

## Instalación semiautomática para medir el lazo de histéresis en materiales ferroeléctricos

D. Rivero<sup>†</sup>, J. Portelles<sup>a</sup>, J.I. Benavides<sup>b</sup>, M. Hernández<sup>a</sup>, F. J. Quiles<sup>b</sup>, M. Díaz.

Instituto Superior de Tecnologías y Ciencias Aplicadas (InSTEC), Ciudad de La Habana; doris@instec.cu.

a) Facultad de Física, Universidad de La Habana (UH); portell@fisica.uh.cu.

b) Escuela Politécnica Superior, Universidad de Córdoba (UCO), España; el1bebej@uco.es.

<sup>†</sup> autor para la correspondencia

Recibido el 1/4/2008. Aprobado en versión final el 15/10/2008

**Sumario.** Este trabajo describe el desarrollo de una instalación para la obtención del lazo de histéresis ferroeléctrico de materiales cerámicos y la medición de sus parámetros característicos. La instalación ha sido desarrollada usando los métodos de la instrumentación virtual y fue concebida para la caracterización de materiales ferroeléctricos desarrollados por los grupos cubanos de investigación que se ocupan de estudiar nuevos materiales y en prácticas de laboratorio de la asignatura Métodos Experimentales de la Física.

**Abstract.** This paper describes the development of an installation to acquire the ferroelectric hysteresis loop of ceramic materials and to measure its characteristic parameters. The installation has been developed using the virtual instrumentation methods and is used in the characterization of ferroelectric materials developed by the Cuban groups of investigation in new materials and in laboratory practice of the matter Experimental Methods of the Physics.

**Palabras clave.** Histéresis ferroeléctrica 77.80.Dj, materiales ferroeléctricos, 77.84.Lf, Data acquisition, 07.05.Hd

### 1 Introducción

La ferroelectricidad de un material se define a partir de la reversibilidad de la polarización espontánea cuando se le aplica un campo eléctrico<sup>1</sup>, de aquí la importancia de observar el lazo de histéresis y obtener de éste sus parámetros característicos como son: la polarización remanente ( $\pm Pr$ ), el campo eléctrico coercitivo ( $\pm Ec$ ), el área encerrada por dicho lazo, etc. El método básico para medir el lazo es el del circuito de Sawyer–Tower<sup>2</sup>, el cual consiste en medir la carga almacenada en un capacitor, cuyo dieléctrico es el material ferroeléctrico bajo estudio, respecto a la carga de un capacitor conocido, o capacitor patrón, en serie con el primero y observar en un osciloscopio según se describe en [3] y [4] o en sus versiones modificadas descritas en [5], [6] y [7]. También se reportan algunas instalaciones construidas con micro-

procesadores donde se grafican y almacenan los datos adquiridos<sup>8,9</sup>. Usando computadoras personales se han desarrollado instalaciones para medir diferentes parámetros físicos tales como los lazos de histéresis en materiales magnéticos y ferroeléctricos<sup>10,11</sup>.

En los laboratorios cubanos donde se desarrollan materiales ferroeléctricos estas mediciones se han realizado hasta el momento usando un osciloscopio analógico, con el inconveniente de no poder almacenar los datos para futuros análisis y la inexactitud inherente a estos equipos. Con el objetivo de lograr un equipamiento que permita almacenar los datos de las mediciones del lazo de histéresis en materiales cerámicos para análisis posteriores, se ha desarrollado una instalación semiautomática, cuya primera versión fue descrita en [12] y cuya mejora y perfeccionamiento se describen en este trabajo.

La instalación se ha construido usando un sistema de

adquisición de datos (SAD) acoplado a una computadora personal (PC) y se ha desarrollado un programa para el control del funcionamiento de todo el sistema, así como para la adquisición, muestreo y procesamiento de los datos.

## 2 Descripción de la instalación

Como primera parte de la instalación desarrollada, se encuentra el bloque encargado de suministrar a las muestras objeto de estudio el campo eléctrico necesario para lograr la reversibilidad de la polarización, ver la figura 1. Este bloque los constituyen un auto transformador y un transformador elevador de voltaje, con ayuda de los cuales se aplica a las muestras cerámicas colocadas en un portamuestras con aceite aislante, las señales de corriente alterna de alto voltaje para lograr los campos deseados. También forman parte de este bloque el circuito Sawyer-Tower, conformado por la muestra y un capacitor patrón, conectados en serie al transformador elevador de voltaje.

Con el objetivo de proteger los circuitos del SAD ante rupturas o perforación del dieléctrico, donde se pone la muestra en cortocircuito, se ha construido un circuito de protección y desconexión del alto voltaje.

El circuito de protección y desconexión consiste en un amplificador para la señal  $V_y$ , proveniente de la muestra, conformado por un amplificador operacional con alta impedancia de entrada, protegida para sobrevoltaje y un LED que indica si hubo saturación del amplificador. La señal  $V_x$ , correspondiente a un valor atenuado de la señal aplicada a la muestra, se pasa a través de un amplificador similar al de  $V_y$ . Las señales de salida de estos amplificadores tiene valores entre  $\pm 5V$ , se envían al SAD, a través de un conector de cable plano, para ser digitalizadas y procesadas.

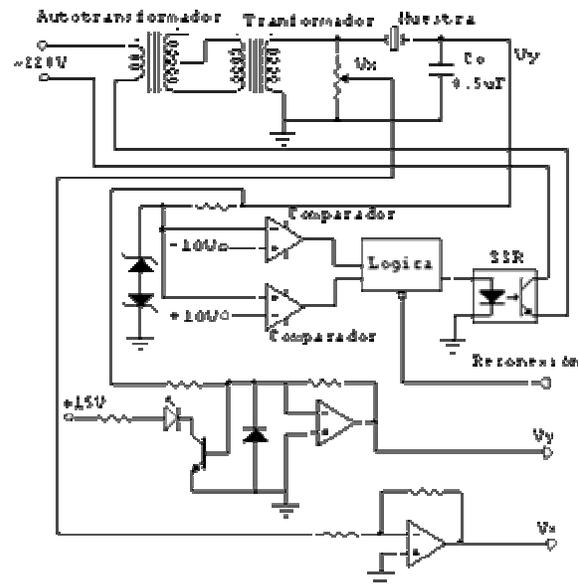
La sección de desconexión del alto voltaje consiste en un comparador de doble polaridad, que vela si la señal  $V_y$  sobrepasa el nivel de  $\pm 10V$  para desconectar la señal desde el bloque de alto voltaje alterno con ayuda de un relé de estado sólido (SSR). El propio circuito permite la reconexión automática del alto voltaje a través de una señal que se envía desde la PC, luego de que la muestra averiada ha sido previamente sustituida.

El portamuestras lo constituye un soporte metálico aislado con teflón sumergido en un recipiente con aceite aislante. Los electrodos para conectar el alto voltaje los constituyen el soporte metálico inferior, de forma circular, donde se coloca la muestra y un vástago cilíndrico también metálico, con un muelle que lo mantiene presionado sobre el otro lado de la muestra. Ambos se encuentran soportados por una pieza de teflón circular que hace la función de armazón o armadura según muestra la figura 2.

El SAD lo constituye una tarjeta de Avantech, colocada en la PC, conformada por 16 entradas analógicas simples u 8 diferenciales con un conversor analógico digital de 12 bits y 100 kS/seg como velocidad máxima.

## 3 Descripción de los programas

Para el adecuado control del sistema, así como para garantizar la adquisición de los datos y su procesamiento, se desarrolló el programa 'Lazo de Histéresis', usando LabVIEW y la biblioteca de funciones de Avantech para WINDOWS 95/98/NT y para LabVIEW.



**Figura 1.** Bloque del autotransformador, transformador, circuitos Sawyer – Tower y de protección y desconexión del alto voltaje.



**Figuras 2 y 3.** Imagen del portamuestras de la instalación para medir el lazo de histéresis (Izq.). Pantalla del programa *Lazo de Histéresis* (Der).

Este programa constituye un instrumento virtual y se puede subdividir en tres grandes bloques, uno dedicado a la inicialización del sistema de adquisición de datos e introducción de los parámetros de la muestra a la que se le medirá el lazo de histéresis, otro encargado de la adquisición y muestreo de los datos y el último encargado del cálculo de los parámetros del lazo, el cual consiste básicamente en una dll escrita y compilada en Visual C++.

Todas las tareas de la instalación se ejecutan desde la pantalla principal del programa, en la cual se escogen los parámetros para la adquisición, los de la muestra a medir, se muestran el lazo de histéresis correspondiente a la muestra medida, y los parámetros característicos del mismo y se escoge el nombre del fichero donde se alma-

cenaran los datos y los parámetros del lazo. Esta pantalla se muestra en la figura 3.

## 4 Discusión de los resultados

Usando la instalación desarrollada se ha realizado la medición del lazo de histéresis de múltiples muestras de materiales ferroeléctricos elaboradas por grupos de investigación del INRE – Facultad de Física de la UH y del ICIMAF del CITMA, tanto para la caracterización de los mismos como para el desarrollo de prácticas de laboratorio de la asignatura Métodos Experimentales de la Física para estudiantes de la carrera de Física de la Universidad de La Habana. Las muestras medidas han sido en forma de pastillas cilíndricas con diámetros desde 5mm hasta 3cm y espesores desde 0,4mm hasta 2mm

Algunos de los lazos medidos luego de ser reconstruidos con ayuda de Microcal Origin 6 se muestran en la figura 4 y corresponden a una muestra de PZT de 2,7mm de diámetro y 0,45mm de espesor.

Los valores de  $P$  se calculan a partir de los valores de  $V_y$  medidos, con la expresión derivada del circuito:

$P = V_y A t_y C_0 / A$ ; donde  $P$  es la polarización alcanzada en la muestra bajo el campo  $E$  aplicado,  $A t_y$  la atenuación con la que se mide  $V_y$ ,  $A$  el área la muestra y  $C_0$  el valor del capacitor patrón.

Los errores en las mediciones están dadas por los errores cometidos al medir los voltajes  $V_x$  y  $V_y$  con el sistema de adquisición de datos, este es de  $\pm 0,0025V$ , por los cometidos al medir la geometría de las muestras cerámicas con el pie de rey, 0,05mm y los que introducen las desviaciones de la propia geometría de la muestra con la de un cilindro ideal. Para calcular el área de la muestra se midió el diámetro por cinco puntos diferentes y se tomó el promedio, de forma similar se procedió para medir el espesor que se usa en el cálculo del campo  $E$ .

## 5 Conclusiones

Se ha construido una instalación para la obtención del lazo de histéresis ferroeléctrica de forma semi automática, con ayuda de la cual se miden cerámicas ferroeléctricas, aplicándose campos con ayuda de alto voltaje desde 200 hasta 2000 V y de 60 Hz a temperatura ambiente.

La instalación construida permite guardar los datos de las mediciones en forma de un fichero de texto en columnas de valores de  $P$  y  $E$  separados por tabulador, adecuado para su procesamiento con programas especializados como el Microcal Origin. Simultáneamente se almacenan en otro fichero los parámetros que se calculan durante la medición y que se muestran en el lado derecho de la pantalla principal del programa.

Consideramos que la presente instalación facilita el trabajo de caracterización de cerámicas ferroeléctricas y hace las mediciones más confiables y exactas que las que

se realizaban anteriormente. A pesar de todo esto aún esta instalación no permite hacer la caracterización de estos materiales a diferentes frecuencias y temperaturas, por lo que se trabaja en el desarrollo de una nueva instalación que lo permita y que además brinde otras posibilidades como el estudio de la fatiga y el envejecimiento.

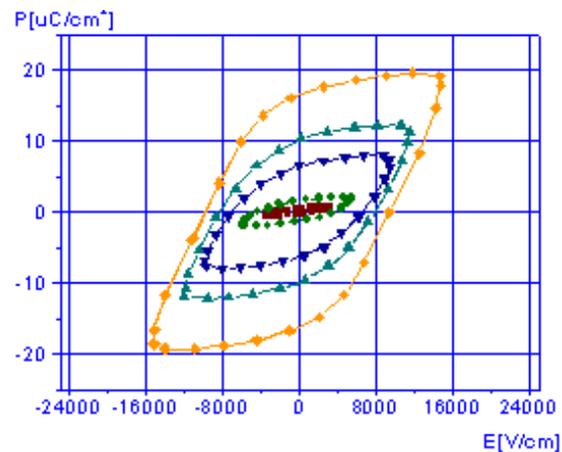


Figura 4. Lazos de histéresis medidos con la instalación.

## Agradecimientos

Queremos agradecer al Dr. Francisco Calderón del INRE (UH) y la Dra. María Dolores Durruthy del ICIMAF, por ofrecernos las muestras cuyos lazos medidos se muestran en el trabajo y a Francisca Muñoz García de la UCO por la ayuda prestada en el desarrollo de los programas.

## Referencias

1. Yuhuan Xu, *Ferroelectric Materials and Their Applications*, North-Holland, (1991).
2. C.B. Sawyer and C.H.Tower, *Physics Rev.* 35, 239 (1930).
3. H. Diamant, K. Drench and R. Pepinsky, *Rev. Sci. Instrum.* 28, 30 (1957).
4. H. Roetschi, *J. Sci. Instrum.* 39, 152 (1962).
5. J. K. Shinha, *J. Sci. Instrum.* 42, 696 (1965).
6. J. Mastner, *J. Phys. E: Sci. Instrum* 1 1249 (1968).
7. A. M. Glader, P. P. Grobes, and D. T. Smith, *J. Phys. E* 17. 95 (1984)
8. T. Fukami, H. Yanagisawa and H. Tsuchiya, *Rev. Sci. Instrum.* 54, 1551 (1983)
9. E. D. Díaz, R. Pragasam and V. R. K. Murthy, *Rev. Sci. Instrum.* 3025 (1994).
10. L.H. Porrágas-Beltrán, O. E. Ayala-Valenzuela y A. Lara-Rodríguez. *Revista de Informática Educativa y Medios Audiovisuales* ISSN 1667-8338. A2, V2, N6, 35-40 (2005)
11. J. Liu, X. Yao. *Ceramics International* 30 2033–2036(2004)
12. D. Rivero Ramírez, J. Portelles, J. I. Benavides, J. M. Siqueiros Proc. 4<sup>th</sup> NURT in CDROM. Havana, Cuba (2003).