

# CONTROLUL INTELIGENT A TEMPERATURII DE LA DISTANȚĂ ELABORAT PENTRU TRATAMENTUL TERMIC AL FOLIILOR DE ZINC

Cătălin CRECIUNEL<sup>1,2\*</sup>

<sup>1</sup>Centrul Național de Studiu și Testare a Materialelor (CNSTM), UTM, Chișinău, Republica Moldova

<sup>2</sup>Departamentul Microelectronică și Inginerie Biomedicală (DMIB), grupa MN-191, Facultatea Calculatoare, Informatică și Microelectronică (FCIM), UTM, Chișinău, Republica Moldova

\*Autorul corespondent: Cătălin CRECIUNEL, e-mail [creciunel.catalin@mib.utm.md](mailto:creciunel.catalin@mib.utm.md)

**Coordonator științific: Dr. Conf. Eduard MONAICO**, Centrul Național de Studiu și Testare a Materialelor, Universitatea Tehnică a Moldovei, Chișinău, Republica Moldova

**Rezumat.** A fost propusă obținerea oxidului de zinc utilizând tratamentul termic. Pentru a putea seta datele cât mai corect a fost propusă realizarea unui dispozitiv ce permite setarea și vizualizarea temperaturii. Dispozitivul poate seta temperatura cu ajutorul telefonului și să ofere starea actuală în timp real.

**Cuvinte cheie:** PID, microcontroler, Bluetooth, tratament termic, oxid de zinc.

## Introducere

Anterior a fost demonstrată transformarea straturilor de ZnSe în oxid de zinc (ZnO) cu ajutorul tratamentului termic la temperaturi ridicate folosite pentru lasere aliatoare [1]. Un reactor termic permite realizarea unui tratament termic, însă unul dintre neajunsurile sale este faptul că nu permite setarea unei temperaturi și măsurarea timpului. Nevoia de a controla aceste variabile, precum și de a determina momentul exact în care s-a ajuns la temperatura setată ne-a determinat să căutăm soluții smart. Oxidul de zinc are o perspectivă mare și la moment se utilizează în calitate de straturi transparente în regiunea vizibilă și infraroșie a spectrului, contacte electrice și straturi buffer în elementele solare și în dispozitivele de înregistrare a informației. Oxidul de zinc este un semiconductor din grupa A2B6 cu banda interzisă de 3,37 eV la temperatura camerei.

Anterior au fost raportate formarea straturilor de ZnO prin tratamentul termic al straturilor subțiri de Zn depuse pe substrat de sticlă [2]. Autorii au investigat tratamentul termic în diapazonul de temperaturi de la 450 °C la 650 °C. Temperatura de 600 °C fiind optimală pentru formarea nanofirelor de ZnO de o calitate înaltă.

Tratamentul termic de asemenea este folosit și pentru îmbunătățirea proprietăților straturilor nanostructurate formate. Spre exemplu, Guillaume și colegii au folosit post tratamentul termic la 973–1373 K în flux continuu de azot pentru recoacerea straturilor de ZnO depuse prin pulverizare magnetron, pentru a investiga transformarea caracteristicilor microstructurale și optice prin difracție de raze X, microscopie electronică de transmisie, fotoluminescență și electroluminescență [3]. În altă metodă de depunere [4], straturile crescute prezintă o singură fază hexagonală de Zn fără orientare preferențială și conțin doar 28% oxigen. Odată cu creșterea temperaturii de recoacere conținutul de oxigen este sporit, probele fiind total oxidate la 300 °C și transformate în material stoichiometric caracteristic pentru ZnO.

Soluția implementată a fost realizarea unui termostat ce are la bază algoritmul PID și permite setarea temperaturii utilizând interfața Bluetooth. Algoritmul PID se folosește peste tot unde este nevoie de controlul automat al diferitelor procese, cum ar fi: controlul vitezei, controlul temperaturii în frigider, incubatoare, sobe termice, printarea 3D.

Controlorul PID este compus din trei componente: componenta proporțională (P); componenta integrală (I); componenta derivată (D). Semnalul de ieșire reprezintă suma tuturor componentelor, fiecare din ele având un coeficient propriu. Această sumă, după calcul, devine semnal de comandă ce se transmite dispozitivului de control:

$$\text{out} = P * kP + I * kI + D * kD \quad (1)$$

Componenta P reprezintă diferența dintre valoarea actuală de pe senzor și punctul de referință – eroarea proporțională arată cât de departe este parametrul sistemului de punctul de referință:

$$P = \text{punctSetat} - \text{valActual} \quad (2)$$

Componenta I reprezintă suma tuturor erorilor înmulțită la perioada de discretizare (dt) a sistemului:

$$I = I + (\text{punctSetat} - \text{valActual}) * dt \quad (3)$$

Componenta D reprezintă diferența dintre eroarea prezentă (err) și cea anterioară (prev\_err), împărțită la timpul dintre calcule. Aceasta reacționează la schimbările semnalului venite dinspre senzor, ceea ce permite compensarea zgomotului în sistem și micșorarea oscilațiilor [5]:  
 $\text{err} = \text{punctSetat} - \text{valActual}$

$$D = (\text{err} - \text{prev\_err}) / dt \quad (4)$$

$$\text{prev\_err} = \text{err}.$$

Cea mai mare dificultate întâlnită în utilizarea algoritmului PID este identificarea valorii coeficienților kP, kI, kD. Drept soluție a fost propusă utilizarea metodei, gradului de stabilitate maximă (maximum stability degree, GMS). Pentru acest scop este necesar construirea unui grafic ce ne permite vizualizarea în timp a valorilor setate și reale [6].

### Materiale și metode

Pentru a putea realiza comunicarea telefonului cu dispozitivul realizat a fost selectată cea mai ieftină metoda actuală, și anume un microcontroler ce ar conține deja acest modul integrat. Microcontrolerul selectat este ESP32, ce are la bază un sistem pe 32 biți, are modul WIFI, Bluetooth, periferie GPIO (periferie de intrare și ieșire a pinilor), UART, SPI, I<sub>2</sub>C.

Măsurarea temperaturii luând în calcul spectrul mare de valori a temperaturilor ce pot fi setate a fost destinat unui termocuplu de tip K care poate măsura valori între 0 și 1200°C [4].

Conversia datelor analogice obținute de termocuplu în digitale pentru a putea fi utilizate ulterior este realizat cu ajutorul modului MAX6675, cu un interval de măsurare între 0°C și 1024 °C, o precizie de măsurare de ± 1,5 °C, rezoluția temperaturii de 0,25 °C, și modul de ieșire, semnal digital SPI [5].

Asamblând elementele de colectare a datelor a fost necesar realizarea modului de control a semnalului, în acest scop a fost asamblat în baza unui triac conectat la un optocuplor ce ne asigură decuplarea galvanică a semnalului de comanda de 3 V de cel de 220 V, comutarea optocuplorului fiind realizată prin intermediul unui tranzistor.

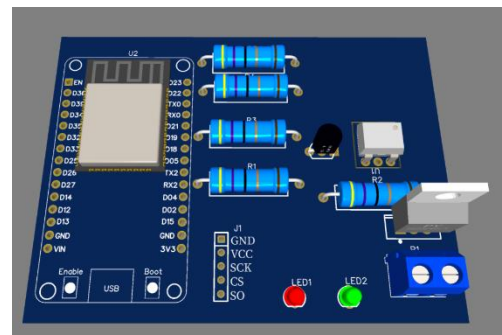
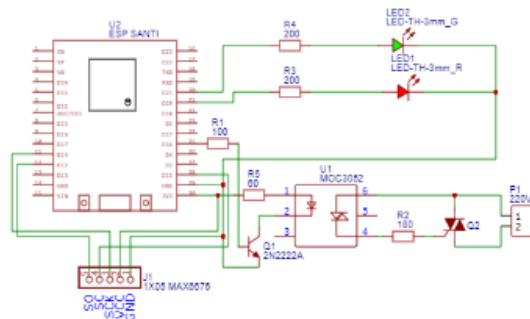


Figura 1. Schema principală a circuitului realizat (stânga) și modelul 3D a dispozitivului (dreapta)

În scopul înștiințării persoanelor ce nu sunt conectate la dispozitiv cu ajutorul aplicației ce permite vizualizarea și setarea temperaturii, au fost conectate două LED-uri: cel roșu destinat informării că temperatura nu corespunde celei setate, iar cel verde înștiințează despre atingerea temperaturii setate.



Figura 2. Schema conceptuală a dispozitivului

Codul pentru acest dispozitiv a fost realizat cu ajutorul limbajului de programare C, utilizând PlatformIO, conformitate Figura 3 în care este descrisă schema bloc. De asemenea, din schema bloc poate fi observată care este frecvența de citire și transmitere a datelor.

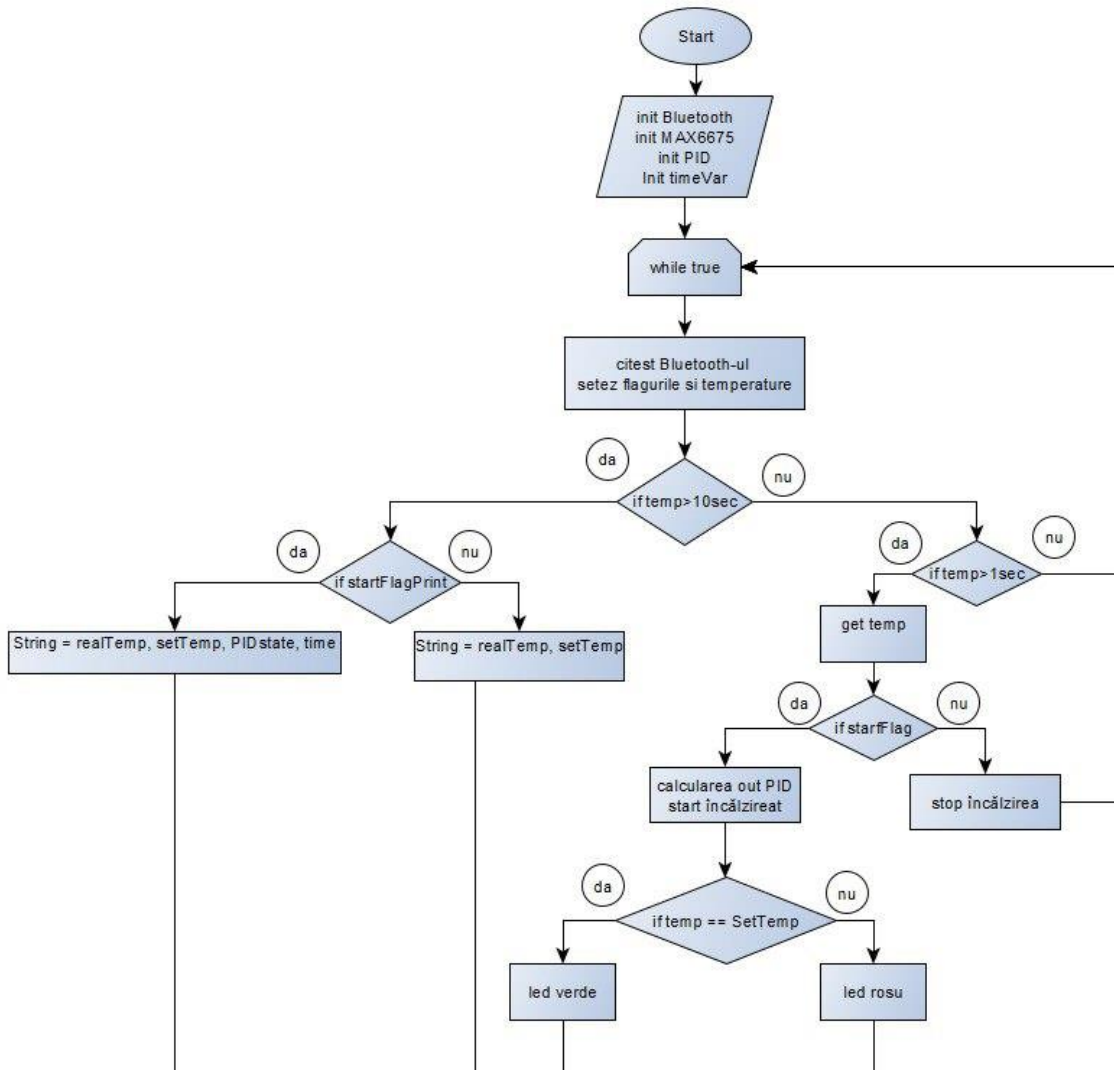


Figura 3. Schema bloc a dispozitivului realizat

## Rezultate și discuții

Cu ajutorul dispozitivului realizat fost obținute probe de ZnO folosind două abordări diferite și anume, tratamentul termic al foliilor de Zn și tratarea foliilor de Zn cu strat e aur depus pe suprafață. Parametrii tehnici ai experimentelor sunt sumarizați în Tabelul 1.

Tabelul 1

Probele tratate termic pentru a obține ZnO

Nr.	Timp, min	Temperatura, °C	Comentariu
1	10	800	Conține aur
2	45	200	Conține aur
3	45	400	
4	15	600	Conține aur
5	15	800	Conține aur
6	30	400	Conține aur
7	30	300	Conține aur
8	30	200	Conține aur

În experimente au fost utilizate folii de Zn cu puritatea de 99,9 %, grosimea de 0,25 mm procurate de la Sigma-Aldrich. Înaintea procesului de tratare termică, probele au fost funcționalizate cu un strat de aur depuse cu ajutorul plamei in vid la 0,05 bari cu un curent de 40 mA la o tensiune automata, timp de 13 secunde pentru a obține grosimea de 13 nm. În timpul tratamentului termic, stratul de Au se conglomerază în dote de Au care ar trebui să introducă schimbări în morfologia obținută.

Studiile de microscopie electronică cu scanare au demonstrat formarea de nanofire de ZnO cu lungimea de câțiva micrometri și diametrul mediu mai mic de 200 nm. Structuri similare au fost fabricate prim metoda similară, dar fără depunerea stratului de aur și folosite în calitate de senzori de gaze [7].

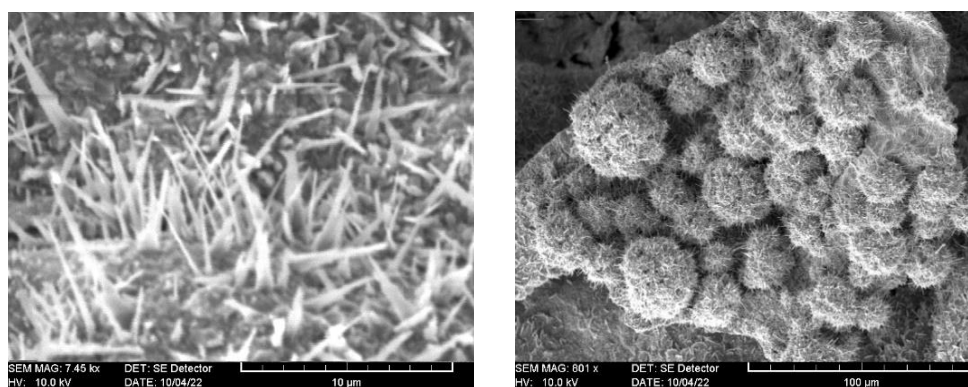


Figura 4. Imaginile SEM a straturilor de ZnO obținute la tratarea termică la temperatura de 800 °C timp de 10 min a foliei de zinc fără depunerea Au (stânga) și a foliei de zinc cu aur (dreapta)

Din Figura 4, pot fi observate structuri de tip con pentru probele fără stratul de aur. Se observă că pentru probele cu aur depus pe suprafață înaintea procesului de tratare termică, morfologia constă în formarea structurilor de tip arici (Figura 4 dreapta). Se constată că densitatea pe suprafață a firelor este relativ mai mare, atunci când tratamentul termic este efectuat la temperatură mai înalte și durate scurte. Investigarea influenței stratului de aur asupra morfologiei necesită investigații mai minuțioase, precum și investigarea proprietăților fotoluminescente care vor fi efectuate în continuare în cadrul tezei de licență.

## Concluzii

Dispozitivul realizat își îndeplinește sarcina inițial propusă, permite controlul temperaturii la distanță utilizând telefonul mobil, iar utilizarea Bluetooth-ului prezintă un avantaj de securitate, deoarece va putea fi setat doar de cei ce sunt în apropiere și vor putea dirija procesul. Experimental a fost demonstrată influența stratului de aur depus pe suprafața foliilor de zinc, care ulterior au fost supuse tratamentului termic.

## Mulțumiri

Autorul aduce mulțumiri conducătorului științific, domnului Dr. conf. Eduard MONAICO și domnului Dr. Vladimir CIOBANU pentru acel bagaj vast de sfaturi, cunoștințe, abilități și aptitudini de lucru acumulate în laborator. Această lucrare a fost elaborată în cadrul proiectului program de stat cu cifrul #20.80009.5007.20 și proiectul bilateral cu cifrul #22.80013.5007.4BL.

## Referințe

1. URSAKI, V.V. ZALAMAI, V.V. BURLACU, A.; KLINGSHIRN, C. MONAICO, E. TIGINYANU, I.M. Random Lasing in Nanostructured ZnO Produced from Bulk ZnSe. *Semicond. Sci. Technol*, **2009**, 24, 085017, doi:10.1088/0268-1242/24/8/085017.
2. KHANLARY, M.R. VAHEDI, V. REYHANI, A. Synthesis and Characterization of ZnO Nanowires by Thermal Oxidation of Zn Thin Films at Various Temperatures. *Molecules*, **2012**, 17, pp.5021–5029, doi:10.3390/molecules17055021.
3. GUILLAUME, C. FRIEIRO, J.L. BLÁZQUEZ, O. LABBÉ, C. LÓPEZ-VIDRIER, J. GARRIDO, B. HERNÁNDEZ, S. LIU, B. KHOMENKOVA, L. FRILAY, C. LEMARIÉ, F. LEROUX, C. PELLOQUIN, D. PORTIER, X. Influence of Post Annealing Treatments on the Luminescence of Rare Earth Ions in ZnO:Tb,Eu/Si Heterojunction. *Applied Surface Science*, **2021**, 556, 149754, doi:10.1016/j.apsusc.2021.149754.
4. AIDA, M.S. TOMASELLA, E. CELLIER, J. JACQUET, M.; BOUHSSIRA, N. ABED, S.; MOSBAH, A. Annealing and Oxidation Mechanism of Evaporated Zinc Thin Films from Zinc Oxide Powder. *Thin Solid Films*, **2006**, 515, pp.1494–1499, doi:10.1016/j.tsf.2006.04.011.
5. BARBOS, O. Sistem de monitorizare și dirijare a temperaturii în baza controlului pid. In *Proceedings of the Sesiune națională cu participare internațională de comunicări științifice studențești, ediția XXV – 2021*, Chișinău: CEP USM, April 22 2021; pp. 60–63.
6. COJUHARI, I. IZVOREANU, B; FIODOROV, I. MORARU, D. LISNIC, I. Synthesis of the pid controller to the system with maximum stability degree based on the genetic algorithm. In *Proceedings of the International Conference on Electronics, Communications and Computing – 2019*; Chisinau, Moldova, October 23 2019; p. 41.
7. CAMPOS, A.C. PAES, S.C. CORREA, B.S. CABRERA-PASCA, G.A. COSTA, M.S. COSTA, C.S.; OTUBO, L. CARBONARI, A.W. Growth of Long ZnO Nanowires with High Density on the ZnO Surface for Gas Sensors. *ACS Appl. Nano Mater.* **2020**, 3, pp.175–185, doi:10.1021/acsnm.9b01888.