

## Montaje experimental para la medición de las curvas resonantes del modo radial a altas temperaturas

J. Portelles<sup>a,c</sup>, J. Fuentes<sup>a,c</sup>, E. L. Rodríguez<sup>a,c</sup>, L. Soto<sup>a,c</sup>, O. Raymond<sup>b</sup>, V. García<sup>b</sup>, J. Heiras<sup>b</sup> y J.M. Siqueiros<sup>b</sup>.

a) Facultad de Física, Universidad de La Habana, Cuba; [portell@fisica.uh.cu](mailto:portell@fisica.uh.cu)<sup>†</sup>,

b) Centro de Nanociencias y Nanotecnología, Ensenada, B.C, México;

c) Instituto Cibernética, Matemáticas y Física, Ciudad de La Habana

<sup>†</sup>autor para la correspondencia [portell@fisica.uh.cu](mailto:portell@fisica.uh.cu)

Recibido el 1/02/09. Aprobado en versión final el 13/06/2010.

**Sumario.** La caracterización de los materiales piezoeléctricos con la temperatura es de gran importancia pues permite ajustar los parámetros tecnológicos para obtener cerámicas de alta calidad. Las constantes electromecánicas de los materiales piezoeléctricos son determinadas por la medición de la admitancia ó impedancia de transductores a partir de las curvas de resonancia. En el trabajo se presenta el equipo construido, que permite medir de forma automatizada las curvas de resonancia en cerámicas piezoeléctricas en el rango de 25 a 150°C y 4Hz a 4 MHz. Esta práctica fue incluida en la asignatura Métodos Experimentales de la Física, que cursan los estudiantes de la carrera de Física en el quinto año. Esta práctica les permite a los alumnos familiarizarse con técnicas modernas así como conocer los fundamentos de la piezoelectricidad y sus aplicaciones. Se calculan a partir de curvas medidas, los parámetros electromecánicos desde 25-150° C con paso de 5° C de las frecuencias resonantes de las curvas Z vs Frec correspondientes al modo radial en cerámicas PZT 53/47: Gd.

**Abstract.** The characterization of piezoelectric materials with the temperature is of great importance since it allows adjusting the technological parameters to obtain high quality ceramic. The electromechanical constants of piezoelectric materials are determined by the measurement of the admittance or impedance of transducers starting from the curves of resonance. In this work an equipment is presented that allows to measure in an automated way the resonance curves of piezoelectric ceramic in the range of 25 at 150°C and between 4Hz to 4 MHz. A new experimental work was included in the subject Experimental Methods of the Physics that the students of the career of Physics study in the fifth year. This practice allows the students to familiarize with a modern technique as well as to know the foundations of the piezoelectricity and its applications. The electromechanical parameters are calculated from the measured curves, from 25-150° C with step of 5° C from the resonant frequencies in Z vs Frec curves corresponding to the radial mode in PZT 53/47: Gd ceramic.

**Palabras clave.** Physics education, 01.40.-d; Physics education laboratory experiments, 01.50.Pa; Piezoelectricity, 77.65.-j; piezoelectric devices, 85.50.-n

### 1 Introducción

La caracterización de los materiales piezoeléctricos con la temperatura es de gran importancia pues permite ajustar

los parámetros tecnológicos para obtener cerámicas de alta calidad. Las constantes electromecánicas de los materiales piezoeléctricos son determinadas por la medición de la admitancia ó impedancia de transductores a partir de las curvas de resonancia. Esta práctica fue in-

cluida en la asignatura Métodos Experimentales de la Física, que cursan los estudiantes de la carrera de Física en el quinto año.

A partir del espectro resonante medido experimentalmente se determinan las frecuencias de resonancia ( $f_r$ ) y antiresonancia ( $f_a$ ) así como la frecuencia de resonancia del primer armónico ( $f_{r1}$ ), las que son las utilizadas para evaluar el efecto piezoeléctrico. Este efecto es tal que promueve ondas mecánicas por la excitación de una señal eléctrica de corriente alterna, que en las frecuencias propias de la piezocerámica ocurre la resonancia electromecánica.

El método de transmisión o método resonante paralelo es nombrado al método para la determinación de la frecuencia de resonancia ( $f_r$ ) en el mínimo de impedancia ( $Z_{\min}$ ) y la frecuencia de antiresonancia ( $f_a$ ) en el máximo de impedancia ( $Z_{\max}$ ), fue establecido por el estándar de la IEEE de Cristales Piezoeléctricos en 1958 [página 289 de 1]. El procedimiento es descrito en los Standard on Piezoelectric Crystals, en 1957 y en [2].

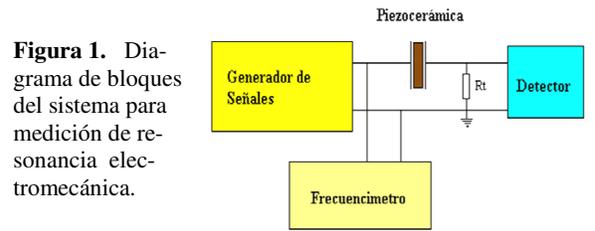
Es el objetivo del trabajo describir un sistema para la caracterización de los parámetros electromecánicos en función de la temperatura, basado en el método de transmisión y los estándar de piezoelectricidad antes mencionados y los resultados obtenidos con el mismo en la caracterización de cerámicas piezoeléctricas PZT dopadas con Gd.

## 2 Descripción del analizador termo-espectral automatizado

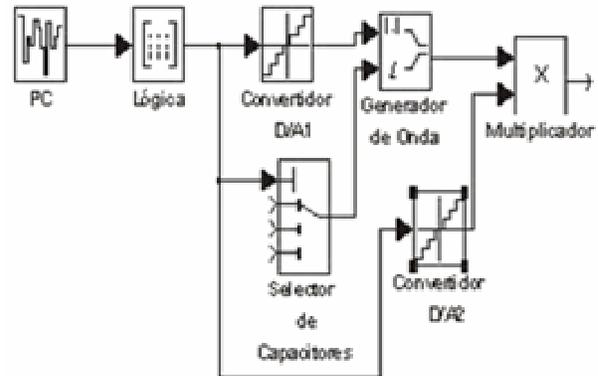
**2.1 Principio de funcionamiento.** El circuito para la medición de la respuesta de la resonancia electromecánica, consiste de un generador de señales con frecuencia y voltaje ajustables. La señal del generador se aplica a un circuito resonante en el que se encuentra la muestra de interés, la respuesta es medida con un detector de RMS y fase (ver figura 1). El experimento consiste en un barrido en la frecuencia del circuito con amplitud de voltaje constante, previamente definida por el investigador, midiendo la respuesta del circuito a la salida en RMS y su desfase respecto a la señal de entrada. Este barrido muestra la respuesta en frecuencia del circuito, que no es más que la respuesta de la muestra. En caso de cerámicas y capas piezoeléctricas polarizadas, se obtienen picos de resonancia de donde proviene el nombre de la técnica.

**2.1.2 Generador de Señales.** La sección del generador de señales está dividida de la siguiente manera (figura 2). La frecuencia y el voltaje deseados se transmiten de manera digital a través del puerto IDE de una computadora. Esta orden es descifrada por medio de una circuitería lógica y después de esto es enviada al convertidor D/A 1, el que ajusta la amplitud de la señal. La circuitería lógica también maneja al convertidor D/A 2 y al selector de capacitores, los que a su vez alimentan al generador de señales ajustando la frecuencia y escala de frecuencias respectivamente. El generador produce una señal periódica de amplitud constante y formas de onda

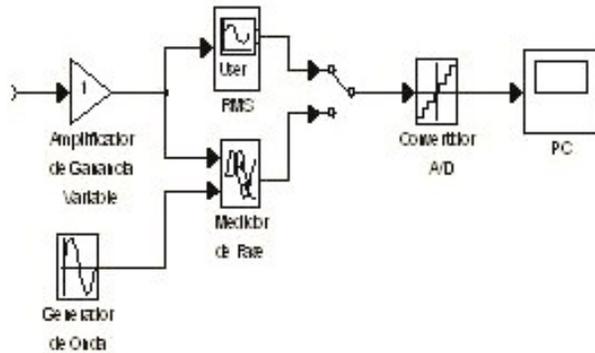
cuadrada o sinusoidal. Esta señal es aplicada a un multiplicador, el que a partir de esta señal y el voltaje del convertidor D/A1, produce una onda periódica con amplitud ajustable, obteniéndose así la señal de interés.



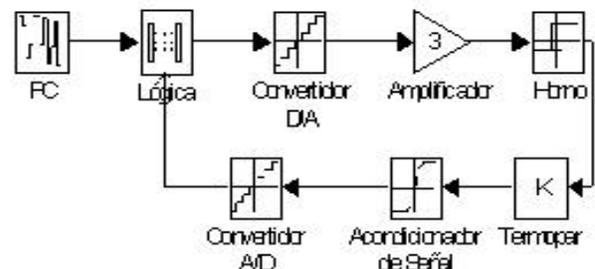
**Figura 1.** Diagrama de bloques del sistema para medición de resonancia electromecánica.



**Figura 2.** Diagrama de bloques del circuito generador de señales.



**Figura 3.** Medición de RMS y Fase.



**Figura 4.** Control de temperatura.

El generador de señales debe tener una impedancia de salida menor que la impedancia mínima de la piezocerámica a medir. La resistencia  $R_t$ , de valor conocido, también debe ser inferior a la impedancia mínima ( $R_t < Z_{\min}$ ) de la muestra a medir. En la determinación de la frecuencia  $f_a$  correspondiente al máximo de impedan-

cia ( $Z_{m\acute{a}x}$ ) debe ser utilizada una resistencia  $R_t$  de mayor valor ( $R_t > Z_{m\acute{a}x}$ ). Generalmente en cerámicas de altos valores de constante dieléctrica no existen problemas, solo en la determinación del factor de acoplamiento transversal  $k_{33}$  en cilindros muy largos.

**2.1.3 Medición de RMS y Fase.** La sección de medición de RMS y fase (ver Figura 3) empieza con la etapa de amplificación de la señal de respuesta del circuito resonante. La señal amplificada es subdividida en dos sistemas: el medidor de RMS que produce un voltaje constante equivalente al RMS de la señal periódica, luego es convertida en señal digital utilizando el convertidor A/D y finalmente leída y almacenada en la PC.

La otra subdivisión es el medidor de fase, el cual compara la fase de la respuesta del circuito resonante, con la fase del generador local de la sección anterior. Esta diferencia de fase es transformada a un voltaje constante, el que es convertido a señal digital con el convertidor A/D y almacenado en la computadora.

**2.1.4 Control de temperatura.** Es muy importante hacer las mediciones de resonancia a diferentes temperaturas, para determinar la estabilidad de los parámetros electromecánicos con la temperatura, es por ello que se incorporó un circuito controlador de temperatura y un horno-portamuestra al sistema. En la figura 4 se puede apreciar el diagrama de bloques del control de temperatura, ésta consta de una PC que hace el control digital del horno por medio de un algoritmo PID (proporcional integral derivativo), ésta ordena a través de su puerto IDE el voltaje necesario para el control y lee la medición de temperatura para hacer correcciones. La lógica canaliza los órdenes de la PC al convertidor D/A, el que convierte el dato binario recibido en una señal de voltaje, la que es amplificada y enviada al horno donde es colocada la muestra de interés. La temperatura es tomada por un sensor de temperatura tipo K y amplificada por un circuito acondicionador de señal, el que entrega una señal de voltaje proporcional a la temperatura al convertidor A/D, que se encarga de transformar esta diferencia de potencial en un código binario que posteriormente será canalizada por la circuitería lógica hacia la PC, la que hará correcciones y controlará la temperatura del horno con un algoritmo PID.

### 3. Resultados de la calibración del equipo

Las mediciones electromecánicas con la temperatura fueron realizadas mediante el analizador termo-espectral automatizado descrito. Su rango de medición comprende valores de tensión ajustables, desde 1-10V, garantizando la tensión escogida constante en el tiempo, y con un rango de variación en la frecuencia de 4 Hz- 4MHz. La precisión de los datos es de hasta 2000 puntos por década de la frecuencia. La temperatura se puede escoger en el rango de 25-200°C y es controlada automatizadamente con un error de  $\pm 1^\circ\text{C}$ . Para verificar la estabilidad de la técnica de medición con la temperatura se realizaron varias

mediciones a una misma temperatura. El sistema es controlado por una PC mediante un software destinado para este fin. El análisis de los datos fue realizado mediante un programa elaborado al efecto, teniendo en cuenta las expresiones de las diferentes constantes dieléctricas, piezoeléctricas y de elasticidad para el modo radial, así como los requerimientos adoptados por el estándar de Piezoelectricidad [3].

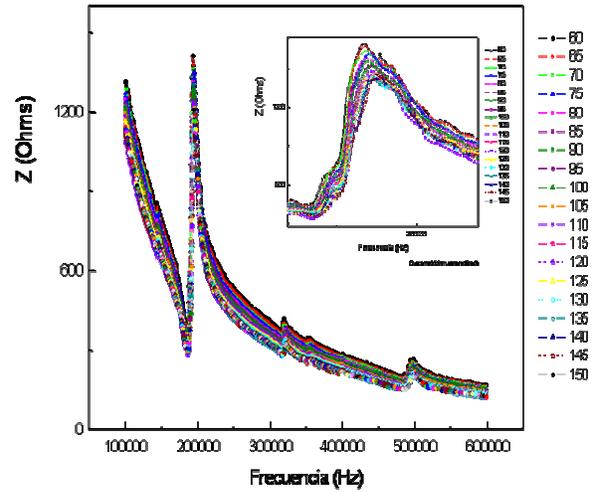


Figura 5. Z vs. T en el modo radial a diferentes temperaturas, para piezocerámicas PZT57/43:Gd.

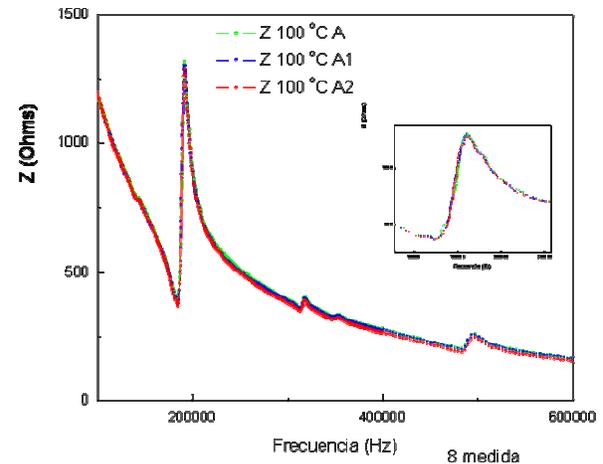


Figura 6. Z vs. T realizada con tres repeticiones a 100°C.

Para la caracterización de una cerámica PZT53/47:Gd [4] fueron escogidas señales de ac tipo sinusoidal de 1 V en el rango de 100 kHz-4 MHz, y a temperaturas constantes como parámetro en el rango de 25-150 °C con un paso de 2 y 5 °C, se caracterizó la piezocerámica PZT53/47:Gd polarizada a 20kV/cm. Se realizaron 8 mediciones y en algunos casos se efectuaron hasta 10 medidas a temperatura constante, para comprobar la estabilidad de la medición con la temperatura, así como posibles efectos de envejecimiento y fátiga en las muestras analizadas. En la Fig. 5, se muestra la resonancia electromecánica en el modo radial y sus

armónicos en piezocerámicas sinterizadas con un diámetro de 11.3 mm y 0.6 mm de espesor. Se inserta en la figura de forma ampliada como el desplazamiento de la frecuencia de resonancia ( $f_r$ ) y de la antiresonancia ( $f_a$ ) con la temperatura, en este caso con variaciones cada 5 °C.

La Fig. 6, muestra como las mediciones no se encuentran afectadas por la fátiga o envejecimiento ferroeléctrico, así como la estabilidad de la técnica. Se escogieron solo 3 medidas a 100 °C de 10 realizadas, para facilitar la visualización del gráfico, en este se observa que no hay variaciones en la respuesta con la temperatura. Este comportamiento es similar al observado a otras temperaturas.

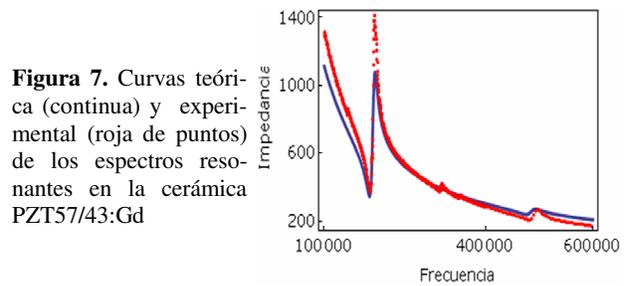
La determinación de las frecuencias de resonancia ( $f_r$ ), antiresonancia ( $f_a$ ), en la impedancia mínima ( $Z_{min}$ ) y máxima ( $Z_{max}$ ) respectivamente, fue realizada de las curvas experimentales. A partir de estos datos se obtuvieron todos los parámetros electromecánicos en el rango de temperaturas desde 25-200 °C. En la fig. 7 se muestran la curva experimental y la del cálculo teórico a partir de la fórmula para la impedancia tomada de [5] y usando el método de cálculo para obtener constantes complejas en cerámicas con pérdidas. Como puede apreciarse hay un buen acuerdo en la posición del primer armónico o modo fundamental y el segundo armónico.

## 4 Realización de la práctica

Se elaboró un folleto [6] para preparación y elaboración del informe por parte de los estudiantes, donde se describe la teoría de la piezoelectricidad partiendo de la termodinámica, las expresiones básicas piezoeléctricas, así como la descripción del coeficiente electromecánico, y sus formas de cálculo y una descripción del montaje experimental.

Los estudiantes con esta práctica pueden caracterizar diversos dispositivos piezoeléctricos, desde un simple disco, un filtro, hasta un sensor ultrasónico. Con esta práctica el estudiante observa experimentalmente los fenómenos de resonancia, específicamente el de resonancia electromecánica, verifica como se altera las curvas resonantes cuando se calienta el piezo-resonador, y es capaz de calcular los coeficientes electromecánicos.

El informe es discutido individualmente con los estudiantes.



**Figura 7.** Curvas teórica (continua) y experimental (roja de puntos) de los espectros resonantes en la cerámica PZT57/43:Gd

## 5 Conclusiones

Esta práctica da una adecuada introducción a los piezoeléctricos, que tienen un sin número de aplicaciones en estos momentos, tanto desde el punto experimental con los métodos de preparación de los mismos, como teórico mediante el cálculo de las constantes electromecánicas de materiales piezoeléctricos.

Esta práctica ha sido probada durante varios cursos, con los estudiantes de la carrera de Física, y continúa su perfeccionamiento. Por parte de los estudiantes se ha mostrando un marcado interés tanto por el desarrollo de la práctica como por el cálculo de las constantes electromecánicas.

## Referencias

1. Y. Xu, Ferroelectric Materials and their Applications, North-Holland, (1991).
2. ANSI/IEEE Standard on Piezoelectricity, Std. 176-1987, IEEE, New York, (1988)
3. H.Meitzler, H.M.O'Bryam Jr, H.F. Tiersten, "Definition and Measurement of Radial Mode Coupling Factors in Piezoelectric Ceramic Materials with Large Variations in Poisson's Ratio". IEEE. Trans. Sonics. Ultrason. S.U-20(3), 233 (1973).
4. Raisa Ledesma, "Estudio de las propiedades electromecánicas con la temperatura en piezocerámicas PZT 53/47 dopadas con 0.06% de Gd<sub>2</sub>O<sub>3</sub>", Tesis de diploma, Facultad de Física, Universidad de la Habana, Cuba(2008).
5. C. Alemany, A M Gonzalez, L Pardot, B Jimenez, F Carmona and J Mendiola, "Automatic determination of complex constants of piezoelectric lossy materials in the radial mode" J. Phys. D: Appl. Phys. 28, 945-956, (1995).
6. J. Portelles, F. Calderón, A. Peláiz, R. Font, S. García, A. Fundora, "Método resonante y resonancia electromecánica", Folleto de Laboratorio, Facultad de Física, Universidad de La Habana, Cuba(2003).