Е.М. Том 5. Статистическая физика. Часть 1. Москва: Издательство «Наука», 1976. -584 с.
7. Glezer A.M., Blinova E.N., Pozdnyakov V.A., Shelyakov A.V. // Journal of

- nanoparticle research. 2003. V.5. P. 551.
8. *Pan G., Cao Z., Wei M., Shi J., Xu L., Meng X.* // *Matter. Lett.* 2014. V. 130. P. 285.
  9. *Ko W-S, Maisel S.B., Grabowski B., Jeon J.B., Neugebauer J.* // *Acta Materialia.* 2017. V. 123. P. 90.
  10. *Haskins J.B., Malmir H., Honrao S. J., Sandoval L.A., Lawson J.W.* // *Acta Materialia.* 2021. V. 212. 116872.
  11. *Wang B., Kang G., Yu C., Gu B., Yuan W.* // *International Journal of Mechanical Sciences.* 2021. V. 211. 106777.
  12. *Hua P., Chu K., Ren F., Sun Q.* // *Acta Materialia.* 2020. V. 185, P. 507.
  13. *Кащенко М. П., Чащина В. Г.* Динамическая теория  $\gamma$ - $\alpha$  мартенситного превращения в сплавах железа и решение проблемы критического размера зерна. – М.–Ижевск: НИЦ «Регулярная и хаотическая динамика», Ижевский институт компьютерных исследований, 2010. – 132 с.
  14. *S-H Song.* // *Scientific Reports.* 2016. V. 6. 21118.
  15. *Кащенко М. П., Чащина В. Г.* // *Успехи физических наук.* 2011. Т. 181. №. 4. – С. 345.
  16. *Кащенко М. П., Чащина В. Г.* // *Письма о материалах.* 2011. Т. 1. №. 1. С. 7.
  17. *Малыгин Г.А.* Физика твердого тела. - 2008, том 50, вып. 8.
  18. *Малыгин Г.А.* УФН. – 2001, Т. 171, С. 187.
  19. *Малыгин Г.А.* ФТТ. – 2001. Т. 42, С. 1469.
  20. *Малыгин Г.А.* ФТТ. – 2001. Т. 43, С. 1911.
  21. *Song, Y., Chen, X., Dabade, V., Shield, T.W., James, R.D.* *Nature* 2013, 502, 85–88.
  22. *Teramoto, T., Nagahira, K., Tanaka, K.* *Acta Mater.* **2020**, 201, 94–101.

## СПИСОК РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ

### Публикации в журналах, вошедших в Перечень изданий, рекомендованных ВАК:

- A1. **Лега П.В.** (2021). Термоупругий мартенситный переход и эффект памяти формы в сплаве  $Ti_2NiCu$  на микро- и наномасштабе. *Нелинейный мир.* Т. 19. № 2. С. 18-22.
- A2. **Лега П.В.,** Коледов В.В., Кучин Д.С., Орлов А.П. (2018). Высокоскоростной композитный микроактюатор на основе сплава с эффектом памяти формы. *Нелинейный мир*, 16 (2). С. 21-23. ISSN 2070-0970
- A3. **Лега П.В.** (2011). Система управления наномеханическими устройствами в вакуумной камере ионного сканирующего микроскопа при помощи лазерного нагрева. *Нелинейный мир*, 9(1), С. 38-39.
- A4. Иржак А.И., Истомин В.В., Коледов В.В., Кучин Д.С., **Лега П.В.,** Калашников В.С., Цирлина Г.А., Шавров В.Г., Шеляков А.В. (2009). Упорядочение, мартенситное превращение и эффект памяти формы в субмикронных образцах быстрозакаленного сплава  $Ni_{50}Ti_{25}Cu_{25}$  // *Известия Российской академии наук. Серия физическая.* Т. 73. № 8. С. 1141-1143.

**Публикации в рецензируемых журналах, входящих в Международные базы данных и системы цитирования Scopus и Web of Science:**

- A5. **Лева П.В.**, Карцев А.И., Shuhui Lv, Subramani R., Коледов В.В. (2022). Термоупругое мартенситное превращение и эффект памяти формы в нанопластинах на основе сплавов Ti-Ni: эксперимент, моделирование методом теории функционала плотности и молекулярной динамики. Поверхность. Рентгеновские, синхротронные и нейтронные исследования. Т. 2. № 2. С. 45-50.
- A6. Orlov A.P., Frolov A.V., **Lega P.V.**, Kartsev A., Zybtssev S.G., Pokrovskii V.Ya. and Koledov V.V. (2021). Shape memory effect nanotools for nano-creation: examples of nanowire-based devices with charge density waves. Nanotechnology. V. 32. 49LT01 (6 pp).
- A7. **Lega P.**, Kartsev A., Nedospasov I., Lv S., Lv X., Tabachkova N., Irzhak A., Orlov A. and Koledov V. (2020). Blocking of the martensitic transition at the nanoscale in a  $Ti_2NiCu$  wedge. Physical Review B, 101, 214111.
- A8. **Lega P.V.**, Orlov A.P., Frolov A.V., Koledov V.V., Smolovich A.M., Subramani R., Irzhak A.V., Shelyakov A.V. (2020). 3D Nanomanipulation: Design and applications of functional nanostructured bio-materials. Journal of Physics: Conference Series. V. 1461, 012082.
- A9. Orlov A.P., Frolov A.V., Smolovich A.M., **Lega P.V.**, Shavrov V.G., Zybtssev S.G., Pokrovskiy V.Ya., Kolodev V., Von Gratoswki S., Fam V.C., Irzhak A.V., Bhattacharria S., Pakizeh T. (2020) Nano engineering of quantum multifunctional structures with interferometers by mechanical "bottom-up" assembling. Journal of Physics: Conference Series. V. 1461, 012066.
- A10. Kuchin D.S., **Lega P.V.**, Orlov A.P., Frolov A.V., Irzhak A.V., Zhikharev A.M., Kamantsev A.P., Koledov V.V., Shelyakov A.V., Shavrov V.G. (2018). High-Speed Composite Microactuator Based on  $Ti_2NiCu$  Alloy with Shape Memory Effect. Physics of the Solid State. V. 60(6), P. 1163 - 1167.
- A11. Antonov R.A., Kamantsev A.P., Koledov V.V., Koledov L.V., Kuchin D.S., **Lega P.V.**, Morozov E.V., Orlov A.P., Sivachenko A.P., Shavrov V.G., Shelyakov A.V. (2018). Delay Effect for Pulsed Excitation of Actuator Based on Rapidly Quenched  $Ti_2NiCu$  Alloy with Thermoelastic Martensitic Transformation. Physics of the Solid State, V. 60 (6), pp. 1190–1194.
- A12. Frolov A.V., Koledov V.V., **Lega P.V.**, Orlov A.P., Smolovich A.M., Barinov N.A., Klinov D.V. (2018). Deposition and visualization of DNA molecules on graphene that is obtained with the aid of mechanical splitting on a substrate with an epoxy sublayer Journal of Communications Technology and Electronics. V. 63(10). P. 1226 – 1229.
- A13. **Lega P.V.**, Koledov V.V., Kuchin D.S., Orlov A.P., Shavrov V.G., Tabachkova N.Y., Irzhak A.V., Shelayakov A.V. (2018). Fundamental limitations on miniaturization of shape-memory micromechanical devices. Thermoelastic martensite transformation on micro-, nano-, and mesoscales. Journal of Communications Technology and Electronics. V. 63(5). P. 468-475.
- A14. Irzhak A.V., Tabachkova N.Y., Red'kin A.N., Evstaf'eva M.V., Koledov V.V., **Lega P.V.**, Kuchin D.S., Orlov A.P., Mazaev P.V., von Gratowski S.V., Shavrov V.G., Shelyakov A.V. (2018). Structure and morphology of zinc oxide nanorods. Journal of

Communications Technology and Electronics. V. 63(1). P. 75-79.

A15. **Lega P.**, Koledov V., Orlov A., Kuchin D., Frolov A., Shavrov V., Martynova A., Irzhak A., Shelyakov A., Sampath V., Khovaylo V., Ari-Gur P. (2017) Composite Materials Based on Shape-Memory Ti<sub>2</sub>NiCu Alloy for Frontier Micro- and Nanomechanical Applications. *Advanced Engineering Materials*. – 2017. V 19 (8), 1700154.

A16. Irzhak A.V., **Lega P.V.**, Zhikharev A.M., Koledov V.V., Orlov A.P., Kuchin D.S., Tabachkova N.Yu., Dikan V.A., Shelyakov A.V., Beresin M.Yu., Pushin V.G., von Gratoski S.V., Pokrovskiy V.Ya., Zybtssev S., and Shavrov V. G. (2017). Shape memory effect in nanosized Ti<sub>2</sub>NiCu alloy-based composites, *Doklady Physics*, Vol. 62 (1), pp. 5-9.

A17. Zhikharev A.M., Beresin M.Y., **Lega P.V.**, Koledov V.V., Kasyanov N.N., Martynov G.S., Irzhak A.V. (2016). New system for manipulation of nanoobjects based on composite Ti<sub>2</sub>NiCu/Pt nanotweezers with shape memory effect. *Journal of Physics: Conference Series*. V. 741. P. 012206.

A18. Mazaev P.V., Koledov V.V., Shavrov V.G., **Lega P.V.**, Mashirov A.V., Kamantsev A.P., Kuchin D.S., Kolesov D.V., Yaminskii I.V., Zakharov D.I., Dikan V.A., Irzhak A.V. (2016). Thermoelastic properties of micron-size actuators based on the Ti<sub>2</sub>NiCu/Pt composite with shape-memory effect. *Journal of Communications Technology and Electronics*, Vol. 61, Issue 6, pp. 630-638.

A19. **Lega P.V.**, Kuchin D.S. Koledov V.V., Sampath V., Zhikharev A.M., Shavrov V.G. (2016) Simulation of control system for shape memory nanotweezers. *Materials Science Forum*. V. 845. P. 142 – 145.

A20. **Lega P.V.**, Koledov V.V., Kuchin D.S., Mazaev P.V., Zhikharev A.M., Mashirov A.V., Kalashnikov V.S., Zybtssev S.A., Pokrovskii V.Y., Shavrov V.G., Dikan V.A., Koledov L.V., Shelyakov A.V., Irzhak A.V. (2015). Simulation of the control process applied to the micromechanical device with the shape memory effect *Journal of Communications Technology and Electronics*. V. 60(10) P. 1124.

A21. Irzhak A.V., Kalashnikov V.S., Koledov V.V., Kuchin D.S., Lebedev G.A., **Lega P.V.**, Pikhtin N.A., Tarasov I.S., Shavrov V.G., Shelyakov A.V. (2010). Giant reversible deformations in a shape-memory composite material. *Technical Physics Letters*. V. 36 (7). P. 75 – 81.

A22. Zakharov D., Lebedev G., Irzhak A., Koledov V., **Lega P.**, Kuchin D., Afonina V., Perov E., Shavrov V., Shelyakov A., Pushin V. (2010). An enhanced composite scheme of shape memory actuator for smart systems. *Physics Procedia*. P. 58 – 64.

A23. Irzhak A.V., Zakharov D.I., Kalashnikov V.S., Koledov V.V., Kuchin D.S., Lebedev G.A., **Lega P.V.**, Perov E.P., Pikhtin N.A., Pushin V.G., Tarasov I.S., Khovailo V.V., Shavrov V.G., Shelyakov A.V. (2010) Actuators based on composite material with shape-memory effect. *Journal of Communications Technology and Electronics* V. 55 (7). P. 874-886.

A24. Kartsev A., **Lega P.V.**, Orlov A.P., Pavlov A.I., Gratoski S., Koledov V.V., Ilin A.S. (2022). Phase Transformation in TiNi Nano-Wafers for Nanomechanical Devices with Shape Memory Effect. *Nanomaterials*. V. 12. P. 1107.

**Патенты:**

A25. Патент на изобретение РФ 2458002. 2012. Российская Федерация. Микромеханическое устройство, способ его изготовления и система манипулирования микро- и нанообъектами. / Афолина В.С., Захаров Д.И., Иржак А.В., Коледов В.В., **Лега П.В.**, Маширов А.В., Пихтин Н.А., Ситников Н.Н., Тарасов И.С., Шавров В.Г., Шеляков А.В. Заявка № 2010132879/28 от 05.08.2010.

A26. Патент на изобретение РФ 2698570. 2019. Российская Федерация. Устройство для манипулирования микро- и нанообъектами, способ его изготовления и система управления. / **Лега П.В.**, Орлов А.П., Фролов А.В., Жихарев А.М., Кучин Д.С., Иржак А.В., Коледов В.В., Шеляков А.В. Заявка № 2018123272/28 от 26.06.2018.