

SISTEMA EXPERIMENTAL PARA EL ESTUDIO DE LA HISTÉRESIS FERROELÉCTRICA EN CAPAS DELGADAS

EXPERIMENTAL SYSTEM FOR FERROELECTRIC HYSTERESIS ANALYSIS ON THIN FILMS

C. E. MORENO-CRESPO, A. PÉLAIZ-BARRANCO[†], Y. MÉNDEZ-GONZÁLEZ, A. SANTANA-GIL, F. CALDERÓN-PIÑAR, Y. GONZÁLEZ-ABREU

Facultad de Física-Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales, Universidad de La Habana. San Lázaro y L, Vedado. La Habana 10400, Cuba; pelaiz@fisica.uh.cu[†]

[†] autor para la correspondencia

Recibido 9/12/2015; Aceptado 8/6/2016

PACS: Data acquisition: hardware and software 07.05.Hd, Computer interfaces 07.05.Wr, Hysteresis in ferroelectricity 77.80.Dj, Circuits electronic 07.50.Ek.

El estudio de las diferentes propiedades en los materiales ferroeléctricos presenta un gran interés en múltiples ramas científicas y de la industria [1,2]. Una de estas propiedades es la que los distingue del resto de los dieléctricos, ya que la dependencia de su polarización (P) con el campo eléctrico externo aplicado (E) se da en forma de un lazo, denominado "Lazo de Histéresis" (Figura 1), debido a la reversibilidad de la polarización [1]. Además, cada material ferroeléctrico posee un lazo de histéresis diferente, similar a lo que sucede con las huellas dactilares [3]. Por otra parte, el uso de capas delgadas ferroeléctricas ha atraído gran atención por su potencial aplicación en memorias ferroeléctricas no volátiles [4]. Estos sistemas ofrecen ventajas en comparación con los sistemas cerámicos en masivo para la producción de dispositivos para la microelectrónica [4].

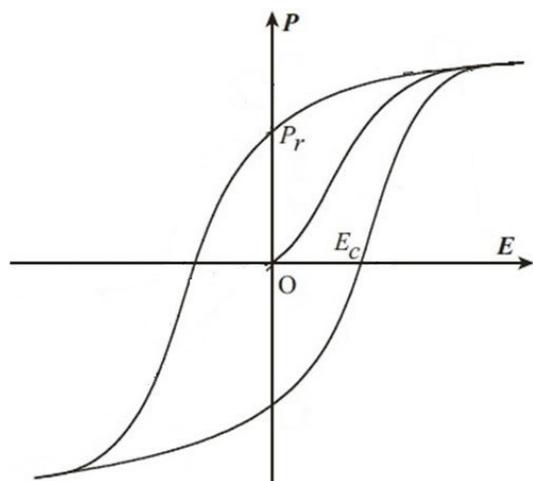


Figura 1. Lazo de histéresis para los materiales ferroeléctricos. Se indican los parámetros fundamentales P_r y E_C .

La forma más utilizada para la obtención de dichos lazos es mediante un montaje experimental conocido como: "Circuito Sawyer-Tower" [4]. A partir de este comportamiento se obtienen parámetros que caracterizan al material en cuestión,

como la polarización remanente (P_r), que es la polarización que permanece en el material una vez retirado el campo eléctrico externo, y el campo coercitivo (E_C), que es el campo eléctrico necesario para invertir el sentido de la polarización en el material. Estos parámetros son los que definen el tipo de aplicación que se le dará a cada material en particular, por lo que su conocimiento es de gran importancia desde el punto de vista de las aplicaciones [5]. Por ejemplo, materiales con altos valores de P_r y bajos valores de E_C son requeridos principalmente en dispositivos de memoria [6]. Además, para capas delgadas ferroeléctricas los altos campos que deben ser aplicados para cambiar el estado de polarización, pueden ser obtenidas con bajos voltajes, haciendo a estas útiles para aplicaciones electrónicas.

En este trabajo tenemos como objetivo desarrollar un sistema que nos permita obtener lazos de histéresis en capas delgadas ferroeléctricas, con el fin de extraer sus parámetros fundamentales. Para ello contamos con una computadora con el programa *LabVIEW*, un osciloscopio de memoria *Tektronix*, una fuente de corriente alterna y los componentes electrónicos necesarios para construir un circuito Sawyer-Tower.

La Figura 2 muestra el llamado "Circuito Sawyer-Tower", utilizado frecuentemente para obtener el lazo de histéresis. La dependencia $P-E$ se obtiene de la siguiente manera. Por el canal 1 del osciloscopio se mide V_{FE} (diferencia de voltaje que hay entre las caras de la muestra ferroeléctrica en cuestión), la cual es proporcional al campo eléctrico aplicado sobre ella según la ecuación 1:

$$E = \frac{V_{FE}}{d}, \quad (1)$$

donde d es el espesor de la muestra.

Por el canal 2 del osciloscopio medimos V_C (diferencia de voltaje que hay entre las placas del capacitor de referencia), la cual es proporcional al desplazamiento del campo eléctrico (D) de la muestra según:

$$D = \frac{Q}{S} = \frac{D_{ref} V_C}{S}, \quad (2)$$

donde Q y C_{ref} son la carga y la capacidad, respectivamente, del capacitor patrón y S es el área de la sección transversal de la muestra. La muestra está conectada en serie con el capacitor de referencia, por lo que las cargas en cada uno de los elementos mencionados anteriormente se igualan, cumpliéndose:

$$Q = C_{ref}V_C = C_{FE}V_{FE}, \quad (3)$$

donde C_{FE} es la capacidad de la muestra.

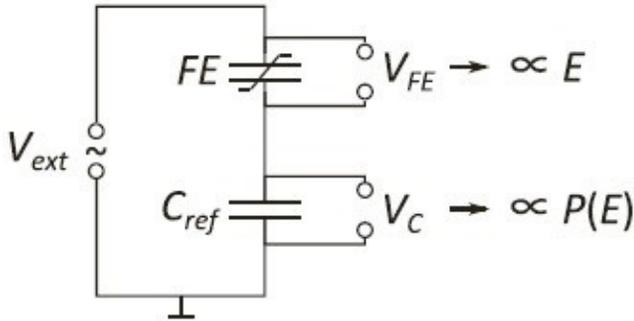


Figura 2. Esquema del circuito “Sawyer-Tower clásico”, donde V_{ext} es el voltaje proporcionado por la fuente.

Se conoce que $D = \epsilon_0 E + P$, siendo ϵ_0 la permitividad dieléctrica del vacío. A partir de la igualdad anterior se puede hacer la aproximación $P \approx D$ para los sistemas ferroeléctricos, dado que por ejemplo: para un valor pequeño de $D = 10 \mu C/cm^2$ y un valor grande de $E = 1 MV/cm$, se obtiene un valor de $\epsilon_0 E = 0.1 \mu C/cm^2$ [4]. Por lo que se puede decir que:

$$P = \frac{C_{ref}V_C}{S}, \quad (4)$$

con un error del 1%.

Conocida la forma en que se pueden obtener los valores del campo eléctrico y la polarización, se procede a la transmisión de dichos valores desde el osciloscopio hacia una computadora.

Para la construcción del sistema experimental utilizamos una fuente de voltaje de $V_{max} = 24V$ (60Hz), además de un capacitor de referencia de $1 \mu F$. Por otra parte, para la obtención de los datos a través de una computadora, se utilizó el programa *LabVIEW*. La Figura 3 muestra la interface que se diseñó para el manejo del usuario durante la adquisición de los datos.

En la Figura 4 se puede ver un esquema simplificado que muestra cómo funciona nuestro programa. Este se elaboró usando el estilo de programación conocido como “máquina de estados”, ya que permite añadir estados y programar los códigos en la medida que se desarrolla el programa. Además, posibilita un control total sobre el flujo de la ejecución y garantiza un mínimo de operaciones a la vez.

Los datos de la medición son enviados por el osciloscopio luego que este recibe los comandos previamente

programados, y son recogidos por cada canal de forma independiente, por lo que se logra con relativa facilidad guardar la medición en un documento de texto con dos columnas, una con los valores del campo eléctrico y la otra con los de polarización. Además, el nombre y la ubicación de este archivo pueden ser elegidas por el usuario.

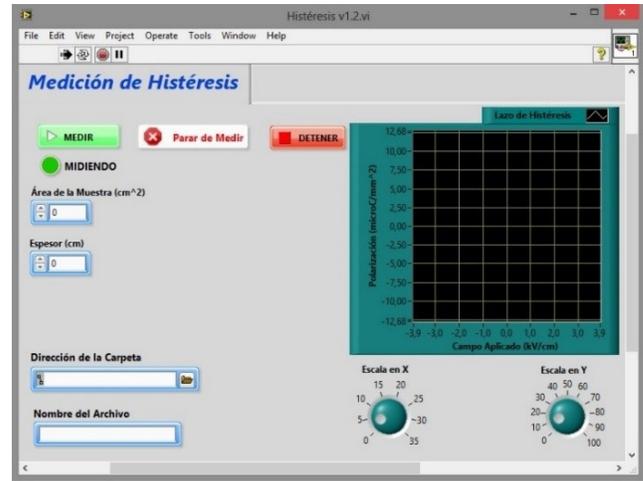


Figura 3. Panel frontal del programa elaborado en *LabVIEW* para la obtención y el graficado de los datos de histéresis.

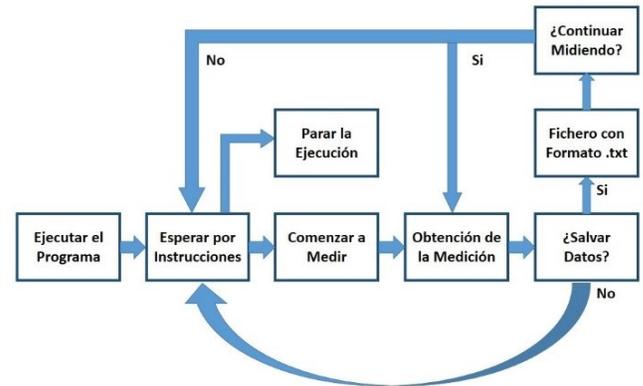


Figura 4. Diagrama de flujo que muestra el principio de funcionamiento del programa creado.

Este sistema permite realizar estudios en capas, en general, de cualquier espesor (desde los nm hasta las μm) y pueden medirse capas con pérdidas dieléctricas pequeñas. Para los parámetros finales, polarización y campo eléctrico, las incertidumbres son $1 \mu C/cm^2$ y $10 kV/cm$, respectivamente.

Finalmente se realizaron mediciones de lazos de histéresis en capas delgadas ferroeléctricas de la familia Aurivillius con vistas a validar el sistema experimental. La Figura 5 muestra una de las mediciones, como ejemplo. Los resultados para la polarización remanente y el campo coercitivo fueron, respectivamente, $P_r = 5 \mu C/cm^2$ y $E_c = 180 kV/cm$, para un campo máximo aplicado de aproximadamente $400 kV/cm$. Reportes previos en capas del tipo $SrBi_2Ta_2O_9$, han mostrado polarizaciones remanentes de igual orden, para campos

máximos aplicados de 600 kV/cm [7, 8], superiores a los que hemos aplicado a la capa estudiada con el sistema desarrollado.

varias capas delgadas de la familia Aurivillius, mostrándose buenos resultados.

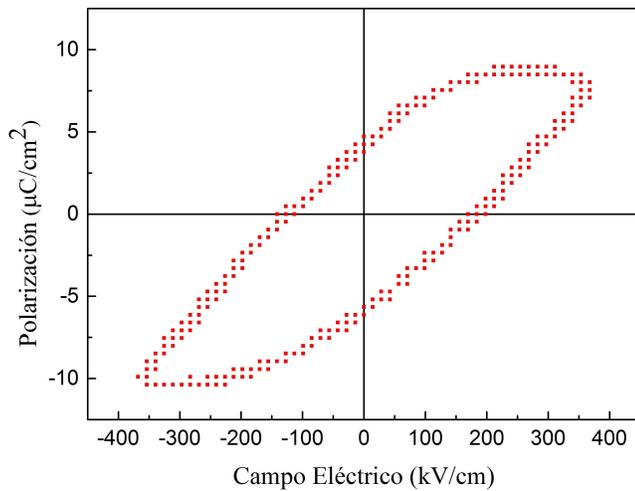


Figura 5. Lazo de histéresis en una capa delgada de la familia Aurivillius, correspondiente al sistema $\text{Sr}_{0.7}\text{Ba}_{0.3}\text{Bi}_2\text{Nb}_2\text{O}_9$.

En este trabajo se realizó el montaje de un sistema experimental que permite la medición de lazos de histéresis en capas delgadas ferroeléctricas, utilizando como elementos centrales un circuito "Sawyer-Tower" y un programa computacional acoplado a este. Se efectuaron mediciones en

REFERENCES

- [1] Y. Xu, *Ferroelectric Materials and Their Applications* (Elsevier Science Publishers B.V., The Netherlands, 1991).
- [2] G. H. Haertling, *J. Am. Ceram. Soc.*, 82 [4] 797-818 (1999).
- [3] Li Jin, Fei Li, and Shujun Zhang, *J. Am. Ceram. Soc.*, 97 [1] 1-27 (2014).
- [4] T. Schenk, E. Yurchuk, S. Mueller, U. Schroeder, S. Starschich, U. Böttger, and T. Mikolajick, *Appl. Phys. Rev.*1, 041103 (2014).
- [5] Xuefeng Chen, Xianlin Dong, Fei Cao, Junxia Wang, and Genshui Wang, *J. Am. Ceram. Soc.*, 97 [1] 213-219 (2014).
- [6] Daniela Cristina Manfroi Rodrigues, "Síntesis de capas delgadas del sistema PMN-PT por el método de precursores óxidos". Tesis de Maestría. Departamento de Física y Química, Universidad Estadual Paulista, Brasil, 2009.
- [7] G. Yuan, J. Liu, Y. Wang, D. Wu, S. Zhang, Q. Shao, and Z. Liu, *Appl. Phys. Lett.*, 84, 3352-3354 (2004).
- [8] S. T. Zhang, W. J. Ji, L. Wang, L. Y. Ding, Y. F. Chen, and Z. G. Liu, *Sol. Sta. Comm.* 149, 434-437 (2009).